

Hand - D. 11.

- 2 -

289

Paraffin-Isomerisation:

- 21.7.37 AlCl₃-Topp-Katalysator, Versuche mit n-Heptan,
HCl als Aktivator.
2.11.37 Versuche mit AlCl₃
19.5.38 " " " ; Paraffine und Naphtene isomerisieren;
Aromaten stören dabei.

Katalytische Gas-Reversion:

Verschiedene Kat.; Ergebnisse schlechter als bei
therm. Gas-Reversion; Versuche bei 20-85 Atm.

ges. Dornath

TITLE PAGE

7. The M. W. Kellogg Company, New York
44723/10 22.9.38. Wirkung von Gleich-
und Gegenstromarbeitweise sowie Druck
beim katalytischen Kracken.
The effect of parallel and counter
current as well as that of pressure
on catalytic cracking.

Frame Nos. 290 - 293

J. Schmidt

The W. W. Kellogg Company, New York,
14723/10, 22. 9. 1938.

Wirkung von Gleich- und Gegenstromarbeitsweise sowie
Druck beim katalytischen Kracken.

Es wird über Ergebnisse berichtet, die in 4 Versuchen mit bewegtem Katalysator beim Kracken von Abadan-Wax-Destillat über Si-Al-Katalysator im Gleichstrom von Öl und Katalysator bei normalem Druck und bei 1,4 Atm. erhalten wurden. Verglichen werden:

- 1) Kracken im Gleichstrom mit Kracken im Gegenstrom;
- 2) Kracken bei 1,4 Atm. mit Kracken bei normalem Druck.

Die Apparatur bestand aus einem Stahlrohr von 2" Durchmesser und etwa 6 Fuß Länge, entsprechend einem nutzbaren Katalysatorraum von 4 Liter. Alle Versuche wurden bei einmaligem Durchgang von frischem Wax-Destillat ausgeführt. In jedem Fall wurde frischer Katalysator verwendet. Zwei Versuche wurden bei normalem Druck und zwei bei 1,4 Atm. gemacht. Die übrigen Versuchsbedingungen blieben im wesentlichen konstant.

Vorheizertemperatur (Öl)	480° C
Katalysator-Temperatur	480° C
Ölmenge	2900 cc/Std.
Katalysator-Menge	750 cc/ Stunde
Konst. Katalysator-Volumen	4 Ltr.
Ölmenge/Kat.-Menge	3,9
Konst. Kat.-Vol./Öl/Std.	1,4

Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Gleichstrom ergab 1,7 Volumen-% höhere Benzin- und C₄-Ausbeute gegenüber Gegenstrom (38 gegen 36,3 Volumen-%).

Die Gegenüberstellung von Gleich- und Gegenstrom zeigt, daß ersterer bewirkt:

- 1) Die gleiche Ausbeute an stabilisiertem Benzin,
- 2) 0,6 Gewichts-% oder 50 cf/b Einspritzung weniger C₄-freies Gas (6,8 gegen 7,4 Gew.-% oder 360 gegen 410 cf.)
- 3) 1 % weniger Koks (3 gegen 4 Gewichts-%)
- 4) 1,7 % mehr Krackrückstand über 205°C (56,7 gegen 55 Vol.-%)
- 5) 6,3 % Abnahme der Fraktion 205 - 342° (Dieselöl) (17,2 gegen 23,5 Vol.-%)
- 6) 8 % mehr Rückstand über 342° (39,5 gegen 31,5 Vol.-%)

Die Wirkung der Fahrweise unter 1,4 Atm. war eine Abnahme der Benzin- + C₄-ausbeute um 8,5 % (38 gegen 29,5 Volumen-%) gegenüber der bei normalem Druck.

Auf gleiche Benzin- + C₄-Ausbeute bezogen bewirkt der Druck von 1,4 Atm.

- 1) Gleiche Ausbeute an stabilisiertem Benzin,
- 2) 0,7 Gewichts-% oder 80 cf./b Einspritzung mehr C₄-freies Gas (4,9 gegen 5,6 Gewichts-% oder 280 gegen 360 cf.)
- 3) 3,2 % mehr Koks (1,8 gegen 5 Gewichts-%)
- 4) 1,8 % weniger Krackrückstand über 205° (64,5 gegen 66,3 Volumen-%)
- 5) 2 % mehr Dieselöl 205-342° (17 gegen 15 Volumen-%)
- 6) 3,8 % weniger Rückstand über 342° (47,5 gegen 51,3 Vol.-%)

Die Produkteigenschaften zeigten folgende Unterschiede:

Benzin:

Gleichstrom ergab ein Benzin mit gleichem Sulfingehalt, A.P., Gum und -Gehalt, aber mit um 1 bis 2 Punkte höherer Oktanzahl als Gegenstrom.

Die Wirkung des Drucks bestand in einer Verminderung der Ungesättigten um 15 % (62 gegen 47 Mol-%), Zunahme des A.P. um 4°C (29 gegen 33°), Verminderung des Gums um 100 mg (180 gegen 80 mg) und Abnahme der Oktanzahl (Motormethode) um 2 bis 3 Punkte.

Dieselöl:

Gleichstrom lieferte ein merklich schlechteres Dieselöl als Gegenstrom (^{Diesel-Index} ~~17~~ gegen 23). Hoch erniedrigte Gleichstrom den Trübungspunkt von etwa -23 auf unter -37°C.

Druck hatte auf das Dieselöl keinen Einfluss.

Rückstand über 342°:

Gleichstrom erhöhte das spezifische Gewicht (1,5 API), den A.P. (5,5°C), den Stockpunkt in geringem Ausmaß und erniedrigte die Viskosität etwas.

Druck änderte die Eigenschaften nicht.

Gas:

Die Gasanalysenwerte streuten zu sehr, um Unterschiede der Arbeitsweise erkennen zu lassen.

gez. Free.

1. Anlage.

Einspritz - Öl.

293

Es war ein Paraffinöl-Destillat aus Iran-Rohöl.

Spezifisches Gewicht		25,5° APJ = 0,906
ASTM-Kurve:		
Beginn		321°
5 %	bei	356°
10 %	"	361°
20 %	"	370°
30 %	"	378°
40 %	"	385°
50 %	"	390°
60 %	"	395°
70 %	"	401°
Rückstand		30 %
Destillat		74,0 %
Rückstand		25,5 %
Verlust		0,5 %
Schwefel		1,56 %
Olefine (Mol.-%)		9 %
Anilinpunkt		85°
Trübungspunkt (ASTM)		32°
Conradson - Test		0,22 % Koks
S. Viskosität bei 37,5°		165
" " 44,2°		103
Paraffin (0°P)		32 Gewichts-%
" (0°C)		11 " " (Schmelzpunkt 50°C)

FILE 1935

8. Besprechung in Lu 558 ueber katalytische
Oelverarbeitung am 23 und 24 Mai 1939.
Conference in Ludwigshafen 558 on the
catalytic treatment of oil on 23 and 24
May 1939.

Frame Nos. 294 - 308

→ *Journal
Forschung, H.
K. W. W.
G. W. W.
H. W. W.*

8. Besprechung über die katalytische Aktivität von
Katalysatoren am 25. Juli 1939

Ans. send:	Dr. Mansfeld	Kellberg 20
	Dr. Schwab	Chemie-Abt. 6.3
	Dr. Herbig	Lehrstuhl
	" Körner	" "
	" Schellhaas	Lehrstuhl I
	Dir. Dr. Pier	Besprechungsversuche
	Dr. Pross	"
	Dr. Schneider	"
	Dr. Kohnen	"

Am 25. Juli 1939 waren von den 150 Teilnehmern
anwesend:

Dr. Simon, Dr. Schmitt, Dr. Schiffmann,
Dr. Uhre, Dr. Joch, Dr. Peters, Dr. From-
berg, Dr. Kohn, Dr. Schellner, Dr. Günther,
Dr. Scherer.

Am 25. Juli 1939 wurden Fragen, die bei katalytischen
Kracken auftauchen, diskutiert. Insbesondere wurde die Frage
der Herstellung fester synthetischer Katalysatoren, Katalysa-
tor-Regeneration, Varmischung und Wärmeabfuhr usw. besprochen.
In Baton Rouge u. a. betrifft der Abfall der Reaktionstemperatur
beim Cracken 25°C, bei adiabatischen Arbeiten sind 20°C zu
erwarten. In Baton Rouge ist die Zyklusdauer 20 bis 30 Minuten,
die Regeneration erfordert 40 Minuten. Herr Mansfeld sagte, daß
olefinarme L-Benzine (A.S.T.M. Acid heat Grenze 10°F zugelassen)

beide Fraktionen in einem geschlossenen System durch einen
 Kolonnenapparat, der durch einen Druck aus demselben
 durch den Kolonnenapparat von dem Kolonnenapparat.

Das Öl wird durch einen Druck von 100 lb/Quadratzoll in
 Anlagen über die Druckverhältnisse (Anlage 1) gebracht.
 Das Öl wird mit einem Zusatz von 10% (100 Teile) bei etwa
 2 atm. etwa 470° und einem Zusatz von 100 lb/Quadratzoll in einer
 Kolonne erhitzt und dann mit einem Zusatz von 10-90%
 nachgeschickt. Herr Dewdney hat eine Verbindung von 5 mg der
 verarbeiteten Fraks an das Laboratorium, dies wurde zugesagt.

Dann wurden einige Angaben über die Drucklose Verflüchtigung
 von Cyclohexan und Heptan durch Versuche in einem 0,5 ltr.-
 Ofen mit bewegtem Analysator (Anlage 2) und über die Aufar-
 beitung von Druckdestillaten nach dem Fraktionierverfahren (Anlage 3)
 gemacht.

Die Herren Dewdney und Mansfield machen Angaben über Ver-
 suche ihrer Gesellschaften (Anlage 4). Außerdem übergab Herr
 Dewdney 6 vorbereitete Memoranden mit Versuchsergebnissen der
 Standard Oil (Anlage 5a-f).

gez. Donath

Katalytisches Cracken.

Der mechanisch festeste Katalysator von Lumm enthält nach Angaben von Dr. Henschel (Dr. Werner 14,6 % Al_2O_3 (K 1766). Er wird durch getrocknete Pillen von SiO_2 ($n_D = 1,46$) und Al_2O_3 (aus Aluminat mit CO_2), festes Verhalten der Niederschläge und Trocken hergestellt und hat ein Schmelzgewicht von 62,5. Die Spaltleistung beträgt für ein peräisches Gasöl 57,8 Volum-% Benzol + C_3C_4 . Beim Regenerieren wird eine Höchsttemperatur von $500^\circ C$ eingehalten.

Herr Mansfeld verlangt von einem idealen Crack-Katalysator folgende Eigenschaften:

- a) Billig in der Herstellung,
- b) Beim Fahren entstandener Abrieb soll sich leicht wieder zu festen Pillen verformen lassen,
- c) Temperaturbeständigkeit,
- d) Unempfindlichkeit gegen Druck und Wasser,
- e) Gute Selektivität,
- f) Der Katalysator soll möglichst keinen Koks bilden, Gasbildung ist erwünschter als Koksbildung.

Das größte Problem beim katalytischen Cracken ist das Abbrennen des Kokes, das entweder lange Regenerationszeiten oder große Temperaturunterschiede zwischen Crack- und Regenerationszyklus bedingt.

Zur Abkürzung der Regenerationszeit wird die Möglichkeit einer Anwendung der Wassergasreaktion erörtert. Bei

den Bleicherden macht aber die Temperaturempfindlichkeit und bei den synthetischen Katalysatoren die Wasserempfindlichkeit diese Arbeitsweise bisher noch nicht möglich.

Von Harry Mannfeld werden folgende Angaben über Größe und Kosten einiger bestehender Kreckanlagen gemacht:

Baton Rouge 100 barr./Tag

Illinois 300 barr./Tag, wird erweitert auf 1000 barr./Tag.

Die Baukosten der Houdry-Anlagen werden höher geschätzt als die der Standard-Anlagen.

Für eine katalytische Kreckanlage, die 10 000 barr./Tag = 1430 t/Tag verarbeitet, werden bei einer Benzinausbeute von 45 Volus-% in einmaligem Durchgang Anlagekosten (einschl. Polymerisationsanlage) in Höhe von rund 2 000 000 Dollar ohne Lizenzgebühr angegeben.

Der Hauptvorteil des katalytischen Kreckens gegenüber dem thermischen Kracken besteht neben einer höheren Oktanzahl des Kreckbensins in der erheblich besseren Qualität des Kreckrückstandes.

Die Herstellung von L-Benzin durch katalytisches Kracken wird für die USA als unökonomisch bezeichnet.

Für die Bestimmung der Olefine in Benzinen der katalytischen Kreckung ist sowohl die Jodzahl wie die "acid-heat"-Methode brauchbar, dagegen liefert die H_2SO_4 -Methode nach Riesenfeld und Bandte ganz unzuverlässige Werte.

Druckdestillation

Es wird eine Kurve besprochen, unter Angabe und der wichtigsten Versuchsbedingungen (Lebensdauer, Zehlfache Zahlen über Inhalt der Apparatur, Durchsatz, Wasserzugmenge und Temperatur. Es wird Grade als Katalysator befähigt, die den Asphalt auf sich zieht, um dessen Ankleben an den Wänden zu vermeiden. Es sollen noch andere Absorbentien probiert werden. Herr Mansfeld erwähnt Blaesstein, schwach aktive Tonerde. Eventuell Zugabe zweier Katalysatoren, einer als Absorbens, einer als Reaktionsbeschleuniger.

Es wird an einigen Beispielen gezeigt, daß bei der Druckdestillation eine wesentliche Abschwächung des Vakuum-Rückstandes $>325^\circ$ und des Asphaltrestes stattfindet, während die Siedekurve $-325^\circ/760$ mm im allgemeinen ziemlich erhalten bleibt. Panuco-Öl macht eine Ausnahme. In diesem Falle wird die Siedekurve ziemlich stark nach unten verschoben. Die Versuchsergebnisse werden diskutiert. Es wird vermutet, daß der hohe Schwefelgehalt des Panuco-Öles der Grund für die starke Spaltung ist. Herr Mansfeld fragt, ob er uns ein Produkt schicken könne. Es handelt sich um Irak-Öl, das ebenfalls sehr schwefelreich sei.

Von Dr. Schiffmann werden Proben von Neitbrooköl, Panuco-Öl, Quiriquiri-Öl und Aruba-Krackrückstand vorgelegt (s. Tabelle).

Es werden Proben vom Originalprodukt, vom Druckdestillat

und vom Rückstand gezeigt von Panuco-Öl, Reiterbrook-Öl und Aruba-Krackerückstand. Dr. Mansfield wirft die Frage der Verwendung des Rückstandes auf, Verbrennen, Schwelen? Dr. Jackh zeigt darauf Proben von der Aufarbeitung des Druckpeches mit Pentanfraktionen. Man kann aus dem Pech ca. 50 % Schmieröl gewinnen.

Dr. Free gibt ein Beispiel, wo katalytisches Cracken und Druckdestillation und anschließendes katalytisches Cracken einander gegenübergestellt werden (Reiterbrooköl):

	Katalytisches Cracken	Druckdestillation + Katalyt. Cracking
% Benzol -190°	36	38
% Koks	17,5	12
% Gas	6,5	5
% Rückstand $>190^{\circ}$	40	45
Oktanzahl (Motormeth.)	65	65

Die "Druckdestillation" besteht aus einer mit Tonscherben gefüllten Vorkammer, in der die Asphalte bei 470° auf den Ton absitzen.

Mr. Mansfield wirft ein, daß diese Arbeitsweise etwa der von Houdry entspreche.

Dr. Pier: Das Druckdestillat kann unmittelbar über fest angeordneten Katalysator gefahren werden. Katalysator-Verschmierung (durch Asphalte) findet nicht statt.

Unsere Herren meinen: die zweckmäßigste Arbeitsweise der Druckdestillation scheint zu sein, immer Mittelöl mitzufahren

(gegebenenfalls erst welches Zusatzes, in endgültige theoretischen Begründungen dafür werden nicht gegeben.

Vergleich zwischen Originalprodukten und Druckdestillaten.

	Reithrook-Öl		Pannco-Öl		Aruba-Krackrückstand		Quirquiri-Roh-Öl	
	Original	Druckdest. x)	Original	Druckdest. x)	Original	Druckdest. x)	Original	Druckdest. x)
Spez. Gew. / °C	0,907 / 50°	0,916 / 20°	0,964 / 80°	0,946 / 20°	1,033 / 50°	1,004 / 50°	-	-
Benzin -200°	6,4	6,4	0	0	0	0	1,6	1,3
% - 325°	23,0	23,7	13,6	17,9	9,3	11,1	30,2	32,6
Rückst. >350°	65,6	55,5	83,4	51,4	82,1	63,3	-	-
Vakuumrückstand >325°	51,5	17,8	63,9	21,2	28,7	9,4	50,3	13,0
Asphalt	1,2	0,3	13,3	0,3	6,0	0,2	0,4	0,28
Pech	-	4,8	-	18	-	15,3	-	6,9
Vergasung + Verlust	-	1,1	-	2	-	1,2	-	0,5

x) Die Zahlen für das Druckdestillat sind umgerechnet auf das Rohöl.

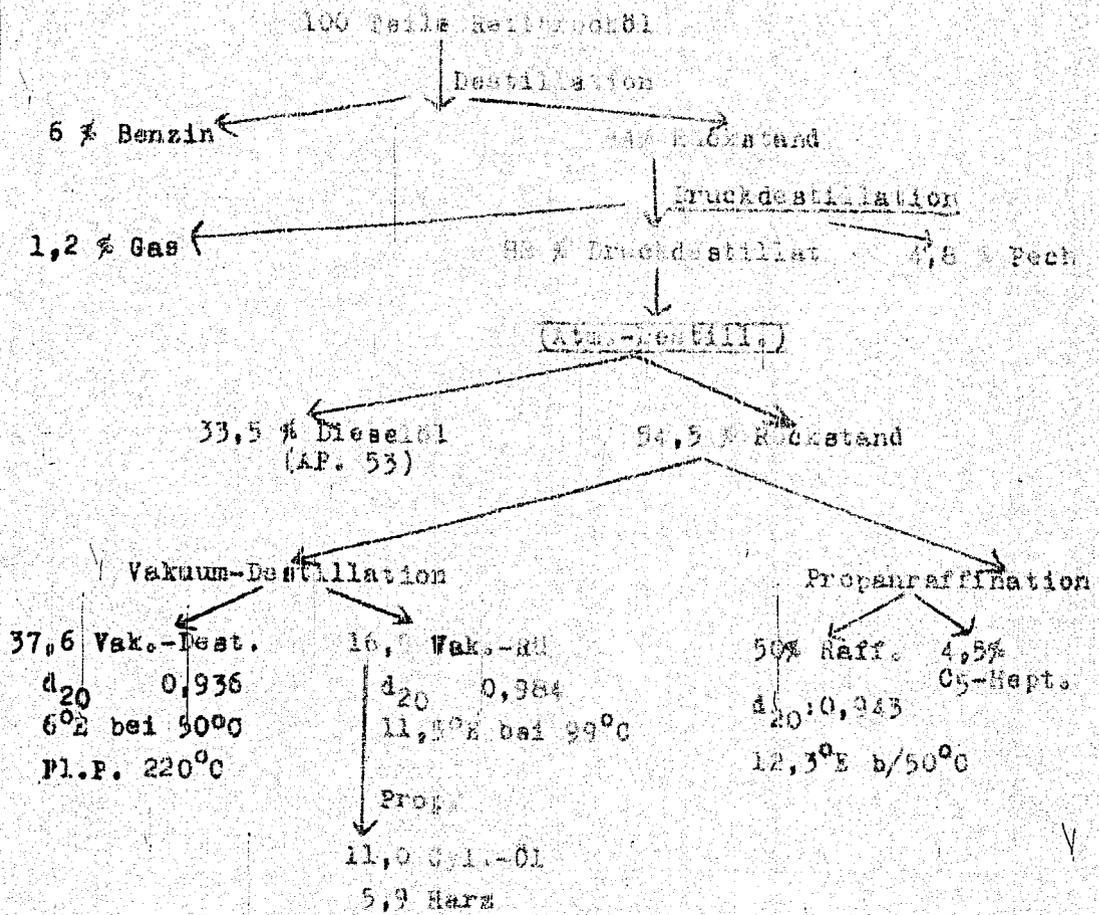
Katalytische Krackung mit Wasserstoff und
bewegtem Katalysator 6108.

Temperatur °C	484	502	518	535	484
Druck	50	-	-	-	15
l Gas/kg Öl	1000	-	-	-	-
Durchsatz	1,0	-	-	-	-
Kat.-Durchs. kg/l	0,15	0,2	0,2	0,14	0,4
Vergasung/Benzin+ Vergasung	5,6	6,2	17,0	20	10,3
Gew.% Benzinkonz. im Anfall	82,4	90,7	85,8	88,6	77,0
Benzin Sp.Gew.	0,756	0,758	0,758	0,757	0,762
%-100°	10	10,5	13,0	12,0	4,5
-150	42	42	49,0	45,0	41,5
Endpunkt °C	203	208	201	204	196
O.Z. Res.-Meth.	49	53	59,5	62,5	46
Mot.- "	44	49,5	57	60	43
" + Pb	69	70,4	75	76	69
% Aromaten	17	20		26	
% Olefine	1,5	2,5		6,0	

Ausgangsmaterial:

Spezifisches Gewicht	0,773
Anilinpunkt °C	58,8
Siedebeginn °C	110
% - 150°	21
180	52
200	69
225	84
Endpunkt °C	254
Benzin -200°	
Oktanzahl Researchmethode	32
" Motermethode	35
" " + Pb	56
Aromaten	14 %

Aufarbeitung von Reifbocköl durch Druckdestillation



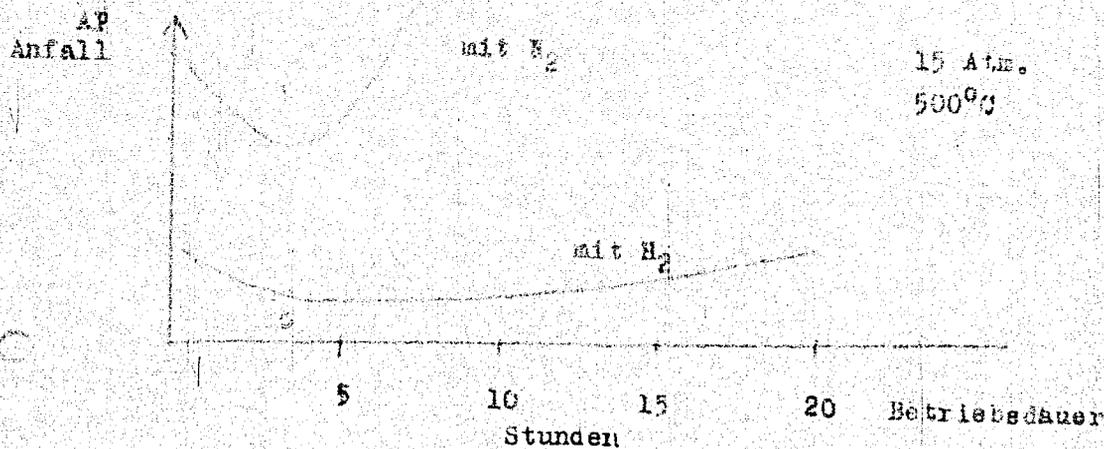
Gesamtausbeute:

- 5 % Benzin
- 33,5 % Dieselöl
- 50,0 % Schmieröl
- 4,7 % Harze und Asphalte
- 4,8 % Druckpech
- 1,2 % Gas

Herr Dewdney erlöst über die Versuche der Standard Oil Co.
Er zeigt alles anhand von einfachen Kurven auf:

1) Wasserstoff-Effekt bei der Dehydrierung:

AP als Funktion der Betriebsdauer ^{x)}

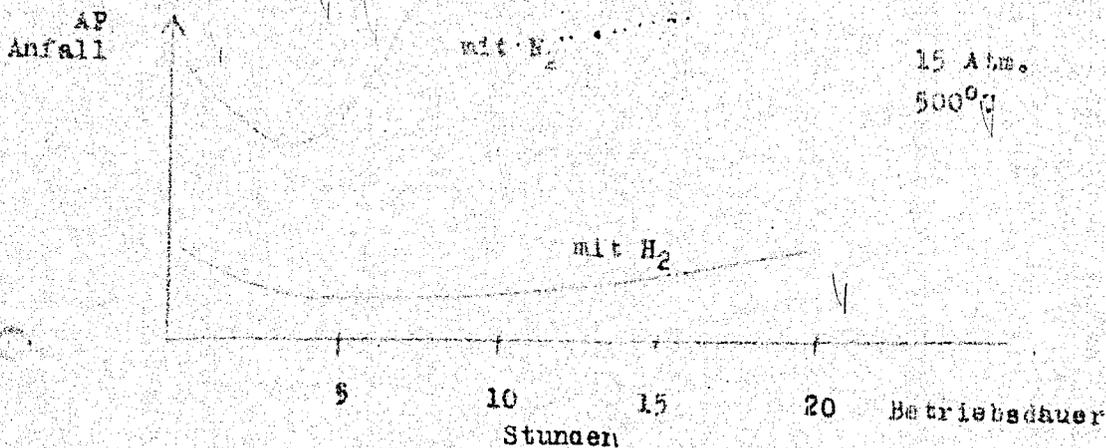


x) die O.Z. ist nach Dr. Dewdney eine etwa geradlinige
Funktion des AP. Je tiefer der AP, desto höher die
O.Z. (trivial)

Herr Dewdney spricht über die Versuche der Standard Oil Co.
 Er zeigt alles anhand von einfachen Kurven auf:

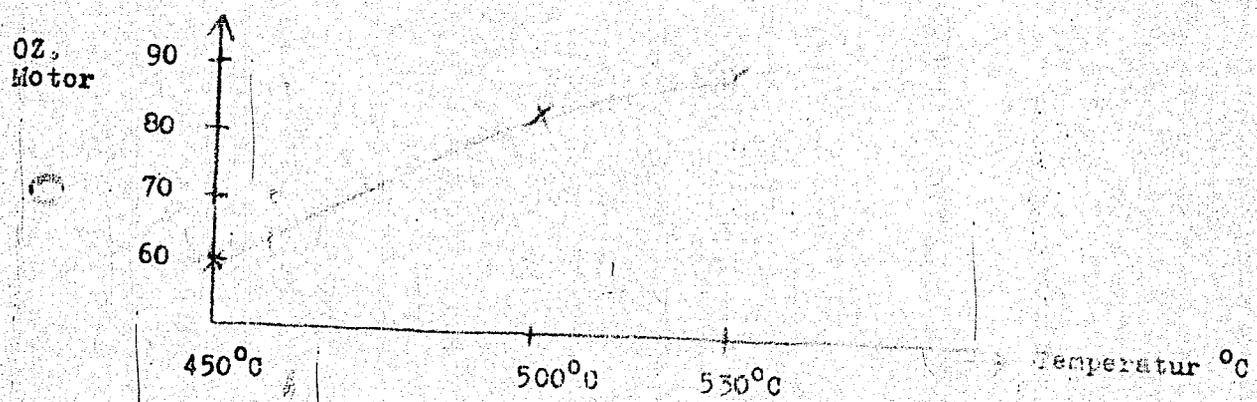
1) Wasserstoff-Effekt bei der Dehydrierung:

AP als Funktion der Betriebsdauer x)



x) die O.Z. ist nach Dr. Dewdney eine etwa geradlinige
 Funktion des AP. Je tiefer der AP, desto höher die
 O.Z. (trivial)

II) Einfluss der Temperatur auf die ... des Anlaufs.



III) Benzinausbeute als Funktion der erreichten Oktanzahl

* Benzinausbeute

100

katalytisch

80

thermisch

65

40

45

50

60

70

80

90

100 OZ. Motor

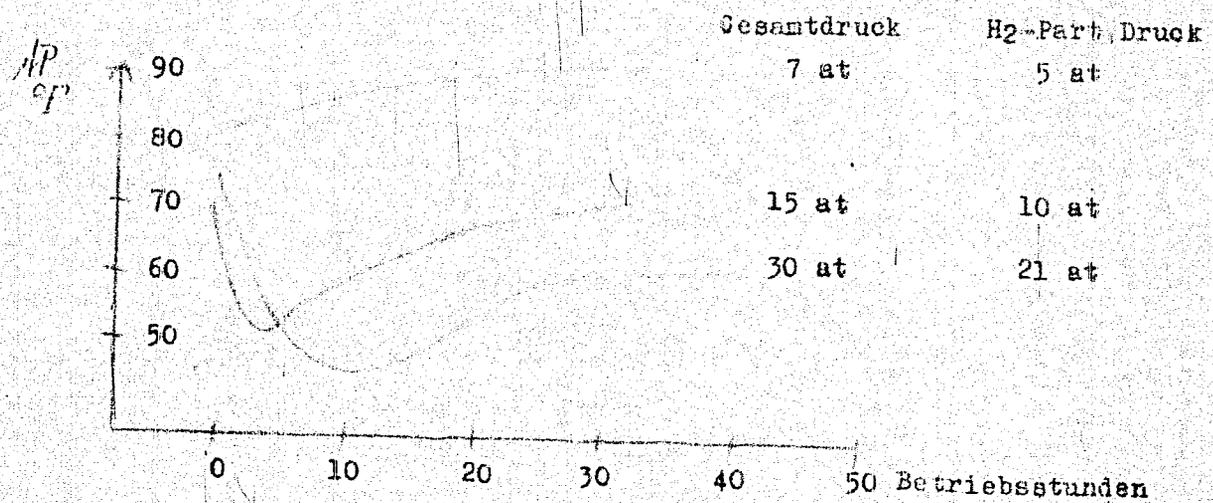
IV) Dehydrierung mit Katalysator DR-269/11 - 269/12

Keine Ringschlüsse (haptische Struktur) werden durch
 Ringe werden abgebaut, die über die Katalysatoroberfläche
 ausgespalten. Die verbleibenden Anteile sind als Paraffine und
 Paraffinon.

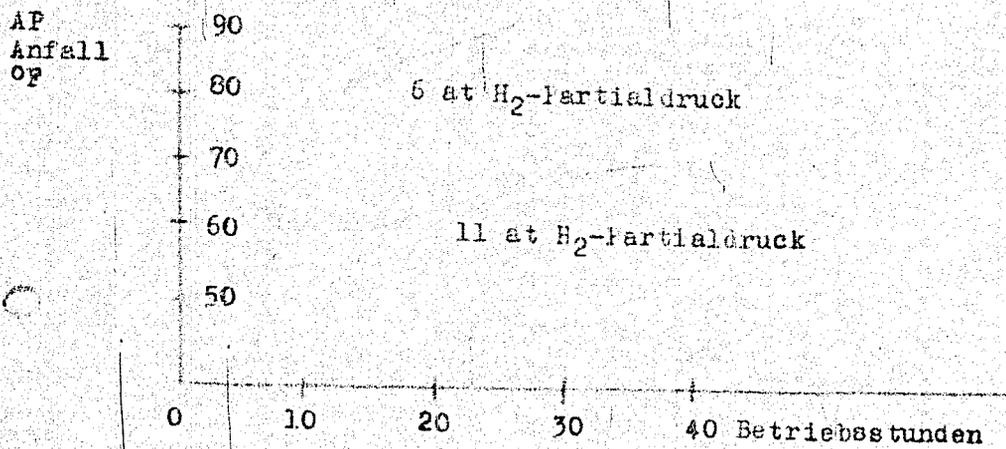
Beispiel:

Benzin	100 %		85 %
% Aromaten	15	} 54	41
% Naphtene	39		12
% Paraffine	44	} 46	28
% Olefine	2		4
% Gas	-		15
			} 53
			} 47

V) Einfluss des Gesamtdruckes auf die Q_2 des Katalysators DR-269.



VI) Einfluss des H_2 -Partialdruckes auf die Kontaktlebensdauer
DE - 215 15 at Gesamtdruck



VII) Zahlen über H_2 -Verbrauch schwanken um den 0-Punkt.

Dr. Bensfeld: ...
 (Bspaltend!) ...
 6 % Mo auf Al_2O_3

Einspritzprodukt	Benzin	119°C	
	Spritzöl	200°C	
	Aromaten	14 %	
	O. Z. Motormeth.	2,3	
Druck	7 at	7 at	15 at
Temperatur	500°C	500°C	495°C
Gas: Öl (cbf/bar)	2500	10000	2500
Gew.-% Benzin	86	81	90
%-100° im Öl	13	22	16
Dampfdruck at Feid	0,3	0,6	0,8
O. Z. Motormeth.	79	89	80

Zum Abschluß: Die Kelllogg ist in ...
 die aus einem schwerbenzin einen Flugkraftstoff machen können,
 also die Siedekurve drücken und dabei ein aromatisches Benzin
 mit noch genügender Bleisensibilität herstellen.

TITLE PAGE

9. Bericht ueber die Besprechung in
Leuna am 24 und 25. Januar 1939.
Katalytische Dehydrierung von Naphtenen.
Katalytische Dehydrierung von n- und
i-C₄ H₁₀.

Report on the conference in Leuna
on the 24 and 25th January 1939.
Catalytic dehydrogenation of naphthene
and catalytic dehydrogenation of
normal and iso C₄ H₁₀.

Frame Nos. 309 - 324

Bericht

⑨ über die Besprechung in Leuna am 24. und 25. Januar 1939

Anwesend waren folgende Herren:

Dr. Herold,	Ammoniakwerk Merseburg
" Kaufmann,	" "
" Woerner,	" "
Roberts,	Standard Oil of Indiana
Marschner,	" " "
Mansfeld,	Kellogg Company
Dewdney,	Standard Oil Co.
Dr. Singer,	I. G. Ludwigshafen
" Frese,	I. G. "

Reihenfolge der behandelten Themen:

- 1) Katalytische Dehydrierung von Naphtenen,
- 2) " " " n- und i-C₁₀H₁₀
- 3) Katalytisches Kracken.

Zu 1)

Dr. Herold gab einleitend einen Überblick über Ziel und Art der angestellten Versuche und bemerkte, daß die Arbeiten bereits 8 Jahre zurückliegen. Als Katalysatoren kamen Ni-W (1 NiS : 2 WS₂) und Zn-Mg-Mo (3510) zur Anwendung. Die Ergebnisse sind in Tabelle I zusammengestellt:

Dehydrierung.

Tabelle I.

Katalysator	Temperatur °C	Durchsatz V/V/Stunde	Druck at	Öl: (H ₂)	C-Vergasung %
1) NiW	475-500	1 Vol.	50	1:5000	1-2
2) ZnMgMo	475-500	1-1,5"	50	1:2000	1-2

Ergebnisse:

Brennprodukt	Vor Dehydrierung			Nach Dehydrierung		
	Arom.+ Olefine	Phenole	O.Z. Delco	Arom.+ Olefine	Phenole	O.Z. Delco
1) 100-180° aus Volkenroda-Erdöl	10		57			66
2) 5058er Benzin 100-180° aus Volkenroda-Erdöl	5		57	21		66
3) Schwalbenbenzin 100-180°		4		33	0	69
4) 5058er Benzin 100-180° aus Schwalbeer-Mittelöl	8		59	20		64
5) Br.-Kohleofen-Benzin 100-200°		10	61	35	0	70
6) 5058er Benzin 100-180° aus Kohleofen-Mittelöl	5		59	22		68
7) Steinkohleofen-Benzin 100-200°		10	91		0	91
8) 5058er Benzin 100-200° aus Steinkohleer	16		65	45		80

Daten eines Steinkohle - Hochdruckhydrier-Benzins vor Behandlung

Fraktion	Vol.-%	Sp.Gew.	Phenole	Anilinp. I	Arom.+Olef.	Anilinp. II
30 - 60°	1,1					
60 - 90°	11,8	0,740	0	33,6°	27,0	50,1°
90 - 120°	16,0	0,775	0	21,3°	35,0	50,0
120 - 150°	15,6	0,823	5	-4,7°	52,0	54,0
150 - 180°	39,0	0,889	15	-13,6°	69,0	55,8
180 - 200°	18,2	0,930	20	unt.-20°	81,0	57,2
über 200°	6,8					
<u>nach Behandlung</u>						
30 - 60°	0,7					
60 - 90°	16,9	0,760	0	15,8°	42	51,1°
90 - 120°	28,9	0,796	0	-3,0°	50	51,2
120 - 150°	17,2	0,828	0	-19,0°	67	58,2
150 - 180°	16,7	0,854	0	-16,0°	77	62,8
180 - 200°	10,0	0,887	0	-17,6°	85	66,8
über 200°	8,9					

Katalysator 3510 wurde vornehmlich für unreine, phenolhaltige Ausgangsble (aus der Sumpphase) verwendet. Die Katalysatoren hatten eine Lebensdauer von mehreren Monaten, ehe eine Regeneration nötig wurde. Die Regeneration erfolgte durch vorsichtiges Abrösten und anschließendes Schwefeln ohne Formänderung. Der Ni-W-Katalysator gab um 1 bis 3 Punkte bessere Oktanzahl als 3510.

Einspritzprodukte:

- 1) Straight-run-Benzin, über Ni-W gefahren,
- 2) Aus der Mittelöl-Fraktion gewonnen (naphtenisch) 85-90%, optimal 92% aller 6-Ringe wurden dehydriert,
- 3) Braunkohlenprodukt,
- 4) Aus a- und s-Mittelöl,
- 5) Aus der Sumpphase, verarbeitet über NiW und 3510,
- 6) Aus der Sumpphase,
- 7) Aus der Sumpphase, verarbeitet über NiW und 3510,
- 8) Aus Steinkohlen-Hochtemperatur-Mittelöl. Bei diesem Versuch wurde der größte H₂-Gewinn beobachtet.

Im allgemeinen trat keine Änderung der Siedekurve durch die Dehydrierung ein. Nur bei viel Phenolen im Einspritzprodukt wurde die Siedekurve erniedrigt. Es wird betont, daß in keinem Fall Neubildung von Aromaten (Cyklisierung) oder Isomerisierung eintrat. Erst bei Temperaturen oberhalb 500°C wird Isomerisierung bei Heptan (nicht bei Kogasin) beobachtet. Die Isomerisierung wurde sowohl durch Anilinpunkt und Oktanzahl-Bestimmungen wie durch Ausschütteln mit starker H₂SO₄ + P₂O₅, wobei die i-Paraffine entfernt werden, nachgewiesen. Dr. Herold bemerkt, daß die Naman-Spektren ebenfalls ein ausgezeichnetes Hilfsmittel seien.

Isomerisierung (bei rein n-paraffinischem Ausgangsmaterial) nachzuweisen.

Die in der Rubrik: Ergebnisse (Tabelle I) angeführten Delco-Oktanzen sind annähernd mit der Research-Oktanzen vergleichbar. Wenn ein Vergleich der Oktanzen vor und nach der Dehydrierung in manchen Fällen (besonders bei 7) trotz erheblicher Zunahme der Aromaten + Olefine keine oder nur geringe Erhöhungen aufweist, so ist zu berücksichtigen, daß die Oktanzen vor der Dehydrierung auf Grund der Anwesenheit von Phenolen, Diolefinen und Olefinen zwar verhältnismäßig hoch, aber wertlos ist. Nach der Dehydrierung liegen qualitativ hochwertige, d. h. raffinierte, hochklopfeste Benzine vor. Mit Ausnahme von Einspritzprodukt Nr. 7, das bei der Behandlung vorzugsweise raffiniert wurde, verbrauchte kein Versuch Wasserstoff.

In der letzten Rubrik: Hochdruckhydrierbenzin war die Fraktion über 200° vor der Behandlung vollkommen flüssig. Nach der Behandlung bestand sie nahezu vollkommen aus Naphthalin. (Dehydrierung von Dekalin und Tetralin).

Die Herren der Standard Oil Company erwähnten, daß größtes Interesse für geeignete Verarbeitungsmethoden der Erdölfraktion 200-250°C vorläge.

Dr. Woerner gab daraufhin folgende Zahlen für Kogasin II Fraktionen, die durch katalytisches Cracken erhalten wurden, bekannt:

Katalysator: Terrana (6103); Temperatur 410°; Durchsatz 0,6 V/V/h.
2 Stunden-Cyclus.

	Bi (stab.) Vol.-%	Cr ₂ O ₃ Vol.-%	Rückstand Vol.-%
Fraction 200-275°	21,6	6,2	71,3
" 200-300°	25,1	5,5	67,1

Die Benzine hatten 40 bzw. 23 % bis 100° siedende Anteile und Oktanzahl (Researchmethode) 57,5 bzw. 60.

Zu 2)

Katalytische Dehydrierung von n- und i-Butan.

Als Katalysatoren wurde A-Kohle und Al-Cr-Kontakte verwendet. Bei letzteren gaben die durch gemeinsame Hydroxydfällung hergestellten die besten Ergebnisse.

Ein Al (25%) + Cr (75%)-Katalysator, der mit 10% Bi₂O₃ (auf Al(OH)₃ bezogen) aktiviert ist, lief 550 Stunden ohne Regeneration und setzte i-Butan um 20% bis 21% um, mit einer Ausbeute von 80 % i-Butylen. Hierbei wurde drucklos bei Temperaturen von 575° bis 620° mit einem Durchsatz von 200 Ltr. i-C₄H₁₀ je Ltr. Katalysator je Stunde gearbeitet.

Beim Arbeiten mit kurzen Perioden (Regeneration) und Al-Cr-Katalysatoren sind Laufzeiten bis 1300 Stunden gefahren, ohne daß die Katalysatoren bisher abklangen. Auf diese Laufzeit entfallen 70 Regenerationsstunden, die in den 1300 Stunden nicht enthalten sind. Insgesamt wurden hierbei 120 kg i-Butylen je Ltr. Katalysator bei 575-590° erhalten. Der Umsatz betrug 18% mit 83% Ausbeute an i-Butylen. Mit a-Kohle-Katalysator (ZnCl₂-aktivierte Torfkohle) beträgt die Leistung nur 30 kg i-Butylen je Ltr. Katalysator.

*Kleinmann
Bi-Katalysator
? Pulvermischung*

Die Al-Cr-Katalysatoren sind fest angeordnet und werden mit Wasserdampf-Luft oder H_2 -Luft regeneriert bei Temperaturen bis zu $650^\circ C$. Ein Wasserdampf-Luftgemisch ist besser als H_2 -Luft. Der Al-Cr-Bi-Katalysator ist H_2O -dampfempfindlich!

Da die Al-Cr-Katalysatoren in der Herstellung teuer sind, wird mit a-Kohle ebenfalls weiter gearbeitet.

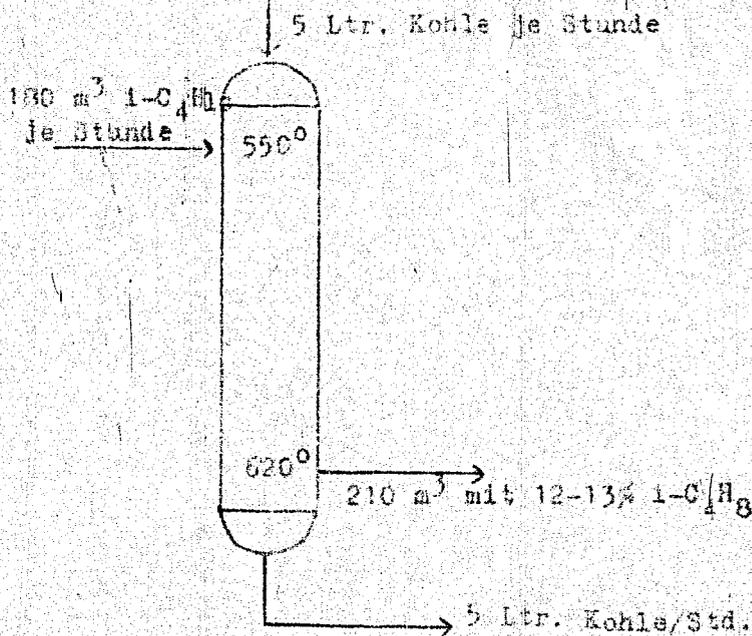
Schüttgewicht der a-Kohle = 0,32 kg/Ltr.

Al-Cr-Kontakt 1,1 " "

Die a-Kohle wird durchgeschleust (2-5 Ltr. je Stunde bei 600 Ltr. Katalysatorraum). Es werden 270-300 Ltr. 1-Butan je Ltr. Katalysator je Stunde gefahren. Unter diesen Bedingungen wird eine mittlere Ausbeute von 80% erreicht. Während des Durchgangs durch den Ofen steigt das Schüttgewicht der Kohle durch C-Ablagerung von 0,32 auf 0,50.

Die Regeneration erfolgt außerhalb des Ofens. Die Kohle erhält ihre volle Aktivität wieder, man verliert aber 50 % an Gewicht, auch wird die Korngröße verkleinert.

Schema der Fahrweise mit a-Kohle.



In neuerer Zeit wurde ein Al-Cr-Bi-Katalysator mit nur 2 % Cr_2O_3 entwickelt.

Herstellungswesen:

Technisches $\text{Al}(\text{OH})_3$ wird in NaOH gelöst ($\text{pH} = 7-8$) und mit CO_2 gefällt. Dann wird mit Chromsäure getränkt und auf 500° erhitzt. Man kann das Cr^{III} auch gemeinsam mit dem $\text{Al}(\text{OH})_3$ ausfällen. Vor dem Pillen werden 1-2% Graphit zugesetzt.

Versuche mit einer Kontaktreihe mit 2, 6 und 10% Cr_2O_3 .

	Umsatz %	Ausbeute in %	Laufzeit in Std.	Ges.-Laufzeit (ohne Regen.) Stunden	Temp. $^\circ\text{C}$
98% Al_2O_3 + 2% Cr_2O_3	20,2	84,4	100	261	
94% Al_2O_3 + 6% Cr_2O_3	18,1	85,5	100	206	je 2 Regenerationen
90% Al_2O_3 + 10% Cr_2O_3	18,0	85,5	100	207	

Die Zahlen (Gesamt-Laufzeit) sind keine Endwerte, da die Versuche bislang noch kein Abklingen zeigen. Die Belastung beträgt 200 Vol./Vol./Std. Regeneriert wurde nach je 100 Stunden Laufzeit bei $600-650^\circ\text{C}$. (Maximal-Temperaturen).

Die Al-Cr-Katalysatoren sind noch nicht sehr fest, sodass ein Durchschleusen nicht möglich ist.

Die Kellogg hat ein Gemisch von n- und i-Butan über Bauxit gefahren und mehr n-Butylen erhalten als nach der Zusammensetzung erwartet wurde. Es soll festgestellt werden, ob es Vorteile hat, n- und i-Butan getrennt über Bauxit zu fahren.

Leuna hat mit Bauxit keine guten Ergebnisse erhalten. Bauxit springt mit nur 50-60% Ausbeute an und erreicht nach

50 weiteren Fahrtstunden nur 75%. Bei einer Temperatur von 550° werden erst nach 80 Stunden einigermaßen brauchbare Ergebnisse erhalten. Bauxit klingt stark ab. Eine Tränkung mit Cr scheint bessere Ergebnisse zu liefern.

n-Butan und i-Butan verhalten sich grundsätzlich verschieden.

n-Butan ist temperatur-empfindlicher. Hier ist bei 550° ein Durchsatz von 700 Ltr./Ltr./Stunde die günstigste Belastung. Bei 10-20% Umsatz werden 90-95% an n-Butylen erhalten. Besser als ein Al-Cr-Katalysator ist für n-Butan ein SiO₂-Cr-Katalysator (1 Mol SiO₂ : 1 Mol Cr(OH)₃).

Es werden Versuchsergebnisse mit verschiedenen SiO₂-Cr(OH)₃-Katalysatoren, die noch fahren, angegeben:

Mol SiO ₂ : Mol Cr(OH) ₃	Umsatz	Ausbeute %	Laufzeit Stunden	Ges.- Laufs. Stunden	Zahl d. Regener.	kg n-C ₄ H ₁₀ je kg Kontakt
1 : 0,25	9,5	89,0	12	12	0	
1 : 0,5	9,9	90,0	12	44	3	
1 : 1	10,5	90,0	12	128	10	41,0
1 : 1,5	9,8	86,0	12	100	7	
1 : 2	9,2	87,0	12	96	7	

Bisher ist noch kein Katalysator inaktiv geworden. Temperatur: 550-570°C; Belastung: 700 Ltr./Ltr./Stunde; (Berührungszeit: <1 Sekunde); drucklos.

Herstellung des SiO₂-Cr(OH)₃-Katalysators.

- I. CrCl₃-Lösung mit NH₃ fällen, Cl-frei waschen.
 - II. Si-Gel aus Sol (P_H = 3) bei p_H = 6 ausfällen, 24 Stunden stehen lassen, absaugen, Cl-frei waschen.
- I u. II nach Analysierung im gewünschten Verhältnis mischen und in einer Kugelmühle vermahlen.

Zu 3)

Katalytisches Cracken.

Die Leuna-Versuchsanlage besteht aus 8 kleinen Aluminium-Blocköfen für Katalysatorversuche (110 und 160 cc Kontakt-raum je Rohr) und 8 größeren Öfen (2 Ltr. Kontaktraum) für Produktstudien.

Die bisherigen Arbeiten betrafen Katalysator- und Produkt-Überprüfungen. Gekrackt wurde: East- und West-Texas Gasöle, paraische Gasöle (Olex), synthetische Öle (Kogasin II) und Hydrierungsöle.

Während bei den Erdölgasölen nur unwesentliche Unterschiede hinsichtlich der Umsetzung feststellbar waren, verhielten sich synthetische und Hydrierungsöle grundsätzlich anders.

Katalysatoren:

Für die Herstellung wirksamer synthetischer Katalysatoren wird Silikatbasis für notwendig gehalten. Diese Katalysatoren zeigen nach 400 Regenerationen, das entspricht etwa einer gesamten Crackzeit von 600 Stunden, kein Abklingen.

Bei natürlichen Erden wurde durch Behandlung mit Mg-Salzen ($MgCl_2$, $MgSO_4$) eine Aktivitätssteigerung erreicht. Das Abklingen läßt sich aber durch eine derartige Behandlung nicht beseitigen.

Nach einer privaten Mitteilung von Herrn Dr. Woerner soll bei Mg-behandeltem Frankonit jedoch die Aktivität überraschend gut erhalten bleiben. Die natürlichen Erden werden bei Temperaturen von 440 bis 450° gefahren.

Herstellung synthetischer Katalysatoren.

Die besten Ergebnisse wurden mit Si-Al-Katalysatoren erhalten. Hinsichtlich der Reproduzierbarkeit gab getrennte Fällung und nachheriges Vermahlen der feuchten, frisch gefällten Gele die besten Katalysatoren.

Das Si-Gel wurde normalerweise aus saurem Bereich ($p_H = 4$ bis 6) über das Sol hergestellt. Das $Al(OH)_3$ -Gel aus dem Aluminat ($p_H = >7$) durch Zersetzen mit Säuren, meist CO_2 . In den meisten Fällen wurde ein Mol-Verhältnis von 5 bis 6 $SiO_2 + 1$ $Al(OH)_3$ gebraucht.

Ein $SiO_2-Al_2O_3$ -Katalysator mit nur 4% Al_2O_3 war ebenfalls hervorragend. Temperaturen für synthetische Si-Al-Katalysatoren: 410 bis $420^\circ C$.

In Leuna entwickelte Si-Mg-Katalysatoren gaben bei Erdölen schlechte, bei synthetischen Ölen dagegen gute Resultate.

Die synthetischen Katalysatoren vertragen hohe Regenerationstemperaturen, sind aber H_2O -dampfeempfindlich.

- 11 -

Aktivität einiger Spaltkontakte unter gleichen Reaktionsbedingungen.East Texas Gasöl (d_{20} 0,853; A.P. 78,6; Siedebereich 272-390°);
Durchsatz 0,6 V/V/Std.; Krackperiode 2 Std.; Temperatur 450°

Katalysator	Schütt- gewicht g/100 com	1 Gas/ 1 Öl	Destillat bis 200°C (1. Krack- periode Vorla- ge bis -80° ge- kühlt) Vol.-%	Rest- Mittelöl Vol.-%
Superfiltrol (800 12E)	78,5	35,0	41,0	58,1
Superfiltrol (800 12E) (nachbehandelt MgSO ₄)	81,0	37,0	46,6	51,8
Superfiltrol (800 12E) (nachbehandelt MgCl ₂)	81,5	37,0	45,9	51,8
Frankonit	75,8	26,5	32,2	66,8
" (1505)	69,5	44,5	45,7	54,8
" (1444)	70,8	37,0	42,2	57,2
" (1510)	64,1	31,0	38,5	60,8
Terrana-Erde	72,0	20,0	29,8	69,7
" (1384)	70,0	41,0	43,4	56,0
<hr/>				
Synthetische Kontakte Si-Al 2:1 Nr. 1427	80,0	64,0	50,0	48,1
1559	52,3	40,0	53,9	45,9
1627	50,3	59,1	47,9	49,7
1628	54,3	50,0	51,8	48,2
1629	55,7	37,0	51,9	47,5
1630	52,7	29,5	48,9	50,2
1642	68,4	44,5	55,1	40,0
1726	68,0	37,0	57,0	43,0
1670	60,0	32,5	58,2	41,9
1673	69,2	37,0	55,2	44,5
1675	75,7	37,0	52,6	46,6
1696	76,0	26,0	46,0	54,0
1492	-	-	46,2	51,1
1509	-	20,0	48,0	52,3
81Mg 1308	65,0	34,0	30,2	68,0
1495	-	41,0	33,4	64,8

Die hier angeführten Zahlen sollen nur dem Katalysatorvergleich dienen. Sie sind aber insofern nicht besonders hierfür geeignet, als keine Unterteilung des Destillats -200° in Benzin und C_3C_4 gemacht ist. Im Destillat ist der gesamte C_3C_4 -Anteil mit enthalten, somit kommt die Selektivität der einzelnen Katalysatoren für Benzinbildung nicht zum Ausdruck. Auf diesen Mangel der Tabelle wurde hingewiesen.

Sämtliche Zahlenangaben gelten für ganz neue, noch nicht regenerierte Katalysatoren, was besonders bei den Naturkatalysatoren zu beachten ist.

600 12E ist ein mit Strangpresse geformtes Superfiltrat.

In der Frankonitspalte ist No. 1 die normale Handelsware, 1505 ist mit $MgCl_2$ aktiviert, 1444 ist H_2SO_4 -behandelt und 1510 ist mit $MnSO_4$ behandelt.

1384 \rightarrow H_2SO_4 -behandelt.

1427 hat ein Gewichtsverhältnis von 2 SiO_2 : 1 Al_2O_3 und wurde durch gemeinsame Fällung beider Komponenten erhalten.

Durch getrennte Gelfällung (siehe oben) und nachträgliches Vermahlen wurden hergestellt:

1559 (6 Mol SiO_2 : 1 Mol $Al(OH)_3$)

1627 (5 " SiO_2 : 1 " $Al(OH)_3$)

1628 (6 " SiO_2 : 1 " $Al(OH)_3$)

1629 (7 " SiO_2 : 1 " $Al(OH)_3$)

1630 (10 " SiO_2 : 1 " $Al(OH)_3$)

Durch Tränken von frisch gefälltem Si-Gel mit $Al(NO_3)_3$, Eindampfen unter Rühren (kein Absaugen!) und thermisches Zersetzen bei 450° wurden hergestellt:

1642	(6 Mol SiO ₂ : 1 Mol Al(OH) ₃ ; P _H = 5,5 - 6)
1726	(5 " " : 1 " " ; P _H = 5)
1670	(4 " " : 1 " " ; P _H = 4)
1673	(7 " " : 1 " " ; P _H = 4)
1675	(9 " " : 1 " " ; P _H = 4)

Die P_H-Werte gelten für die Fällung des Si-Gels.

1696 (3 SiO₂ : 1 Al(OH)₃ = 9,6% Al₂O₃) wurde durch Tränken von Si-Gel (Handelsware der I.G.) mit Al(NO₃)₃ und thermisches Zersetzen bei 450°C gewonnen.

Durch Fällung von SiCl₄ und AlCl₃ in Methanollösung wurden

1492 (1 Mol : 1 Mol) und

1509 (2 " : 1 ")

erhalten.

Die Si-Mg-Katalysatoren wurden durch Quellen von technischem MgO in Ammoniak, Einrühren in alkalifreies Si-Sol (Handelsware) und Eindampfen hergestellt. Die Mol-Verhältnisse sind:

1308 (1 Mol SiO₂ : 1 Mol MgO)

1495 (1,5 " " : 1 " ")

1747/1 ist der bereits erwähnte Si-Al-Katalysator mit nur 4% Al.

322

Krafttemp.	Reaktionszeit	Yield	Krafttemp.	Reaktionszeit	Yield	Krafttemp.	Reaktionszeit	Yield
115-117	1	10,4	115-117	1	10,4	115-117	1	10,4
120-122	1	9,7	120-122	1	9,7	120-122	1	9,7
124-125	1	9,3	124-125	1	9,3	124-125	1	9,3
128-140	140	9,8	128-140	140	9,8	128-140	140	9,8

Vorname	Reaktionszeit	Krafttemp.	Vorname	Reaktionszeit	Krafttemp.	Yield	Stab. No.
Superkittrol 900 128	Krafttemp. Ø 445° 0,5 V/V; 1 Std. Kraftperiode	11-15	East Texas Gasol	90,1	4,9		
	desgleichen	16-20	Perisches Gasol U	91,9	3,8		
Superkittrol 900 128 (McClp-Lsg. behandelt)	Krafttemp. Ø 440° 0,5 V/V/Std. 1 Std. Kraftperiode	11-15	Perisches Gasol U	91,6	7,3		
Frankolit (1505)	Krafttemp. Ø 440° 0,52 V/V/Std. 1 Std. Kraftperiode	21-25	East Texas Gasol	90,7	13,6		
	desgleichen	26-30	Perisches Gasol U	90,1	32,7		
SI-11 1427	Krafttemp. Ø 440° 0,5 V/V/Std. 2 Std. Kraftperiode	156-170	Perisches Gasol W	90,4	33,9		
	desgleichen	171-201	Perisches Gasol W	90,6	34,3		
SI-11 1728	Krafttemp. Ø 445° 0,5 V/V/Std. 1 Std. Kraftperiode	5-9	Perisches Gasol W	91,0	40,6		
SI-11 1508	Krafttemp. Ø 450° 0,5 V/V/Std. 2 Std. Kraftperiode	109-120	East Texas Gasol	90,5	35,2		

322

322

Werte über 800 112 (0,112)

Werte über 0,6 V/V/90 der Insel...

Stat. Beginn	Stat. Ende	Progr. Wert					
30,8	33,4	10,	4,2	4,2			4,0
30,1	30,7	7,	3,2	3,2			3,0
30,0	30,6	6,9	3,1	3,1			3,0
34,5	29,7	0,1	5,4	5,0			4,0

VERSUCHSBEREICH

Stat. Beginn	Stat. Ende	Progr. Wert							
98,1	4,8	30,1	0,0	35,3	37,1	(-1,8)	0,735	30,8	5,0
97,9	3,8	30,0	0,0	34,3	35,3	(-1,0)	0,739	3,5	2,5
94,6	7,3	33,0	14,9	47,8	47,3	(-0,5)	0,738	36,0	
96,2	23,6	29,6	0,6	33,0	33,4	(-0,4)	0,737	34,0	35,0
98,1	32,7	29,3	0,5	35,8	37,7	(-1,9)	0,745	33,4	32,5
99,4	33,9	29,9	10,7	34,1	34,5	(-0,4)	0,745	33,0	33,0
	34,9						0,743	34	33,0
99,6	34,1	30,2	10,5	34,1	34,4	(-0,3)	0,743	4,0	33,8
98,0	40,8	39,8	11,8	40,0	41,1	(-1,1)	0,743	4,5	
	32,2	29,6	6,8	34,3	35,1	(-0,8)	0,730	40,4	39,0

3

Elektrolytprodukte:

Das Elektrolytprodukt Trans-Gasol ist ein Produkt, das durch Elektrolyse von Wasserstoff und Kohlendioxid hergestellt wird.

	<u>Paraffin-Gasol I</u>	<u>Paraffin-Gasol II</u>
Spez. Gewicht	0,737	0,742
Anilinpunkt °C	—	62
50 % "	205°	—
50 % "	—	270°
95 % "	360°	455°

Die Tabellewerte decken sich, soweit exakte Vergleiche mit Versuchen der Standard Oil und des Hochdrucke Laboratoriums sind, mit den von dieser Stelle angegebenen. Leuna führt die synthetischen Si-Al-Katalysatoren bei 410-415°.

Dr. Ringer schlägt eine Abstimmung der Si-Mg-Katalysatoren zwischen Ludwigshafen und Leuna vor, um die dort scheinbar bestehenden Abweichungen zu klären.

Mr. Dewdney gibt folgende Gegenüberstellung synthetischer Si-Al-Katalysatoren von Leuna mit einem synthetischen Si-Al-Katalysator der Standard Oil of New Jersey (CO 32 D).

Katalysator	Dosisatz	Dauer	Volumen-% stabilisiertes Benzin	
			I. G.	Jersey
600 12E	0,6	1 Stunde	34,9	32,5
1427	0,6	2 "	37,3	36,0
1726	1,2	1 "	40,3	34,0
1308	0,6	0,5 "	33,2	44,0

Abschließend gibt Dr. Woerner eine Aufstellung über Crackversuche mit Kogasin II, Fraction: 200-325°, spezifisches Gewicht/20°: 0,766; Anilinpunkt = 38,5°.

	Volum-% stab. B1 (Vol.-% O ₂ O ₄)	B e n z i n e			
		Spez. Gew.	Anilinp. °C	50% bei °C	O-2. (Research)
Terrana 410°, Dm= 0,6 2 Stunden	24,5 (5,2)	0,712	56,5	130°	60,0
Superfiltröl 440°, Dm= 0,62 2 Stunden	29,2 (19,3)	0,700	52,5	96	70,5
Mg-Si (1300) 450°, Dm= 0,62 1 Stunde	31,7 (10,1) 2,3 % O ₂ 55,5% RU A.P. 88,5°	0,703	50,7	105	73

Dr. Herold erwähnt, daß bisher in Leuna wenig systematische Versuche mit Kogasin gemacht worden sind. Man hätte aber festgestellt, daß die beim katalytischen Cracken übliche Fahrweise beim Kogasin kaum zu befriedigenden Ergebnissen führe. Führt man auf siedegerechtes Benzin, mit etwa 40% bis 100°, erhält man ungenügende Oktanzahlen, führt man dagegen auf hohe Oktanzahlen, ist das Benzin als solches nicht verkaufsfähig.

Dr. Ringer schlägt vor, Kogasin unter Druck zu fahren.

Dr. Kaufmann sagt, daß derartige Versuche kurze Zeit in Leuna gefahren seien, man hätte aber damals keinen Erfolg gehabt. Die Druckversuche sollen wieder aufgenommen werden.

TITLE PAGE

OFFICE REPORTS ON VARIOUS PHASES OF HYDROGENATION.
HOCHDRUCKSVERFAHREN LABORATORIES.

S ~~5~~ - 15 / III - B - 9

TITLE PAGE

1. Die in Produktwasser der Kohlenwasserstoff-synthese nach der Schaumfahrweise vorkommenden organischen Stoffe. (Nach vorläufigen Ermittlungen).

Organic matter occurring in the water of reaction of the hydrocarbon synthesis by the emulsion method. (Intermediate investigations).

Frame Nos. 325 - 326

Die im Produktwasser der Kohlenwasserstoffsynthese nach der Schaus-
fahrweise vorkommenden organischen Stoffe.

(Nach vorläufigen Ermittlungen).

Bei der Kohlenwasserstoffsynthese mit Eisenkontakt wird als Nebenprodukt in der Hauptsache CO_2 und nur zum kleineren Teil H_2O erhalten, z.B. entsteht bei der Schausfahrweise bei 250° Synthesetemperatur auf 600 kg Produkt etwa 100 kg Wasser, ohne die darin gelösten organischen Verbindungen gerechnet, statt 700-800 kg, die zu erwarten wären, wenn keine CO_2 und nur H_2O gebildet würde.

Die im Produkt vorkommenden wasserlöslichen Verbindungen, zu denen die niedrigeren Alkohole, Aldehyde, Ketone und Säuren gehören, teilen sich zum größeren Öligen und wässrigeren Anfall je nach ihrer Löslichkeit in Wasser und dem Mengenverhältnis, in dem Öl und Wasser zugegen sind. So kann der wässrige Anfall bis zu einer Konzentration von 20 Gew.-% die genannten Stoffe enthalten.

Besonderen Augenmerk verdient dabei der Umstand, daß die im Wasser gelösten niedrigen Säuren, insbesondere Essigsäure, konzentrierter als diejenigen haben, so daß a.B. von Kontakt oder von der Gasabführung Öligem in Lösung geht. Es wird deshalb im allgemeinen in dem vom Ofen abgehenden Gas- und Produktstrom, dort wo die Bedingungen zum Auftreten von flüssigem Wasser gegeben sind, Sodalösung zur Abbindung der freien Säuren eingeleitet.

Das Produktwasser, das beim Gaswäscherverfahren bei 325° Synthesetemperatur entsteht, wurde gleichzeitig von Herrn Dr. Boente untersucht, welcher darin folgende Stoffe fand:

Acetaldehyd	10 Gew.-%
Aceton	5 " "
Ethanol	55 " "
Propanol	20 " "
Butanol und höhere Alkohole	10 " "

Die Konzentration dieser Stoffe betrug im Produktwasser im Mittel 10 Gew.-%, dazu kam noch etwa 1 Gew.-% freier Säuren.

Das bemerkenswerte Fehlen von Methanol unter den Alkoholen ist durch besondere Prüfung bestätigt und führt zu dem Schluß, daß die vorkommenden Aldehyde und Alkohole über die Oxidreaktion entstanden sind.

In die Schausfahrweise unter anderen Bedingungen, (Sumpf, kolloidalem Kontakt, 250°) vor allem bei niedrigerer Temperatur eingestellt, so war von Interesse auch hier das im Wasser gelöste Material zu lernen. Es war zu erwarten, daß man es etwa mit den gleichen Stoffen wie dort zu tun haben würde.

Ausgangspunkt der Untersuchung war ein Produktwasser des 1. Schmelzschmelzapparates, der bei 20 at und 250° mit einem Gasgemisch CO:H₂=5:4 gefahren wurde. Das Wasser war durch gelöstes Eisen gelbbraun gefärbt, da es schon Gelbfärbung hatte, mit Luft in Berührung zu kommen.

1) Prüfung auf Säuren.

Die Säuren¹⁾ im Produktwasser wurden mit Soda neutralisiert und die gebildeten Salze zur Trockne verdampft. Darauf wurden die Säuren mit H₃PO₄ wieder freigesetzt. Die Phosphorsäure enthielt 11% Wasser, was bei der folgenden Destillation mit Widmerkolonne zur Trennung der einzelnen Säuren berücksichtigt wurde.

Das Produktwasser enthält 3,5 Gew.-% Säuren folgender Zusammensetzung:

Ameisensäure	5 Gew.-% ²⁾
Essigsäure	65 " "
Propionsäure	25 " "
höhere Säuren	5 " "

Das im Säuren gebundene Eisen betrug 0,27 Gew.-% Fe auf Wasseranfall gerechnet. Es war somit 75 der im Wasser befindlichen Säuren auf Eisen gebunden.

Aus dem Produktwasser wurde der Acetaldehyd abdestilliert und dann das Wasser mit H₂CO₃ übersättigt, die abgeschiedenen Alkohole abgetrennt und die Pottaschelösung zwecks Gewinnung der darin noch gelösten Alkohole wieder destilliert, das Destillat abermals mit Pottasche versetzt und die Alkohole abgetrennt.

Die ausgetrennten Alkohole enthielten noch etwas Wasser, das bei der Gewichtbestimmung in Rechnung gesetzt wurde. Die Destillation wurde in einer im hohen mit Raschigringen gefüllten Kolonne ausgeführt.

Es wurde folgende Zusammensetzung ermittelt:

Acetaldehyd	2 - 4 Gew.-% ³⁾
Aceton	1 - 2 " "
Ethanol	45 " "
Propanol sek.	15 " "
" prim.	20 " "
höhere Alkohole	15 " "

Die Gesamtsumme dieser Stoffe betrug im Produktwasser 24 Gew.-% Bezogen auf das Gesamtprodukt abzüglich Vorgasung betragen die Säuren 0,8 Gew.-%, die Alkohole, Acetaldehyd und Aceton 5,5, Gew.-%.

gez. Schmidt
" Michael

1) Die Siedepunkte der Säuren sind:

Ameisensäure	101°
Essigsäure	118°
Propionsäure	141°
n-Buttersäure	162°
iso-	154°

2) Die Ameisensäure wurde durch Reduktion von Silbernitrat identifiziert

3) Die Siedepunkte dieser Verbindungen sind:

Acetaldehyd	20°
Aceton	56°
Ethanol	78°
Propanol sek.	82°
prim.	97°
höhere Alkohole	>100°

TITLE PAGE

2. Ueber den Einfluss der Schwefelung bei der 250
atm Aromatisierung von Steinkohleverflüssigung-
smittelöl mit Tonerde-Terranakontakt.
The influence of the sulfur addition during
the aromatisation of middle oil from coal
liquefaction over alumina (clay)-terraena
contact at 250 at.

Frame No. 327

Über den Einfluss der Schwefelung bei der 270 atü Aromatisierung von Steinkohlenverflüssigungsmittelöl mit Ferran-Terranokontakt.

Beim Ferran-Terran-Kontakt (Nr. 8733) vom Typ 6688 tritt bei der Aromatisierung von Steinkohlenverflüssigungsmittelöl bei Weglassen der Produktschwefelung eine deutliche Verschlechterung der Spaltung ein. Die Benzinkonzentration sinkt um ca. 30 % von s.B. 99 auf 21 %. Hand in Hand damit geht ein Anstieg der Vergasung um einige %, s.B. von 24 auf 28 %. Die Eigenschaften des Aromatisierungsbensins bis 160° bleiben praktisch unverändert. Der Anilinpunkt des B-Mittelöles ist bei Weglassen der Schwefelung um 2-3 % niedriger als mit CS_2 .

Während bei Zusatz von 0,5 % CS_2 ein Abklingen der 6688-Kontakte in Laufe mehrerer Monate nur in ganz beschränktem Maße zu beobachten ist, wurde bei Versuchen ohne Schwefelung schon nach wenigen Tagen ein sehr starkes Abklingen der Spaltleistung festgestellt.

Eine Erhöhung des CS_2 -Zusatzes zum Einspritzprodukt über 0,5 % hinaus bringt keine wesentlichen Vorteile, sie scheint in Gegenteil die Höhe der Vergasung ungünstig zu beeinflussen. (Der CS_2 -Zusatz wurde in einer 20-tägigen Versuchsreihe zwischen 0 und 10 % variiert).

Ebenso wie bei der 600 atü milden Aromatisierung mit Ferran-Kontakt erscheint demnach bei der 270 atü Aromatisierung mit Kontakt vom Typ 6688 eine Schwefelung des Produktes vorteilhaft. Bei Kontakt 7319 wurde demgegenüber kein derartiger Einfluss der Produktschwefelung festgestellt.

ges.- Profimow.

Gemeinsam mit

Dr. Peters
Dr. Günther

Dr. v. Finer
Dr. Füst
Dr. Meier

2.11.36

III. 1. 1. 1.

3. DID-Kontaktprüfungen in 100 com-Ofen.
DID-contact examinations in 100 com-ovens.

Frame nos. 328 - 336

PHD-Kontaktpflegungen in 100 oen-Ofen.

10. Bericht (9. Bericht, 13.1.43, 209734, Ro.)

328

Zusammenfassung.

Die Kontaktpflegungen wurden s. Z. mit den üblichen Schwermetallen (P 1509) s. Z. mit neuen ungarischen Schwermetallen (P 1510) durchgeführt. Die Unterschiede zwischen den Produkten und dem Ergebnisse sind, sofern sich die Arbeitstemperatur beobachtet, so gering, wie sie bei der Auswertung der 100 oen-Ofen nicht berücksichtigt werden können.

Von nun ab ist den Tabellen neben den üblichen Angaben die Angabe des nach einer colorimetrischen Methode bestimmten tatsächlichen NaOH-Gehaltes des Kontaktes in Gramm/Kgr. beigelegt. Dieser Gehalt wird bei der Bewertung der Kontakte mit berücksichtigt.

Ergebnisse der Prüfung von Betriebsproben:

Kontakt	g NaOH/Kgr.	Aktivität	Spaltmaß
7135/65, Paß 500-694	73,0	26,0	18
7135 , " 695-694	92,0	27,5	18
7135/65, " 695-694, laborgetr.	97,5	26,0	14
7535 , " 713-174	54,0	26,8	14
7360/80, " 1673-1678, weiße Würfel	95,0	26,2	18
" " , schwarze Würfel	70,0	29,8	18

Die Kontakte sind als gut bis sehr gut zu bezeichnen.

Die Anbauproben von Pölitz besitzen durchwegs gute Aktivität.

Kontaktschmelzen, die durch Fällung mit KOH hergestellt wurden, sind wesentlich weniger aktiv als solche, die mit NaOH gefällt wurden.

Der bereits einige Male festgestellte Aktivitätsunterschied bei Prüfung von ganzen Stücken und von gekörnten Stücken ist wahrscheinlich auf Unterschiede im NaOH-Gehalt zurückzuführen.

Gesamtamt mit: Dr. Jandt

- Henschel
- Heide
- V. Jandt
- Wittmann
- Günther.

ges. Rötter.

2M 371

Einteilung der geprüften 32 Kontakte:

- 1.) Prüfung von Betriebschargen auf Tonerde La und Op und Abhängigkeit der Aktivität vom MoO_3 -Gehalt.
- 2.) Prüfung der Anoden- und Produktionsproben aus Pölitz.
- 3.) " " Tonerdeproben aus Oppau.
- 4.) " " verschiedener Trägersubstanzen.
- 5.) Einfluss auf die Aktivität bei Tränkung in Strangpreßlings- und Körnerform.
- 6.) Vergleichskontakte.

Vergleich des neuen Schwerbrennsins (P 1518) als Ausgangsprodukt für die IMD-Kontaktprüfung mit dem alten Schwerbrennsin (P 1505). Kontrolle des Molybdängehaltes der Kontakte durch analytische MoO_3 -Bestimmung.

2.2.1: Die untersuchten Betriebsproben der Kontakte 7935 und 7360 besitzen folgende Aktivitäten.

Kontakt:	g MoO_3 -Gehalt/Ltr.:	Aktivität:	Spaltung:
7935/85, Fas 500-654	73,6	26,0	12
7935, Fas 615-694	52,0	27,5	16
7935/85, Fas 615-694, lab. gotr.	97,5	26,0	14
7935, Fas 715-774	54,0	26,0	14
<hr/>			
7360/80, Fas 1673-1678 weisse Würfel	55,0	26,2	16
" " schwarze Würfel	70,0	25,0	15

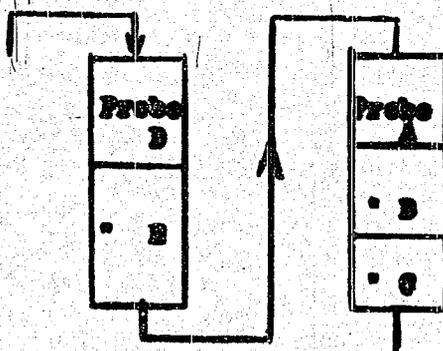
Bei beiden Kontakttypen zeigt sich der Molybdäneinfluss deutlich. Alle Kontakte sind als gut bis sehr gut zu bezeichnen. Die Abriebfestigkeit von Kontakt 7360 ist mit 73,4 % gegen 97,4 - 99 % bei 7935 nicht besonders gut.

Die Betriebsherstellung 7360/80, Fas 1673-1678 zeigte unter den normalen Kontaktwürfeln von grüner bis schwarzer Färbung solche, die vollkommen weiß waren. Diese wurden ausgelesen und neben den dunkel gefärbten untersucht. Sowohl die analytische Untersuchung wie auch die Prüfung im Ofen bestätigten die Vermutung, daß die Farbunterschiede auf verschiedenen Mo-Gehalt zurückzuführen sind.

- 3 -

Die Ursache dieser ungleichmäßigen Brückung wird untersucht.

Die von Pölitz von Ausbrenn der Kammer 21 (am 14.12.42) zusammengebrachten Proben waren in den Öfen 3 und 4 folgendermaßen verteilt:



Sie zeigten folgende Eigenschaften:

Kontakt	Probe	Abrieb	g NaO_2 /lgr.	Aktivität	Spaltung
7360 L - 7935	A	97,3	50,9	26,5	19
7360 L - "	B	94,0	58,7	26,8	17
7360 L - "	C	95,0	52,2	27,0	18
7360	D	86,0	42,2	26,2	16
7360	B	84,0	49,3	26,4	14
Vergleichskontakt					
7935, P. 195-177	--	98,1	49,8	27,4	18
7360, P. 1977-1838	--	92,0	~ 47	~ 26,5	~ 17

Die Kontakte 7360 L - 7935 (Proben A, B, C) sind durch mit etwas höherem Na -Gehalt bedeutend besser als der Vergleichskontakt. Die Proben D und E, Nr. 7360, besitzen etwas geringere Festigkeit, sind aber in Aktivität und Spaltung ebenso gut wie der 7360-Vergleichskontakt.

Die Aktivität der Pölitzer Betriebsprobe K 8500, P 12-34, ist mit NaO_2 als EHD-Kontakt trotz des niedrigen Lithiumgehaltes von 23,9 g NaO_2 gut (ca. 27 mV).

Beif. 5: - Ein Einfluss auf die Aktivität durch Fränkung auf verschiedenen Kontaktformen (Strangprosslinge und gekörnte Strangprosslinge, wie es früher s. Teil beobachtet werden konnte, wurde hier als Wirkung des höheren Na_2O -Gehalten festgestellt. So besteht die Möglichkeit, daß auch in den früheren Fällen, bei welchen noch keine analytische Molybdänbestimmung durchgeführt wurde, der Effekt durch einen höheren Molybdängehalt bewirkt wurde.

Kontakt	g Na_2O in Liter	Aktivität	Spaltung
K 1597 g/l in Strangprosslingen getränkt	40,3	27,2	16
" in 4 - 6 mm Körnern getränkt	53,4	26,5	15

Der Aktivitätsanstieg stimmt mit der bereits früher erwähnten (Ber. 9, 209/31) Molybdängehalt/Aktivitäts-Kurve überein.

Beif. 6: Der Vergleichskontakt 7360, Das 1577-1698 zeigt gegen frühere Versuche noch immer etwas schlechtere Aktivitätswerte 26,4 - 26,8 mV, bei Spaltungen von 14-17 % bis 100% (normal). Die Molybdänbestimmungen sind für die verschiedenen Versuche sehr gut übereinstimmend (46,3 g, 46,7 g, 47,3 g Na_2O /Ltr., was auch für die Zuverlässigkeit der Analysenmethode spricht.

Bei der Prüfung der Kontakte vom Einbau vom 10.1.1945 wurde ein neues Schwerbenzin (P 1518, 90-100°, aus ungarischem Erdöl, Liefer) als Testprodukt verwendet, da das bisher verwendete Produkt (P 1505, 90-100°, aus rumänischem Erdöl) verbraucht war. Die beiden Produkte sind einander sehr ähnlich (Tabelle I) und ergeben auch bei vergleichsweiseem Fahren praktisch keine Unterschiede. Die mit P 1518 untersuchten Kontakte zeigen zwar die Tendenz etwas bessere Aktivitätswerte zu geben (0,1 - 0,2 mV) als mit P 1505, das ist jedoch nicht die Regel.

Praktisch wird bei der Auswertung der Versuche auf den Unterschied der Produkte daher nicht eingegangen.

Tabelle I.

	P 1505, 90-100° rauh. Schwerbenzin	P 1518, 90-100° ungarisches Schwerbenzin
Spos. Gew. / 20°	0,770	0,768
A.P. I , °	43	39,0
A.P. II , °	60,5	59
ASTM: Siedebeginn °	105	107
β - 100°	—	—
- 110°	70	67
- 140°	90	94
- 170°	—	96
Mediane °	170/98,5	176/90,5
Zusammensetzung: Paraffine	54,7	48,5
Naphthene	24,8	27,5
Aromaten	20,5	29,0
Ungesättigte	0	1,0

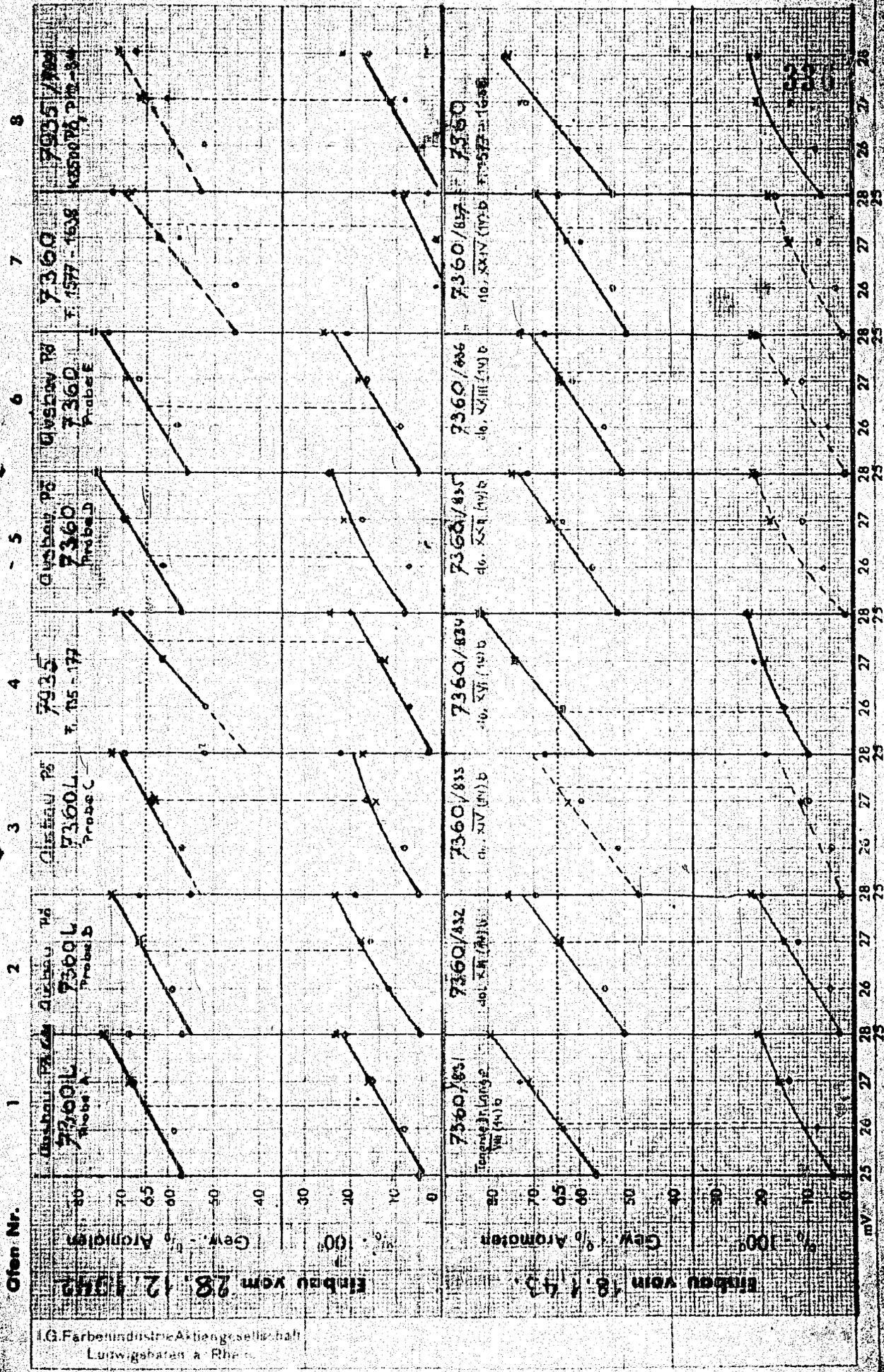
Seit der Feststellung, daß durch die Fraktionierung im Laboratorlumpenmaßstab nur die annehmbarste Molybdänmenge aufgetrennt wird, kommen die Kontakte zur analytischen (colorimetrischen) Molybdänbestimmung. Die gefundenen β-Werte werden mit den für die Öfen 408 bestimmten Schüttgewichten, die sich manchmal stärker von den Schüttgewichten in 1 Ltr.-Öfen unterscheiden, in g H₂O₂/Ltr. umgerechnet und für die Bewertung der Kontakte benutzt.

Die nach der colorimetrischen Methode durchgeführten H₂O₂-Bestimmungen sind, wie bereits bei Punkt 6 erwähnt wurde, sichtlich zuverlässig.

Ofen 408

Diagramm

• Erster Wert
 ○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
 * Wiederholungswerte mit reg. Kontakt



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rh.

Einbau vom 28.12.1945

Einbau vom 18.1.45

7360/835
 7360/834
 7360/833
 7360/832
 7360/831
 7360/826
 7360/825
 7360/824
 7360/823
 7360/822
 7360/821
 7360/820
 7360/819
 7360/818
 7360/817
 7360/816
 7360/815
 7360/814
 7360/813
 7360/812
 7360/811
 7360/810
 7360/809
 7360/808
 7360/807
 7360/806
 7360/805
 7360/804
 7360/803
 7360/802
 7360/801
 7360/800

REFERENCES

4. "Hydrierung" Dr. F. Lier.
"Hydrogenation" Dr. F. Lier.

Frame Nos. 337 - 359

"HYDRIERUNG"

Von

Dr. M. Pier

(Vortrag in der Ergänzungsreihe "Unser Werk" am 19.2.43)
(vorgelesen in Feierabendhaus der I.G. Ludwigshafen/Rh.)

Mitten im Weltkrieg stehen wir, in einem unerhörten Ringen, ein Ringen, wie es wir Deutsche in der Geschichte noch nicht erlebt haben. Ausser der Volkskraft selbst, ausser seiner Ernährung, ausser Land sind Rohstoffe notwendig; Rohstoffe, insbesondere Kohle, Öl, Eisen. Das Öl ist besonders wertvoll und um das Öl ist schon viel Blut geflossen. In klarer Erkenntnis dieser Lage, dass wir Öl viel brauchen, nach der anderen Seite, da wir in Deutschland verhältnismässig wenig Öl fördern, ist gerade im Vierjahresplan der Ölausbau vom Führer durch Hermann Göring angeordnet worden. Dabei sind wir im wesentlichen auf die Kohle angewiesen, die Kohle, von der wir verhältnismässig viel haben - sowohl Braun- wie auch Steinkohle. Es wurde ja schon vor dem Krieg viel geschwelt um des Braunkohlenteeres willen, wobei dann die Grude für Heisswecke verwendet wurde. Bei der Steinkohle wird die Kohle verkocht um des Koksens willen, um guten Hüttenkoks zu erhalten, aber auch, um ihn für andere Zwecke zu machen. Dabei fällt eine bestimmte Menge Hochtemperaturteer an. Neuerdings wird auch die Steinkohlenschwelung stark vorwärtsgetrieben.

Wie es aber grundsätzlich im Kriege lag, das zeigt Ihnen das erste Bild vom Weltkrieg.

Öl als solches kann uns auch wieder nur eine bestimmte Menge von Benzol, Gasöl und Schlieröl liefern, soweit es darin ist, und durch Destillation werden die Einzelprodukte gewonnen, Benzol selbst, was für den Ottomotor besonders wertvoll ist. Sie wissen ja, Öl ist Kohle, für alle Verbrennungsmaschinen mit innerer Verbrennung sehr unterlegen und je niedrig siedender und je mehr ein Öl raffiniert ist, umso wertvoller ist es.

Und dann ist also das Benzol am wertvollsten, am geeignetsten. Benzol ist aber auch im Erdöl verhältnismässig wenig und durch das bekannte Kracken kann man viel mehr aus dem Erdöl gewinnen. Ich setze als bekannt voraus, dass man beim Kracken die Gesamtbilanz von Kohlenstoff und Wasserstoff stimmen muss, der Rückstand wird wasserstoffärmer und gibt teerartige Produkte oder Koks, nach der anderen Seite Benzol und Gas.

Wenn Sie sich hier das Bild ansehen, wie die Lage im Weltkrieg war, so sehen Sie, dass der Verbrauch an Öl bei den Mittelmächten im Verhältnis zu dem der Entente 1,3 : 4 betrug; 1918 war das Verhältnis 1 : 4. Der Gesamtverbrauch an Öl war bei den Feindmächten 25mal so hoch wie bei uns; Sie sehen daraus, dass die Feindstaaten im Öl schwimmen.

Im Vierjahresplan ist insbesondere das von der I.G. ausgearbeitete Hochdruckverfahren zum Einsatz gekommen, das damals gerade reif war und seine Feuerprobe sachlich bestanden hatte. Dieses Verfahren hatte eine grosse Entwicklung hinter sich, es setzte sich stürmisch ein und es hatte ausserordentliche Schwierigkeiten zu überwinden. Es erinnert beispielsweise sehr an den jetzigen Krieg, was Deutschland im Krieg erlebt. Schliesslich haben wir es mit Energie und Zielbewusstsein, Ausdauer, Erfindungsgabe, Fleiss und Zähigkeit geschafft.

Wir haben hier eine rohe Tabelle über das, was für dieses Gebiet von grösster Bedeutung ist. 1910 ist durch Carl Bosch die Ammoniaksynthese in die Technik eingeführt worden. Damit setzte in der BASF eine neue Periode ein. Es entstand Oppau. Der Stickstoff wird unter hohem Druck bei hohen Temperaturen hydriert und liefert so das für die Landwirtschaft, aber auch für den Krieg ausserordentlich wichtige Ammoniak. Es wurde vorher auf andere Weise versucht, das gebundene Stickstoffwaschen technisch darzustellen; ich erinnere dabei an den Lichtbogen.

Ich muss deswegen hierbei verweilen, weil damit auch sachlich eine neue Periode einsetzte, sachlich insofern, als zu dem Chemiker und zu dem Kaufmann, die in der alten BASF wirkten, nunmehr als weitere Arbeitsgrössen hinzukamen der Ingenieur, der Physiker und der Handwerker; weiterhin, dass eine andere Gruppierung kam. Es entstanden jetzt grosse Werke, die aus einem Guss waren, die nicht nur horizontal gegliedert waren wie die alte Fabrik früher, sondern die in sich vertikal gegliedert waren,

wo ein Teil der Fabrikation eng von dem Funktionieren des anderen abhängt. Weiterhin wurden durch den Hochdruck ganz neue Techniken geschaffen. Es entstanden hier grosse Werkstätten, es entstanden in der Maschinenindustrie Kompressoren, Umlaufpumpen und was dergleichen dazu gehört, Betriebskontrollen usw.

Etwa gleichzeitig sehen Sie 1911: Bergius hat zuerst erkannt, dass man, wenn man die Kohle hoch erhitzt, wobei der Teer gewonnen wird, grundsätzlich Wasserstoff anlagern kann. Aus diesen Versuchen entstand dann eine Versuchsanlage im Jahre 1916 in Rheinau. Späterhin - 1924 - wurde eine Grossversuchsanlage für einen Grossversuch errichtet. Dies führte zu grösseren, ich möchte sagen, Autoklavenversuchen, wobei man wohl Kohle verflüssigte, und zwar zu einem grossen Teil (60-70%), und man erhielt in grösserer Ausbeute teerartige Produkte, aber die Produkte als solche waren nicht marktfähig und das ganze war technisch noch nicht reif, um in die Technik übersetzt zu werden. Es wurde wohl versucht, im Jahre 1928 in Duisburg-Meiderich eine grössere Anlage zu errichten, die aber 1930 stillgelegt wurde.

Sie sehen weiterhin 1914 die Ammoniakfabrik Oppau, 1917 Leuna und anschliessend nun an diese Versuche - hier - Stickstoff zu hydrieren. An verschiedenen Stellen unternahm man es auch, das Wassergas umzuwandeln, also Kohlenoxyd hydrieren, und zwar 1912. Herr Mittasch und Schneider haben eingehend hierüber gearbeitet, was zu einem wichtigen Patent führte, was uns allerdings nach dem Kriege sehr gestört hat, weil es uns die Feinde abnahmen. Es wurden Kohlenwasserstoffe, Alkohole usw. erhalten. Aber der Kontakt wuchs, die Rohre zerplatzten, es war kein kontinuierliches Arbeiten mehr möglich.

Erst 1923, als wir die Clotheversuche bei 1 000 atm durchführten, um Stickstoff zu hydrieren, und sehen wollten, ob das für uns zweckmässig wäre, fielen die Versuche negativ aus. Jetzt musste man sehen, dass man diese Apparatur für etwas anderes verwendet, und es kam der Gedanke, Kohlenoxydwasserstoff zu nehmen. Ein glücklicher Griff führte dazu, dass wir beim 6. Versuch schon reines Methanol erhielten. Der Witz war, Eisen fernhalten, Eisen aus der Apparatur halten, also innen auskleiden, aber auch das flüchtige Eisenkarbonyl, das sich mit

feuchten Kohlenoxyd unter Druck bildet, vom Katalysator fernhalten; dieses Eisenkarbonyl, was nachher so grosse Bedeutung hatte als Antiklopfmittel. Herr Müller-Cunradi beschäftigte sich damit, was jetzt auch für die Herstellung von reinem Metall, von reinem Eisen von grosser Bedeutung ist.

Diese Methanolsynthese - ich komme nochmals darauf zurück - war ein Husarenritt, wie ich es immer bezeichne. Innerhalb kurzer Zeit war das Problem gelöst, und innerhalb kurzer Zeit waren diese Laboratoriumsversuche in die Technik übergeführt. Trotzdem die Feinsosen das Werk besetzt hatten, da gingen wir nach Leuna, dort wurden für uns aus der Ammoniakfabrik einige Öfen abgetrennt, die Reinigungsöfen wurden dazu benutzt, eine Gasumlaufpumpe wurde abgetrennt sowie einige Hütten. Der Kreislauf, dass er trocken war, das riskierte man, denn eine Verkupferung oder eine Auskleidung hätte zu lange gedauert. Und es zeigte sich, dass die Kühnheit angebracht war, denn das Methanol trocknete das Kreislaufgas, und dass hier keine Gefahr der Eisenkarbonylbildung möglich war. Das Frischgas musste man besonders trocknen oder beispielsweise durch A-Kohle vom Eisenkarbonyl freimachen. Der Kontakt war Zinkoxyd.

Diese Erfolge ermutigten dann, zu versuchen, auch die Kohlehydrierung, Teerhydrierung und Ölhydrierung auf diesem Wege zu lösen, d.h. katalytisch, zumal diese Methanolkontakte schon viel weniger schwefelempfindlich waren als die früheren Ammoniakkontakte. Siehe da, auch wieder nach ein paar Versuchen fand man ein und gleich mehrere sulfidische Metalle, Eisen-, Molybdän- und Wolframsulfid. Sie setzten Oppauer Braunkohle fast 100%ig in Benzin um.

So entstanden grössere Versuchsanlagen - hier - und diese Versuche gingen wohl vorwärts, hatten zwar grosse Schwierigkeiten. Und trotzdem das grundsätzlich gelöst war, auch in halbtechnischen Einheiten, wagte man es, 1927 eine grosse Versuchsanlage zu bauen; im Juli/August 1928 war der Beschluss gefasst worden und im April 1927 lief die Anlage an. Sie lief an und man hatte grosse Erwartungen darauf gesetzt, und sie wurden nicht erfüllt. Erfüllt wurde in kursem, dass man in der Gasphase - in der zweiten Stufe des Verfahrens - 100%ig das erreichte, was man in kleinem in halbtechnischen Versuchen erreicht hatte, aber nicht erfüllt wurde das, was man in der Kohleverflüssigung selbst erwartet hatte, insbesondere machte die Vorheizung grosse

Schwierigkeiten, es machte die Trennung der Asphalte von den Ölen grosse Schwierigkeiten, die Öfen gingen zu. Aber nachdem man dies behoben hatte, war die sogenannte Rückstandsarbeitung, d.h. die restlose Trennung der nicht abgebauten Kohle von der noch anhaftenden Öle noch nicht gelöst. Das schmiss die Sache zunächst um. Man konnte es im kleinen nicht ausprobieren, es konnte nun im grossen erfolgen.

Wie Sie wissen, ist auch heute noch das Schwelen schwer. Das Schwelen mit halbfesten Massen, die allmählich fest wurden, muss erst mühselig erlernt werden. Dazu kam, dass wir die Kohle damals nur zu 60-70% abbauten und viele solche sog. Rückstände hatten, und man musste deswegen die Kohleerflüssigung auf Teer umstellen und auf Volkenrodaer Öl. Aber das Volkenrodaer Öl blieb auch aus. Die Kosten des Verfahrens waren sehr hoch. Wir hatten zwar eine eigene Verkaufsorganisation mit der Shell und Standard, von der wir 50 % hatten, aber die Verkaufsspesen einer solch verhältnismässig kleinen Verkaufsorganisation waren sehr hoch; praktisch hatte man nur etwa die Hälfte an Erlöse von dem, was an der Tankstelle bezahlt wurde. Es war zeitweise so, dass wir in der Fabrik in Leuna für das Benzin weniger bekamen, als wir für den Teer bezahlt hatten, also 11-12 Pfg., und der Teer hat uns einschliesslich des Verlustes etwa soviel gekostet. Das waren katastrophale Zahlen. Dass da der Idee natürlich etwas der Atem ausgehen drohte, ist nicht verwunderlich. Es ist verwunderlich, dass sie durchgehalten hat. Es ist nicht verwunderlich, dass alle möglichen Kommissionen eingesetzt wurden, die zu prüfen hatten, was an dem Verfahren noch richtig oder falsch war, wie man das noch besser machen sollte. Man musste seine Zeit verträdeln, um den einzelnen Herren Auskunft zu geben und hatte kaum noch Zeit, die Sache vorwärtszutreiben. Aber es musste ja sein. Wie das so ist, wenn was schlecht ist, wird darauf herumgehackt. Ein Pfennig im Benzin minus oder plus bei 100 000 Tonnen bedeutet eine Million im Jahr.

Also, es war auch notwendig, dass dies geschah. Es gehörten halt Nerven dazu, dies durchzuhalten. Es haben durchgehalten, ausser den Leuten, die die Sache bearbeitet haben, Prof. Bosch, der Geheimrat Schmits und insbesondere der Prof. Krauch, dann auch die Werkeleitung in Leuna. Ich möchte dies be-

sonders hier hervorheben. Aber ohne, dass die Leute, die die Sache bearbeitet haben, nicht felsenfest davon überzeugt waren, wäre dies nicht zu schaffen gewesen.

1932 im Frühjahr tagte hier der TEA. Es war der Antrag eingebracht worden, die Hydrierung in Leuna im Frühjahr 1932 abzustellen. Da waren wir im Bau 35 soweit, dass wir die Sache geschmissen hatten, aber es war natürlich schwer, zu überzeugen, dass dies so sei. Denn die Kohle war inzwischen zu 95 und 98 % abgebaut. Wir hatten nachgewiesen, wie man es macht. Die Rückstandaufarbeitung war auf ein Minimum reduziert worden, denn wir hatten immer gesagt, nur die Kohle kann die ganze Sache retten, die Hydrierung hängt nicht am Öl und nicht am Teer, sondern an der Kohle. Es kam so heraus, wie es bei solchen Sitzungen leicht ist. Es wagte doch niemand, die Verantwortung für die Abstellung zu übernehmen, und es wurden nochmals ich glaube etwa RM 50 000 bewilligt.

In Leuna wurde dieser erneute Versuch der Kohleverflüssigung gemacht und er schlug ein. Im Herbst 1932 war die Kohleverflüssigung gesichert. 1933 kam der Umbruch. Dann kam der Beschluss der Vergrößerung von Leuna. Dann kam der Vierjahresplan, dann wurde der Beschluss gefasst, viele Anlagen zu bauen. 1934 wurde die Brabag gegründet, drei Anlagen arbeiten auf Braunkohlen- bzw. Braunkohlenteerbasis, eine Anlage nach dem Fischerverfahren. Und dann kamen viele andere Anlagen. Heute ist es eine zweistellige Zahl. Heute ist es eine gesicherte und grosse Produktion.

1936 hatten wir dann nochmals hier einen grossen Steinkohlenversuch gemacht; darauf wurde Scholven gegründet, das erste Steinkohlenwerk.

Das Fundament der ganzen Entwicklung ist und bleibt aber die Katalyse. Der Rohstoff ist die Kohle. Kohle kann auch ersetzt werden durch Öl oder Teer, je nach dem Durchsatz das doppelte oder mehrfache. Ich kann auch die Kohleanlage auf Teer oder Erdöl umstellen. Je nach dem Rohstoffwechsel kann man dann aus einer Anlage mehr herausholen. Selbstverständlich müssen die Destillationskapazitäten entsprechend grösser sein. Aber auch die Fertigprodukte können in weitgehender Weise schwanken.

Ich habe hier nochmals das Bild über die Kohleverflüssigung vorgeführt; also Kohle + Anreibeöl gibt Kohlebrei, der in dem ersten System auf Mittelöl verarbeitet wird, im zweiten System mit fest angeordnetem Katalysator auf Benzin. Der erste Ofen wird mit fein verteiltem oder kolloidalem Kontakt gefüllt, dann wird der Abschlag herausgezogen, er muss dann geschleudert oder geschwelt werden. Das gibt den Rückstand und wieder das Anreibeöl. Das ist das Prinzip des ganzen Systems.

Wichtig war die Erkenntnis, dass man in zwei Stufen arbeitet. Denn zuerst war es erkannt, dass man Braunkohlenteer in einer Stufe auf Benzin verarbeitet, aber dazu musste man ganz geringe Partialdrucke haben. Waren sie höher, dann war es notwendig, den Kontakt wegen Verkokung und Verschmierung auszuwechseln. Das Produkt ging dann nur in Schwer- und Mittelöle über. Die schweren Öle werden in der Sumpfphase verarbeitet, in der Flüssigkeitsphase mit Wasserstoff und da mit fein verteiltem Kontakt.

Sie haben hier das bekannte Bild des Fließschemas, also Kohle als Rohstoff; dann braucht man Kohle, für den Dampf, Strom, und Dampf für die Wasserstoffherzeugung. Statt Kohle können auch Erdölrückstände oder Teer genommen werden. Wenn man Wasserstoff aus Kohle macht, braucht man ungefähr 1 : 1 : 1, bei der Steinkohle 1,5 Teile für ein Teil Benzin, 1,5 Teile für die Kohlehydrierung selbst, 1,5 Teile für Dampf, Strom, 1,5 Teile für Wasserstoff.

Ausser dem Benzin, was an sich weitgehend raffiniert anfällt, kann man natürlich auch auf Mittelöl, bei Braunkohle Dieselöl oder auf Schmieröl und Paraffin arbeiten, wenn man statt der Sumpf- und Gasphase eine einheitliche Phase nimmt, das TTE-Verfahren, das den gesamten Teer verarbeitet mit fest angeordnetem Kontakt. Das geht nur dann, wenn man nicht stark spaltet. Genau so kann man Benzol raffinieren oder irgendein Benzin oder ein sonstiges Öl, und so wird beispielsweise gross-technisch Braunkohlenteer in Paraffin, Schmieröl und Gasöl praktisch ohne Verluste übergeführt.

Ausser dem Benzin und Gasöl kann man aus der Steinkohle auch Heizöle herstellen. Dies ist besonders für unsere Marine von grosser Bedeutung, da man hier Heizöle gewinnt, die schwerer als 1 sind, und die im Wasser untergehen; im Gegensatz zu den

Heisölen aus Erdölen, sie werden unmittelbar aus der Sumpfhase gewonnen.

Als nächstes Bild sehen Sie das Gesamtmodell einer Hydrieranlage, so wie es technisch aussieht; Sie sehen dabei

- | | |
|----------------------|-------------------------------|
| 1 = Kraftfabrik, | 6 = Kohleaufbereitung, |
| 2 = Wassergasfabrik, | 7 = Breipressen-Umlaufpumpen, |
| 3 = Hygaspaltung, | 8 = Hochdruckkammern, |
| 4 = Kompressoren, | 9 = Rückstandaufarbeitung, |
| 5 = Konvertierung, | 10 = Destillation. |

Was vielleicht auffällt, und das ist immer bemerkenswert: der eigentliche Hochdruck ist verhältnismässig wenig, auch kostenmässig ist die Grössenordnung der Anlagekosten = 20 % von der Gesamtanlage. Es ist grundfalsch zu sagen, der Hochdruck ist teuer, er kann es gar nicht sein, denn die gesamte Ölverarbeitung, das Gesante, was drum und dran hängt, kostet viel Geld und man baut ausserdem heute teuer.

1737

Im nächsten Bild zeige ich Ihnen kurz, wie es bis 1938 aussah "Deutschlands Mineralölverbrauch und Erzeugung aus heimischen Rohstoffen". Ich muss mir selbstverständlich einige Reserven auferlegen, wenn ich auch glaube, in diesem Kreis bis an die Grenze gehen zu dürfen. Von den Zahlen bitte ich keinen Gebrauch zu machen, soweit sie irgendeiner Missdeutung ausliegen. Deutschlands Mineralölverbrauch stieg etwa 1932-33 stürmisch in die Höhe. Die Erzeugung ging ebenfalls stark in die Höhe. Nebenbei sehen Sie den Verbrauch an Leichtkraftstoffen. In der Erzeugung ist auch das Erdöl drin. Ich wollte Ihnen nur ein grosses Bild geben.

Wie es aber jetzt aussieht, zeigt Ihnen das nächste Bild. Sie sehen die Leuna-Produktion und dabei sind ohne Zahlen die Gesamtkosten einschliesslich Amortisation und Rohmaterial usw. kurvenmässig aufgetragen. Sie sehen, wie bis 1932 eine starke Steigerung in der Produktion stattfindet. Die Produktion ist dann weiter angestiegen; gleichzeitig ist aber auch zu ersehen, wie die Gesamtkosten gefallen sind. Genaue Zahlen kann ich Ihnen nicht nennen, Sie können sie sich ungefähr denken. Ich kann Ihnen sagen, dass heute die Zahlen, die wir kalkuliert haben, bevor Leuna gebaut wurde, längst erreicht sind, und das befriedigt uns sehr.

Sie sehen im nächsten Bild, losgelöst von Leuna: Ausbau der Gesamthydrierung. Sie sehen, dass 1933 eine stürmische Aufwärtsentwicklung eingesetzt hat. Insgesamt darf ich Ihnen sagen, es verhält sich ungefähr so zur Zeit, dass etwas mehr aus Braunkohle wie aus Steinkohle gewonnen werden kann, und dass das Verhältnis insgesamt von Teer zu Kohle auch ungefähr 1 : 1 ist, dass sich das Verhältnis demnächst umdreht, weil weitere Steinkohle im Anmarsch ist. Sie sehen daraus, dass gewaltige Werke entstanden sind. Ungefähr ein Bild haben Sie, wenn ich Ihnen sage, dass pro Stunde beinahe 1 Mill. cbm Wasserstoff verbraucht werden. Es ist so, dass wir etwa 50 % des gesamten Öles herstellen, was gebraucht wird; Fliegerbenzin praktisch 100%. Sie können daraus die Qualität ermessen.

Selbstverständlich ist trotzdem noch Not an Kraftstoffen da, und es ist deswegen auch aktuell die vergaste Kohle, für Generatorwagen, die also aus Holz, aus Anthrazit oder Grube in einer eigenen Gasfabrik sich das Gas erzeugen, das sie dann verbrennen. Es ist fraglos für viele Zwecke nicht ungeeignet. Selbstverständlich können sich diese Kraftstoffe nie mit Benzin messen. Für Flugzeuge oder für besondere Anforderungen - für schnelles Anziehen usw. - kommen sie natürlich nicht in Frage; aber für viele andere Zwecke genügt es. Man braucht etwa die 2 1/2-fache bis 3-fache Menge Koks wie Benzin, um dieselben Kilometerzahlen zurückzulegen.

Aber damit hat auch die Steinkohlenschwelerei wieder neuen Auftrieb bekommen. Viele von Ihnen haben neulich den Vortrag von Prof. Lehmann hier über die Veredelungsbilanz der deutschen Steinkohlen gehört. Er hat gesagt, dass es nicht so optimistisch aussieht hinsichtlich der Steinkohle, wie man es allgemein angenommen hat. Die Kohlen reichen nur noch wenige Menschenalter, sowohl Stein- als auch Braunkohle. Es ist deshalb Pflicht, die Kohle in jeder Weise optimal auszuwerten. Der Bergbau sollte die Förderung auf die bedingt bauwürdigen Kohlen ausdehnen. Die Chemie sollte dafür Sorge tragen, dass die in den Kohlen enthaltenen wertvollen Teer- und Gasanteile nicht verfeuert werden, sondern der deutschen Wirtschaft zugeführt werden. In der deutschen Wirtschaft werden heute von den

200 bis 250 Mill. t Förderung nur etwa 30 % in irgendeiner Form durch Schwelen, Hydrieren, Verkoken, Brikettieren veredelt, 70 % werden unveredelt verfeuert. Noch ungünstiger ist das Verhältnis bei den teer- und gasreichen Gasflamkohlen. Hier werden nur etwa 10 % zur Hydrierung oder Schwelung verwendet. Seit die bitumenreichen Oberschlesien- und Saar-Kohlen wieder in unseren Händen sind, haben die Bestrebungen, den Kohlen ihren Teer vor der Verbrennung zu entziehen, wieder Aufschwung bekommen.

Es fehlt vielfach an Koks, Hütten- und Generatorkoks und dergleichen. Es ist von Bedeutung, durch Zuschlag, wie Pech, zu an sich nicht geeigneter Kohle einen brauchbaren Koks durch Brikettierung zu machen. Pech ist auch keins da. Deswegen sind Versuche interessant, die bei uns Dr. Bähr durchführt, die Kohle ansahydrieren oder die Rückstände der Kohle zur Brikettierung zu benutzen. Sie sind besonders für Generatorkoks sehr aussichtsreich und dürften auch für Hüttenkoks in Frage kommen. Grossversuche sind im Gange.

Was speziell in unserem Werk geschehen ist, will ich Ihnen zeigen. Sie sehen den Lageplan des Werkes mit Lu 35. Es ist die Stelle, an der Bosch gearbeitet hat; der Bau lag damals am Ende der Fabrik und jetzt liegt er mittendrin. Es ist die Stelle, wo jetzt vieles geschieht, wo jetzt in der Nachbarschaft das neue Banawerk entsteht.

Ich will Ihnen näher zeigen, wie das im einzelnen aussieht. Sie erkennen die Diamin- und Chlorstrasse und sehen dann den alten Bau 35, auch die Stelle, wo früher die ersten Ammoniakversuche gemacht wurden; rechts unten die alten Kammern, die heute längst verschwunden sind, die ersten Versuchskammern für Ammoniak. Oben links sehen Sie die ersten Methanol- und Benzolveruche. Weiter entlang der Bahn die 300er und 500er und 800er Kammern. Es wurde eine Reihe von Kammern für die Benzolveruche errichtet.

Ich will Ihnen nun erzählen, wie das ganze geistig aussieht. Viele von Ihnen werden das nicht wissen, besonders die jüngeren Kollegen, und viele von den älteren waren vielleicht doch nicht so geistig dabei. Ich kenne es von der anderen Seite. Ich habe es hier in Ludwigshafen nicht mitgemacht, wie Dr. Müller-Guaradi erwähnte, ich war damals noch bei Harnst. Ich habe die

ersten Anfänge der Ammoniaksynthese als junger Mann, der von allen begeistert ist, was gross und neu ist, miterlebt. 1905 erschien ein Buch von Haber über technische Thermodynamik. Darin waren einige ^{eigene} Versuche beschrieben, die er am Karlsruher Institut gemacht hatte, über das Ammoniakgleichgewicht. Diese Versuche 1905 hat sich Nernst vorgeknüpft. Er hat 1906 seinen 3. Wärmesatz aufgestellt, als er von Göttingen nach Berlin kam, und das Berliner Institut von Nernst arbeitete dann über diesen Wärmesatz. Dazu gehörte auch das Ammoniak. Es wurde berechnet, nach den Zahlen von Haber stimmte das nicht mit dem Nernst'schen Theorem überein. Nernst schrieb an Haber, es muss bei Ihnen etwas nicht in Ordnung sein bei Ihren Versuchen. Haber wurde saugrob und Nernst sagte, ich mache dann selbst Versuche. Und er machte dann Versuche und zwar in diesem Ofen hier. Er sagte sich, ich habe keine Katalysatoren, ich kann also bis jetzt nur bei 700° das Gleichgewicht herstellen, um die Daten richtig zu bekommen, und dann muss ich Druck anwenden. Er nahm Bomben und mischte diese und kam auf 70 at. Er nahm ein nahtloses Gasrohr, in der Werkstatt machte sein Mechaniker Schlüter einen solchen Ofen. Dieser Ofen ist historisch, er ist von grosser Bedeutung, weil damit die ersten Druckversuche gemacht wurden, und zwar dynamische Druckversuche. Wie Sie auf dem Bild sehen, geht es auf der einen Seite hinein, auf der anderen Seite heraus. Die Heizung war mit Harinolein verkittet, es war eine Innenheizung, wohl mit Asbest ausgestopft. Das ganze war in einem Holzsauber Arin, damit die Wandung kalt blieb und nicht angegriffen wurde, der Asbest trennte wohl den schädlichen Raum, aber es war viel schädlicher Raum vorhanden. Ich erwähne das deswegen, weil ich auf Veranlassung von Nernst damals auch schon Kohlenwasserstoffversuche mit dem gleichen System machte. Wie dieser Ammoniakstrom erledigt war - prinzipiell ist er nie erledigt worden - näherte man sich gegenseitig etwas. Man fand dann im Haber'schen Institut, wie das nächste Bild zeigt, wo der Ofen dieses Instituts, die Innenheizöfen der I.G., wie die Übe Entwicklung dieser Öfen weitergeht, grundsätzlich verwandt, alles Innenheizung und für Ammoniak bei 200 at recht geeignet, sogar ausgezeichnet geeignet, wo die Konzentration eines Produktes gering ist, sodass keine Verflüssigung an den Wänden eintrat. Aber nicht geeignet, wenn starke

Nebenreaktionen eintreten, nicht geeignet für den Versuch rechts bei 1 000 atm. Ich machte da Versuche mit Kohlenoxydwasserstoff, es kam nichts heraus, nur Schmiere, weil der schädliche Raum da war, man war technisch nicht so weit. Ich hatte auf Veranlassung von Harnst auszurechnen: was bildet sich aus Kohlenoxydwasserstoff theoretisch, was ist da thermodynamisch möglich. Unter diesen Stoffen, die da möglich waren, war auch Methylalkohol. Veröffentlicht ist darüber nichts geworden, es blieb aber im Gedächtnis.

Sie sehen hier der rechte Ofen, an den ich gestellt wurde, wurde im August 1920 aufgestellt und in Oppau im Bau 7 Versuche gemacht. Dort wollte man mich rausschmeissen, weil man Angst hatte, ich wollte die Kammern in die Luft sprengen. Da stand dieser 1 000 at-Ofen, konstruiert von Wildhagen. Er ist prinzipiell ganz schön, aber nicht für diesen Zweck, denn wenn man hier bei 1 000 atm Ammoniak machen will, dann bekommt man immer den Partialdruck des Dampfdruckes von Ammoniak heraus; das Ammoniak kondensiert an den kalten Wänden, dann kommt immer eine bestimmte Konzentration heraus, bis man darin versoffen ist. Also von Gleichgewichtsbestimmungen und dergleichen, da muss man dann noch komplizierter eingerichtet sein. Selbstverständlich geht es auch so, aber es scheitert grundsätzlich an dem grossen schädlichen Raum, der hier gekennzeichnet ist.

Der nächste Ofen ist von Bedeutung, denn wir verwendeten ihn sowohl für die Methanol- wie auch für die Benzinsynthese, der einfache glatte Ofen, der einen Verdränger hat, wo der Kontakt drin sitzt, ist aussen geheizt. Es ist selbstverständlich, es ist einfach, aber es machte nicht jeder so, und deswegen erwähne ich das. Die Benzinsgeschichte und die Methanolsache wären nie gekommen, wenn man nicht dynamisch gearbeitet hätte in einem einfachen System. Meine Herren, denken Sie immer daran, bleiben Sie einfach und vergessen Sie das Prinzipielle nicht. Das ist hier die eigentliche Lösung des Rätsels, alles andere ist von selbst, ist logisch aufgebaut und mit einer gewissen Findigkeit gemacht. Es ist alles keine Hexerei. Nirgends ist Hexerei, es ist irgendwo ein System und hier ist es. Dieser Ofen ist es, der uns zum Ziel gebracht hat, ich habe ihn hier mitgebracht, denn ich habe früher schon daran gearbeitet. Ich hatte an der Zentralstelle, wie die erfolgreichen Ammoniakversuche von Karlsruhe bekannt waren und die I.G. aufgenommen

hatte, mir dann gesagt, die Versuche mache ich sofort nach. Ich liess mir von deutschen Waffen Gewehrläufe geben. Die flogen einem um die Ohren, denn Nickelstahl ist besonders empfindlich gegen Wasserstoff. Ich wendete mich an Krupp wegen Vanadinstahl; der hielt und so kam man dazu und nahm dann aussen geheizte Öfen. Das zur Historie und ich erwähne es deswegen nur.

Im nächsten Bild sehen Sie, wie unsere Kleinapparatur aussieht. Der Verdränger ist hier nicht gezeigt. Statt des Vorratsbehälters kann man auch eine Pumpe nehmen und hinten ist ein Schauglas. Man muss Temperatur haben und Druck, Wasserstoff als Ausgangsprodukt usw. So ist es, wie man es gemacht hatte bei Methanol und Borsin, und ich darf noch kurz auf Methanol eingehen.

Das Methanol ist ja hier gefunden worden und schade, die Produktion wäre auch hierher gekommen, wenn nicht die Franzosen das Werk besetzt hätten; als unser 300er Ofen anlief, da stand Dr. Stern damals erstmals nachts auf Schicht, morgens haben wir alles zerstört und Samstags sind wir nach Leuna gefahren, 4 Wochen später lief da die Produktion. Es sind gerade 20 Jahre her und es ist eine Million Tonnen gefördert. Aber es wird nicht wieder 20 Jahre dauern, bis die nächste Million Tonnen gefördert ist. Es wird ja für viele Zwecke verwendet; es ist für Formaldehyd brauchbar. Ich kann Ihnen dies im einzelnen nicht sagen, es hat vielseitige Verwendung.

Ausser Methanol werden höhere Alkohole hergestellt, insbesondere Isobutylalkohol, das von Müller-Cunradi für viele Zwecke verarbeitet wird. Das Isobutylenkondensat kennen ja die meisten von Ihnen. Auch für Hochleistungskraftstoffe, für Isoktan und für alles mögliche sonst. Auch darin ist die Produktion sehr hoch. Die Methanol- und Isobutyl- oder höheren Alkohole haben weitgehend eine neue organische Chemie eingeleitet. Es werden alle möglichen Stoffe daraus hergestellt, und es sind Rohstoffe dafür. Das wird mal von anderer Seite an anderer Stelle berichtet werden, denn hierfür ist die Zeit heute zu kurz. Es ist auch für uns, die wir damals an Methanol gearbeitet haben, heute noch ein Stolz. Das Methanol ist deswegen so schön, weil man aus der Fülle der Reaktionsmöglichkeiten die eine herausgeschält hat. Thermodynamisch sind unendlich viele Möglichkeiten da, die

höheren Alkohole bilden sich viel leichter, die Kohlenwasserstoffe, insbesondere Methan; man bekommt diese eine schöne chemische Reaktion quantitativ heraus. Man kann Wassergas in Methanol überführen und zwar quantitativ. Es ist eine wundervolle Sache, die man katalytisch bewerkstelligt und zwar in ganz einfacher Weise.

Ich komme nun auf das, was bei den 3 Prozessen Ammoniak, Methanol und Druckhydrierung verwandt ist und was Sie aus der Kleinapparatur gerade gesehen haben. Sie sehen hier die Ammoniak-synthese, für die Wärmezufuhr genügt normalerweise die Regeneration, der Kontakt sitzt im Ofen rechts, und es ist dann noch ein elektrischer Brenner innen angeordnet.

Es ist eine elegante und interessante Lösung, entsprechend der Innenheizung im kleinen, eine wundervolle, elegante Lösung, die man damals in Oppau durchgeführt hat. Diese Lösung lässt sich auch für Methanol durchführen, wenn man den Brenner aus V_2A macht und die Kohlenoxydkonzentration nicht über ein bestimmtes Dings steigern lässt, dann oberhalb eines bestimmten Druckes zersetzt sich das Kohlenoxyd am V_2A , beispielsweise oberhalb 200 atm. Also das ist eine elegante Lösung. Aber für die Druckhydrierung kommt es nicht in Frage. Man muss viel grössere Energiemengen hereinbringen, mit den Brennern bekommt man sie nicht herein, mit 10 oder 200 kW, man muss das mehrfache hereinbringen. Wir dürfen ausserdem keine Überheizung haben, nur 20-30° Hitze zulassen, ausserdem ist die Regeneration viel schwieriger; wir haben teilweise chemischen Angriff. Es war unendliche Arbeit notwendig, um die Wärmeaustauscher auszubilden, um dabei geeignete aussen ergritzte Vorheizser herauszubringen. Ausserdem sind die Systeme viel grösser. Wir haben hier bisher 60 cbm Reaktionsraum in der Sumpphase, in der Gasphase etwa 30 cbm, also das mehrfache wie bei der Ammoniak-synthese oder Methanolsynthese. Weiterhin ist von Bedeutung, dass das Durchgehen der Ofen bei der Hydrierung viel grösser ist, die Gefahr ist sehr viel höher zum Durchgehen, also das Umkippen zur Methanreaktion gegenüber dem Methanol; der Ammoniakofen kann ja nicht zugehen.

In den nächsten Bildern sehen Sie einiges aus Lu 35, wie man Methanol bei 1 000 atm herstellte. Man half sich mit Drucksteigern. Auf der einen Seite muss man Öl haben im Verhältnis zu den Kolbenflächen von 1 : 5 oder 1 : 7, da kann man den Druck von 200 atm ausnutzen, um auf der anderen Seite 1 000 bis 1 500 atm herzustellen; das wurde sehr viel angewendet; wir hatten mehrere 10-ltr-Aggregate.

Dann wurde hier ein Kompressor konstruiert - vom Konstruktionsbüro - der 1000-atm-Kompressor in Lu 35. Hiervon wurde noch ein zweiter aufgestellt, mit dem das Gas auf 1 000 atm komprimiert wurde, und zwar hatte er eine Leistung von 300 m³ pro Stunde.

Ich zeige Ihnen weiterhin eine 1 000 atm-Umlaufpumpe, wo auch eine alte Meiermaschine, die für 200 atm für Ammoniak benutzt wurde, auf 1 000 atm umgebaut wurde. Leistung 660 m³/h.

Bild: Historische kleine Öfen, in denen zuerst Benzin gemacht wurde. Aus 1 ltr Braunkohlenteer 1 ltr wasserhelles Benzin. Es sieht natürlich etwas rauheinig aus, so sah es immer aus und so sieht es auch heute noch aus, aber es ist trotzdem damals etwas herausgekommen.

Sie sehen, wie die Reihenöfen aufgestellt wurden; es wurden Massenversuche gemacht, das bezieht sich dann auf die Ausgestaltung des Verfahrens. Selbstverständlich ist es notwendig, das, was man prinzipiell erreicht hat, zu festigen und auch patentrechtlich zu schützen. Ich möchte dabei erwähnen, dass die Patentabteilung mit uns viel zu arbeiten hatte; ich glaube, dass insgesamt etwa 900 Anmeldungen auf diesem Gebiet sind.

Sie sehen in den nächsten Bildern die halbtechnische Apparatur. Aus diesen kleinen Öfen wurden dann wieder Öfen. Die Gasphase lässt sich wohl im kleinsten machen mit 50 ccm, die Sumpfhase muss schon 1 ltr sein. Ich zeige Ihnen hierüber kein Bild. Und so entstanden dann 1-ltr-Öfen, 10-ltr-Öfen, 100-, 300-, 500-ltr-Öfen und mit 300, 500 mm Durchmesser Hochdrucksystemen, die dann mit Kranen und Kammern ein- und ausgebaut wurden. So wurden die halbtechnischen Versuche gemacht, bis Leuna gebaut wurde, und nachher und heute werden wieder bestimmte Versuche durchgeführt. So wird jetzt Hochleistungsbenzin versuchsmässig gemacht und wird jetzt auch technisch gemacht.

- 16 -

Sie sehen in diesem Bild jetzt hier einen modernen Vorheizer in das alte System eingebaut, und Sie sehen weiterhin im nächsten Bild den Grossapparaturöfen von

Über Leuna habe ich Ihnen schon kurz berichtet; ich darf im nächsten Bild kurz die Abmessungen zeigen, wie sie vom kleinsten bis zum grössten sind, vom kleinsten Durchmesser bis zum grössten Durchmesser, Öfen bis zu 128 to, 1500 Durchmesser und 18 m Länge. Seit einiger Zeit wird auch technisch in der Sumpphase bei 700 atm gearbeitet. Mit Asphalt wird man besser fertig, man kann ältere Steinkohle besser verarbeiten. Sie sehen als drittrechten für 700 atm ein System von 1 000.

Wie nun diese Öfen hergestellt werden, sehen Sie auf dem nächsten Bild. Hier eine 15-to-Pressen von Krupp, die uns liebenswürdigerweise den Film zur Verfügung gestellt haben, den ich leider wegen der Kürze der Zeit nicht vorführen kann. So werden die Stücke geschmiedet, und es ist im Vierjahresplan eine Reihe solcher neuen Pressen aufgestellt worden.

Im nächsten Bild sehen Sie einen Hochdruckofen von Hörder Verein, 700 atm, 1000 mm l.W. beim Vernessen.

Sie sehen im nächsten Bild, einen nach dem neuen Verfahren von Herrn Schierenbeck hergestellten Ofen, was so in ausserordentlich ingenieuser Weise den Hochdruckofen durch so ein Wickelband löst. Er ist für 300 atm, 800 l.W., 12 m Mantellänge, 135 mm Wandstärke, 56 to Gewicht. Auch für verschiedene andere Kriegszwecke ist das Verfahren von grosser Bedeutung. So können vor allem in verhältnismässig kurzer Zeit solche Öfen hergestellt werden. Es wird auf ein nahtloses Rohr aufgewickelt.

Nächstes Bild: Hochdruckofen auf Spezial-Transportwagen, 700 atm, 1 000 mm l.W., 18 m Mantellänge, 206 mm Wandstärke, 157 to.

Das ist ungefähr das, was ich Ihnen über die Öfen sagen kann. Diese Öfen sind natürlich aus bestimmten Materialien hergestellt. Aber Sie wissen auch andererseits, dass neuerdings ja an vielen legierten Materialien Verknappung eintritt und deswegen ist die Materialprüfung von Bedeutung. Und da sind wir ja hier und in Leuna ausgezeichnet eingerichtet. Wir arbeiten aber auch mit den Stahlfirmen eng zusammen. Es ist besonders

notwendig gewesen, dass wir hier für die aussenbeheizten Rohre besonderes tun, denn sowas wurde bisher noch nicht verlangt. Wohl kann man halbkürze Zeit erhitzen, aber Dauerstandsfestigkeiten bei 500° gegen hohen Wasserstoffdruck von 700 atm, wo auch noch u.U. Salzsäure und Schwefelzugriff dazukommen, das ist reichlich; dazu die Verknappung an Chrom usw. Es ist wirklich nicht leicht gemacht.

Ich wollte Ihnen kurz ein Bild zeigen über den Wasserstoffzugriff bei einem im Betrieb aufgeplatzten Rohr aus Ni-Material: 1,2 % Chrom, 2,8 % Nickel, also verhältnismässig viel Nickel, 0,35 Kohlenstoff, Betriebsbedingungen 300 atm, 350°. Nach 8 Tagen zeigten sich diese Erscheinungen.

Als nächstes sehen Sie ein sehr schönes Bild von der Materialprüfung, wie ein (?) Gefüge, wie der Kohlenstoff durch den Wasserstoff herausgelöst ist aus gewöhnlichem Ni-Material. Sie sehen, wie der Wasserstoff das Material, ich möchte sagen, den Kohlenstoff aufgefressen hat und wie das Material in den Korngrenzen brüchig wird.

Der Schwefel geht dann nicht von vornweg ins Material, sondern er greift das Material an den oberflächigen Stellen an den vom Wasserstoff angebohrten Stellen an. In der Verzinkung haben wir ein gutes Mittel gefunden; nebenbei wurde das gewisse massen auf katalytischem Wege gefunden. Wir hatten das erst auf Silber gemacht; Silber berechnet, dass das wie Kupfer-Zink wird usw. Und so kamen wir zu dieser Legierung.

Das nächste Bild zeigt, was für uns aktuell und von grosser Bedeutung ist, die Dauerstandsfestigkeit bei 500°, also beim Vorheiser, welche Materialien man verwenden kann. Sie sehen, dass die Anforderung oder die Dauerstandsfestigkeit im Laufe der Zeit stark gestiegen ist und steigen musste. Sie sehen aber auch, dass die Legierungsbestandteile zunehmen und im allgemeinen das Chrom stark abgenommen hat, ausser bei einem VpA. Ich kann auf Einzelheiten nicht eingehen. Ich kann nur sagen, das Material hat uns immer und immer wieder Sorge gemacht und gerade heute, wo Mangel an Veredlungsbestandteilen herrscht, ist es nicht leicht, und dazu kommen viele Schwierigkeiten erst nach 1 oder 2 Jahren Betrieb. Es ist eine grosse Verantwortung,

die die verantwortlichen Leute häufig haben, zu sagen, kann ich solch ein Material, solch ein System noch weiterfahren oder nicht.

Wie ien Vorheizer prinzipiell aussieht, zeigt Ihnen das nächste Bild. Es werden hier etwa 5 - 10 Mill. WE/h in einem gasbeheizten Vorheizer übertragen, wobei etwa 70 % an das aufzuheizende Produkt übergehen. Es sind Abmessungen bei 700 atm von 110 l.w., 191 aussen. Die einzelne Haarnadel ist etwa 15 m, und es sind 15 - 33 Stück in einem Vorheizer, also ungefähr 250 - 500 m Länge, entsprechend und bei 300 atm. Ich habe Ihnen für 700 atm die Zahlen genannt. Bei 300 atm Gasphase sind die Vorheizer kleiner, da kann man auch elektrisch beheizen.

Vieles, was Sie hier sehen, muss in eigenen Werkstätten bearbeitet werden. Theoretisch liesse sich alles draussen machen, aber erfahrungsgemäss geht es am schnellsten, wenn man seinem Müdel oder Johann einen Groschen gibt und man macht es selber. So ist es auch hier. Bis man sich mit den einzelnen Stellen in den komplizierten Fällen verständigt hat, die es machen, dann richtet man sich selber ein. Das ist natürlich nicht schwierig für so grosse Firmen wie die I.G. Es ist aber nicht einfach, die Werkstätten auf der einen Seite zu überziehen, auf der anderen Seite aber das unerlässliche zu machen, was man wirklich nur selbst machen kann.

So sehen Sie im nächsten Bild eine Schweissmaschine, die hier die Werkstatt hat, wo diese Haarnadeln, die ich eben zeigte, für den Vorheizer, und wo ich die Zahlen nannte, solche Haarnadeln zusammengeschweisst werden. Der maximale zusammenschweisbare Querschnitt ist 40 000 mm. Maximale Leistung 650 kW. Insbesondere wird diese Schweissmaschine für Hochdruckrohre verwendet. Was weiterhin in den Werkstätten herausgeht, sind grosse Ventile, ausser sonstigen Armaturen. Sie sehen die grössten bisher ausgeführten Ventile für 700 atm mit Nennweite 120 mm, links mit Elektroantrieb, rechts mit druckentlastender Spindel und Handbetätigung. Durch bestimmte Konstruktionen kann man die Arbeit sehr erleichtern.

Das nächste Bild zeigt, was an Hochdruckarmaturen in Ludwigshafen und Leuna hergestellt wird: Haarnadeleinsätze, Hochdruck-Apparaturen, insbesondere 700 atm-Haarnadel (?).

Sie sehen die Summe von 1936-41 = 156 Mill. Das ist nur so ein Querschnitt, was die Werkstätten leisten.

Das nächste Bild zeigt Ihnen die Betriebskontrolle. Das ist die Hilburgwaage, Reduzierwaage mit Wiegeband, wo das ganze Band gewogen wird beim Transport der Kohle. Durch eine Zubringervorrichtung kommt die Kohle in kontinuierlichem Strom auf das Wiegeband. Die Leistung der Waage ist bis zu 30 t/h. Das ist ausserordentlich wertvoll, dass man die Kohle auf diese Weise messen kann. Selbstverständlich hat die Betriebskontrolle ausserordentlich viel zu messen, Mengemessungen, Druckmessungen, genaue Druckdifferentialmessungen bei hohen Drucken, Wärmetönung, Abschlammsung usw. usw. Ich kann auf die Einzelheiten nicht eingehen. Aber es hat sich hervorragend bewährt, dass wir da in Oppau und Leuna Betriebskontrollen haben.

Das Wesen des Verfahrens sind die Kontakte, die verschiedensten Kontakte stellen wir her. Das nächste Bild zeigt, wie Kontakte hier gepillt werden. Dadurch, dass wir auch hier neuerdings an Material sparen müssen, an Molybdän, an Wolfram, waren wir geblig, verdünnte Kontakte durchzuarbeiten und auf anderer Basis herzustellen. Aus diesem Grunde ist es ausserordentlich wichtig, dass diese Herstellung in Verbindung mit dem Betrieb oder Forschungsstellen und nicht rein fabrikmässig abstrakt an irgendeiner Stelle nach einem Rezept erfolgt.

18²³ Ich muss hier etwas umdirigieren, weil die Lampe s.Zt. versagt.

Von grosser Bedeutung ist die Untersuchung des Benzins. Die Benzine werden hinsichtlich ihrer Siedekurve, ihrer Reinheit, ihrer feste usw. untersucht. Ich brauche im einzelnen hierauf nicht einzugehen.

Besonders wichtig ist der Klopfwert. Er wird in bestimmten Motoren gemessen, in sog. CFR-Motoren und dergleichen. Und da ist auch von Oppau ein Modell ausgearbeitet worden, im Labor von Prof. Wilke, das allgemein anerkannt worden ist, sowohl für Benzine wie auch für Dieselmöle. Neuerdings hat sich gezeigt, dass das reine Klopfen, das punktmässige Klopfen möchte ich sagen, nicht genügt, um ein Benzin voll zu werten, insbesondere Hochleistungsbenzine, und dass man dann ganze Kurven aufnehmen muss an einem sogenannten Überlademotor, der der Praxis am besten entspricht.

Sie haben inzwischen die Lieferung und Herstellung von Kontakt gesehen, die Prüfgeräte von Oppau, und nun komme ich auf die Oktanzahlen und die Benzine.

Aus diesem Bilde sehen Sie, dass die Benzine ganz verschiedene Klopfwerte je nach Herstellung oder nach den Rohstoffen haben. ~~Asphaltbenzin~~ Asphaltbasisches Erdöl, gemischtbasisches Erdöl und Braunkohle, weiterhin, die gestrichelten sind die Destillationsbenzine und die ausgezogenen sind die Hydrierbenzine. Sie sehen daraus eine bestimmte Stufenleiter. Die Steinkohlenbenzine sind am besten und dann kommen die asphaltbasischen Erdöle. Sie sehen andererseits, dass, je nachdem, wie ich abschneide, ich darf oben abschneiden, destillationsmässig den Klopfwert stellen kann. Ich kann also, ^{um} wenn-ich einen besseren Klopfwert für Fliegerbenzin zu haben, tiefer abschneiden, und so schneidet man die Fliegerbenzine, zumal der Klopfwert oben generell abfällt, oben ab. Es ist ja wichtig, dass es ein Flugbenzin für hohe Leistungen ist, d.h. dass ich bei hoher Kompression fahren kann, dass der Motor verhältnismässig klein ist und viel leistet und wenig Gewicht hat. Dazu ist hohe Klopfestigkeit notwendig und dazu ist auch notwendig, dass also der Klopfwert künstlich erhöht wird durch Zugabe von Bleitetra oder in sonstiger Weise. Isooktan ist besonders wertvoll, wir haben aber auch in unseren Rohstoffen, insbesondere in der Steinkohle, in den naphthenischen, ausgezeichnete Rohstoffe für höhere Aromaten, die man andererseits auch wieder künstlich aus Benzol und ungesättigten Gasen herstellen kann.

Sie sehen hier im nächsten Bild Autobenzine aus Steinkohlen mit verschiedenen Katalysatoren. Ich will kurz darauf hinweisen, mit verschiedenen Katalysatoren kann man verschiedene Endprodukte herstellen.

Bild: Sogenannte Überlade-Klopfgrenzkurven am Flugmotor mit verschiedenen Kraftstoffen, und zwar von unten gesehen normales Fliegerbenzin, also 87er, das nächste normaler Hochleistungskraftstoff der Feindstaaten, wie ihn England und Amerika verwenden, dann normaler Hochleistungskraftstoff, wie bei uns gefordert; hier oben Hochleistungskraftstoff aus Steinkohle nach einer nochmaligen Dehydrierung, die wir hier auch in Ludwigshafen und Oppau durchführen, in einer kleinen technischen Anlage, die jetzt vergrössert wird.

Sie sehen daraus ungefähr, wie die Bilder liegen, und gestrichelt ist der normale Bereich der Flugmotoren.

Isoktan ist sehr wichtig und man gewinnt auch eine ganze Menge aus den Abgasen der Hydrierung, etwa 10 % auf Benzin bezogen ist Flüssiggas. Das Butan, insbesondere das Isobutan, lässt sich in Isobutylen und das wieder in Isoktan überführen und schliesslich lassen sich diese Butane alkylieren. Ich will darauf nicht näher eingehen. Sie sehen nur und aus den Zahlen, die ich Ihnen sage, wir liefern fast alles Fliegerbenzin, dass wir auch hier besonderes geleistet haben.

Ich darf noch kurz auf die Chemie eingehen. Ausser, dass das für Benzin, Dieselöl, Heizöl, verflüssigte Kohle oder umgearbeitete Teere verwendet werden, fallen ja auch bei all diesen Verarbeitungen in mehr oder weniger grossen Konzentrationen chemische Produkte an. Sie wissen ja, dass die Phenole von Bedeutung sind, und auch in der Steinkohleverflüssigung sind etwa ebensoviele Phenole wie im Steinkohlenurteer. Auch höhere Aromaten sind da. So ist Pyren, Karbazol, Koronen, Fluoren, Anthrazen, Krysen, insbesondere Pyren, u. d., ich möchte sagen, als ein unvermeidlicher Mitläufer des Pyrens um eine 10er Potenz niedrigere Konzentration von 0,1 bis 0,3 % ist das Koronen. Das Koronen hat nun eine interessante Eigenschaft, dass es leuchtet und Dr. Boente wird Ihnen jetzt mal gerade zeigen, wenn er die Formel des Koronens hier anleuchtet, wie das im ultravioletten Licht aussieht, unmittelbar angestrahlt, und wie es dann nachleuchtet. Sie sehen hier die Formel, also ein kondensiertes Licht, und zwar ist das perhydriertes Koronen, was dem zur Gitterherstellung ganz wenig Koronen beigegeben ist. Sie sehen also, welche interessanten Körper das sind. (Beifall)

Soweit Sie noch Interesse haben, will ich Ihnen noch einige technische Bilder zeigen aus technischen Anlagen.

Sie wissen, dass man den Wasserstoff auf verschiedene Weise machen kann, aus Koks nach der altbekannten Methode. Man kann ihn aus den Abgasen machen, nach dem Winklerverfahren. Sie sehen hier einen Generator, wie er in Böhlen aufgestellt ist.

Im nächsten Bild sehen Sie eine Hygaspaltanlage in Pöhlitz. Aus den Abgasen der Hydrierung wird das Methan mit Wasserdampf umgesetzt, ein Verfahren, das im Ammoniaklaboratorium ausgearbeitet wurde, und hier seine nützliche Anwendung findet.

Im nächsten Bild sehen Sie die Konvertierung, so wie sie im Stickstoff ist, aber (?) hergestellt hingestellt in einer Steinkohleanlage an der Ruhr.

Nächstes Bild: Neue Gaskompressoren in Oppau.

Bild: Hier sehen Sie eine Gasumlaufpumpe Schwarzkopf 700 atm, der Wasserstoff wird im Kreislauf umgeführt.

Bild: Gasumlaufpumpe mit Kolben der kurzen gedrungenen Bauart; neuerer Entwicklung, kleinere Stopfbüchsen 650-700 atm, 70 000 m³/h, 500 kW. Beide Maschinen sind sogenannte Einheitsmaschinen. ~~Bild:~~ beim Übergang auf 700 atm waren so grosse Entwicklungsarbeiten zu leisten, dass nur die Gemeinschaftsarbeit der 6 grössten Kompressorenfirmen Deutschlands zum Ziel führen konnte. Deshalb schloss ~~an sich~~ die Mineralölbauergesellschaft, die Demag, Ehrhardt & Schner, Borsig, Maschinenfabrik Esslingen, Schwarzkopf und Halberg zu einer Arbeitsgemeinschaft zusammen. Die fachkundigen Ingenieure der I.G. wirkten selbstverständlich mit.

Bild: Konzentra-Mühle ~~und~~ in Scholven, die die Steinkohle aufbereitet, dann fein gemahlen und getrocknet, nach Katalysatorszusatz mit Schweröl zu Kohlebrei angerieben.

Bild: 700 atm Breipresse Pülitz. Leistung 10-20 m³. Kohlebrei auf 750 atm. Der Kohlebrei wird unter Anlagerung von Wasserstoff bei 300 atm in 450er Kohleöfen..... Das ist das System.

Bild: Die alten Kammern von Leuna, die Spitzenvorheizer sind mit den Öfen zu Kammern vereinigt, immer Doppelkammern, stehen aber dicht benachbart. Neuerdings baut man die Kammern mit einem etwas grösserem Abstand, wie Sie im nächsten Bild sehen.

Bild: Kammern (Böhlen)

Bild: Kammern in Pülitz ähnlicher Art.

Hier sehen Sie den alten Ofen, ich möchte sagen, den verlängerten Ammoniakofen bei 300 atm, wie man die Stücke zuerst zusammengesetzt hat, 3 Schüsse auf 18 m.

Wie der vorhin beschriebene Vorheizer von aussen aussieht, sehen Sie hier; diese grossen Rohre, wo das Fälgasgebläse das heisse Gas umwälzt.

Sie sehen hier von unserer DHD-Anlage Lu/Op den Vorheizer.

Hier den Bedienungstand des Hochdrucks in den Kammern Ludwigshafen/Oppau.

Schliesslich im nächsten Bild: Schleudern, wo der Rückstand geschleudert wird, um dann anschliessend verschwelt zu werden. Statt der Schleudern kann man auch, soweit dies der Rückstand zulässt, in Filtern filtrieren. Diese Filter werden gleichseitig benutzt, um das Paraffin mit Propan auszufällen, und von dem Öl zu entfernen. Darum ist hier so eine Propan-Filteranlage gezeigt.

Rückstandsschwelerei in Scholven. hier sehen Sie den Austrag.

Bild: Eine Koppers-Destillation. § Zwei Teerdestillationen je 67 t/h Durchsatz.

Bild: Gasbenzintrennanlage, die Gasbenzine müssen für sich aufgefangen und stabilisiert werden.

Schliesslich sehen Sie das Leuna-Tanklager in alter Form, wie die Tanks frei gebaut sind, jetzt werden sie unterirdisch oder halb versenkt angelegt. Das sind etwa ungefähr 10 000 Tanklager (?).

Bild: Eine Benzinverladung, so wie es aus Bühlen an die Front geht.

Bild: Unsere Flieger mit unserem Treibstoff fliegen an die Front.

Im ganzen glaube ich, habe ich Ihnen einen kurzen Querschnitt gegeben. Ich bitte nur zu entschuldigen, dass ich Ihre Zeit etwas lange in Anspruch genommen habe. Ich habe versucht, etwas Ihnen zu zeigen, ich weiss nicht, ob es gerade der richtige Querschnitt war, es war, soweit es schlecht war, gut gemeint (Beifall). Aber wir glauben, dass wir, insbesondere das Werk Ia/Op, doch ausser der rein chemischen Arbeit, die Sie hier tun, auch nutzbringende Arbeit geleistet haben, nutzbringende Arbeit, nicht selbstsüchtig, sondern, ich möchte sagen, in idealer Weise fürs ganze. Dass die Arbeit richtig war, hat der Einsatz jetzt im Krieg gezeigt, und andererseits gibt es uns auch ein Bild für die jetzige Lage. Unsere jetzige Kriegslage sieht ja nicht sehr rosig aus, und es wäre töricht, das nicht zu sehen, denn es wird ja auch von offizieller Seite klar ausgesprochen. Auf der anderen Seite wissen wir aber auch, dass wir einen gerechten Krieg führen, dass wir stark sind, wir wissen auch, dass wir unbesiegbar sind, wenn wir zusammenhalten und wenn

wir alle Kräfte 100%ig einsetzen; dass wir uns gegenseitig das Leben nicht schwer machen, sondern erleichtern, dass wir überzeugt sind, dass der liebe Nächste auch sein Bestes tut. Dass jeder an seiner Stelle, wo er hingestellt wird, das Beste tut. Aber wir sehen von unserem kleinen Blickwinkel aus, wir haben den Mut nicht verloren, wo es schlecht stand und wo es lange schlecht stand, haben wir den Mut nicht verloren, wir haben weiter gekämpft für unsere Sache, wir haben gekämpft, bis der Sieg da war. Und so wollen wir auch als Volk kämpfen, wollen den verantwortlichen Stellen den Kampf leicht machen, wir wollen zusammenstehen und unser Teil dazu beitragen. Ich bin der festen Überzeugung, dass gerade unsere Werke Ludwigs- hafen - Oppau über das hinaus was sie gerade tun, in der ganzen Chemie und den verwandten Sektoren durch die geistige Anregung, die sie geben, und die Art der Arbeit die Mithelfer begeistern, das Beste tun. Da kann auch letzten Endes der Sieg nicht ausbleiben.

TITLE PAGE

5. Besprechungbericht. (Einige vergleichende Daten über Hydrierungsanlagen).
Some comparative hydrogenation plant data.
(Report on a meeting).

Frame Nos. 360 - 363

Besprechungsbericht

Besprechungen in Pülitz am 16. und 17. II. 1943.

Anwesend: Dr. Wissel
Dr. Berger
Dr. Diepenbruck
Dr. Griebmann
Dr. Horn
Dr. Huthwelker
Dr. Schmitt
Dr. Richter
Dr. v. Hochstetter
Dr. Rank

} Hydrierwerke Pülitz
} Oberschles. Hydrierwerke
} I.G. Lu

Für den Ausbau Blechhammer II¹⁾ ist Fahren von Kohle auf Bannin und Mittelöl vorgesehen. Auf die Bitte von Herrn Dr. Krönig sollte Herr Dr. Richter in Pülitz einige Anhaltspunkte über diesbezügliche Betriebsergebnisse erhalten, welche bei der Berechnung der Anlagung von Blechhammer II berücksichtigt werden sollten.

Dr. Richter erklärte, Dr. Krönig sei der Meinung, daß die Ergebnisse des Großversuches Lu von Pülitz übertroffen worden seien. Dr. Schmitt wies darauf hin, daß Pülitz die Ludwigshafener Ergebnisse bis jetzt noch nicht erreicht hätte. Da Pülitz Kohle mit 7 % Asche erhält und Ludwigshafen Kohle mit 5 % Asche gefahren hat, seien die Resultate nicht absolut vergleichbar. In die Entwicklung in Pülitz die Resultate ständig verbessert, sei es angezeigt, zunächst an den bei der Schlussbesprechung des Ludwigshafener Großversuches gegebenen Ergebnissen festzuhalten, insbesondere auch deshalb, weil Dr. Krönig für Oberschlesien Kohle mit 5 % Asche zu erhalten hofft.

Eine Gegenüberstellung der Pülitzer und Ludwigshafener Zahlen (Bannin + Mittelöl) zeigt folgendes Bild:

	Pülitz	Ludwigshafen
Asche 1/2K	7	5
Asche in Brei	47	50
Asche	39	96
Vorgasung	26	24
Leistung	0,23	0,26
W in K	81,5-82	81,5-82
Wtep.	3,5-4	4
Schlenderdurchsatz	3,6	2,7-3 t
Schmelofendurchsatz	3,3-3,5	-

1) 96 stute Rohkohle = 48 stute Reinkohle

211457

Die Abbauzahlen schwanken in Pölitz noch, es treten auch schon Abbauzahlen von 94 - 95 % auf. Der H disp.-Gehalt der Pölitzer Kohle liegt häufig mit 3,5 % sehr tief.

Dr. Richter wollte die aufgeführten Ergebnisse als Anhaltspunkt für seine Rechnung so verwenden, daß 2 Fälle gerechnet werden, wobei der schlechtere (Pölitzer Zahlen) als untere Grenze dienen soll.

Dr. Richter erklärte weiterhin, daß die Marine oberschlesische Pechsa (200 000 tate) auf Meisöl verarbeitet lassen will. Auf Anruf von Reichsamt wird von Blechhammer ein Verarbeitungsgang dafür geliefert, wobei das Pech in einer Kammer gesondert verarbeitet werden soll. Dr. Richter weiß über die Art und Qualität des Peches nichts näheres.

Von Pölitzer Seite wird darauf aufmerksam gemacht, daß zur Verarbeitung eines solchen Peches besondere Maßnahmen getroffen werden müssen. Es ist die Aufstellung einer Pechschmelze (Veröffentlichung Dr. Horn, Ol und Kohle, Februar 1942) sowie Anreicherung mit Schweröl bzw. Mittelöl oder Geleichen notwendig.

Nach Angaben von Dr. Richter laufen in Blechhammer derzeit 3 (Schweler¹⁾). Die Teeransbeute beträgt mit 9 - 9,5 % auf Kohle 60 % der Fischerbeute. Der Teer besteht aus 0,5 % Krattsteer (Staubteer), 30 % Heisteer, 55 % Meisöl. Es sind noch Schwierigkeiten vorhanden. Der Heisteer wird von Pölitz abgenommen und hat wechselnde Erweichungspunkte (bis 70-80° statt 45°), dadurch entstehen Schwierigkeiten beim Retrieren der Kesselwagen. Pölitz mischt den Heisteer der Kohle-Sumpffase zu. Der in Blechhammer anfallende Schwelkoks wird unterteilt in < 6 mm, 6-20 mm und > 20 mm. < 6 mm geht in das Kraftwerk, 6-20 mm ist Fahrkoks, > 20 mm wird als Hausbrand verkauft.

Das Meisöl wird in Blechhammer auf den richtigen Flammpunkt getoppt.

Nach Abreise von Dr. Richter wurde über die Pölitzer Sumpffase und über Bilanzierung und Betriebsverluste gesprochen.

Pölitz fährt 2 Kamern mit Brüher Teer und zwar eine Vierfachkammer (Kammer 12) und eine Dreifachkammer (Kammer 11).

Zur Verbesserung der Regeneration wurde von 3. XII. 1942 an so gefahren, daß durch die Regeneration nur das Blekführ-Abstreifer-schweröl aufgeschicht wurde. Ab 18. Januar 1943 wurde auf getoppten Teer umgestellt²⁾, gleichzeitig ging wieder die Gesamteinbringung Frischöl + Abstreifer-schweröl + 20 Kaltabschlamm über die Regeneration. Die Verwendung von getopptem Teer entlastet einmal die Vorheizer, andererseits liegen beim Fehlen des a-Mittelöles die Öfen ruhiger. Zur Verbesserung der Leistung wird zur Zeit folgendes unternommen:

1) 1. Schweler 300 tate Kohle

2) siehe Aktennotiz Benke-Gromann-Schappert vom 3.1.43 Er. 90191

- 1) in Kammer 12 werden Durchsatz und Temperatur vorgenommen, das Gas-Teer-Verhältnis aber gleich gelassen.
- 2) In Kammer 11 wird bei gleichbleibender Temperatur das Gas zurückgenommen und der Durchsatz vorgefahren.

Kammer 12: Diese Kammer ist zur Verstärkung des Vorheizers mit einem vorgeschalteten Dampfvorheizer ausgerüstet; zwischen diesem Dampfvorheizer und den Regeneratoren sind 2 Mannadeln des kalten Vorheiserteiles geschaltet.

Temperaturen:	El. 144	24,3 mV
	Ofen I	24,6 mV
	Ofen II	24,6 mV
	Ofen III	24,5 mV
	Ofen IV	24,4 mV
Bingangsgas	32 000 m ³	
Binspritzung (Frischöl:Abstreifer-S'Öl = 52:48) = 24,5 m ³		
= 27 Tonnen		
Gesamteinspritzung		= ca. 34 Tonnen
Kaltgas		11 400 m ³
m ³ Eingangsgas/kg Frischöl		2,3
m ³ Eingangsgas/kg Binspritzung		0,95
Frischöldurchsatz (getropfter Teer)		0,4

Kammer 11:

Temperaturen:	El. 144	23,6 mV
	Ofen I	24,4 mV
	Ofen II	24,4 mV
	Ofen III	24,2 mV
Bingangsgas	26 000 m ³	
Gesamteinspritzung (Frischöl + Abstreifer-S'Öl + Kaltabschlamm):		31,5 m ³ = 34,6 to
m ³ Eingangsgas/kg Frischöl		1,95
" " /kg Ges.-Einspritzung		0,75
Frischöldurchsatz (getropfter Teer)		0,5
Leistung		0,4

Trotz der verringerten Gasmenge laufen die Öfen ruhig. Zum Vergleich führt Brütz bei 300 atm 0,57 m³ Eingangsgas/kg Gesamteinspritzung. Wie bei Brütz werden 1 % Katalysator zugegeben. Der Abschlamm ist nach wie vor blau. Um das Abscheideraustrocknen zu vermeiden, ist geplant, zwischen dem letzten Ofen und dem Abscheider Frischteer einzuspritzen.

Pölitz hat mit getopptem Teer bis jetzt also maximal 0,4 Leistung erzielt, eine weitere Verbesserung wird noch erwartet von weiterer Temperaturerhöhung (bis 24,9 mV). Die Vergasung beträgt zur Zeit 12 - 14 g.

Die Destillation des Brüxer Teeres hat folgendes gezeigt:

Die Vorheizung der Kolonne blieb sauber, dagegen gehen die Regeneratoren zu. Durch die Topfung des Teeres sind die Verhältnisse in der Vorheizung (Regeneratoren) des Hochdrucks wesentlich verbessert worden, doch liegen Andeutungen vor, daß auch noch im Hochdruck unter 250° Ablagerungen stattfinden. Jedenfalls sinken die K-Werte nicht so stark ab wie früher mit ungetopptem Teer. Für den Betrieb bildet die Verlagerung der Hauptschwierigkeiten in den Niederdruck einen gewissen Vorteil.

Auch Bemerkungen von Hr. Schmitt scheint auch in Brüx Interesse an vorheriger Topfung des Teeres zu bestehen, da offenbar Schwierigkeiten in der Regeneration aufgetreten sind. Die Anlieferung von Brüxer Teer an Pölitz läuft noch unvermindert weiter.

Von den Kohlkammern wurden 2 Kammern nach langer Betriebsdauer ausgebaut: Kammer 13 ist bereits wieder in Anlaufen. An Vorheizer dieser Kammer wurden zur besseren Temperatur-Kontrolle statt 4 jetzt 28 Elemente aufgebunden. Auch wird eine neue Art der Elementanbringung (in Kupfer) ausprobiert.

In der Gasphase wird eine Dreifach-Kammer (Kammer 5) mit Kat 7846 allein eingebaut.

Bilanzierung und Verluste.

Bei Bilanzierung ihrer Kohle-Suspensionsphase über C errechnet sich in Pölitz stets ein höherer Ölgehalt als er im Betriebe tatsächlich anfällt. Die neben den nachweisbaren Verlusten in der Schwelerei geschätzten Verluste von 0,5 % in der Schleuderei und 0,5 % in der Abstreifer-Destillation reichen zur Erklärung dieses Öldefizits nicht aus. Pölitz schlägt daher vor, den in Lu hierbei angenommenen Verlust in Hochdruckteil in Höhe von 0,5 % auf den Einsatz wieder in die C-Bilanz einzusetzen und so auch hier zwischen theoretischem und Hochdruckölgehalt zu unterscheiden.

Es wurde abgeprochen, daß Lu Daten über eigene Großversuche sowie Bilanzierungsergebnisse anderer Werke vor seiner Stellungnahme in dieser Frage heranziehen wird. In der nächsten Zeit ist in Pölitz eine Besprechung mit Herren von Gelsenberg u.a. hierüber beabsichtigt, wozu auch Herren aus Lu eingeladen werden.

Infolge eines Mißverständnisses hat Pölitz seit August keine Betriebs-Grundkostenkalkulationen nach Lu geschickt. Nach Fertigstellung der Dezember-Kalkulation werden die fehlenden Kalkulationen nachgeliefert.

Pölitz lag in den Kalkulationen der Buchhaltung um etwa M 50.- pro to Produkt höher als in der Betriebskalkulation, ohne bisher die Differenz festlos aufklären zu können. Es wurde von Lu auf eine Unstimmigkeit in der Berechnung des Postens Löhne und Gehälter aufmerksam gemacht, die möglicherweise diese Differenzen erklärt. Pölitz wird diese Angelegenheit prüfen.

Es wurden Belegblätter besprochen.

Ges. Bank
Ges. v. Hochstetter

ARTICLE 1162

6. Sur Fluoreszenz und phosphoreszenz.
Fluorescence and phosphorescence.

Frere Nos. 364

18. Februar 45/Hts.

Zur Fluoreszenz und Phosphoreszenz.

Als Fluoreszenz und Phosphoreszenz bezeichnet man die Erscheinung, daß eine Substanz nach Absorption von Licht energiereicheres, langwelligeres Licht wieder aussendet. Dabei spricht man von Fluoreszenz, falls die Ausstrahlung nur solange anhält, wie die Einstrahlung dauert, und von Phosphoreszenz, falls sie nach beendeter Einstrahlung noch fort dauert und nur langsam nach einem Exponentialgesetz abklingt.

Beide Erscheinungen beruhen darauf, daß die durch den Absorptionsakt in höheres Energieniveau gehobenen Elektronen nicht in einem Schritt (wie bei normalen Absorptionsprozessen), sondern schrittweise über irgendwelche Zwischenstufen in den energiereicheren Grundzustand zurückkehren, wobei sie die Energie in Form von Licht wieder emittieren.

Bei der Fluoreszenz beträgt die Lebensdauer der angeregten Zustände nur sehr kleine Bruchteile von Sekunden, während sie bei der Phosphoreszenz, die nur in festen Stoffen möglich ist, durch die Bindung der betreffenden Elektronen an Phosphoreszenzcentren erhöht ist. Diese Centren sind Störungen des Kristallgitters durch bestimmte Fremdstoffe, an deren Anwesenheit die Phosphoreszenz also gebunden ist (z. Bsp. Carone im Gitter des Perhydrocarbons). Die "aufgeweckten" Elektronen werden infolge der Wärmebewegung der Centren bei Zusammenstoßen mit besonders energiereichen Nachbaratomen oder -molekülen wieder frei und liefern dabei die Phosphoreszenzstrahlung.

Phosphoreszenz bei organischen Stoffen, insbesondere auch bei Kohlenwasserstoffen, ist an sich schon länger bekannt, scheint aber dort, wo sie bisher beobachtet wurde, nicht so stark und so lange anhaltend zu sein wie beim Perhydrocarbon.

90726
1111

TITLE PAGE

7. Haarnadeln für gasbeheizte Vorheizzer.
Hair pins for gas heated preheaters.

Frame No. 365

Maßnahmen für gautschichte Verholzer.

Empfehlen:	300 m	700 m
Material	25	257, 29 und 210
Abmessungen m	21/27 u. 24/27	21/27, 24/27, 27/27
Stärke der Baumstamm m	15	15
Anzahl je Verholzer	15 bis 20	15 bis 25
Reibhöhe des Verholzers m	225 bis 300	225 bis 300
Empfehlen:	300 m	
Material	25, 257, 29	
Abmessungen m	21/27, 24/27	
Stärke der Baumstamm m	15	
Anzahl je Verholzer	7 bis 15	
Reibhöhe des Verholzers m	100 bis 200	

2/11/27

gen. Reichle

WILEY PATENT

8. Die bei der Schaumfahrweise der Kohlenwasserstoff-synthese aufgetretenen Störungen und ihre Beseitigung.

Disturbances occurring during the emulsion method in the hydrocarbon synthesis and their elimination.

Frame Nos. 366 - 369

Die bei der Schaumfahrweise der Kohlenwasserstoffsynthese
aufgetretenen Störungen und ihre Beseitigung.

Schwierigkeiten prinzipieller Natur sind bei der Schaumfahrweise in keinem Falle aufgetreten. Es darf daher gesagt werden, daß das Verfahren kein ungelöstes Problem von Gewicht mehr enthält. Gleichwohl haben sich einige Schwierigkeiten zweiten Rangs gezeigt, die zu Betriebsunterbrechungen des 1,5 atm-Ofens geführt haben. Auf sie soll hier eingegangen und gezeigt werden, wie sie behoben worden sind.

1) Undichtigkeiten von Stopfbüchsen und Ventilen.

Bei der Schaumfahrweise muß zum Zwecke der Ausgasung und der Kühlung der Ofensumpf ungepumpt werden. Dies geschieht mit einer Kreiselpumpe. Wenn es auch möglich wäre, den Antrieb der Pumpe mit in den Druckraum hineinsuverlegen und so eine Wellenstopfbüchse zu vermeiden, so empfiehlt es sich doch aus konstruktiven Gründen und um der leichteren Überwachung des Motors willen, davon abgesehen und eine Wellenstopfbüchse mit in Kauf zu nehmen. Solche Stopfbüchsen an Druckräumen sind ja anderwärts schon mit Erfolg ausgeführt worden.

In vorliegenden Falle ist jedoch das Problem dadurch erschwert, daß gegen einen unter Druck befindlichen Sumpf, der eine Suspension von Eisen, Eisenoxyd, Eisenkarbonat und Eisenkarbid enthält, abgedichtet werden muß. Die Suspension besitzt eine ausgesprochene Schleifwirkung, sobald sie in den Wellenstopfbüchsenraum eindringt. Schon nach kurzer Zeit zeigen sich dann tiefe Riefen in der Welle, die sie vollständig unbrauchbar machen. Diese Schwierigkeit wurde dadurch beseitigt, daß fortlaufend in einer Menge von etwa 40 kg im Tag ein Sperröl in den Stopfbüchsenraum eingedrückt wird, wodurch dem Ofensumpf der Zutritt verperert wird.

Als Stopfbüchsenpackung hat sich Burgmann-Sehnur bewährt, die mit Öl und Graphit eingelegt wird.

Da die Stopfbüchsenpackung sich allmählich verbraucht, muß sie laufend nachgesogen werden. Ist es nicht mehr möglich, so steht eine parallel angeschlossene Reservepumpe bereit, die mit Ventilen abgeriegelt ist, solange sie nicht benötigt wird. Sie wird eingeschaltet und die bisherige Pumpe zwecks Ergänzung bzw. Erneuerung der Stopfbüchsenpackung abgeschaltet und abgeriegelt. Für diese Schaltmaßnahmen sind mehrere Ventile nötig, die einen großen Durchlaß haben müssen, um den Sumpfwahl nicht zu beeinträchtigen. Naturngemäß werden dadurch wieder einige Stopfbüchsen mehr bedingt, da ja die Ventilspindeln nach außen geführt werden müssen. Es ist heute kein Problem mehr Ventilstopfbüchsen an Druckräumen betriebssicher auszuführen. Trotzdem hat das Versagen der Stopfbüchse eines Klappenventils infolge der Eigenart des Sumpfes im Herbst 1942 einen Kammerbrand verursacht. Die Stopf-

22/41

Büchsenpackung, die offenbar zu schwach ausgeführt war, wurde undicht. Sofort eingeleitete Gegenmaßnahmen blieben ohne Erfolg, weil der in die Packung eindringende Dampf sich in Minuten einen Kanal grub, ausspritzte und, wie dies in solchen Fällen immer geschieht, in einigen Minuten infolge des in Dampf enthaltenen pyrophoren Kontakts Feuer fing.

Die Klinger-Ventile wurden durch Schieberventile amerikanischer Bauart ersetzt, die sich bisher gut bewährt haben.

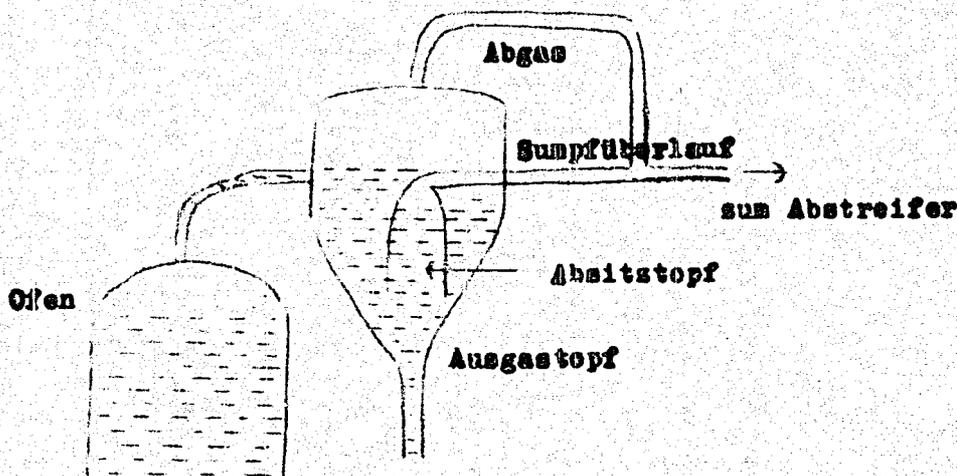
2) Abritzen des Kontakts im Ofen.

Eine weitere Störungsquelle bildete der Umstand, daß der im Dampf suspendierte Kontakt Neigung zum Festkleben an den Wandflächen zeigt. Über diese Erscheinung wurde in dem Bericht "Kontaktabscheidung an die Ofenwand bei der Schaufahrweise" vom 28.11.42 ausführlich Mitteilung gemacht. Sie äußert sich darin, daß an der inneren Ofenwand ein allmählich dicker werdender schalenförmiger Ansatz von Kontakt entsteht. Auch im Ausgastopf, kurz überall dort, wo keine starken Flüssigkeitsbewegungen stattfinden, ergibt sich ein ähnliches Bild. Dieser Ansatz kommt nicht infolge einer durch die Schwere bedingten Sedimentation zustande, sondern durch die Klebwirkung eines durch die Reaktion gebildeten im Dampf offenbar schwer flüchtigen Stoffe, über dessen chemische Natur vorläufig nur Vermutungen geäußert werden können.

Da durch die Schalenbildung allmählich immer mehr Kontakt der Reaktion entzogen und auch der Reaktionsraum fühlbar vermindert wird, so wurde dadurch Abhilfe getroffen, daß durch mechanische Mittel der Ansatz verhindert wurde. Es wurde eine Art Kratzer in den Ofen eingebaut, ein Rahmengestell, das um eine in der Ofen-sylinderrachse gelegene Welle gedreht werden kann und dabei an der Ofenwand entlangtreibt und den Kontaktansatz abschabt. Die Schaberwelle wurde durch eine Stopfbüchse oben aus dem Ofen herausgeführt und mittels Kegelelritsch mit einem durch Hand zu bedienenden Antrieb gekuppelt. Um die Stopfbüchse nicht übermäßig zu beanspruchen, wurde nur von Zeit zu Zeit, beispielsweise alle vier Stunden, der Schaber in Umdrehung versetzt. Er ging sehr leicht und es ergab sich nun die überraschende Tatsache, daß der Kohlen-säuregehalt des Indgases, der ein Maß für die Höhe des Gasansatzes darstellt, nach jedem Rühren wieder hochschnellte, beispielsweise von 30 auf 32 %, wenn er vorher abgesunken war. Diese Erscheinung kann nicht dadurch erklärt werden, daß entsprechend viel Kontakt von der Ofenwand abgestreift wurde; denn soviel konnte sich in der Zwischenseit nicht ansetzen. Es muß vielmehr angenommen werden, daß unten im Ofen eine wahrscheinlich lockere Kontaktsedimentation stattfindet, die dann durch die Bewegung des Rührers wieder aufgewirbelt wird. Die Stopfbüchse an der Rührerwelle muß wie alle anderen von Zeit zu Zeit nachgezogen werden.

3) Ankleben von Kontakt in gaserfüllten Teil des Ausgastopfes.

Der in den Ausgastopf vom Ofen her gelangende Dampf tritt unterhalb des Flüssigkeitsspiegels ein, um Versprützen an die obere Wand zu vermeiden. Trotzdem gelangten wegen des geringen Abstandes des Dampfespiegels vom Beckel Dampfströmer an den letzteren und es bildeten sich dort aus gleichen Gründen wie an der Ofenwand innerhalb des Dampfes Ansätze, die immer mehr wuchsen.



Vor allem machte sich dieser Zustand oben am Gasabgang sehr unliebsam dahin bemerkbar, daß dieser allmählich anwuchs. Der Vorgang wurde dadurch erleichtert, daß zentral im Abgasrohr eine Thorschülse saß, die die Verstopfung erleichterte. Als der Gasabgang vollständig verschlossen war, drückte das Gas den Dampfpegel bis zum unteren Rand des Abstoptopfes herunter und suchte sich nun durch den letzteren einen Ausweg zum Abstreifer. Der Abstoptopf wurde so praktisch leer und sein Inhalt war in den Abstreifer hindergedrückt worden.

Dadurch entstanden verhängnisvolle Störungen. Schon eine kleine Schwankung in der Dampfmenge, hervorgerufen durch eine kleine Schwankung in der Gaszufuhr, machte infolge Fehlens jeder Reserve im Abgastopf das unter dem Ausgastopf befindliche Rohrstück vom Dampf leer. Die Pumpe lief dann trocken. Im Ausgastopf bildeten sich ferner relativ trockene Ansätze von Kontakt, die gelegentlich herabstürzten und in die Pumpe gelangten, wodurch diese mahlte und ausfiel.

Als diese Erscheinungen auftraten, wurde erst nach anderen Ursachen gesucht, da man zunächst an keine Verstopfung dachte, weil ja früher der Ofen schon einmal 3 Monate ohne Verstopfung ununterbrochen gelaufen war. Aber schließlich blieb das Zugesehen des Abgasrohres als einzige Erklärung übrig und der Ausbau bestätigte sie.

Abhilfe wurde dadurch getroffen, daß zunächst einmal das in Abgasrohr angebrachte den Kontaktansatz begünstigende zentral angebrachte Theracolelement entfernt wurde. Der Ofen läuft so schon fast 4 Wochen störungsfrei.

Außerdem wurden bei dem im Bau begriffenen 14 ohm-Ofen folgende Maßnahmen getroffen: In den Ausgastopf tritt der vom Ofen kommende Dampf, wie ja bisher schon immer, unterhalb des im Topf gehaltenen Dampfspiegels ein und zwischen oberem Ausgastopf-Deckel und Dampfspiegel wird ein Abstand von 1 m gehalten. Es wird angenommen, daß damit das Verspritzen von Dampf nach oben ausgeschlossen ist.

Zusammenfassung.

Bei der Schaufahrweise treten im Großversuch keine Schwierigkeiten prinzipieller Natur auf. Die vorgekommenen Störungen wurden verursacht durch Stopfblechen, namentlich solche an sich schnell drehenden Wellen und durch Ankleben des im Dampf suspendierten Kontakts an Wandflächen im Dampf- und im Gasraum. Die Schwierigkeiten konnten durch Maßnahmen relativ einfacher Natur beseitigt werden.

gez. Michael

gez. Ehrmann

TITLE PAGE

9. Coronen.
Coronon.

Frame No. 370

Betreff: Cerone.

Die bei der technischen Hydrierung von Steinkohle und Steinkohlen-
teerspech in Sabelven und Pölitz in der Hauptsache anfallenden festen
Artenen

Pyren und Cerone

Menge: Pyren ca. 1 - 2 %)
Cerone ca. 0,1 - 0,3 %) Mes. auf Benzol

Cerone: bisher nur durch komplizierte Synthese in kleinen Mengen
zugänglich.

Eigenschaften: Schmelzpunkt = 432° (korr.)
Siedepunkt = 550° (korr.) bei 760 mm
Mol-Gew. = 300 (C₁₂H₂₄)

Verwendung von Cerone

1) für Farbstoffe

- a) Rapsfarbstoffe (I.G. La. Alcarin-Labor - Patent)
- b) Schwefelfarbstoffe (I.G. Welfen - Patent)

Diese Farbstoffe zeichnen sich besonders durch gute Licht-
stabilität aus.

2) für Fluoreszenz (Aufleuchten im U.V.-Licht)
und Phosphoreszenz (Nachleuchten)

Verfärbungserscheinungen: (zeigt die Strukturformel des Cerone)

äußere Schicht: Cerone; gelbgrüne Fluoreszenz, keine Phosphoreszenz
innere Schicht: reduziertes Cerone; keine Fluoreszenz, keine Phos-
phoreszenz + 2 % Cerone

Die Eigenschaften der Fluoreszenz und Phosphoreszenz, die auch
bei anderen organischen Substanzen zu finden sind, treten beim Cerone
in besonders starkem Maße auf. Die Phosphoreszenz ca. 1-2 Minuten;
eine vermutlich nur wissenschaftlichen Interesse. (Anorganische Phos-
phore leuchten wie bekannt mehrere Stunden).

211051

VI. INDEX

10. Übersicht über die in der Hydrierung, Dehydrierung und Methanolsynthese verwendeten Mess- und Regel-instruments.
Survey over the measuring and regulating instruments used in hydrogenation, dehydrogenation and methanol synthesis.

Frame Nos. 371 - 372

Übersicht über die in der Hydrierung, Dehydrierung und Methy-

Bezeichnung	Zweck	Anwendungsgebiet	
Ringwaagen	Mengenmessung	Meth.; Hy; IHD.	Differenzwaage ein
Kontrollen und Fernblenden.	Mengenmessung	Meth.; Hy; IHD.	Erzeugung e proportionale
Dosierbandwaagen	Kohlstaubregelung und Kontaktgabe.	Hy.	Regulierung de nach Messung
Differenzdruck-Schreiber.	Differenzdruck des Kreislaufgases. Teil-Druckdifferenzen der Apparatur.	Hy; IHD.	Doppelseitig ausgeführt.
Elektrotherm. Kompensationsapparat.	Temperaturmessung in den Öfen.	Meth.; Hy; IHD.	Stromlose 5-tätige Spannung.
Temperaturüberwachungsgerät.	Temperaturmessung in den Öfen auf 1/10 mV genau; Alarm bei Übertemperaturen.	Hy; IHD.	stromlose 5-tätig; mit
Standmessung.	Höhe des Abschleustandes in Heissabscheider.	Hy.	Messung des Niveaus mit
Flüssigkeitsstandmessung.	Flüssigkeitsstand in Produktstreifen u.a. Druckbehältern.	Meth; Hy; IHD.	Messung des Niveaus mit Übertragung
Kohlebrei viskosimeter	Überwachung der Fähigkeit des Kohlebreies.	Hy.	Messung des Viskositäts
Wärmetönungsgerät.	O ₂ in Spaltgas.	Meth.	Wärmetönung
Wärmetönungsgerät.	O ₂ in H ₂ bei Regeneration.	IHD.	Wärmetönung bei Verbrennen vorhandener
Wärmeleitgerät.		Meth.	
Wärmeleitgerät.	H ₂ in H ₂ vor der Regeneration, und CO ₂ in H ₂ bei der Regeneration.	IHD.	Wärmeleitve
Ultrarotabsorptionsgerät.	CO-Nachweis in der Atemluft.	Meth.	Absorption
H ₂ S-Schreiber.	H ₂ S-Gehalt des Nullgases.	Hy.	Elektrolyt.
Lichtschreiber.	Konz. der Gaszusammensetzung.	Meth.	Ausstrahlung Luft.

211071

Bevorratung und Methanolsynthese verwendeten Meß- und Regelinstrumente.

371

Meßgegenstand	Prinzip	Entwickelt von	Bemerkungen
Hy; MB.	Differenzdruck an Messrohren erzeugt an der Waage ein ihm proportionales Drehmoment.	Bosch, Lappe, Gmelin	
Hy; MB.	Erzeugung eines dem Quadrat des Mengenstroms proportionalen Druckabfalls.	HK Op., Lappe und Witte	
MB.	Regelung der Schichthöhe auf dem Förderband nach Mengegabe des jeweiligen Gewichtes.	HK Op (Hilburg)	
Hy; MB.	Doppelseitig belasteter Kolben mit Gewichtsausgleich.	Gmelin.	
Hy; MB.	Stromlose Thermospaltungsmessung durch selbsttätige Spannungskompensation mittels Photozelle.	Messprinzip von Lindebeck-Roth; automatisiert von HK Ho.	
MB.	stromlose Thermospaltungsmessung in Verbindung mit selbsttätiger Abtastvorrichtung.	HK Op. (Ernst)	
Hy; MB.	Messung des hydrostatischen Druckes der Flüssigkeit mit Spülgas und Ringwaage.	Messprinzip bekannt.	
Hy; MB.	Messung des Gewichtverlustes eines eintankenden Metallstabes mittels Federwaage; Übertragung nach aussen elektromagnetisch.	Prinzip bekannt (Jellysche Waage). Für Hochdruck konstruiert von HK Ho.	
Hy; MB.	Messung des Drehmomentes eines Zylinders in rotierenden Kohlebowl.	bekannt.	
Hy; MB.	Wärmetönung.	Gmelin.	
Hy; MB.	Wärmetönung des im Meßgerät zugeführten H ₂ bei Verbrennung mit dem im Überwachten Gas vorhandenen O ₂ .	Gmelin.	
Hy; MB.	Wärmeleitvermögen des H ₂ bzw. CO ₂ .	bekannt.	
Hy; MB.	Absorption im ultravioletten Spektralgebiet.	bekannt.	
Hy; MB.	Elektrolyt. Luftfähigkeit.	bekannt.	
Hy; MB.	Ausströmungszeit des Gases im Vergleich mit Luft.	bekannt.	
Hy; MB.		HK Op. (Luft).	
Hy; MB.		HK Op. (Ackermann)	
Hy; MB.		HK Op. (Gmelin).	

SIXTH PAGE

11. Waermetönung und Wasserstoffbedarf.
Heat of reaction and hydrogen requirements.

Frame Nos. 373 - 376

Wärmetönung und Wasserstoffbedarf.

In der folgenden Tabelle 1 sind verschiedene Daten bezogen auf 1 kg Endprodukt angegeben. Im Vergleich zur Ammoniak- und Methanolsynthese fällt bei der Hydrierung die kleinere Menge Kreislaufgas, also das Fahren auf höheren Umsatz auf. Dies hat zur Folge, daß die gesamte Aufheizwärme (= Wärmeinhalt der in den Ofen eintretenden Stoffe) bei der Hydrierung bezogen auf 1 kg jeweiliges Endprodukt kleiner ist. Daß bei der Hydrierung trotzdem Vorheizser gebraucht werden, liegt an ungünstigerem Wärmeaustausch und daran, daß während der Reaktion nur ein kleiner Temperaturanstieg mit Rücksicht auf Nebenreaktionen zugelassen werden kann.

Das Fahren auf höheren Umsatz bei der Hydrierung hat zur Folge, daß in der Sumpfphase und Vorhydrierung die Wärmetönung eine Erwärmung der Reaktionsteilnehmer um 165° bewirken würde, wenn man nicht kühlen würde. Beim Ammoniak und Methanol ist diese Zahl 90-100°. Dadurch ist bei der Hydrierung die Gefahr des Durchgehens der Ofen größer.

Die Tabelle 2 enthält die Mengen je Kammer. Die vergleichsweise kleinen Leistungen bei der Hydrierung im Vergleich zur reinen Gasreaktion beim Ammoniak und Methanol führten zur Entwicklung von Grossraumsystemen. Die Leistung eines Aggregates der Hydrierung ist dadurch größer als beim Methanol oder gar Ammoniak.

Tabelle 3 enthält die Mengen für eine Produktion von jeweils 200 000 tate (25 stute) Endprodukt.

ges. Donath

2/11/43

Werte für 1 kg Endprodukt)

	Liter Kat.	kcal Wärmeförderung	Wärmeförderung W/ltr Kat	Kreislaufgas ebn	Ein-spritzung kg	Wärmekapazität ²⁾ von Kreislaufgas + Ein-spritzung kcal/eb	Gesamte Aufheißwärme WB	Theoret. Temperaturerhöhung ohne Kühlung
Ammoniak	1,1 = 1,45	800	550-720	25	0	9	4000	90°
Methanol	0,55	900	1600	25	0	9	3000	100°
St. K. S. Ph. 300 ctm	5,4	650	120	4,8	3,2	4	1600	165°
St. K. Vorhydr. 6474	1,45	350	240	4,0	1,0	2,1	750	165°
St. K. Benzinsg.	1,69	250	135	3,0	1,65	2,2	850	105°

1) Bei der Steinkohle-Sumpphase = Mittelöl, bei der Vorhydrierung = Abstreiferprodukt und bei der 6474-Benzinsierung = Antobenzin

2) Spec. Wärme: Gase 0,35 Wl/ebn, Öl bzw. Kohleöl 0,7 Wl/kg

Messungen im Reaktor

	ein Kat	t Endprodukt/Std	Verbrauch an H_2 /Stde	Wärmetönung WE/Stunde	Gesamte Anhei- sungs- Wärme WE / Stunde
Ammoniakammer	2,2	1,5 - 2	3500-4600	1,2-1,6.10 ⁶	6-8.10 ⁶
Methanol "	2,8	5	14 000 ¹⁾	4,5.10 ⁶	15.10 ⁶
Steinkohle- Sumpfhose 4 Öfen, 300 atm, L = 0,18	54	,10	18 500	6.10 ⁶	16.10 ⁶
Steinkohle- Vorhydrylierung 4 Öfen, 300 atm, L = 0,7	32	22	14 500	8.10 ⁶	17.10 ⁶
Steinkohle-6414- Benzinierung 4 Öfen, 300 atm, L = 0,6	32	19	7 000	4,5.10 ⁶	16.10 ⁶

1) $CO + H_2$

2) = Wärmeinhalt der in die Öfen gehenden Stoffe.

Mengen je Stunde bei 200 000 Jato (= 25 Zente) Endprodukt

	cbm Kat	Zahl der Kammern	Verbrauch cbm H ₂	Wärmetönung WZ
Ammoniak	27 - 37	12 - 17	58 000	19.10 ⁶
Methanol	14	5	70 000 ¹⁾	17.5.10 ⁶
Steinkohle-Dampf- phase auf H ₂ O, 300 atm, Leistung 0,18	135 ²⁾	2,5	46 000	15.10 ⁶
Steinkohle-Ver- hydrirung: 300 atm, Durchsatz 0,7	36 3)	1,1	16 500	9.10 ⁶
Steinkohle- Benzinierung 6434, Leistung 0,6	42 4)	1,3	9 000	6.10 ⁶

1) CO + H₂

2) Endprodukt : S-Mittelöl + S-M

3) " : Verhydrirungsmittelöl + Bensen

4) " : Autobensen

INDEX PAGE

12. Zur Regeneration von Kohlebrei mit Mittelöl-
verdünnung.

About the regeneration of coal-lye with
middle oil dilution.

Frame Nos. 377 - 381

zur Regeneration von Kohlebrei mit Mittelölverdünnung.

Um einen größeren Teil des Kohlebreis durch die Regeneratoren aufwärmen zu können, wurde vorgeschlagen, den Brei in Blechhammer durch Zusatz von Mittelöl von jetzt 45,5 %¹⁾ auf 40 % Festes zu verdünnen, und dadurch regenerierbar zu machen, und den Mittelölsatz in Dampf form durch einen Abscheider vor dem Ofen vom Kohlebrei wieder zu trennen.

Die anliegende Rechnung zeigt, daß in Blechhammer²⁾ die Breigasmenge von 2,6 cbm/kg R.K. auf maximal 5 - 6,5 cbm erhöht werden müßte, um bei rd. 400°, also oberhalb des Quellungsgebietes, den Mittelölsatz als Dampf entfernen zu können. Danach müßten dem Kohlebrei wieder rd. 2 cbm Gas/kg R.K. zugesetzt werden, um die projektierten Verhältnisse einzustellen. Die Kreislaufgasmenge würde also um fast 100 % zunehmen, wofür Kreislaufpumpen zusätzlich zu beschaffen wären.

Durch die Erhöhung der Breimenge um rd. 13 % und der Gasmenge um etwa 100 % würde zwar die Zahl der in den Regeneratoren auf das Brei-Gasgemisch übertragenen Kalorien zunehmen, doch ist nach Auffassung von Dipl.-Ing. Schappert eine so weitgehende Senkung der Austritts-temperatur für dieses Gemisch zu erwarten, daß sich eine in Blechhammer nicht durchführbare Belastung des Vorheizers ergibt.

gez. v. Hüffling

gez. Hupfer

-
- 1) Wärmetechnische Berechnung der Sumpfkammer vom 28.10.1942 Pranger-Wöhner
 - 2) bei der Fahrweise auf 35 % Schweröl im Ölgehalt

21101

Überschlagsmäßige Berechnung der zur Verdampfung des Mittelöls
erforderlichen Gasmenge.

Problemstellung: Es soll berechnet werden, welche Gasmenge erforderlich ist, um bei einer gegebenen Vorheiserendtemperatur (die im vorliegenden Fall mit 400° angenommen wird) eine gewünschte Menge Mittelöl aus dem Kohlebrei zu entfernen.

Rechnungsunterlagen: Die Engler-Siedekurve des Mittelöls sieht folgendermaßen aus:

Siedebeginn:	220°	
- 250°	30	%
- 275°	62,5	%
- 309°	84	%
- 325°	96	%

Der Mittelölgehalt des Ölanteils im verdünnten Kohlebrei beträgt anfänglich etwa 50 %. Es wird mangels genauerer Unterlagen angenommen, daß die durch Verdünnung mit schwerer siedenden Anteilen verursachte Erniedrigung des Dampfdruckes des Mittelöls und die durch die Gegenwart von 600 atm H₂-Partialdruck hervorgerufene Erhöhung des Dampfdruckes (Preseffekt) sich gegenseitig etwa aufhebt, daß man also so rechnen kann, als ob reines Mittelöl vorläge.

Weg der Rechnung: Es wird zunächst ermittelt, wie sich der Dampfdruck des Mittelöls bei gleichbleibender Temperatur mit zunehmender Verdampfung der leichteren Anteile ändert. Legt man die Verhältnisse der Engler-Destillation zugrunde, so ergibt sich auf Grund der oben angegebenen Engler-Kurve folgendes: Bei 220° erreicht das Mi'Öl den Dampfdruck 1 atm; nachdem 30 % abdestilliert sind, erreicht das zurückbleibende Öl diesen Dampfdruck bei 250°. Bei 220° hätten die zurückbleibenden 70 % des ursprünglichen Öles einen geringeren Dampfdruck, den wir aus einem Dampfdruck-Temperatur-Diagramm entnehmen, das von Wilson u. Bahlke¹⁾ für eine Reihe von n-Paraffinen und Benzol angegeben wurde und das wir auch für unser Öl als zutreffend annehmen. Wir erhalten daraus nach Verdampfen der ersten 30 % des Öles für die zurückbleibende Menge einen Dampfdruck von 0,48 atm. Die Anwendung dieses Verfahrens für die gesamte Siedekurve und 400°C ergibt die Kurve 1 für den Abfall des Dampfdruckes mit Zunahme der abgetriebenen Ölmenge.

Man kann nun für etwa je 10 % des verdampfenden Mittelöls einen mittleren Dampfdruck angeben unter der Annahme, daß man für solche kurzen Stücke die Kurvenabschnitte genügend genau durch gerade Linien ersetzen kann. So würden z.B. die ersten 10 % bei 400° unter einem mittleren Partialdruck von 16,7 atm verdampfen. Bei einem mittleren Molekulargewicht des Öles von 200 nehmen nach dem Gasesetz die ersten 100 g (bei 1 kg Anfangsmenge) des Öles unter diesen Bedingungen ein Volumen von

$$V_1 = 22,4 \cdot \frac{100}{200} \cdot \frac{674}{273} \cdot \frac{1}{16,7} = 1,65 \text{ Ltr ein.}$$

1.) Ind. Eng. Chem. 16, 116 (1924)

In diesen 1,65 Ltr befinden sich nun bei einem H_2 -Partialdruck von 600 atm und einer Kompressibilitätszahl $K = 1,18$

$$V_2 = 600 \cdot 1,18 \cdot 1,65 \cdot \frac{288}{273} = 500 \text{ Ltr Wasserstoff}$$

(gemessen bei 15° und 1 atm).

Die analoge Rechnung für die weiteren Mittelölanteile ergibt die Kurve 2, in der aufgetragen ist, wieviel Ltr Wasserstoff je kg Mittelöl unter den gegebenen Bedingungen erforderlich sind, um die auf der Abszisse in % aufgetragenen Ölanteile zu verdampfen.

Anhand der Kurve 2 werden die folgenden beiden Fälle betrachtet:

1) Das gesamte Gas, einschließlich des durch den Ofen gehenden, geht durch den Regenerator; hinter dem Regenerator wird so viel Gas abgesogen wie zur Entfernung des zugesetzten Öls erforderlich ist. Da unter den für Blechhammer in Frage kommenden Verhältnissen 62 % des im verdünnten, zur Regeneration gelangenden Kohlebreis enthaltenen Mittelöls vor Eintritt in den Ofen entfernt werden müssen, müssen also mindestens - nämlich wenn das gesamte Mittelöl in Dampfform vorliegt - 62 % des aus dem Regenerator austretenden Gases abgesogen werden. Die Breisgasmenge, die in den Ofen gefahren werden soll, beträgt 2,6 cbm/kg Reinkohle. Da der verdünnte regenerierbare Kohlebrei (40 % Festes) 31 % BK enthält, der Ölanteil 27,8 % Mittelöl, der Gesamtrei also einen Mittelölgehalt von 16,7 % hat, entspricht diese in den Ofen gelangende Gasmenge 4,8 cbm/kg Mittelöl. Dies wären 38 % der in den Regenerator zu fahrenden Gasmenge; letztere betrüge dann mindestens 12,6 cbm/kg Mittelöl. Bei dieser Gasmenge ist nach den Werten der Kurve 2 das Mittelöl verdampft. Nimmt man an, daß diese Rechnung zu ungünstig ist, da in Wirklichkeit ja auch bereits Schwerölanteile verdampft sein werden, so daß also die in der Dampfphase vorhandene Ölmenge in Wirklichkeit größer als die gesamte Mittelölmenge ist, so wäre also das Resultat etwas zu ungünstig und man könnte die in den Regenerator zu fahrende Gasmenge mit etwa dem 2 - 2,5fachen der in den Ofen zu fahrenden, also mit 5 - 6,5 cbm Gas/kg Reinkohle annehmen.

2) Als zweite Möglichkeit betrachten wir den Fall, daß praktisch das gesamte in den Regenerator gefahrene Gas hinter dem Regenerator wieder abgesogen wird und in dem Ofen neues Gas zugesetzt wird. Nach Kurve 2 ist zur Verdampfung von 62 % des Mittelöls 4,5 cbm/kg Mittelöl erforderlich, also 2,4 cbm/kg Reinkohle. Dazu kommen dann 2,6 cbm/kg Reinkohle, die in den Ofen neu zugegeben werden müssen, so daß die gesamte erforderliche Gasmenge ebenfalls in der Gegend von 5 cbm/kg Reinkohle liegen würde.

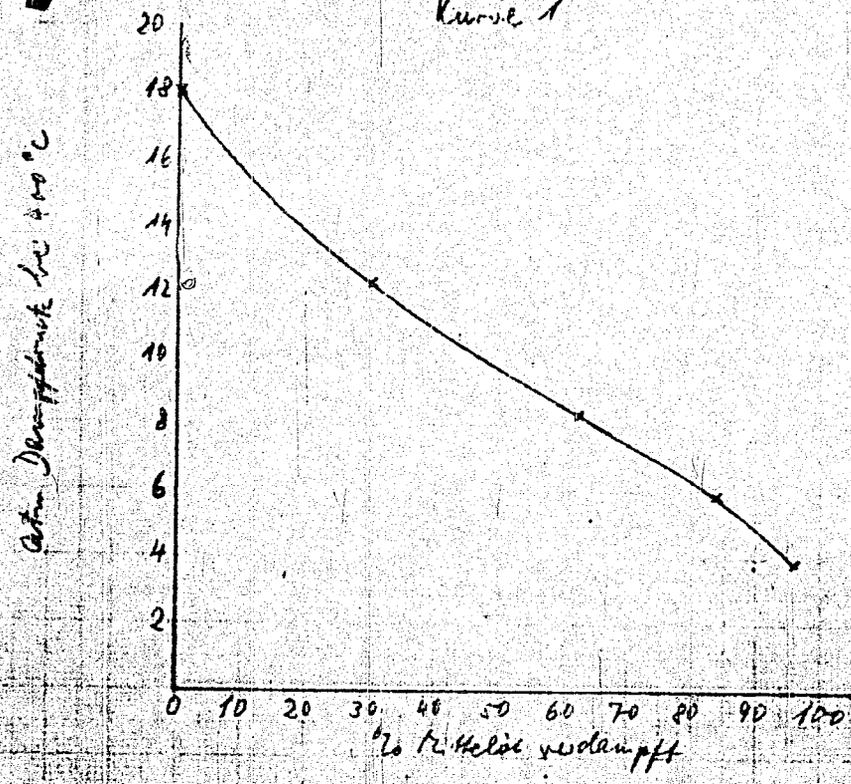
Man kann also als untersten Grenzwert annehmen, daß die vor dem Ofeneingang zugegebene Gasmenge bei dieser Fahrweise, ganz gleichgültig, wie die Gasströme geführt werden, etwa das Doppelte betragen muß wie bei der normalen Fahrweise.

ges. v. Biffling

ges. Kupfer

380

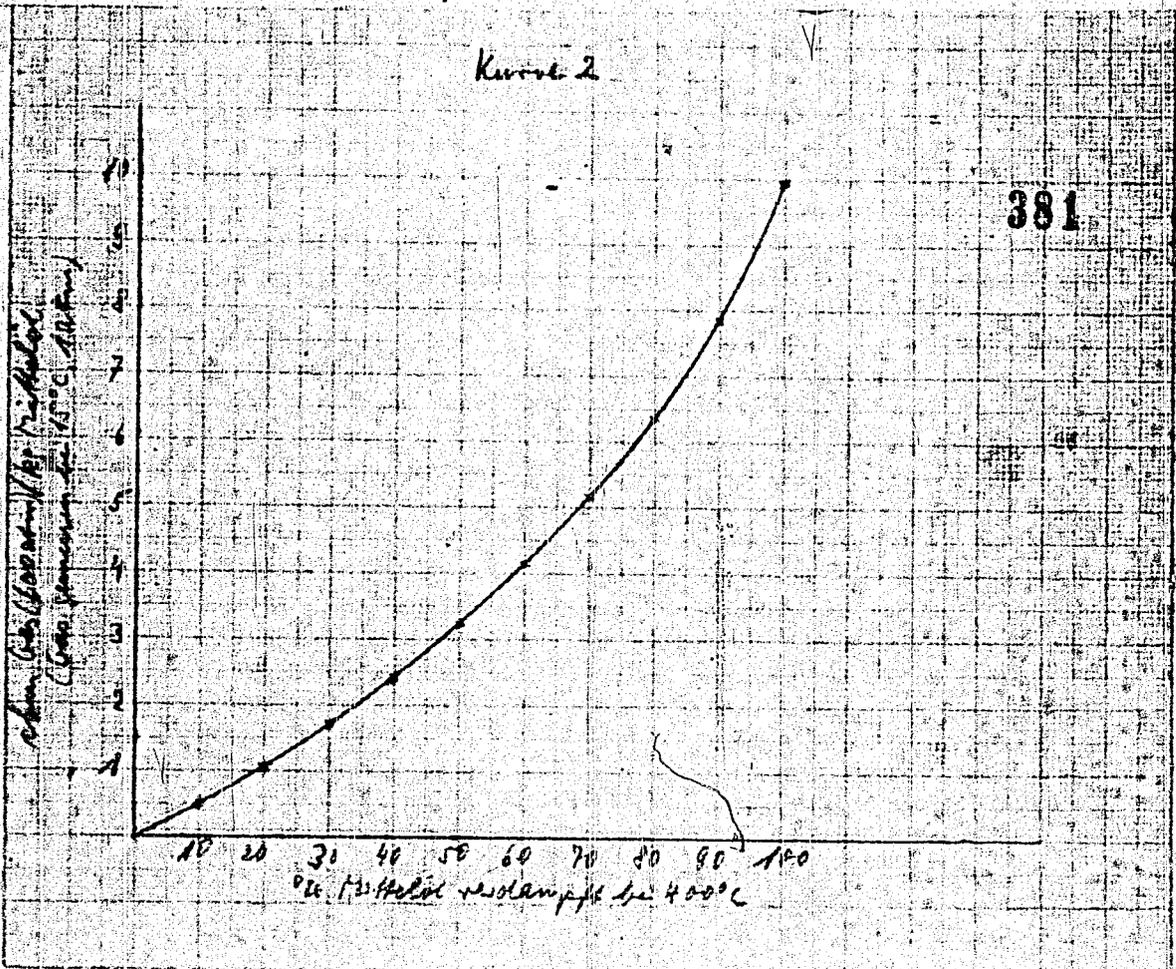
Kurve 1



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Kurve 2

381



REFERENCES

13. Entparaffinierungsversuch an halbetchnischen Drehfilter mit WTI-Rückstand aus Leitz.
De-paraffination tests on a rotating filter with WTI-residue from Leitz. Semi-technical scale.

Frame No. 382

A k t e n s t u c k

Betreff: ~~Entparaffinierungsversuch an halbttechnischen
Drehfilter mit 1:3-Verhältnis am 10.11.42.~~

Das Produkt aus Zweis (Kesselnwagen 577 100) wurde mit 0,5 % Filterhilfe A vermischt und auf dem halbttechnischen Drehfilter bei verschiedenen Verdünnungsverhältnissen (1:3 und 1:4) entparaffiniert. Das so erhaltene Paraffin wurde im Verhältnis 1:6 mit Propan bei + 60° gemischt und wie die ursprüngliche Mischung im Kühlgefäß heruntergekühlt und ebenfalls über das Drehfilter gefahren. Beim Verdünnungsverhältnis 1:3 wurde in der ersten Stufe ein Paraffin mit spez. Gewicht $d_{70} = 0,807$ erhalten. Die Filterleistung betrug dabei etwa 300 Ltr./m². Dieses Paraffin wurde in der II. Stufe entölt und erreichte ein spezifisches Gewicht von $d_{70} = 0,784$ und Schmelzpunkt 91,5°, Filterleistung 150 Ltr./m². Beim Verdünnungsverhältnis 1:4 wurden in der ersten Stufe ein Paraffin mit $d_{70} = 0,896$ erhalten. Filterleistung ca. 200 Ltr./m². Dieses Paraffin ist noch nicht entölt.

In Kippfilter wurden mit dem gleichen Produkt beim Verdünnungsverhältnis 1:4 in der ersten Stufe ein Paraffin mit $d_{70} = 0,785$ erhalten. Dieses Paraffin wurde mit Kaltpropan im Verhältnis 1:6 angemischt und wieder filtriert. Spezifisches Gewicht des Paraffins $d_{70} = 0,780$. Filterleistung: Stufe I ca. 800 Ltr./m², Stufe II ca. 500 Ltr./m². Da beim Drehfilter nur etwa 40 % der Filterfläche eintauchen, entsprechen diese Leistungen ungefähr den in halbttechnischen Maßstab erreichten Werten.

Beidem im Drehfilter aus einem Paraffin $d_{70} : 0,807$ bei der Entölung ein spezifisches Gewicht $d_{70} = 0,784$ erhalten wurde, ist anzunehmen, daß aus einem Ausgangsparaffin $d_{70} = 0,796$, wie es bei der Verdünnung 1:4 erhalten wurde, ein spezifisches Gewicht $d_{70} = 0,780$ erhalten wird, das dem in Kippfilter erreichten Wert entspricht.

Hos. Plouth

TITLE PAGE

14. Besprechung am 15. Februar 1943. Übersicht über die erforderliche Quantität und den Verbrauch verschiedener Materialien in den Hydrierungswerken Magdeburg.
Conference on 15 February 1943. Requirements and consumption of various materials at the hydrogenation works at Magdeburg.

Frame Nos. 383 - 389

16. Februar 1943
Be/Lr 383

Besprechung am 15. Februar 1943

mit Herrn Dr. Meinig) von der Erbag ,
und Herrn Dipl.-Ing. Maier) Magdeburg

Magdeburg besitzt seinen Strom von einem benachbarten Elektrizitätswerk. Der Strom wird dort erzeugt aus Graue und Oberchl. Steinkohlen. Die Graue stammt zum größten Teil aus den Schwelereien, die den Teer nach Magdeburg liefern. Die Schwelereien liefern ausserdem noch die Graue für die Wasserstoffherstellung des Werkes. Darüber hinaus besteht es noch ein Fremdstromanschluss an die Überlandzentrale. Diese lässt für die Erbag 2 Dampfessel dauernd laufen, damit im Falle des Ausfalles des benachbarten Kraftwerkes sofort auf den Fremdstromanschluss umgeschaltet werden kann. Der Strombedarf beträgt 22/25000 Kw.

Von dem Kraftwerk wird gleichfalls Dampf geliefert. Die maximale Dampflieferung beträgt 90-95 te/St. Der Dampfverbrauch im Hydrierwerk liegt bei 85 - 120 te/St. je nach Sommer oder Winter. Dieser Bedarf bezieht sich auf die heutige Fahrweise der Erzeugung von Autbensin und Dieselöl. Zur Deckung der restlichen Dampfmenge wird im Hydrierwerk mit dem Hy-Gasüberschuss noch Dampf erzeugt. In kalten Wintern ist die Versorgung ausserordentlich knapp.

Der Wasserstoffbedarf beträgt 20/22000 m³ St. Für die Erzeugung stehen 2 kleine Winklergeneratoren mit aus. 17000 m³ St. Rohgas und ein grosser Winklergenerator zur Verfügung. Die maximale Wasserstoffkapazität (begrenzt durch Kompressoren) beträgt 25/27000 m³ St.

Zur Zeit werden etwa 24000 tote Teer u. Leichtöl verarbeitet. Der Teer wird von folgenden Schwelereien geliefert:

Offleben	55 %
Hochterstätt	23 %
Denken	
Hochkiritsch	

M 108

Außerdem kommen noch kleine Mengen von Rückständen aus Schwärzhölz sowie 1,2t vorübergehend TH-Rückstand von Zeits zur Verarbeitung.

Der Rückstand wird in der Sumpfphase mit verarbeitet, hat nur sehr geringe Viskosität, lässt sich schlecht spalten und zieht die Temperatur der Kammer stark herunter.

Die Produktion beträgt 19000 tote Autobenzin und Dieselloil. Die Endprodukte haben etwa folgende Eigenschaften:

Autobenzin: Es wird Tropenzin hergestellt mit besonders niederen Dampfdruck. Das Benzin muss Butanfrei ¹⁾ sein.

Oktanzahl	55	
% - 85	10	
% - 100	22	
Endpunkt	176	Dampfdruck 0,3 ^{atm} /n.Reid
Flüchtigkeit 2)	4 - 6	

Durch Hinzufügen von Butan bis zu einem Dampfdruck von 0,6 atm. n. Reid steigt die Oktanzahl auf 58 - 59. Durch Umstellung der Anlage auf totale Autobenzinerzeugung wird Oktanzahl 64 - 64,5 erreicht.

Eigenschaften des Dieselloils:

Oktanzahl	45 - 46
Siedebeginn	180°
% - 105°	10
Siedendeckel	308°
Phenolgehalt	1,8 % ! sehr hoch!
Stockpunkt	- 26°
Flammpunkt	75°

Hochdruck:

Die Sumpfphase besteht aus 2 dreifach Kammern. In der Gasphase sind eine dreifach- und eine vierfach-Kammer in Betrieb. Eine weitere Gasphasenkammer mit 4 Öfen steht anfahrbereit für den Fall, dass Flugerbenzin erzeugt werden muss. Diese Kammer ist neu errichtet und bisher noch nicht in Betrieb gewesen, Sie ist mit 6434 Kontakt gefüllt, ist abgepresst und kann sofort angefahren werden.

1) Die Treibgas-Produktionszahl bezieht sich auf Butanfreies Benzol.

2) Die Flüchtigkeit ist die Summe der Prozente bis 75°C und des Destillationsverlustes; sie ist für die Lieferung von Tropenzin eine wichtige Anforderung und soll nicht höher als 7 sein.

Sumpfphase:

Die Sumpfphase l/Luft sehr gut. Leistung 0,3 .

Temperaturlage in den Öfen bei 40° Klemmspaltung :

Ofen 1	Bingang	24.7 - 25.1	mv
" 1	Ausgang	25.4	mv
" 2		25.4	"
" 3	Bingang	25.4	"
" 3	Ausgang	25.1	"
Heissabscheider	oben	22.7 - 23	"
"	unten	22.7	"

Ofen 3 wird hinten mit Kaltgas um 2 - 3 Kühltel^{71/2} gedrückt. Sonst wird nur sehr wenig Kaltgas gefahren, da die Vorheizer praktisch ausgelastet sind. Die Kammern sind nach SW geöffnet, was sich sehr nachteilig bei böenartigen Südwestwinden auswirkt. Hierdurch kann die Temperatur bis zu 1/2 mv fallen.

Die höchstebisher gefahrens Ofentemperatur war 25.7 mv.

In den Regeneratoren sind bisher keine Schwierigkeiten hinsichtlich des Wärmeüberganges aufgetreten. Frischteer, Rückführöl, Kaltabschlamm und Kontaktbrühe werden alle zusammen durch die Regeneration gefahren. Verschlechterung des Wärmeüberganges hat bisher noch nie zu einer Abstellung geführt, die Lebensdauer ist sehr lang; die einzigen Regeneratorüberholungen wurden erforderlich durch Undichtigkeit zwischen Saug- und Druckseite.

Der Heissabscheider muss alle 4 - 6 Monate ausgebaut werden. Längstens nach 6 Monaten ist er völlig verkokt. An diesen unerfreulichen Zustand hat man sich in Magdeburg gewöhnt; in Böhlen liegen die Verhältnisse genau so. Vor mehreren Jahren, als der Durchsatz durch die Teerkammern noch wesentlich niedriger war, war auch die Lebensdauer des Heissabscheiders bedeutend länger. Gründe für die Heissabscheider-Verkokung oder Massnahmen zur Verlängerung seiner Lebensdauer konnte Herr Dr. Heinig nicht angeben. Nach seiner Ansicht ist der Heissabscheider für die heute gefahrenen grösseren Durchsätze ungeeignet; vielleicht fehlt es an der genügenden Wasserstoffführung. Die Heissabscheider-Schwierigkeiten liegen nicht im mangelnden Viscositätsträgern (Asphaltgehalt 0,8 - 1.0 %). Aber trifft das Gegenteil zu, d.h., dass bei besserer

Hydratierung (niedrigerer Asphaltgehalt) oder stärkerer Spaltung (bei dem neuen Grude-Eisenkontakt ist der Abschleim dünner als bei Grude-Molybdän) der Heissabscheider länger sauber bleibt. Es scheint heute bei dem Zusatz des neuen Grude-Eisenkontaktes die Lebensdauer des Heissabscheiders vielleicht etwas länger zu sein.

Der Heissanlauf läuft ruhig und füllt nie aus. (ca 8 m³ je St.)

Summfahnenkontakt

Früher fuhr Magdeburg mit Grude-Molybdän-Kontakt. Der mittlere Frischkontaktwechsel betrug 0,03/0,04 % (in Böhlen mehr Kontakt wegen schlechter Teere; Hirschfelder Teer und Keppers Teer). Der Kontaktwechsel bei dem neuen Grude-Eisenkontakt beträgt im Mittel 0,1 %, seitweise werden bis max. 0,15 % angewechselt. Die Umstellung auf den Grude-Eisenkontakt hat keine sichtbaren Änderungen hervorgerufen.

Der Asphaltgehalt in der Entschlammung beträgt nach wie vor 0,8 - 1,0 %; in Frischprodukt sind 2,5 - 3,0 % Asphalt enthalten.

Mit Grude-Molybdänkontakt wurde auf eine Entschlammung mit 28 - 30 % Feststoff gefahren. Mit Grude-Eisenkontakt konnte der Feststoffgehalt auf (30)/33 % erhöht werden, ohne dass die Entschlammung zu dickflüssig wird. Mit Grude-Molybdän war dies bei 35 % Feststoffgehalt der Fall; mit Grude-Eisenkontakt erst bei 40 % Feststoffgehalt.

Es wird auf grünfarbigen Abschleim gefahren. Die Farbe wird mit durch Uviolglas gefiltertem Quarzlicht beobachtet. Auf diese Weise kann schnellstens die Verschlechterung der Abschleimfarbe verfolgt und ihr durch erhöhten Kontaktwechsel begegnet werden. Man sieht bereits 2 Tage vorher das Braunwerden des Abschlammes als es mit Tageslicht sichtbar würde.

Rücklaufsaureverarbeitung

Der herangesegene Abschleim wird ^{in einem 30cm Durchmesser} in einem Schmelzofen geschmolzen.

Summfahnendestillation

Infolge der stark erhöhten Produktion ist die Summfahnendestillation

Überlastet. Sie konnte jedoch durch besagliche Änderungen noch so eingerichtet werden, dass sie bei dem gegebenen Durchsatz scharf trennt. (Siedepunkt des A + B-Mittelöls 315°, Siedebeginn des Schweröls 335°). Es ist fraglich, ob diese Destillation es gestattet ein Mittelöl mit höherem Endpunkt (z.B. 325°) noch scharf herauszudestillieren.

Gasphase.

Die in der Gasphase eingebauten 6434 Kontakte haben sehr lange Betriebszeiten.

	Eine 3fach Kammer	Eine 4fach Kammer
Betriebstage	600 - 650	500
Temperatur	11,5 mv	23,1 mv
Spez. Gewicht	0,790	0,800
v. Abstreifer	0,7 kg je Ltr/St	0,5 kg je Ltr/St.
Durchsatz		

Da der Verteiler der 4fach Kammer zu klein ist, konnte diese nicht immer auf Temperatur gehalten werden, besonders bei starken Blüwestwinden. Sie wurde daher häufig bei wechselnden Temperaturen gefahren, was zweifellos den Kontakt geschädigt hat.

Einspritzung (3fach Kammer) 20000 Ltr = 17 to .

Kreislaufgas 25000 m³

Kaltgas 10000 m³

Der Schwefelgehalt im Kreislaufgas beträgt 0,5 - 0,7 Vol.-%, im Einspritzprodukt 1,3 Gew.-%, sodass insgesamt auf Einspritzung bezogen 3 Gew.-% S zur Verfügung stehen. Der Siedepunkt des Einspritzproduktes liegt zwischen 310 - 315°. Der Aschengehalt beträgt 1,5 - 1,8 mgr je kg; nach Angaben von Leum soll er nicht höher als 3 mgr je kg sein. Die Verarbeitung des Leichtöls in der Gasphase ist nicht möglich, sie führte in Bühlen schlagartig zu Verstopfungen. Wird jedoch das Leichtöl mit dem Teer destilliert, so treten keine Schwierigkeiten auf.

Es wurde von uns der Vorschlag gemacht bei dem nächsten Kontaktwechsel in den letzten Ofen beim Ofenanfang eine Kontaktschicht 7846 W 250 einzubauen. Dies hätte den Vorzug, dass das anfallende Dieselöl

qualitativ besser wäre hinsichtlich des Phenolgehaltes. Da der neue Kontakt ausserdem bei höheren Temperaturen arbeitet als bei 6434, ist diese Anordnung auch wärmetechnisch für die Regeneration von Vorteil.

Hydrazin.

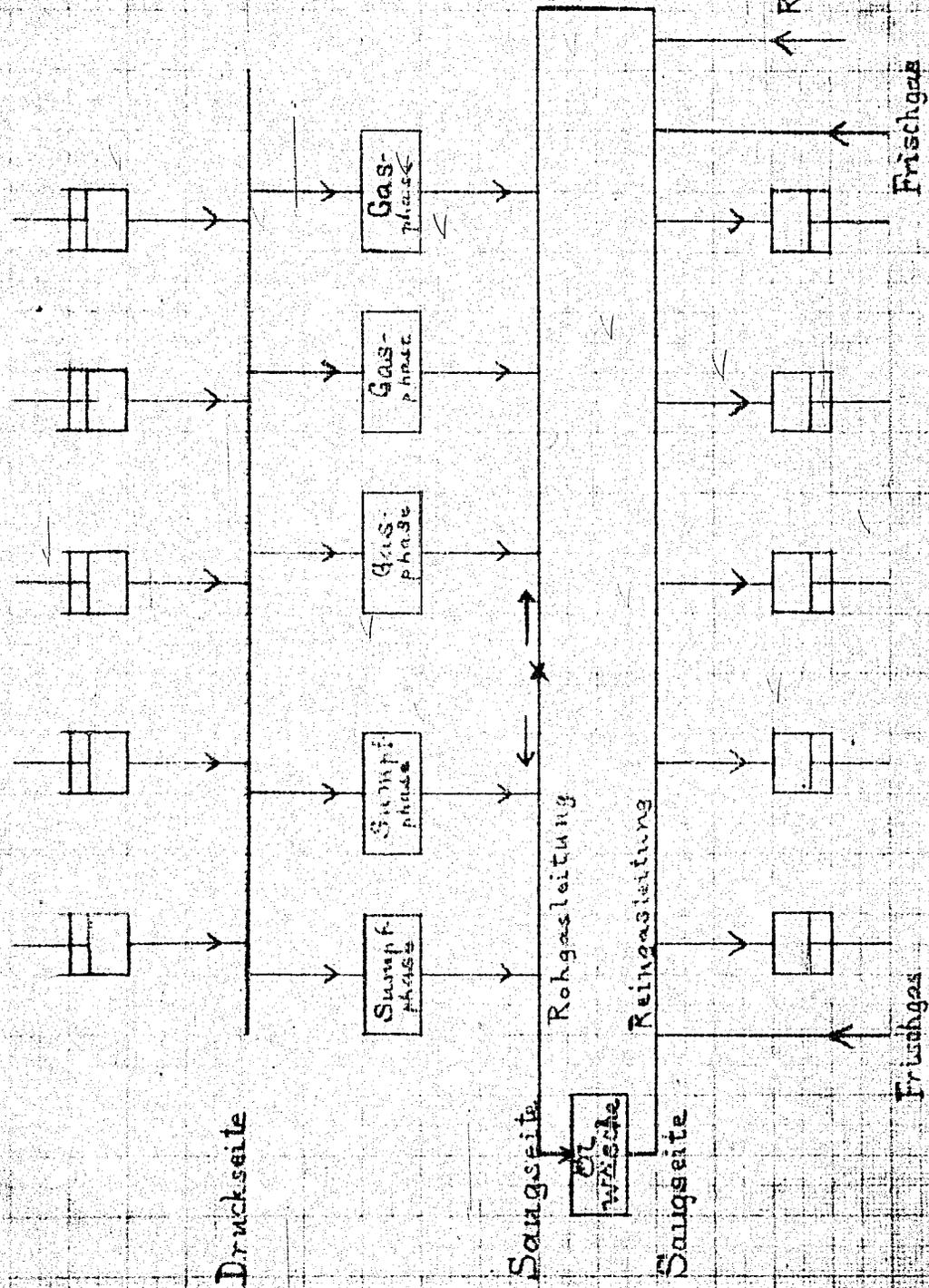
In Magdeburg steht eine Isobutan-Frenkolonne. Wegen mangelnden Butan-Anfalles bei der Dieselfuhrweise ist diese noch nicht in Betrieb genommen; sie wurde bisher nur versuchsweise von Uhd angefahren.

Das Schema des Gaskreislaufs ist in der Anlage beigelegt. Sumpphase, und Vorhydrierung haben gemeinsamen Kreislauf. Auch die zur Zeit nicht in Betrieb befindliche Benzinsierung hängt an dem gleichen Kreislauf. Zur Auswaschung des Ammoniaks ist eine Wasserwäsche vorhanden.

Die Zusammensetzung des Kreislaufgases für die Gasphase kann wenig variiert werden, je nach der Zugabe des Frischgases in die ^{der} Gasphase näher liegende Eingangsleitung. Auch durch den Betrieb der Gaswilaufpumpen, die näher bei der Gasphase liegen, kann die Zusammensetzung des Gaskreislaufes etwas variiert werden.

Der Wasserstoffpartialdruck in der Sumpphase liegt bei etwa 78 %, in der Gasphase bei 83 %.

Schema des Gaskreislaufes in Magdeburg



REVISED PAGE

15. Betreff: Projekt Spanien Auslegung der
Entparaffinierung.
Concerns: - project Spain. Plans for the
installation of the de-paraffination
plant.

Frame nos. 390 - 391

A k t e n n o t i s .
=====

Betroff: Projekt Spanien
Anlage der Entparaffinierung.

390

Die Dimensionierung der Entparaffinierungsanlage in dem Projekt Spanien erfolgt auf Grund folgender Versuche:

I. Kippfilter-Versuche mit Oppener Schieferöl.

Die Versuche hatten folgendes Ergebnis:

	gr	ß	Filterzeit	Ö70	Stoekpunkt	Bemerk.
Einsetz	604	100	--	811	--	+ 4 gr Filterhilfe A
Filtrat I	427	71	2 1/2 - 3 1/4 Min.	859	- 15	1 : 3,2
Filtrat II	33	5	1 1/2 Min.		+ 4	Angemessen 1:6
Waschfiltrat	0	1,3	2/3 Min.			100 ß
Paraffin	128	21,3	--	781	+ 49	
Slap-Paraffin	0	1,4				

Die Leistung pro qm Filterfläche und Stunde errechnet sich hieraus

Stufe I: 740 - 950 l/m² Durchsatz = 530-680 l/m² Filtrat I
" II: 370 l/m² " " 93 l/m² " II

II) Versuche mit TTH-Produkt aus Zeitz.

Die vergleichbaren Filterleistungen im Kippfilter mit TTH-Produkt (400 gr in 1 1/2 - 2 Min) liegen bei

750 - 1000 l/m² Durchsatz = 375-500 l/m² Filtrat I

d.h. die Leistung beim span. Schieferöl ist ^{ca. 10} gleiches wie beim TTH-Produkt in Zeitz.

21089

Zur Zeit werden in Zeits in großen Drehfilter erreicht:

- Stufe I 116 l/m²/h Durchsatz
- II 45 l/m²/h

Diese Zahlen werden der Anlage für Schieferöl zu Grunde gelegt.

III) Berechnung der Anzahl der Filter

Durchsatz der Anlage:	6,1 stufe	=	7,1 cbm/h
Rücklauföl aus Stufe II ca. 8 %		=	0,6 "
Durchsatz Stufe I		=	7,7 cbm/h
• " II ca. 30 %		=	2,3 cbm/h (25 % Öl)
Filterfläche Stufe I:	$\frac{7700}{116}$	=	66 m ² = 2,4 Filter
Stufe II:	$\frac{2300}{45}$	=	51 m ² = 1,9 Filter
Gewählt:	Stufe I : 3 Filter		
	• II : 2 Filter		
	Reserve 1 Filter		
	<hr/>		
	sammen 6 Filter		

IV) Verdünnungsverhältnis:

- Stufe I: 1 : 3 Waschpropan 100 %
- II: 1 : 6 nur Annemischung. Waschpropan 200 %

V) Verschiedenes:

a) In der Kaltpropanleitung ist vor dem Wärmeaustauscher ein Trockenturm einzuschalten.

b) Der Kaltpropanbehälter kann wegfallen. Das Kaltpropan geht hinter dem Wärmeaustauscher direkt nach den Kühlern bzw. nach den Filtern.

c) Die Filtratlösung der II. Stufe wird zum Frischpropan der I. Stufe vor der Vermischung mit dem Öl zugegeben. Die Frischpropanmenge wird so bemessen, daß das Gesamt-Verdünnungsverhältnis zum Schluß 1 : 3 beträgt.

d) Es wird eine Slop-Kolonne aufgestellt, in welcher die Filtratlösung der II. Stufe getrennt abdestilliert werden kann. Gleichzeitig sind an diese Slop-Kolonne anzuschließen die FO-Leitungen aus dem Filterspeichbehälter sowie aus den Filtern, um schlechte Ansätze getrennt abdestillieren zu können.

gez. Flauth

INDEX

16. Abgase der DID-Toluol-Anlage Lu/Op nach II. Ausbau.
Flu-gases of the DID-toluol plant Ludwig-
shafen/Opladen after the second reconstruction
(enlargement).

Frame nos. 392 - 400

Abgabe der DHD-Toluol-Anlage Lu/Op nach II. Ausbau.

In den nachstehenden Tabellen sind die voraussichtlich anfallenden Abgabe der DHD-Anlage Lu/Op nach erfolgtem Ausbau auf 100 000 t Jato Erzeugungsprodukte zusammengestellt worden. Für die Berechnung sind zwei Fälle angenommen worden:

- A. Ausgangsprodukt = Erdölbenzin (Typ Rumänien).
- B. = Benzin aus der Steinkohlhydrierung

Für die erste Stufe der Dehydrierung der Ausgangsprodukte auf ein Aromatenbenzin mit 50 Vol.-% Aromaten sind für den Fall A (Erdölbenzin) die Vergasungszahlen der DHD-Anlage Ka 801 vom ersten Halbjahr 1942 zugrunde gelegt, in welcher Zeit bekanntlich rumänisches Erdölbenzin verarbeitet wurde. Für den Fall B (Hydrierbenzin) sind der Berechnung Erfahrungszahlen der Gross- und Kleinapparatur zugrunde gelegt. Für die II. Stufe der Dehydrierung einer engeren Aromatenfraktion auf Toluol ist die Höhe der Vergasung aus den Versuchen der Gross- und Kleinapparatur bekannt. Für die Vergasungsverteilung liegen keine genauen Erfahrungswerte vor und daher ist diese geschätzt worden.

Die in den einzelnen Verarbeitungstufen mit den anfallenden Gasen erzeugten Kohlenwasserstoffe sind in Tabelle 1 und 2 zusammengestellt. Diese Übersicht zeigt, dass namentlich im Überschussgas der I. Stufe neben wenig Pentan noch Propan und Butan in wesentlicher Menge vorliegen und zweckmäßig gewonnen werden können. Es wurde daher eine Waschung dieses Gases auf der Druckseite des Kreislaufes mit Schwerebenzin - Einspritzprodukt der Kammer vorgesehen, wobei das Waschbenzin nach Entspannung in die Vordestillation zurückgeführt werden soll. In Tabelle 3 und 4 ist diese Waschung mit 4,0 bzw. 3,0 m³/h Schwerebenzin berechnet worden unter Entspannung des Waschbensins nach der Waschung auf 10 und 5 atm. Die Rechnung ergibt, dass bei Entspannung auf 5 atm statt auf 10 atm keine wesentlichen Mengen C₃ und C₄ verlorengehen. Für die weitere Berechnung ist denn angenommen, dass die in Waschbenzin gelösten Gase in der Vordestillation vom abdestillierten Leichtbenzin aufgenommen werden, mit diesem über die Druckvorlagen in die Stabilisierungsanlage gelangen und in dieser als Reichgas zusätzlich anfallen. In Tabelle 5 und 6 sind die hiernach anfallenden Gas mengen zusammengestellt, wobei bei Entspannung des Waschbensins auf 10 atm eine Zwischenentspannung von 10 auf 5 atm und eine Kompression dieses Zwischenentspanngases in das normale Reichgas eingerichtet werden müsste, da die Vordestillation nicht auf 10 atm Druck gefahren werden kann. Da u. B. nicht lohnend, wurde für die weitere Betrachtung diese Verarbeitungsmöglichkeit ausgeschlossen.

In Tabelle 7 und 8 sind die mit Waschung des DHD-Überschussgases der I. Stufe mit Schwerebenzin und Entspannung desselben auf 5 atm anfallenden Abgabe zusammengestellt. Sie ergeben sich hiernach in den anfallenden Reichgasen (Tabelle 8) rechnergemäss

217471

nachfolgende Äthan-, Propan- und Butanmengen. für die eine besondere Gewinnung unter allen Umständen als lohnend erscheint.

A. Ausgangsprodukt-Erdölbenzin B. Ausgangsprodukt-Hydrierbenzin

C_2H_6	303	moto = 3640	jato	327	moto = 3930	jato
C_3H_8	806	" = 9650	"	558	" = 6700	"
C_4H_{10}	728	" = 8734	"	534	" = 6414	"

Zusammenfassung.

Es werden die voraussichtlich anfallenden Abgase der DHD-Anlage Lu/Op nach erfolgtem Ausbau auf 100 000 jato Erzeugungsprodukte für den

Fall A der Verarbeitung von Erdölbenzin und für den Fall B der Verarbeitung von Hydrierbenzin aus Steinkohle berechnet.

Es ergeben sich in den anfallenden Restgasen nachfolgend aufgeführte vorhandene Äthan-, Propan- und Butanmengen. Davon könnten Propan und Butan durch Kondensation in der Stabilisierungs-Anlage und anschließender Kompression des Restgases zu etwa 80% als Freigas gewonnen werden.

Anfallmengen der DHD-Anlage Lu/Op II. Ausbau.

A. Ausgangsprodukt-Erdölbenzin B. Ausgangsprodukt-Hydrierbenzin aus Steinkohle.

C_2H_6	303	moto = 3640	jato	327	moto = 3930	jato
C_3H_8	806	" = 9650	"	558	" = 6700	"
C_4H_{10}	728	" = 8734	"	534	" = 6414	"

gez. Süßenguth

Tabelle 1.

Abgase DHD-Erweiterung
Abgase der I. Stufe (ohne Waschung)

A. Aus Erdöl (Rom.Benzin)

3200 m³/h (6000 h/Jahr)
1,1 Mill. m³/Monat
13,2 " m³/Jahr Überschussgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	33	13	7	1,5	0,33	45
m ³	726	286	154	33	7	990
to/h	0,48	0,36	0,28	0,08	0,021	0,082
to/Mon.	240	180	144	40	10,5	41
to/Jahr	2880	2160	1630	480	126	492

B. Aus Hydrierung (Steink.Benzin)

2500 m³/h (7000 h/Jahr)
1,46 Mill. m³/Monat
17,5 " m³/Jahr Überschussgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	33	8	3	1,0	0,33	54
m ³	825	200	75	25	8	1350
to/h	0,55	0,25	0,14	0,06	0,024	0,111
to/Mon.	321	146	82	35	14	66
to/Jahr	3850	1750	980	420	168	791

250 m³/h (6000 h/Jahr)
125000 m³/Mon.
1,5 Mill. m³/Jahr Ents.Gas 7ata

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	30	35	18	5	1	11
m ³	75	87,5	45	12,5	2,5	27,5
to/h	0,05	0,109	0,08	0,0302	0,0075	0,0023
to/Mon.	25	43,7	41,2	15,1	3,75	1,14
to/Jahr	300	654	495	181	45	14

250 m³/h (7000 h/Jahr)
146000 m³/Mon.
1,75 Mill. m³/Jahr Ents.Gas 10at

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	21	34	7	2	1	34
m ³	52	85	17,5	5	2,5	85
to/h	0,035	0,106	0,021	0,021	0,0075	0,021
to/Mon.	20,4	61,8	18,7	7,1	4,37	4,14
to/Jahr	245	742	2247	84,7	52,5	49,7

1600 m³/h (6000 h/Jahr)
0,8 Mill. m³/Mon.
9,6 Mill. m³/Jahr Stabil.-Gas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	5	23	42	30	-	-
m ³	80	368	673	480	-	-
to/h	0,053	0,46	1,235	1,160	-	-
to/Mon.	26,7	130	616	580	-	-
to/Jahr	310	2760	7420	6960	-	-

1031 m³/h (7000 h/Jahr)
0,6 Mill. m³/Mon. Ab-
7,2 Mill. m³/Jahr Stabil.-Gas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	2	34	37	27	-	-
m ³	21	350	382	278	-	-
to/h	0,024	0,437	0,700	0,672	-	-
to/Mon.	8,2	255	408	399	-	-
to/Jahr	98	3060	4900	4700	-	-

Tabelle 2.

Abgang der II. Stufe (Toluolkammer).

125 m³/h (5300 h/Jahr)
 55000m³/Monat
 662000m³/Jahr Überschussgas.

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	60	14	1	1	0,3	22
m ³ /h	75	17,5	1,3	1,2	0,38	27,5
to/h	0,05	0,022	0,0024	0,0029	0,0011	0,0023
to/Monat	22,1	9,7	1,06	1,28	0,48	1,08
to/Jahr	265	116,5	12,7	15,4	5,8	12,8

125 m³/h (5300 h/Jahr)
 55000m³/Monat
 662000m³/Jahr Natp.-Gas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	70	20	4,4	1,9	1,0	3,5
m ³ /h	87	24,5	5,5	2,4	1,2	4,4
to/h	0,058	0,0306	0,0092	0,0057	0,0036	0,0094
to/Monat	25,8	13,45	4,36	2,5	1,6	0,17
to/Jahr	310	161,5	52,7	30	19	2,1

232 m³/h (8000 h/Jahr)
 155000m³/Monat
 1855000m³/Jahr Stabilisierungs-Abgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	10	28	32	30	-	-
m ³ /h	23	65	75	69	-	-
to/h	0,0156	0,0811	0,1376	0,1668	-	-
to/Monat	10,4	54,8	91,7	111,2	-	-
to/Jahr	125	650	1100	1384	-	-

Fall A (Rusnic)

Waschung des DHD-Überschussgases der I. Stufe mit $4,0 \text{ m}^3/\text{h}$ Schwerbenzin
Zusammensetzung des Restgases

	Zusammensetzung des Überschussgases		Teildruck bei 40at		Löslichkeit dyn. $\text{m}^3/\text{m}^3 \text{ u. at}$	In $4,0 \text{ m}^3/\text{h}$ Waschlösung sich m^3	Ungelöst bleiben m^3	Zusammensetzung des Restgases	
	m^3	%	atm					%	
H_2	990	45	18,0	0,12	8,6	981,4	51,84		
OH_4	726	33	13,2	0,83	44	682	36,0		
O_2H_6	286	13	5,2	3,60	75	211	11,11		
O_3H_8	154	7	2,8	12,40	139	15	0,79		
O_4H_{10}	33	1,5	0,6	74,0	32	1	0,05		
O_5H_{12}	7,25	0,33	0,132		7	0,25	0,013		
div.	3,75	0,17	0,068		-	3,75	0,197		
Summe	2200	100,00	40,000		305,6	1894,4	100,00		

Tabelle

Fall B (Steink)

Waschung des DHD-Überschussgases der I. Stufe mit $3,8 \text{ m}^3/\text{h}$
Zusammensetzung des Restgases

	Zusammensetzung des Überschussgases		Teildruck bei 50at		Löslichkeit dyn. $\text{m}^3/\text{m}^3 \text{ u. at}$	In $3,8 \text{ m}^3/\text{h}$ Waschlösung sich m^3	Ungelöst bleiben m^3/h	Zusammensetzung des Restgases	
	m^3/h	%	atm					%	
H_2	1350	54	27	0,12	13	1337	58,82		
OH_4	825	33	16,5	0,83	55	770	33,92		
O_2H_6	200	8	4,0	3,60	58	142	6,25		
O_3H_8	75	3	1,5	12,40	70	5	0,22		
O_4H_{10}	25	1	0,5	74,0	24	1	0,044		
O_5H_{12}	8,25	0,33	0,165		8	0,25	0,011		
div.	16,75	0,67	0,335		-	16,75	0,735		
Summe	2500	100,00	50,000		228	2272,00	100,000		

Tabelle 3.

Fall A (Rusinisches Benzol)

A Schwerbenzin

Entspannung des Waschbenzins des EHD-Überschussgases auf 10 atm,
Zusammensetzung des Entsp.-Gases.

Ungelöst bleiben m ³	Zusammenset- zung des Rest- gases %	Löslichkeit stat. m ³ /m ³ a.at	In 1 m ³ Waschbi s.gelöst m ³	Teildruck b. Entsp. auf V _{1,6} V	entpannt werden m ³	Zusammenset- zung des Ent- sp.-Gases %	gelöst im Wasch- bi bleiben m ³	to	Zusammenset- zung des gel. Gases %
981,4	51,84	0,13	2,15	1,24	7,9	12,0	0,7	0,000	0,29
682	36,0	0,9	11,0	4,30	27,5	41,8	16,5	0,011	6,88
211	11,11	4,5	18,75	3,07	19,6	29,8	55,4	0,069	23,10
15	0,79	20	34,75	1,61	10,3	15,6	128,7	0,236	53,66
1	0,05	100	8	0,08	0,5	0,8	31,5	0,076	13,15
0,25	0,013	-	1,75	-	-	-	7,0	0,020	2,92
5	0,197	-	-	-	-	-	-	-	-
100	100	-	76,40	10,30	65,8	100,0	239,8	0,412	100,00

Tabelle 4.

Fall B (Steinkohle-Benzol)

Entspannung des Waschbenzins des EHD-Überschussgases auf 10 atm.
Zusammensetzung des Entsp.-Gases.

Ungelöst bleiben m ³ /h	Zusammenset- zung des Rest- gases %	Löslichkeit stat. m ³ /m ³ a.at	Zu 1 m ³ Waschbi s.gelöst m ³	Teildruck b. Entsp. auf V _{1,99} V	entpannt werden m ³ /h	Zusammenset- zung des Ent- sp.-Gases %	gelöst im Wasch- bi bleiben m ³ /h	to	Zusammenset- zung des Waschbi gel. Gases %
1337	58,82	0,13	3,4	1,64	13,1	16,4	0,9	0,000	0,6
770	33,92	0,9	14,5	5,09	39,7	50,9	15,3	0,010	10,2
142	6,25	4,5	15,3	2,37	18,5	23,7	39,5	0,049	26,2
	0,22	20	18,5	0,84	6,5	8,4	63,5	0,116	42,1
	0,044	100	6,3	0,06	0,5	0,6	23,5	0,057	15,6
0,25	0,011	-	2,1	-	-	-	8,0	0,024	5,3
16,75	0,735	-	-	-	-	-	-	-	-
2272,00	100,000	-	60,1	10,00	77,3	100,0	150,7	0,256	100,0

Abgase DHD-Erweiterung.

Abgase der I.Stufe mit Waschung des Überschussgases mit Schwerbenzin (Einspritzprodukt der

I.Stufe) und Entspannen des Waschbenzin auf 10 atm.

A. Aus Erdöl

1960 m³/h (6000 h/Jahr)
 0,98 Mill. m³/Monat
 11,75 Mill. m³/Jahr Überschussgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	36,2	11,8	1,3	0,08	0,01	50,5
m ³	709,5	230,6	25,3	1,5	0,25	989,4
to/h	0,47	0,29	0,046	0,0036	0,00075	0,082
to/Mon.	235	145	23	1,8	0,375	41
to/Jahr	2820	1740	276	21,6	4,5	492

250 m³/h (6000 h/Jahr)
 125000 m³/Monat
 1,5 Mill. m³/Jahr Entsp.-Gas 7 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	30	35	18	5	1	11
m ³	75	87,5	45	12,5	2,5	27,5
to/h	0,05	0,109	0,0825	0,0302	0,0075	0,0023

B. Aus Hydrierung

2349 m³/h (7000 h/Jahr)
 1,37 Mill. m³/Monat
 16,45 Mill. m³/Jahr Überschussgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	34,5	6,8	0,49	0,06	0,011	57,4
m ³	809,7	160,5	11,5	1,5	0,25	1349,1
to/h	0,54	0,20	0,021	0,0036	0,00075	0,112
to/Mon.	316	117	12,2	2,08	0,438	65,4
to/Jahr	3780	1400	147	25	5,25	784

250 m³/h (7000 h/Jahr)
 146000 m³/Monat
 1,75 Mill. m³/Jahr Entsp.-Gas 10 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	21	34	7	2	1	34
m ³	52	85	17,5	5	2,5	8,5
to/h	0,035	0,106	0,0321	0,0121	0,0075	0,0071

to/Mon.	235	145	23	1,8	0,375	41
to/Jahr	2820	1740		1,6	4,5	492

250 m³/h
 125000 m³/Monat
 1,5 Mill. m³/Jahr
 Entsep.-Gas 7 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	30	35	18	5	1	1,1
m ³	75	87,5	45	12,5	2,5	27,5
to/h	0,05	0,109	0,0825	0,0302	0,0075	0,0023
to/Mon.	25	43,7	41,2	15,1	3,75	1,14
to/Jahr	300	654	495	181	45	14

1834 m³/h
 917500 m³/Monat
 11 Mill. m³/Jahr
 (6000 h/Jahr)
 Stabil.-Abgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	5,3	23,1	43,7	27,9	-	0,03
m ³	96,5	423,4	801,7	511,5	-	0,7
to/h	0,0643	0,529	1,47	1,235	-	-
to/Mon.	32,2	265	735	616	-	0,03
to/Jahr	386	3180	8820	7410	-	0,36

to/Mon.	316	117	12,2	2,08	0,676	65,4
to/Jahr	3780	1400		25	5,25	784

250 m³/h
 146000 m³/Monat
 1,75 Mill. m³/Jahr
 Entsep.-Gas 10 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	21	34	7	2	1	34
m ³	52	85	17,5	5	2,5	8,5
to/h	0,035	0,106	0,0321	0,0121	0,0075	0,0071
to/Mon.	20,4	61,8	18,7	7,1	4,37	4,14
to/Jahr	245	742	224,7	84,7	52,5	49,7

1174 m³/h
 685000 m³/Monat
 8,2 Mill. m³/Jahr
 (7000 h/Jahr)
 Stabil.-Abgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
%	3,1	33,2	37,9	25,7	-	0,08
m ³	36,3	389,5	445,5	301,5	-	0,9
to/h	0,0242	0,487	0,817	0,729	-	-
to/Mon.	14,1	284	477	425	-	-
to/Jahr	170	3410	5720	5096	-	0,53

97

Tabelle 6.

Abgas DHD-Erweiterung.

Abgabe der I. Stufe mit Waschung des Überschussgases mit Schwefelsäure (Einspritzprodukt der I. Stufe) und Entspannen des Waschensins auf 5 atm.

A. Erdöl.
 2022 m³/h (6000 h/Jahr)
 1,025 Mill. m³/Monat
 12,5 Mill. m³/Jahr Überschussgas

B. Hydrierung.
 2384 m³/h (7000 h/Jahr)
 1,39 Mill. m³/Monat
 16,7 Mill. m³/Jahr Überschussgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	35,7	12,7	2,43	0,13	0,012	48,9
to/h	720,7	256,5	49,1	2,7	0,25	969,8
to/h	0,48	0,32	0,09	0,0065	0,00075	0,082
to/Mon.	240	160	45	3,26	0,375	41
to/Jahr	2880	1920	540	39	4,5	492

250 m³/h (6000 h/Jahr)
 125000 m³/Monat
 1,5 Mill. m³/Jahr Entsp.-Gas 7 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	30	35	18	5	1	11

	OH ₄	O ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	34,3	7,35	0,89	0,10	0,01	56,6
to/h	818,1	175,3	21,2	2,4	0,25	1349,5
to/h	0,54	0,22	0,039	0,0058	0,00075	0,112
to/Mon.	316	128	22,8	3,38	0,438	65,4
to/Jahr	3780	1540	273	40,6	5,25	784

250 m³/h (7000 h/Jahr)
 146000 m³/Monat
 1,75 Mill. m³/Jahr Entsp.-Gas 10 atm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	21	34	7	2	1	34

to/Mon.	240	160	45	3,26	0,375	316	128	22,8	3,38	0,438
to/Jahr	2380	1920	540	39	4,5	3780	1540	273	40,6	5,25

250 m³/h (6000 h/Jahr)
 125000 m³/Monat
 1,5 Mill. m³/Jahr Entsp.-Gas 7 stm

250 m³/h (7000 h/Jahr)
 146000 m³/Monat
 1,75 m³/Jahr Entsp.-Gas 10 stm

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
g	30	35	18	5	1	11
m ³	75	87,5	45	12,5	2,5	27,5
to/h	0,05	0,109	0,0825	0,0302	0,0075	0,0023
to/Mon.	25	54,5	41,2	15,1	3,75	1,14
to/Jahr	300	654	495	181	45	14

1772 m³/h (6000 h/Jahr)
 887000 m³/Monat
 10,65 Mill. m³/Jahr Stabil.-Abgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
g	4,8	22,5	43,8	28,8	-	0,01
m ³	85,3	398,5	777,2	510,3	-	0,2
to/h	0,0569	0,498	1,422	1,232	-	-
to/Mon.	28,4	249	714	617	-	0,008
to/Jahr	341	2990	8550	7400	-	0,10

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
g	21	34	7	2	1	34
m ³	52	85	17,5	5	2,5	85
to/h	0,035	0,106	0,0321	0,0121	0,0075	0,0071
to/Mon.	20,4	61,8	18,7	7,1	4,37	4,14
to/Jahr	245	742	224,7	84,7	52,5	49,7

1140 m³/h (7000 h/Jahr)
 665000 m³/Monat
 8 Mill. m³/Jahr Stabil.-Abgas

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
g	2,4	32,9	38,2	26,3	-	0,04
m ³	27,9	374,7	435,8	300,6	-	0,5
to/h	0,0186	0,468	0,80	0,725	-	-
to/Mon.	10,8	273	466	423	-	0,024
to/Jahr	130	3280	5600	5080	-	0,29

398

Tabelle 7.

Abgase DHD-Erweiterung Lu-Op. (Mit Waschung des DHD)-Überschussgases der I.

A. Ausgangsprodukt = Erdölbenzin

Gasbezeichnung	Mengen in to/h							
	m ³ /h	to/h	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
I. Stufe: Überschussgas	2022	0,98	0,48	0,32	0,09	0,0065	0,0008	0,082
Entsp.-Gas	250	0,28	0,05	0,11	0,08	0,030	0,0075	0,002
Stabil-Abgas	1772	3,21	0,06	0,50	1,42	1,232	-	-
II. Stufe: Überschussgas	125	0,08	0,05	0,02	-	0,0029	0,0011	0,002
Entsp.-Gas	125	0,11	0,06	0,03	0,01	0,0057	0,0036	-
Stabil-Abgas	232	0,40	0,01	0,08	0,14	0,1668	-	-
Gesamtgas	4526	5,06	0,71	1,06	1,74	1,444	0,013	0,087
Arngas	2522	1,45	0,64	0,48	0,18	0,045	0,013	0,087
Reichgas	2004	3,61	0,07	0,58	1,56	1,399	-	-

Gasbezeichnung	Menge/Monat		Mengen in to/Monat					
	m ³ .10 ³	to	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
I. Stufe: Überschussgas	1025	490	240	160	45	3	0,38	41
Entsp.-Gas	125	141	25	54	41	15	3,75	1
Stabil-Abgas	887	1608	28	249	714	617	-	-
II. Stufe: Überschussgas	55	36	22	10	1	1	0,48	1
Entsp.-Gas	55	48	26	14	4	3	1,60	-
Stabil-Abgas	155	268	10	54	92	111	-	-
Gesamtgas	2302	2591	351	541	897	750	6,21	43
Arngas	1260	715	313	238	91	22	6,21	43
Reichgas	1042	1876	38	303	806	728	-	-

Gasbezeichnung	Menge/Jahr		Mengen in to/Jahr					
	m ³ .10 ⁶	to	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
I. Stufe: Überschussgas	12,3	5880	2880	1920	540	39	4	492
Entsp.-Gas	1,5	1689	300	654	495	181	45	14
Stabil-Abgas	10,7	19281	341	2990	8550	7400	-	-
II. Stufe: Überschussgas	0,7	427	265	116	13	15	6	12
Entsp.-Gas	0,6	575	310	162	52	30	19	2
Stabil-Abgas	1,8	3259	125	650	1100	1334	-	-
Gesamtgas	27,6	31061	4221	6492	10750	8999	74	520
Arngas	15,1	8971	3755	2852	1100	265	74	520
Reichgas	12,5	22490	466	3640	9650	8734	-	-

Tabelle 7.

a) DHD-Überschussgasen der I. Stufe mit S-Benzin und Entspannen des Waschbensins auf 5 atm).

b. Ausgangsbenzin = Benzin aus der Steinkohlehydrierung.

Mengen in to/h

No	C ₃ H ₈		C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂	m ³ /h	to/h	Mengen in to/h					
	m ³ /h	to/h						CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
32	0,07	0,0035	0,0008	0,082		2384	0,94	0,54	0,22	0,04	0,0058	0,0008	0,112
11	0,08	0,030	0,0075	0,002		250	0,20	0,04	0,11	0,03	0,0121	0,0075	0,007
50	1,42	1,232	-	-		1140	2,01	0,02	0,47	0,80	0,7250	-	-
02	-	0,0029	0,0011	0,002		125	0,08	0,05	0,02	-	0,0029	0,0011	0,002
73	0,01	0,0057	0,0036	-		125	0,11	0,06	0,03	0,01	0,0057	0,0036	-
	0,14	0,1668	-	-		232	0,40	0,01	0,08	0,14	0,1668	-	-
60	1,74	1,444	0,013	0,087		4256	3,74	0,72	0,93	1,02	0,918	0,0130	0,121
48	0,18	0,045	0,013	0,087		2884	1,33	0,69	0,38	0,08	0,026	0,0130	0,121
58	1,56	1,399	-	-		1372	2,41	0,03	0,55	0,94	0,892	-	-

Mengen in to/Monat

No	Menge/Monat				Mengen in to/Monat							
	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂	m ³ · 10 ³	to	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
60	45	3	0,38	41	1390	547	316	128	23	3	0,44	66
54	41	15	3,75	1	146	117	20	62	19	7	4,37	4
49	714	617	-	-	665	1173	11	273	466	423	-	-
	1	1	0,48	1	55	36	22	10	1	1	0,48	1
	4	3	1,60	-	55	48	26	13	4	3	1,60	-
	92	111	-	-	155	267	10	54	92	111	-	-
41			6,21	43	2466	2188	405	540	605	548	6,89	71
38			6,21	43	1646	748	384	213	47	14	6,89	71
03			-	-	820	1440	21	327	548	534	-	-

Mengen in to/Jahr

No	Menge/Jahr				Mengen in to/Jahr							
	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂	m ³ · 10 ⁶	to	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
10	540	39	4	492	16,7	6560	3780	1340	273	40	5	784
54	495	181	45	14	1,8	1399	245	742	225	85	53	50
90	8550	7400	-	-	8,0	14090	130	3280	5600	5080	-	-
16	13	15	6	12	0,6	427	265	116	13	15	6	12
62	52	30	19	2	0,7	575	310	162	52	30	19	2
50	1100	1334	-	-	1,8	321	125	650	1100	1334	-	-
72	10750	8999	74	520	29,6	23372	4855	6490	7263	6584	83	848
52	1100	265	74	520	19,8	8961	4600	2560	563	170	83	848
40	9630	8734	-	-	9,8	14411	255	3930	6700	6414	-	-

Tabelle 8.

400

Reichsamt MID-Erweiterung I. und II. Stufe.

A. Aus Erdöl.

2004 m³/h
 1,042 Mill. m³/Monat
 12,5 Mill. m³/Jahr

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	5,4	23,1	42,6	28,89	-	0,01
to/h	0,0725	0,58	1,56	1,40	-	-
to/Monat	2,18	17,4	47,8	42,0	-	0,03
to/Jahr	26,2	208,8	573,6	504,0	-	0,36

B. Aus Koks- und Gichtgas.

1872 m³/h
 0,82 Mill. m³/Monat
 9,86 Mill. m³/Jahr

	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	C ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	H ₂
m ³	3,7	32,0	37,3	26,96	-	0,04
to/h	0,0442	0,384	0,441	0,322	-	-
to/Monat	1,33	11,7	13,2	9,66	-	0,12
to/Jahr	15,9	140,4	158,4	115,9	-	1,44

TITLE PAGE

17. Einfluss zugesetzter organischer Stickstoffverbindungen auf die Ergebnisse der Benzinierung von Erdöl-Gasöl über Kontakt 6434.
Influence of added organic nitrogen compounds on the results of the "benzinierung" of petroleum-gas oil over contact 6434.

Frame Nos. 401 - 405

Hochdruckversuche
Lu 558

12. Febr. 1943 Gth/13

Einfluss ausgetaster organischer Stickstoffverbindungen auf die Ergebnisse der Bessinierung von Erdöl-Grasöl über Kontakt 6454.

Zusammenfassung.

Bei Untersuchungen über den Einfluss des Stickstoffgehalts von Ölen auf ihre Bessinierbarkeit fiel auf, dass vorhydrierte Braunkohl- und Steinkohlenschweltermittelöle mit bedeutend höherem Stickstoffgehalt (Basenzahl) noch gut bessinierbar sind als vorhydrierte Steinkohlenteer- oder Stein- und Braunkohlenverflüssigungsmittelöle. Es lag die Vermutung nahe, dass hier ein Einfluss des chemischen Charakters der N-Verbindung vorliegt.

Zur Aufklärung dieser Frage wurden Bessinierungsversuche unter streng vergleichbaren Bedingungen mit Zusatz einer gewissen Menge Stickstoff in Form verschiedener Stickstoffverbindungen (Dibutylamin, Anilin, N-Dimethyl-Anilin, Methyl-naphthylamin, Pyrrol, Pyridin und Chinolin) durchgeführt. Naphthenische N-Verbindungen und gesättigte Heterocyklen wurden bisher noch nicht verwendet.

Die Unterschiede in der spezifischen spaltheimenden Wirkung zwischen den einzelnen N-Verbindungen waren so gering, dass hiermit die obengenannten auffälligen Effekte nicht erklärt werden können.

gez. Günther

Gemeinsam mit:

Dr. Peters,

Dr. Grassl,

D. Ch. Trofimow,

Dr. Masée,

Dr. Füst

Einfluss zugesetzter organischer Stickstoffverbindungen auf die Benzinkonzentration der Benzinkonzentration von Erdöl-Gasöl über Kontakt 6434.

Im Rahmen von Untersuchungen über den Einfluss des Stickstoffgehaltes vom Öl auf ihre Benzinkonzentration (vgl. Bericht 20 9581, Dr. Günther, v.d.l.43) wurden eine Reihe von Versuchen durchgeführt, bei denen unter streng konstant gehaltenen Bedingungen ein Gasöl unter Zusatz verschiedener organischer Stickstoffverbindungen benziniert wurde. Die Bedingungen waren:

Ofentyp: 50 ccm Ofen mit Aufwärtsströmung
 Kontakt: 6434-T-Pillen, 50 ccm = 40g
 Druck: 250 at Nullgas (= ca 245 at H_2)
 Temperatur: 19 MV = 375°C
 Durchsatz: 1,5 kg Öl/Ltr. Kont./Std. = 75g/h
 Gas: Öl: 2,67 cbm/kg = 200 Ltr/h
 Öl: P 1203 Gasöl redest. -325°C am 25.8.42 (Bruch-
 (21))
 Zusätze: 0,75% Schwefelkohlenstoff
 zum Öl: + 0,015% N in Form der jeweilig verwendeten organischen Stickstoffverbindung.

Folgende organische Stickstoffverbindungen wurden verwendet: Dibutylamin; Anilin; N-Dimethylanilin; Methyl-naphthylamin; Pyrrol, Pyridin und Chinolin; d.h. also aliphatische N-Verbindungen, aromatische N-Verbindungen mit N am Kern und ungesättigte heterocyclische N-Verbindungen, nicht aber u.a. naphthenische und gesättigte heterocyclische N-Verbindungen. Der Versuch wurde zuerst jeweils 2-3 Tage ohne Zusatz der Stickstoffverbindung durchgeführt. Hierbei wurden bei den einzelnen Versuchen 64; 62; 63; 66; 67; 69 und 67% Benzol bis 150°C im Abstreifer erhalten. Diese Werte verbürgen eine gute Vergleichbarkeit der Versuche untereinander.

Im Anschluss daran wurde dem Ausgangsprodukt die Stickstoffverbindung zugesetzt und während der nächsten 5 Tage der Abstreifer täglich auf seinen Gehalt an bis 150°C siedenden Bestandteilen untersucht. Nach diesen 5 Tagen wurde der Stickstoffzusatz wieder weggelassen und an den folgenden drei oder vier Tagen jeweils die Benzinkonzentration des Anfallproduktes ermittelt. Die Ergebnisse sind auf Tabelle I dargestellt und auf Tabelle II ausgewertet. Die N-Verbindungen sind auf den Tabellen in der Reihenfolge, aliphatische N-Verbindungen - aromatische Amine nach steigendem Molekulargewicht - ungesättigte Heterocyclole nach steigendem Molekulargewicht geordnet. An Ende ist noch ein Versuch mit Kontakt 6797 (Terrans-Pet.) unter Anilinzusatz angeführt. Durch Zusatz der Stickstoffverbindungen sanken die Benzinkonzentrationen auf 30 bis 55% der ursprünglichen Werte (Spalte (K II/K I) der Tabelle II). Nach Weglassen der N-Zusätze stiegen die Konzentrationen rasch wieder an und erreichten wieder Werte zwischen 70 und 102% (K III/K I), Tabelle II) der Anfangskonzentrationen; d.h. die Mitverarbeitung der Benzol über den Spaltkontakt bewirkte zwar ein Absinken der Spaltung, aber nicht eine Schädigung der Aktivität des Kontaktes. Das weitere sind in die Tabelle I

noch die Werte K II/K III aufgenommen. Das Mittel aus K II/K I und K II/K III (das ist das Verhältnis der Benzinkonzentration bei Zusatz von Stickstoff gegenüber dem Mittel aus den Benzinkonzentrationen der Perioden vorher und hinterher) ist ein Maß für den spalthehenden Einfluss der jeweils verwendeten Stickstoffverbindung.

Es gelang nicht, System in diese Zahlen zu bringen. Bei Betrachtung der Molekulargewichte zeigt sich, daß wohl dem geringsten Molekulargewicht die geringste, dem höchsten Molekulargewicht die höchste spalthehende Wirkung zukommt. Jedoch ordnen sich die anderen Zahlen, besonders Dibutylamin und Anilin, hier nicht gut ein. Auch auf Grund des chemischen Charakters der Stickstoffverbindung ist keine Ordnung der Zahlen zu erreichen. Es ist aber immerhin bemerkenswert, dass die Heterocyklen nicht einen spalthehenden Einfluss haben als Verbindungen mit H in der Seitenkette.

Der Kontakt 8797 scheint noch etwas stickstoffempfindlicher zu sein als Kontakt 6434.

In Anbetracht der beobachteten relativ geringen spalthehenden Wirkung des Stickstoffs in B-Produkten aus Stein- und Braunkohlenschwefelstein wäre es noch wünschenswert, einige Versuche mit naphthenischen N-Verbindungen (Typ Hexahydroanilin) bzw. mit gesättigten Heterocyklen (Typ Pyrrolidin, Piperidin usw.) durchzuführen. Die Stickstoffverbindungen stellten Herr Dr. Bueren und Dr. Wittmann zur Verfügung.

Tabelle I.

Benzinlierung von Bruchsaler Gasöl über Kontakt 6434 unter Zusatz verschiedener Stickstoffverbindungen.

Produkt während der Periode mit Zusatz v. Stickstoffverbindg.	P 1203-Gasöl allein				P 1203-Gasöl+Benzenzusatz						Wieder P 1203 Gasöl allein					
	Konzentration K I				am 5. Tag Konzentration KII						Am letzten Tag Konzentr. K III					
Tag	1.	2.	3.	4.	1a	1b	2.	3.	4.	5.	6.	1.	2.	3.	4.	5.
P 1203+0,140% Dibutylemin	59	64	-		49	46	38	27	32	38		-	66	65	-	
P 1203+0,100% Anilin	59	62	62		56	43	38	23	22	19		28	45	43	54	
P 1203+0,130% N-Dimethylanilin	58	66	63		56	37	36	28	27	23		46	53	53	55	
P 1203+0,157% Methylsaphthylemin	66	66	-		67	71	66	44	28	19		42	56	58	-	
P 1203+0,072% Pyrrol	67	68	-		64	69	47	34	36	36		43	46	53	50	52
P 1203+0,085% Pyridin	58	69	69		57	36	30	26	30	26		39	60	60	64	
P 1203+0,140% Chinolin	58	71	-		66	55	31	29	24	24		38	61	62	-	
P 1203+0,100% Anilin mit Kontakt 8797	50	57			47	28	10	19	17	17		28	50	50	-	

Tabelle II.

Ansetzung der auf Tabelle I aufgeführten Ergebnisse.

Zugesetzte Stickstoffverbindung	Mol-Gew.	Benzin-Konzentration in Abstreifer K I: zu Beginn des Versuchs P 1203 allein	K II: am Ende der Periode unter Zu- satz der H-Verbindung allein	K III: am Ende des Versuchs P 1203 allein	K III I K III II K III III	K III I K III II K III III
0,140% Dibutylamin	129	64	35	65	55	55
0,100% Anilin	93	62	20	54	32	37
0,130% N-Dimethylanilin	121	63	24	55	38	44
0,157% Methylanaphthylamin	157	66	20	58	30	35
0,072% Pyrrol	67	67	36	52	54	69
0,085% Pyridin	79	69	28	64	41	44
0,140% Chinolin	129	67	24	62	36	39
0,100% Anilin (Kontakt 8797).	93	57	17	50	30	34
						32
						88

SYNOPSIS

18. Werkstofffragen in der Hydrierung.
Problems relating to materials of construction in the hydrogenation process.

Frame Nos. 406 - 407

Werkstofffragen in der Hydrierung.

In der Hydrierung werden an die Werkstoffe - es handelt sich fast ausschließlich um Stähle - vor allen folgende Anforderungen gestellt:

Beständigkeit gegenüber Wasserstoff, Schwefelwasserstoff und teilweise korrodierend wirkenden Katalysatoren, wie z.B. Chlorverbindungen unter Drücken bis zu 700 at und Temperaturen bis etwa 550°. Außerdem müssen die Werkstoffe mechanisch den Anforderungen des Betriebes genügen, die bei den genannten Druck- und Temperatur-Bedingungen sehr hoch sind.

Gegenüber Wasserstoffangriff kann unlegierter Stahl nur bis zu Temperaturen von etwa 200° verwendet werden, da bei höheren Temperaturen innerhalb kurzer Zeit das Material entkeht und völlig versprödet wird. Der Vorgang beruht auf der Zersetzung des Eisencarbids Fe_3C durch Wasserstoff unter Methanbildung, das seinerseits eine sprengende Wirkung und hohe innere Spannungen hervorruft. In ähnlicher Weise werden krydische Einschlüsse in den Kerngrenzen unter Wasserdampfbildung reduziert, der gleichfalls sprengend auf den Gefügeaufbau wirkt. Als wichtigster und wirksamster Legierungszusatz wurde Chrom gefunden, das in Gehalten von etwa 3% ab die erforderliche Wasserstoffbeständigkeit gewährt, da der Kohlenstoff in diesem Falle als sehr stabiler Chromcarbid kaum angreifbar ist. Eine ähnliche Wirkung hat z.B. auch Titan. Außer Chrom werden zur Verbesserung der mechanischen und Verarbeitungs-Eigenschaften noch Zusätze von Mo, V und V und besonders in letzter Zeit auch Mn und Si verwendet.

Schwefelzugriff wirkt sich in der Form aus, daß der in der Kohle enthaltene oder dem Produkt zur besseren Wirksamkeit der sulfidischen Katalysatoren zugesetzte Schwefel in Form von Schwefelwasserstoff das Eisen angreift und an der Oberfläche in Sulfid verwandelt. Durch Diffusionswirkung wächst die Kruste immer stärker und kann zu den verschiedensten Störungen führen. Bei elektrischen Brennern treten durch abgeblätterte Krusten mehrfach Kurzschlüsse auf, bei Ventilen genügten Schichten von weniger als 0,1 mm, um ein Wackelbleiben der Kugelführungen zu vermeiden und bei Wärmeaustauschern und Verheißern wird durch die Krusten der Wärmeübergang verschlechtert und der Strömungswiderstand erhöht. Auch gegenüber Schwefelzugriff gehört Chrom zu den wichtigsten Legierungselementen, erfordert aber Gehalte von mindestens 1% , um ausreichenden Schutz zu geben. Ein besonders einfaches und wirksames Schutzverfahren wurde im Versinken gefunden, das in einer Schichtdicke von 0,2 - 0,3 mm jahrelange Haltbarkeit herbeiführt. Die Durchführung der Versinkung erfolgt meist als Dampfversinkung, das heißt Einlegen der Stücke in reduzierender Sinterdampfmasse bei 700 - 800°.

Gegenüber Chlorangriff, der nicht durch Chlorierung des Eisens, sondern in Kondensationstemperaturbereich durch Einwirkung flüssiger Salzsäure wirkt, wurde in einzelnen Fällen als Schutzanstrichungen von Silber und Antimon mit Erfolg verwendet, jedoch empfiehlt es sich, wenn möglich durch Zusatz von Alkalien die Säure zu neutralisieren. Als wichtigste Kenngröße für die mechanischen Eigenschaften

der Stähle für warme Maße, Schrauben, Flanschen und Reaktionsöfen wird die Dauerstandfestigkeit angesehen. Sie ist Lichtbild als Beispiel für die wichtigsten Röhrenstähle gebracht ist. Man versteht unter Dauerstandfestigkeit die Beanspruchung des Materials, bei der ein anfängliches Fließen des Werkstoffes unter der Wirkung von Temperatur und Belastung noch zum Stillstand kommt und bei der ein bestimmtes Maß bleibender Verformung nicht überschritten wird. Diese Dauerstandfestigkeit wurde meist in Kurzversuchen von etwa 50 Stunden ermittelt, was nur durch Extrapolation möglich ist. Neuerdings ist auch der andere Weg gewählt worden, den Werkstoff einer bestimmten Temperatur und Belastung so lange auszusetzen, bis der Bruch erfolgt, voraus man dann für die gewählten Bedingungen die wirkliche Zeitstandfestigkeit ermitteln kann, die leider oft niedrigere Werte gibt, als nach der durch Extrapolation ermittelten und bisher ausschließlich verwendeten Dauerstandfestigkeit angenommen wurde.

gez. Dinkler

TITEL III

19. Prüfung von AED-Kontakten im 1-Ltr.-Ofen.
Examination of AED-contacts in the 1 liter
oven.

Plate Nos. 408 - 422

21098

Sehdruckversuche
In 558

408

11. Februar 1943 Rts/Pa

Prüfung von MHD-Kontakten im 1-Itr-Ofen¹⁾

Zusammenfassung

1) Die Prüfung von Kontakten aus der laufenden MHD-Kontaktproduktion in Lu 35 sowie von DHD-Kontakten, die auf Inerte-Proben der Vorhydrirungs-kontaktproduktion hergestellt waren, hatte folgendes Ergebnis (Bedeutung der Noten nach Prüfung mit Rindn. Schwerbenzin wie früher):

Kontakt	Schüttgewicht	Festigkeit (Abriebrückstand)	MoO ₃ -Gehalt g/Ltr Kontakt	Noten		Qualität
				Temp.	Ausbeute	
E 7360 Charge 6 zum Vergleich				100	100	85
E 7935 Pa 573 - 543	0,675	98,7	53	90	110	105
575 - 574	0,645	97,5	64	90	115	100
(575 - 614)	0,630	98,5	50	(60	20	90
(615 - 654)	0,565	99	54	(75	60	90
560-654 Übergangstränk	0,645	96,5	52	90	110	105
625-624	(0,635?)	97,4	(98?)	60	15	85
699-734	0,545	98,4	57	75	80	97
739-774	0,545	99	61	90	100	95
E 7935 auf X 9500 Vera. 861-870	0,510	99	--	75	95	105
871-890	0,520	96,5	--	75	120	95
E 7369/80 Pa 1673-1678	0,800	73,4	73	100	~ 70	~ 100

1) Frühere Prüfungsberichte vgl. Ber. 207911 vom 23.10.42 und Ber. 207921 vom 4.11.42 / Dr. Reitz

Danach waren die ersten und letzten K 7935-Partien sowie anschließend die Tonerde K 8900 für den Vorhydrierungskontakt einwandfrei, während zwischendurch einige Partien K 7935 schlecht waren (Paß 575 - 694). Letztere wurden z.T. nochmals mit 30 g K_2O_2 /Ltr nachgetränkt und waren danach ebenso gut wie die guten Partien; die nicht nachgetränkte Partie (Paß 655 - 694) ist nur als Raffinationskontakt verwendbar. Eine kleine Partie K 7360 auf Oppauer Tonerde, die mit erhöhter Mo-Menge (80 g/Ltr) hergestellt, ist in der Aktivität, in der Ausbeute etwas schlechter als K 7935 und in der Festigkeit sehr schlecht.

sehr gut

- 2) Peptisierung der Tonerde bei K 7935 brachte keinen Vorteil.
- 3) Strangproßlinge aus Oppauer Tonerde ergaben schlechtere Kontakte als die normalen Würfel aus der gleichen Tonerde. Die Aktivitätssteigerung durch Erhöhung der Mo-Menge ist bei den Strangproßlingen anscheinend geringer als bei K 7935. (Das Ergebnis einer Nachtränkung bei Würfeln aus Oppauer Tonerde war nicht eindeutig).
- 4) Von 2 Kontaktausbauproben aus Pölitz war die eine (K 7360, ca. 11 Monate Betriebszeit) anscheinend noch ebenso gut wie beim Einbau, während die zweite (K 7360 L, 3 Monate Betriebszeit) sich anscheinend in Aktivität und Ausbeute verschlechtert hatte.
- 5) Ein Vergleich der Prüfungsergebnisse in den 1-Ltr-Ofen und den 100 ccn-Ofen zeigt, daß in den kleinen Ofen die $\xi - 100^\circ$ im Durchschnitt 3 % niedriger gefunden werden als in den 1-Ltr-Ofen, daß die für 65 % Aromaten erforderlichen Temperaturen bei gepillten Kontakten in beiden Ofen im Mittel übereinstimmen, bei stückigen Kontakten dagegen in den kleinen Ofen um etwa 0,6 mV niedriger liegen.

Versuchsbericht

Der vorliegende Bericht umfaßt die Prüfung von 21 DHD-Kontakten in 1-Ltr-Öfen in der Zeit vom 18.10.42 - 11.1.43 und zwar

- K 7935 - Produktion Fas 535 bis 774 = 7 Proben
- " " 3 mit 30 g MoO₃/Ltr nachgetränkte Proben
- K 8500 " (Tonerde für Vorhydrierungskontakt),
2 Proben mit 55 g MoO₃/Ltr
- K 7360 " Fas 1673 - 68 = 1 Probe

Kontaktaufbau Pölitz Kammer 21 Ofen 3 (K 7360) und Ofen 4 (K 7360 L)

ferner 6 Versuchskontakte (K 793) auf peptisierter und nicht-peptisierter Tonerde, Kontakte auf Oppauer Tonerdeproben (Würfel und Strangpreßlinge), teilweise mit erhöhtem Mo-Gehalt).

Die Kontaktprüfung wurde nach der in Ber. 207911 vom 23.10.42 genauer beschriebenen Weise durchgeführt, die wichtigsten Prüfungsergebnisse sind in den angehängten Tabellen und Kurvenblättern zusammengefaßt. Einige Kontakte wurden zusätzlich mit einem ungarischen Benzol (P 1518 > 100^o) geprüft, das in Zukunft anstelle des bisher verwendeten Rumänischen Benzols (P 1505) eingesetzt werden wird, da unser Vorrat an letzterem aufgebraucht ist. Die jetzigen Versuche dienen zur Herstellung des Anschlusses zwischen beiden Produkten, die in folgender Tabelle gegenübergestellt sind:

	P 1518 > 100 ^o v. 10.11.42 (aus Tank V)	P 1505 v. 5.1.42 (aus Tank III)
Spez. Gew./10 ^o	0,768	0,770
AP I	+ 39	+ 49
AP II	+ 39	+ 60,5
<u>ASZ</u> Beginn	107	105
4 - 110 ^o	25	1
120	37	7,5
130	61	26
140	77,5	48
150	87	70
160	94	89,5
170	96,5	98,5
Ende	176	170
Rückstand/Verlust	1,5/0,5	1,0/0,5
Jodzahl	-	~ 9
<u>Zusammensetzung</u>		
Gew.-% Paraffine	48,5	54,5
Naphthene	27,5	24,5
Aromaten	23	20,5
Un gesättigte	1	0,5
QA Res.-Meth.	59,5	-
Met.- " "	60,0	-
" " + 0,12% Pb	79,2	-

Daneben ist der Aromaten- und Naphthen-Gehalt bei dem ungarischen Benzin etwas höher als bei dem rumänischen Benzin, daneben sind in der Siedekurve bei ähnlichem Siedebereich Unterschiede festzustellen. Das Ergebnis des Produktvergleichs ist dem Kurvenblatt 4 zu entnehmen, in welchem einerseits die mit 4 guten 7935-Partien erhaltenen Zahlen gemittelt und andererseits die mit einer sehr schlechten 7935-Partie erhaltenen Zahlen angegeben sind. Man erkennt, daß sich die Aktivitätskurven für beide Produkte decken, d.h. zur Erzielung des gleichen Aromatengehaltes im DHD-Abstreifer ist die gleiche Temperatur erforderlich. Die Spaltung ist bei dem ungarischen Benzin etwas kleiner (bei guten Kontakten 1%, bei dem schlechten 2 % weniger bis 100°), die Ausbeute ist bei dem ungarischen Benzin etwas besser (bei den guten Kontakten etwa 1,4 %, bei dem schlechten 3 - 4 %). Die Unterschiede liegen in der auf Grund der verschiedenen Zusammensetzung der Benzine zu erwartenden Richtung. Der gleiche Produktvergleich soll noch mit K 7360 durchgeführt werden, da dieser Kontakt sich in mancher Beziehung deutlich anders verhält als K 7935.

Prüfungsergebnisse.

- 1) K 7935 Paß 535 - 774. Der Kontakt wurde in Durchschnittsproben von 6 Partien zu je 40 Paß geprüft. 2 Partien (535 - 574 und 735 - 774) waren mit Ausbeutenoten 100 und darüber sehr gut und sind als Qualität O zu bezeichnen. Partie 695 - 734 war etwas schlechter (höhere Arbeitstemperatur und Ausbeutenote 80) und wäre als Qualität D zu verwenden. Die 3 übrigen Partien waren zunächst sehr inaktiv und gaben entsprechend sehr schlechte Ausbeuten. 75 Paß davon (585 - 654) wurden daher nochmals mit 30 g H_2O_2 /Ltr nachgetränkt, die erneute Prüfung ergab darauf sehr gute Aktivität und Ausbeute (Qualität O). Das gleiche Ergebnis hatte auch eine Labornachtränkung einer Durchschnittsprobe von Paß 575 - 614. Entsprechend dem Umstand, daß diese Partie vor ihrer Nachtränkung die schlechtere der beiden Partien 575 - 614 und 615 - 694 war, wurde auch bei ihrer Nachtränkung im Labor nicht ganz die hohe Aktivität der technischen Nachtränkung der zusammengenommenen beiden Partien erreicht. Die ebenfalls schlechte Partie Paß 655 - 694, die nur als Raffinationskontakt (Qualität R) verwendet werden könnte, wurde bis jetzt nur im Labor nachgetränkt und im 100-ccm-Ofen geprüft. Dabei ergab sich eine Senkung der für 65 % Aromaten erforderlichen Temperatur um 2 mV, sodaß die technische Nachtränkung voraussichtlich einen Kontakt von D-Qualität, möglicherweise von O-Qualität ergeben würde.

Nach der vorübergehenden Verschlechterung der Tonerdequalität, die sich bei den Partien 575 - 694 äußerte, wurde, wie schon oben angegeben, die alte Qualität wieder erreicht, wobei die ersten 40 Paß (695 - 734) zunächst anscheinend noch etwas schlechte Tonerde enthielten und daher nur Qualität D ergaben. Mit Paß 774 wurde die K 7935-Produktion vorübergehend zu Gunsten der Produktion des Vorhydrierungskontaktes K 8376 unterbrochen, die hierzu hergestellte Tonerde K 8500 blieb weiterhin gut, wie

Die Prüfung von 2 auf Proben derselben (Durchschnittsprobe Versuch 861 - 870 und 871 - 890) hergestellten DHD-Kontakten ergab. Das Schüttgewicht der Tonerde nahm von Paß 535 bis zu Versuch 890 kontinuierlich¹⁾ ab, und zwar beim fertigen Kontakt von 0,675 bis auf 0,510 - 520. Eine K 7935-Probe auf einer noch späteren Tonerde (K 8500 Versuch 896 - 911), die zur Zeit eingebaut ist und ebenfalls gut sein dürfte, hat sogar nur noch Schüttgewicht 0,475.

Auf Grund des obigen Ergebnisses, daß Kontakte von ungenügender Aktivität durch Erhöhung des Mo-Gehaltes auf ausreichende Aktivität gebracht werden können, wurde noch eine ältere schlechte K 7935-Partie (Paß 69 - 102) technisch mit 30 g MoO₃/Ltr nachgetränkt. Der nachgetränkte Kontakt wurde ebenfalls im 1-Ltr-Ofen geprüft und war hierbei überraschenderweise immer noch schlecht. In diesem Falle besteht aber eine auffällige Diskrepanz zwischen dem Ergebnis des 1-Ltr-Ofens und des 100-ccm-Ofens (vgl. Tabelle 3, letzte Spalten), während in den übrigen Fällen im wesentlichen eine Übereinstimmung zwischen den Prüfungsergebnissen beider Ofentypen besteht.²⁾ Gleichzeitig waren die Schüttgewichte der beiden eingebauten Proben erheblich verschieden:

1 Ltr-Ofen	Kontaktschüttgewicht	0,735	Temp. für 65 Aromaten	27,0 mV
100 ccm-Ofen	"	0,61	"	25,4 "

Es besteht der Verdacht, daß im 1 Ltr-Ofen ein schlechter Durchschnitt oder überhaupt eine falsche Probe eingebaut wurde. Die Aktivität der nachgetränkten Partie Paß 69 - 102 soll daher nochmals geprüft werden.

- 2) Peptisierung der Tonerde bei Kontakt 7935. In einem früheren Versuch hatte eine Peptisierung der v. Minerschen Tonerde Anzeichen für eine Ausbeutverbesserung des Kontaktes ergeben. Eine jetzige Wiederholung des Peptisierungsversuches unter Prüfung eines Vergleichskontaktes auf der gleichen, aber nicht peptisierten Tonerdeprobe (K 8952 und K 8954) ergab keinen Vorteil zu Gunsten der peptisierten Tonerde, sondern sogar eher einen geringen Nachteil.
- 3) K 7360. Es wurden Kontakte auf verschiedenen Oppauer Tonerdeproben geprüft. Strangpreßlinge (Probe K 1543 g 1) ergaben gegenüber Würfeln (Stücken, Probe K 1544 g 4) einen Kontakt von geringerer Aktivität und schlechterer Ausbeute. Bei den Strangpreßlingen hatte eine Nachtränkung mit 30 g MoO₃/Ltr eine nur geringe Aktivitätssteigerung zur Folge, die wesentlich geringer war als bei K 7935.

- 1) Das vorübergehend wieder höhere Schüttgewicht bei der Probe aus Paß 655 - 694 dürfte auf einen sehr ungleichmäßigen Ausfall der betreffenden Tonerde zurückzuführen sein, denn eine zur Abriebsbestimmung verwendete Probe und eine im Ofen 408 eingebaute Probe hatten beide Schüttgewicht unter 0,6.
- 2) Die δ -100° werden in den 100-ccm-Ofen durchschnittlich um 3-4 % niedriger gefunden.

Ferner wurde eine etwas größere Menge Oppauer Tonerde technisch zu DHD-Kontakt verarbeitet und zwar sofort mit erhöhter Mo-Menge (80 g MoO₃/Ltr auf einmal aufgetränkt = K 7360/80 FaB 1673 - 78). Der Kontakt zeigte eine sehr gute Aktivität, und zwar hatte er die sehr niedrige Arbeitstemperatur von 25,5 mV. Die Ausbeute ergab sich in Übereinstimmung mit früheren Vergleichen zwischen K 7935 und K 7360 etwas schlechter als bei K 7935 (Ausbeutenote 70), der Kontakt ist danach als Qualität D zu bezeichnen. Seine Festigkeit war sehr schlecht, bei der Abriebprüfung ergaben sich über 25 % Abrieb unter 8 mm.

Eine Labornachtränkung des vorerwähnten K 7360/80 FaB 1673 - 78 mit 30 g MoO₃/Ltr hatte kein ganz eindeutiges Ergebnis. Während sich im 100 ccm-Ofen (408) die erwartete Aktivitätssteigerung zeigte, war der Kontakt bei der Prüfung im 1-Ltr-Ofen erheblich inaktiver als vor der Nachtränkung (Arbeitstemperatur 26,8 mV gegen vorher 25,5 mV).

4) Kontaktausbau Pöhlitz.

Es wurden 2 Kontaktproben aus 2 in Pöhlitz Anfang Dezember 1942 geöffneten DHD-Ofen geprüft, die längere Zeit in Betrieb gewesen waren. Das Ergebnis der Prüfung im 1-Ltr-Ofen und im 100-ccm-Ofen ist in der folgenden Tabelle der Prüfung des frischen Kontaktes vor dem Einbau gegenübergestellt:

Kontakt	Prüfung mit P 1505, für 65 Gew. % Aromaten			
	Temp. mV	% Ausbeute in DHD- Abstreifer	%-100	
(Ka 21 Ofen 4) K 7360 L FaB 418-497	Einbau Juli 42	26,7	88,4	15
	Ausbau Dez. 42	~27,3	~84 %	18
	" 100-ccm-Ofen	26,8	-	19
(Ka 21 Ofen 3) K 7360 FaB 562-681	Einbau Jan. 42	(25,6)	(86,2)	-
	Ausbau Dez. 42,	26,6	87,6	20
	" 100-ccm-Ofen	26,3	-	15

Der Kontakt aus Ofen 4 hat danach offenbar während des Betriebes eine Verschlechterung der Aktivität um 0,5 - 1 mV und gleichlaufend damit eine Verschlechterung der Ausbeute um ca. 40% erfahren, während der Kontakt aus Ofen 3 trotz der längeren Betriebszeit noch ziemlich unverändert zu sein scheint. In letzterem Falle wurde die länger zurückliegende Prüfung des Frischkontaktes noch mit anderen Produkten durchgeführt, sodaß die in Klammern gesetzten, für P 1505 geschätzten Zahlen etwas unsicherer sind. Der geringe Ausbeuteunterschied zwischen Frischkontakt und Ausbau, der möglicherweise noch innerhalb der Fehlergrenze liegt, macht es jedenfalls wahrscheinlich, daß auch die Aktivität sich nicht so stark geändert hat, wie es nach den Zahlen der Tabelle den Anschein hat. Die Zahlen von den 100 ccm-Ofen sind Durchschnitts-

werte von je mehreren getrennt eingebauten Proben aus verschiedenen Teilen der Pulitser Ofen (Ofen 4 Probe A,B,C, Ofen 3 Probe D,E), während in den 1-Ltr-Ofen direkt Durchschnittsproben eingegebaut waren. Zum Vergleich der Zahlen von den 100 cem- und den 1-Ltr-Ofen siehe auch den folgenden Abschnitt.

5) Vergleich der Ergebnisse der 1-Ltr-Ofen und der 100 cem-Ofen.

Eine kritische Betrachtung der Zahlen in den letzten Spalten von Tabelle 3, in denen die in den beiden Ofentypen erhaltenen Ergebnisse einander gegenübergestellt sind, zeigt folgendes:

Die $\mu - 100^\circ$ werden bei den kleinen Ofen durchschnittlich um 3 % niedriger gefunden als bei den 1-Ltr-Ofen, was auf den Verlust leichter Anteile zurückzuführen ist. Die Abweichungen schwanken zwischen + 5 und + 1,5 %, in einem Ausnahmefall ergab sich eine negative Abweichung von - 2 %.

Beim Vergleich der Temperaturen muß man die beiden Kontaktgruppen: gepillte Kontakte auf Tonerde K 8500 und stückige Kontakte auf Oppauer Tonerde, wie sich schon früher gezeigt hatte, getrennt betrachten, da die gepillten Kontakte in den kleinen Ofen relativ ungünstiger beurteilt werden als die stückigen Kontakte. Bei den gepillten Kontakten stimmen im Mittel die Temperaturen in den beiden Ofentypen überein, während sie bei den stückigen Kontakten in den 100 cem-Ofen im Mittel 0,6 mV niedriger liegen als in den 1-Ltr-Ofen. Im ersten Fall schwanken die Abweichungen (Temp. in 1-Ltr-Ofen minus Temp. in 100 cem-Ofen) zwischen - 1,1 und + 0,9 mV; im letzteren zwischen - 0,5 und + 1,3 mV. Bei der vorliegenden Betrachtung würden die Fälle mit größerer Abweichung der Schlittgewichte der in 1-Ltr-Ofen und in 100 cem-Ofen eingebauten Proben nicht berücksichtigt, da es sich hierbei offenbar um stark uneinheitliche und daher schlecht vergleichbare Kontakte handelt (Nr. 9 und 13 der Tabelle 3).

ges. Reits

Gemeinsam mit

Dr. Donath/Dr. v. Fünor
Dr. Hatter
Dr. Hennenmacher
Dr. Furet
Dr. Günther
Dr. Heier

Kontakt		K 7935 Fab 535- 543	K 7935 Fab 535- 574	K 7935 Fab 575- 614	K 8902 ¹⁾ -Tonerde K 1544g von Dr. Drexler + 85 g MoO ₃ /Ltr	K 7360 -Tonerde K 1548 g von Dr. Drexler Strang- preßl.	K 1548 + 85 MoO ₃	
Binau, Ofen, Datum		303/I v. 18.10.	303/I v. 27.10.	308/I v. 9.11.	308/II v. 1.11.	308/II v. 10.11.	308 12.	
Prüf. mit	Vers.- Beding.	1	2	3	4	5		
P 1505	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 15	62,5 15	60,5 13	56,0 14	62,5 10	56,5 13	62 14
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	64,5 15 89,27 92,1	62,5 17 88,2 88,0	59 14,5 87,1 95,5	66 19 85,0 95,6	57,5 15 90,0 94,0	60 14 88 96
	28 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	68,5 17 82,2 92,6	74 21 77,2 89,1	65 20 79,3 96,0	71 23 82,5 93,3	64 18 85,2 90,2	66 17 82 96
	26 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	59,5 14 93,5 92,7	64 14 90,4 90,5	46 8 94,0 96,2	58 12 92 ? 97,3	53 10 92,5? 98,3	54 15 90 98
	27 mV 10 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	67,5 11 88,0 95,4	68,5 10 91,2 88,5	55 10 88,4 96,8	71 16 85,0 91,9	54 6 93,5 93,3	63 12 87 96
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	70 18 84,5 94,4	70 21 79,6 90,6	57,5 14 89,3 98,1	69 19 83,5 93,3	59,5 16 88,0 89,2	68 19 87 95
P 1400 90-180°	27 mV 25 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	67,5 26 ? 86,9 95,6	68 21 87,1 93,8	- - - -	69,5 20 89,7 93,8	- - - -	60 27 92 97
	27 mV 25 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	70 15 85,2 98,6	- - - -	- - - -	68,5 27,5? 91,0 93,8	- - - -	61 21 89 97
Jodsahl (10 Atm)		10,5	7,7	10,2	4,8	7,8		

1) kleine Körnung 30 g Mo nachgetränkt

K 8902 ¹⁾ -Tonerde K 1544g von Dr. Drexler + 85 g MoO ₃ /Ltr 308/II v. 1.11.	K 7360 -Tonerde K 1548 g von Dr. Drexler Strang- preßl. 308/II v. 10.11.	K 8937 -Tonerde K 1548 g Strangpr. + 85 g MoO ₃ /Ltr 308/I v. 12.11.	K 8241 -K 7935 Faß 575- 614 + 30 g MoO ₃ /Ltr 308/II v. 18.11.	K 7935 Faß 615- 654 308/II v. 18.11.	K 7935 Faß 655- 694 308/I v. 21.11.	K 7360/10 Faß 1673- 78 303 vom 2.12.	K 8952 pepti- siert 304 vom 30.11.	K 8969 -K 7360/80 Faß 1673- 78 + 30g MoO ₃ 306 vom 6.12.	K 7935 Faß 615- 734 307 vom 8.12.
4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
62,5 10	56,5 13	62,5 14	62 15,5	61,5 17	52,5 12	69 24	62,5 18,5	65 17	60 14
66 15 85,0	37,5 15 90,0 94,0	60 14 88,8 96,7	64 16,5 86,6 94,3	62 17 86,9 98,8	54,5 15 90,0 98,0	70 20 76,6 98,3	63,0 18 85,1 95,6	63 18 82,7 94,7	59 16 87,3 83,5
58 12 92,7 97,3	53 10 92,5? 98,3	54,5 15 90,9 98,0	57 10 92,9 91,2	59 11,5 91,7 92,4	48,5 7,5 93,7 91,1	67 19 82,5 93,8	65,5 19 83,8 88,3	61 18 82,7 93,7	55,5 12 92,7 93,9
71 16 83,0 91,9	54 6 93,5 93,3	63,5 12 87,6 96,2	68 12 87,5 92,5	63,5 9,0 90,5 95,0	57,0 11,5 89,3 96,2	68 12 80,1 96,0	61,5 6,5 90,0 89,5	59,5 17 80,7 96,9	67,5 8,5 (86,0?) 91,6
69 19 83,5 93,3	59,5 16 88,0 89,2	62,5 15,5 87,2 95,7	66,5 17 86,2 91,8	62,0 17 85,7 92,6	60,0 17,5 85,7 93,7	70,5 16 81,2 95,5	67 16 82,0 93,9	66 19 79,0 97,8	64,5 16,5 88,4 95,9
69,5 20 89,7 93,8	- - - -	60 17 92,0 97,0	63 15,5 91,7 90,1	64,5 21 87,2 97,3	68,0 P1505 23,0 20 at 70,7 28,5 at 96,1	70 20,5? 84,5 91,9	71 20,5 89,1 92,0	63,5 26 82,9 95,0	65 21,5 88,5 92,5
68,5 27,5? 91,0 93,8	- - - -	61,5 21 89,7 97,6	61,0 17,5 91,5 95,5	- - - -	58,5 P1503 17,0 20 at 86,2 27 at 95,7 +) 29.11.	71,5 27 84,0 90,6	66 20 91,2 91,4	64,5 21 90,3 92,0	66 19,5 89,4 91,8
-	0,8	5,4	1,9	3,8	-	-	6,9	4,2	9,0

auschlies-
samt P150
+) anders
angefahren

<u>Kontakt</u>		K 7935 Fab 755-774	K 7935/85 Fab 69-102	K 8954 (Vgl. Kontakt zu 8952 nicht pepti- siert	
Einbau, Ofen, Datum		303v.12.12.	306v.15.12.	307v.17.12.	30
Prüf.mit	Vers.Beding.	14	15	16	
P 1505	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100	67,5 22	67 22	59,5 16,5
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	69,5 20 82,5 93,8	67 21 76,8 95,5	60 15 88,9 91,5
	28 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	71,5 21,5 81,7 90,6	69 22 74,2 94,5	71,5 20 80,0 95,9
	26 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	64 18 88,3 93,4	59 18 82,9 95,8	58 10 92,5 92,0
	27 mV 10 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	72,5 12 86,0 97,9	64,5 15 82,4 95,3	64,5 14 84,8 88,0
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	70 19 85,7 98,7	65 17 81,5 96,9	67 18 84,5 93,9
P 1400 90-180	27 mV 25 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	72,5 22,5 87,0 97,0	57,5 10 ? 91,5 95,2	66 19,5 91,5 91,5
	27 mV 25 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	72,5 23 86,3 99,3	67 21 86,7 93,6	66,5 19 -- --
Jodzahl (10 At)			7,6	5,9	5,6
Bemerkungen			anschlies- send mit P 1518 ge- prüft		anschlies- send mit P 1518 ge- prüft

Prüfungen mit P 1505

K 7933/85 Fab 69-102 306v.15.12.	K 8954 (Val. Kontakt zu 8952 nicht septi- siert 307v.17.12.	K 7935/85 Fab 580-654 (nachge- tränkt) 304 v.21.12.	K 7935 auf K 8500 Vers. 861-870 306v.24.12.	K 7935 auf K 8500 Vers. 871-890 303v.2.1.43	K 7360.1 Ausbau P8 Ka 21 Ofen 4 Durchschn. 306v.2.1.43	K 7150 Ausbau P8 Ka 21 Ofen 3 Durchschn. 307v.2.1.43	Mittel (2,14,16,17)
16	17	18	19	20	21		
59,5 16,5	62,5 18	55 15 ?	63,5 18	60 18	64,5 19	62,5 17,1	
67 21 76,8 95,5	60 15 88,9 91,5	65 17 88,4 91,6	62,5 15 ? 87,7 90,3	68 11,5 89,6 90,3	65,5 19 82,5 94,4	64,25 17,25 87,0	
69 22 74,2 94,3	71,5 20 80,0 95,9	73 20 (78,5) 99,6	68 17 81,0 94,6	71 21 84,0 94,5	66,5 20 80,0 93,0	72,5 20,6 79,35	
59 18 82,9 95,8	58 10 92,5 92,0	65 16,5 83,6 97,7	52,5 8 93,0 96,7	58 15 94,1 93,0	55 1,5 91,5 97,0	62,75 14,6 88,7	
64,5 15 82,4 95,3	64,5 14 84,8 88,0	70 12 87,7 94,2	67 17,5 84,5 96,4	64,5 11 90,1 91,9	65,5 14 89,1 96,2	68,9 12 87,4	
65 17 81,5 96,2	67 18 84,5 93,9	68 16 88,0 91,9	65 16 88,7 92,9	64 17 91,0 90,1	60,5 10 89,0 94,5	68,75 18,5 84,45	
66 19,5 91,5 91,5	68 21 89,5 95,0	63,0 16 92,0 94,7	68,5 22,5 91,5 93,4	64,5 20 92 93,1	69,5 24 87,5 90,5		
67 21 86,7 93,6	66,5 19 -- --	69 23 85,0 96,8	66,5 19 91,8 91,1	61,0 18 (28 4,1) 92,1 93,5	63 20 89,7 91,6	63,5 22 86,4 87,2	
5,5	5,8	--	--	7,7	7,0	6,4	
	anschlies- send mit P 1518 ge- prüft	anschlies- send mit P 1518 ge- prüft					

Kontakt		K 7935 Paß 555-574	K 7935 Paß 655-694	K 7935 Paß 755-774	
Einbau, Ofen, Datum		303/IV.27.10.	308/I v.21.11.	303 v.12.12.	
Prüf.mit	Vers.Beding.	2	9	14	
	27 mV 20 Atm	Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505	
P 1518 Schwerbi	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	72,5 15 84,5 95,2	61 18 87,2 95,9	70,5 17,5 88,5 85,1
	28 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	77,5 19,5 77,0 95,6	67,5 22 (28,5 76,6 mV) 94,4	76,5 21,5 74,2 101,3
	26 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	68 16 86,8 92,4	55 10 93,1 95,7	65 15 90,2 92,9
	27 mV 10 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	73 12,5 86,0 98,4	60,5 12 92,1 94,7	67 12 (87,0) 93,9
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	70 19 84,5 95,0	59,5 15 92,0 94,8	73 20 88,0 92,8
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	72,5 19,0 79,0 90,9	59,5 16,0 87,0 94,9	74 19 82,0 96,2
	27 mV 20 Atm	Gew. % Aron. % - 100 % Ausb. Rohbil.	74,0 16,5 81,0 92,0 +)		69 21,5 85,7 93,1
	Jedzahl 10 atm		5,9	9,3	-

Bemerkungen:

Prüfungen mit P 1518 Schwerbi von Tank V

K 7934 Fab 655-694	K 7935 Fab 755-774	K 7935/85 Fab 580-654 (nachgebrannt)	K 8954 (vgl. Kontakt zu K 8952 (nicht pepti- siert))	Mittel (2,14,17,16)		
28/I v. 21.11.	303 v. 12.12.	304 v. 21.12.	307 v. 17.12.			
9	14	17	16			
Prüfg. 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505 ++)	Vorher Prüfg. mit P 1505		+))	++)
61 18 92,2 92,9	70,5 17,5 88,5 85,1	69 19 86,5 95,2	70 18,5 86,7 96,5	70,5 17,5 86,55	Spätere Ver- suche mit P 1505 27 mV/20 Atm	Weitere Versu- che mit P 1505 anschliessend an die Prüfg. mit P 1400 v. 90 - 180
67,5 22 (28,5)	76,5 21,5 74,2 101,3	73,5 17 82,3 93,3	72 23 78,8 95,0	74,9 20,25 78,1	69,5 16 85,0 92,9	67,5 18 83,1 97,9
	65 15 90,2 92,9	60 13 90,0 92,1	59 7 89,2 91,8	63 12,25 89,05	70,5 19 83,0 94,6	67,5 17 86 95,2
69,5 14 92,1 94,7	67 12 (87,0) 93,9	64,5 14,5 (89,5) (99,0)	67,5 18 87,7 97,6	68 14,25 87,55		65 13 88,8 92,5
59,5 17 90,0 92,8	73 20 88,0 92,8	69 17,5 90,8 97,3	67 18 87,5 93,4	68,75 18,6 87,7		
59,5 16,0 90,0 92,5	74 19 82,0 96,8	67 15 88,4 94,1	66,5 20 85,4 93,1	69,9 18,4 83,7		
	69 21,5 85,7 93,1	59,5 2x8 Std. 11,5 93,3 95,8	68,5 17 85,4 93,0	68,95 17,7 85,6		
9,3	-					

Noten:
Temp. 87
Ausb. 103
Spaltg. 100

Nr.	Kontakt	Einbau		Schüttgewicht	MoO ₃ -Gehalt Gew.-% (nach Anal.)
1	K 7935 PaB 535-543	303/I v. 18.10.42	Pillen	0,675	7,9
2	" 535-574	" 27.10.	"	0,645	9,9
3	" 575-614	308/I v. 5.11.	"	0,630	8,0
8	" 615-654	303/II v. 18.11.	"	0,565	9,5
9	" 655-694	308/I v. 21.11.	"	0,655	10,6
13	" 695-734	307 v. 8.12.	"	0,545	10,4
14	" 735-774	303 v. 12.12.	"	0,545	11,3
15	K 7935/80 69-102	306 v. 15.12.	"	0,735	(15,17)
17	" /80 580-654	304 v. 21.12.	"	0,645	14,95
18	K 7935 auf K 8500 Vers.861-870	306 v. 24.12.	"	0,510	9,8
19	" " " " 871-890	303 v. 2.1.43	"	0,520	-
7	K 8941 = K 7935 PaB 575-614 + 30 g MoO ₃ /Ltr	308/II v. 18.11.	"	0,635	-
11	K 8952 = K 7935 auf Tonerde peptisiert	304 v. 30.11.	Würfel	0,585	8,8
16	K 8954 = dto. nicht peptisiert	307 v. 17.12.	Pillen	0,607	7,8
4	K 8902 = Tonerde K 1544 g 4 + 85 g MoO ₃ /Ltr	308/II v. 1.11.	Kleine Körnung	0,785	-
5	K 7360 auf Tonerde K 1548 g 1	308/II v. 10.11.	Strangpr.	0,818	-
	K 8937 = Tonerde dto. + 85 g MoO ₃ /Ltr	308/I v. 12.11.	"	0,805	-
10	K 7360/80 PaB 1673-78	303 v. 2.12.	Würfel	0,800	9,1
12	K 8969 = dto. + 30 g MoO ₃ /Ltr nachgetränkt	306 v. 6.12.	"	0,825	
20	K 7360 L Ausbau P8lits K 21 Ofen 4	306 v. 2.1.43	Pillen	0,555	
21	K 7360 " " " 3	307 v. 2.1.43	Würfel	0,605	

- 1) Kontakt zeigt noch eine Aktivitätssteigerung nach mehrmaliger Regeneration
- 2) An der Tonerde bestimmt
- 3) Schüttgewicht der Probe 0,49
- 4) Schüttgewicht 0,51
- 5) Schüttgewicht 0,61
- 6) Durchschnitt zweier Proben von ausgesuchten hellen und dunklen Pillen

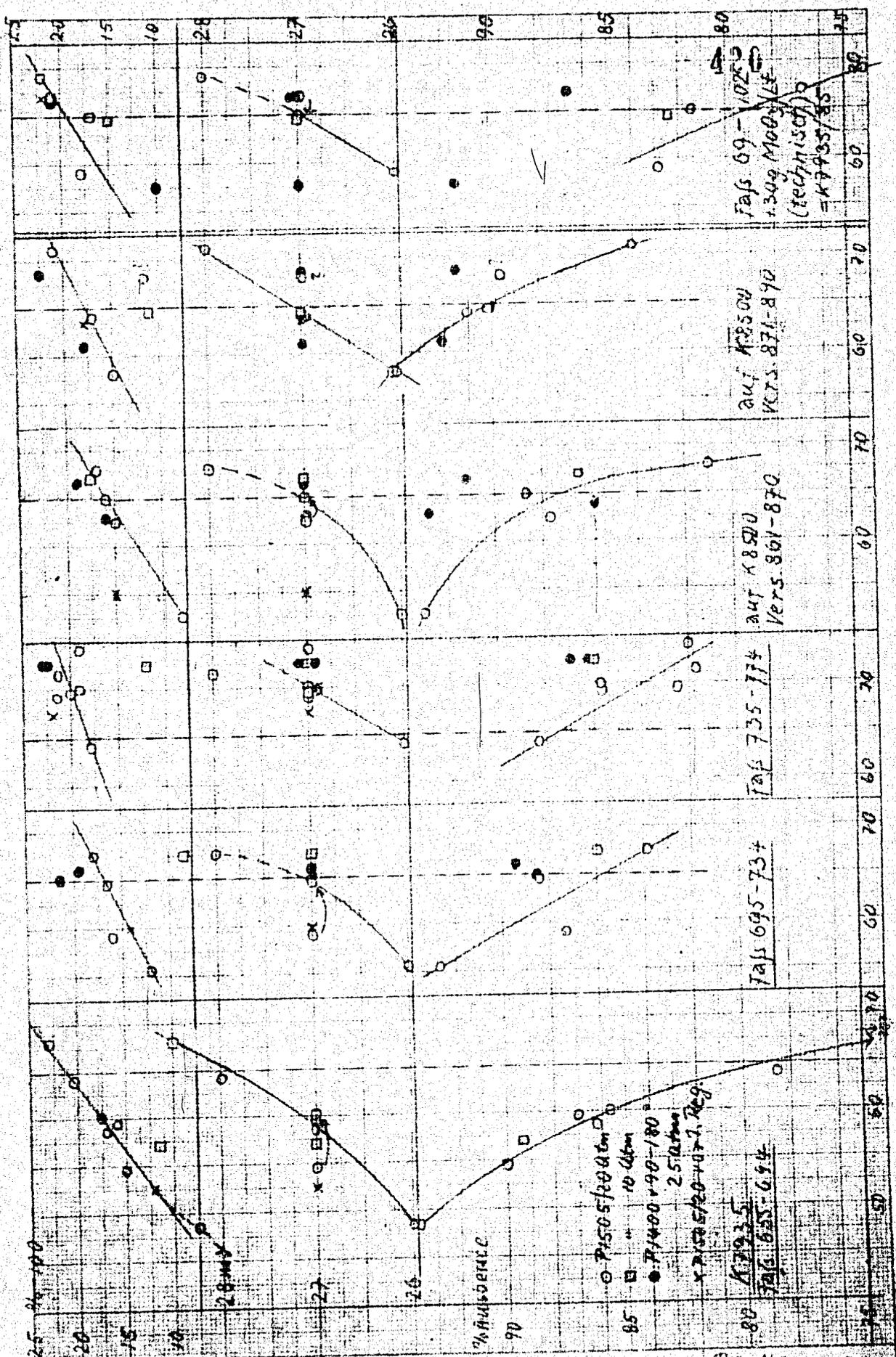
418
Tabelle 3

Prüfungsergebnisse

	Schüttgewicht	MoO ₃ -Gehalt Gew. % (nach Anal.)	MoO ₃ -Gehalt (Soll) g/Ltr	Abrieb-rückstand	Noten Prüf. mit P 1505			Noten Prüf. mit P 1400 v. 90-180			Prüfg. in 1 Ltr-Ofen b/65% Aron. mV % -100		Prüfg. in 100 con-Ofer b/65% Aron. mV % -100	
					Temp.	Ausb.	Spaltg.	Temp.	Ausb.	Spaltg.	mV	% -100	mV	% -100
		7,9	55	98,7	88 ¹⁾	112	105	78	60	105	26,3	15	27,6	17
		9,9	55	97,5	91 ¹⁾	115	99	77	60	100	26,1	17	-	-
		8,0	55	98,5	61	20	90	-	-	-	28,0	19,5	28,3	14
	0,565	9,5	55	99	73	60	92	76	46	96	27,3	19	-	-
	0,655	10,6	55	97,4	62	16	85	-	-	-	27,9	21	(27,5 ³) (28,0 ⁴)	16 17
	0,545	10,4	55	98,4	76	81	97	72	78	99	27,1	17,5	27,3	14
	0,545	11,3	55	99	91	100	95	85	72	100	26,1	18	26,8	14
	0,735	(15,1 ⁷)	85	99,2	77	15	91	67	54	103	27,0	19	25,4 ⁵	14
	0,645	14,95	85	96,5	92	110	105	92	65	97	26,1	19	26,0	12
	0,510	9,8	55	99 ²⁾	77	97	103	71	95	108	27,0	15,5	-	-
	0,520	-	55	98,5 ²⁾	76	119	96	71	94	98	27,1	18	-	-
	0,635	-	85	-	80	94	99	~67	79	109	26,8	17	-	-
fol	0,585	8,8	55	-	~88	65	~95	82	94	103	26,3	18	27,2	16
len	0,607	7,8	55	-	~78	87	100	73	96	104	27,0	16,5	27,6	15
line	0,785	-	85	98,1 ²⁾	85 ¹⁾	93	99	78	(98?)	(92?)	26,6	17	25,8	13
nung	0,818	-	55	97,5 ²⁾	60	70	95	-	-	-	28,1	18	27,0	13
angppr.	0,805	-	85	-	68	70	99	65	65	99	27,6	17	26,6	13
"		9,1	80	73,4	102	~70	~100	82	44	93	25,5	16,5	26,0 ⁶⁾	15
fol			110	-	81	~25	90	70	(~40)	87	26,8	19,5	25,5	15
len	0,595		55	96	66-73	60-70	94	70	78	99	27,3	18	26,8	15
fol	0,605		55	85,5	84	102	89	74	~50	92	26,6	20	26,3	15

Normaliger Regeneration

und dunklen Pillen



10090
 G. Farb- und Industrie Aktiengesellschaft
 K 7935 u. K 8500 Partien Blatt 2 R₃

10. ... in ...
...
... preliminary
tests.

Page nos. 429 - 430

Pyridingewinnung aus Braunkohle-Sumpffaseprodukten.Vorversuche.Zusammenfassung.

In Glaskolonnen wurden Basen und Phenole aus Braunkohleverflüssigungs-Produkten im Gegenstrom mit 10%iger Schwefelsäure und 10%iger Natriumlösung ausgewaschen. Durch Neutralisation mit gasförmigem Ammoniak wurden die Basen aus der schwefelsauren Lösung in Freiheit gesetzt, abgetrennt und darin das Pyridin analytisch bestimmt.

Folgende Produkte enthielten:

Sumpfbenzin	-165° aus Abstreifer Leuna	0,012-0,014%	Pyridin
"	-200° aus Rhein.Braunkohle	0,019-0,022%	"
Sumpfmittelöl	>165° aus Abstreifer Leuna	0,042-0,050%	"

Da nach Angaben in der Literatur Pyridin mit gleichzeitig vorkommenden Phenolen Verbindungen eingeht, wird es vermutlich, je nach der Doppelverbindung, in höheren Fraktionen auftreten als seinen Siedepunkt als reiner Substanz (116°C) entspricht. Eine Bestätigung für diese Annahme findet sich in der Tatsache des hohen Pyridin gehaltes des Mittelöls.

Für die Produktqualitäten ist durch die Entfernung der Basen keine Verschlechterung zu erwarten. Die Versuche werden fortgesetzt.

gez. Rotter

Gemeinsam mit:

- Dr. Bonath
- Wittmann
- Fürst

21079

APPROXIMIERUNG UND SPALTUNG DER BASEN (Phenole).

Zur Auswaschung der Basen und Phenole aus den Sulfpyridinprodukten wurden Glaskolonnen von etwa 160 cm Länge (185 cm mit Raschig-Ringen, ca. 250 cm, gefüllt) und 6 cm Durchmesser verwendet. Das unten eintretende Produkt wurde im Gegenstrom mit (oben Zutropfen) 10%iger Schwefelsäure, bzw. Natronlauge gewaschen. Zwischen die beiden Wäschen und hinter sie war eine Wasserwäsche in einer gleichfalls mit Raschig-Ringen gefüllten 85 cm langen Glaskolonne geschaltet.

Versuche, das eintretende Produkt durch Glasfritten Düsen möglichst fein für die Wäsche zu verteilen, führten nur bei den Benzinen zum Ziel; bei Mittelöl treten Verstopfungen ein.

Zur Spaltung der bereits erwähnten Doppelverbindungen von Basen und Phenolen wurde mit der Laugenwäsche begonnen. Nach der Wasserwäsche kam die Säure- und anschließend wieder eine Wasserwäsche. Der Durchsatz wurde so gehalten, daß in einer Stunde 1000g Produkt mit 200g 10%iger NaOH, 200g Wasser, 200g 10%iger H_2SO_4 und 200g Wasser gewaschen wurden.

Die gesammelte Waschlauge (Lauge wurde nur in einem Falle aufgearbeitet) wurde im Scheidetrichter von mitgerissenem Neutralöl und durch Adestillieren von Alkoholen etc. befreit. Unter Kühlung (Temperatur unter $15^{\circ}C$) wurde aus einer Stahlf Flasche Ammoniakgas in die saure Lösung eingeleitet, bis nach plötzlichem Trübwerden wieder Dunkel färbung auftrat und die Lösung alkalisch reagierte. Die abgetrennten Basen wurden teils durch Trennung im Scheidetrichter, teils durch Ausäthern gewonnen.

Das Pyridin wurde nach Abdestillieren des Äthers und Fraktionierung in der Fraktion $70-160^{\circ}C$ nach der Titrationmethode¹⁾ und der Fällungsmethode mit Cadmiumchlorid²⁾ im Untersuchungslabor Lu 510 bestimmt.

Die Änderung der Produkteigenschaften durch die Wäsche ist in Tabelle 1, die Ergebnisse der Analysen der gewonnenen Rohbasen in Tabelle 2 angegeben.

Aus Tabelle 1 ist ersichtlich, daß sich nur der Basen- und Phenolgehalt (keine Kohlenangaben) wesentlich geändert hat. Die Wäsche ist jedoch nicht so gründlich, daß praktisch alle Basen entfernt wären.

Tabelle 2 zeigt, daß der Gehalt an Rohbasen bei Produkten mit höherem Molekulargewicht größer ist, - im Mittelöl die etwa zwei- bis dreifache Menge wie in dem Benzinen, - und 2., daß die drei Produkte größenordnungsmäßig etwa gleichen Gehalt an Pyridin in Rohbasen haben.

1.) Astruc: C. r. 122, 1021 [1899]

2.) Malatesta, Germain: Boll. ch. farm. 52, 225 [1914]

Tabelle 1.

Produktigenschaften vor und nach der Basen- und Phenolentfernung.

	Sumpfbensin Leuna, P 1251-16500		Sumpfmittelöl Leuna, P 1251 16500		Sumpfbensin aus Rhein-Brannkohl I 229 S'BI -2000	
	vor der Wäsche	nach	vor der Wäsche	nach	vor der Wäsche	nach
Spez. Gew./20°C	0,750	0,753	0,936	0,927	0,781	-
Amalgampunkt, °C	26,5	27	9,5	12,5	18	-
Siedebeginn, °C	53	66	175	158	70	-
φ -100 °C	46	41,5	4	7	19	-
-150°C	95	95,5	52,5	81,5	80	-
-170 °C	-	-	90,0	88,5	95	-
Siedepunkt, °C	164/98	163/98,5	321/99	330/98	203/99	-
Phenole	0,125	-	24,43	-	0,92	-
Basenzahl (mg NH ₃ /Lsg.)	984,0	56,6	978,0(?)	76,5	168	40,8

Tabelle 2.

ANALYSE DER SCHONENBERG ROHBASEN.

	P 1251-165 ^o C	P 1251>165 ^o C	K 229-S'B1 -200 ^o C
kg Ausgangsprodukt	95	18	80
g Rohbasen, Ätherfrid, wasserhaltig.	185	194	189
Zerlegung der Rohbasen:			
Fraktion 70-160^oC			
obere Schicht, % (g)	66,3 (89,5)	39,0 (75,5)	77,0 (145,6)
untere Schicht, % (g)	19,2 (26,0)	-	1,1 (2,0)
Rückstand >160 ^o C % (g)	14,5 (19,5)	61,0 (118,5)	21,8 (41,4)
Fraktion 70-160^oC			
obere Schicht: Wasser	18,8 (16,8)	70,0 (52,9)	11,8 (17,2)
% Pyridin (Titr.)	13,2 (11,8)	13,2 (10,0)	11,7 (17,0)
% Pyridin (Oxal.)	12,1 (10,8)	10,0 (7,5)	10,3 (14,9)
untere Schicht:			
% Pyridin (Titr.)	3,7 (1,0)	-	9,0 (0,2)
g Rohbasen, wasserfrei	118,8	141,1	171,6
% Rohbasen im Ausgangspr.	0,125	0,785	0,215
g Pyridin i. Rohbasen nach Titration nach Oxal.-Fällung	12,8 10,8	10 7,5	17,2 14,9
% Pyridin in Rohbasen	9,1 - 10,8	5,3 - 7,1	8,7 - 10,0
% Pyridin im Ausgangs- produkt (Oxal.-Titr.)	0,012-0,014	0,042-0,056	0,019-0,022

INDEX

21. Besprechung in Ludwigshafen am 5. Februar 1943
über Phenolgewinnung aus Schmelzteeren.
Conference in Ludwigshafen on the 5 February
1943 on the production of Phenol from
distillation tar.

Frame nos. 427 - 430

Berichtsprotokoll

Berichtung in Ludwigshafen am 5. Febr. 1943 über Phenolgewinnung
aus Schmelzteeren.

Anwesend die Herren:

Dr. Bayer	I. G. Leverkusen
Dr. Bierichs	(Wissenschaftl. Labor)
Dr. Teichmann	
Dr. Pier	
Dr. Bähr	I. G. Lu
Dr. Donath	
Dr. Hank	

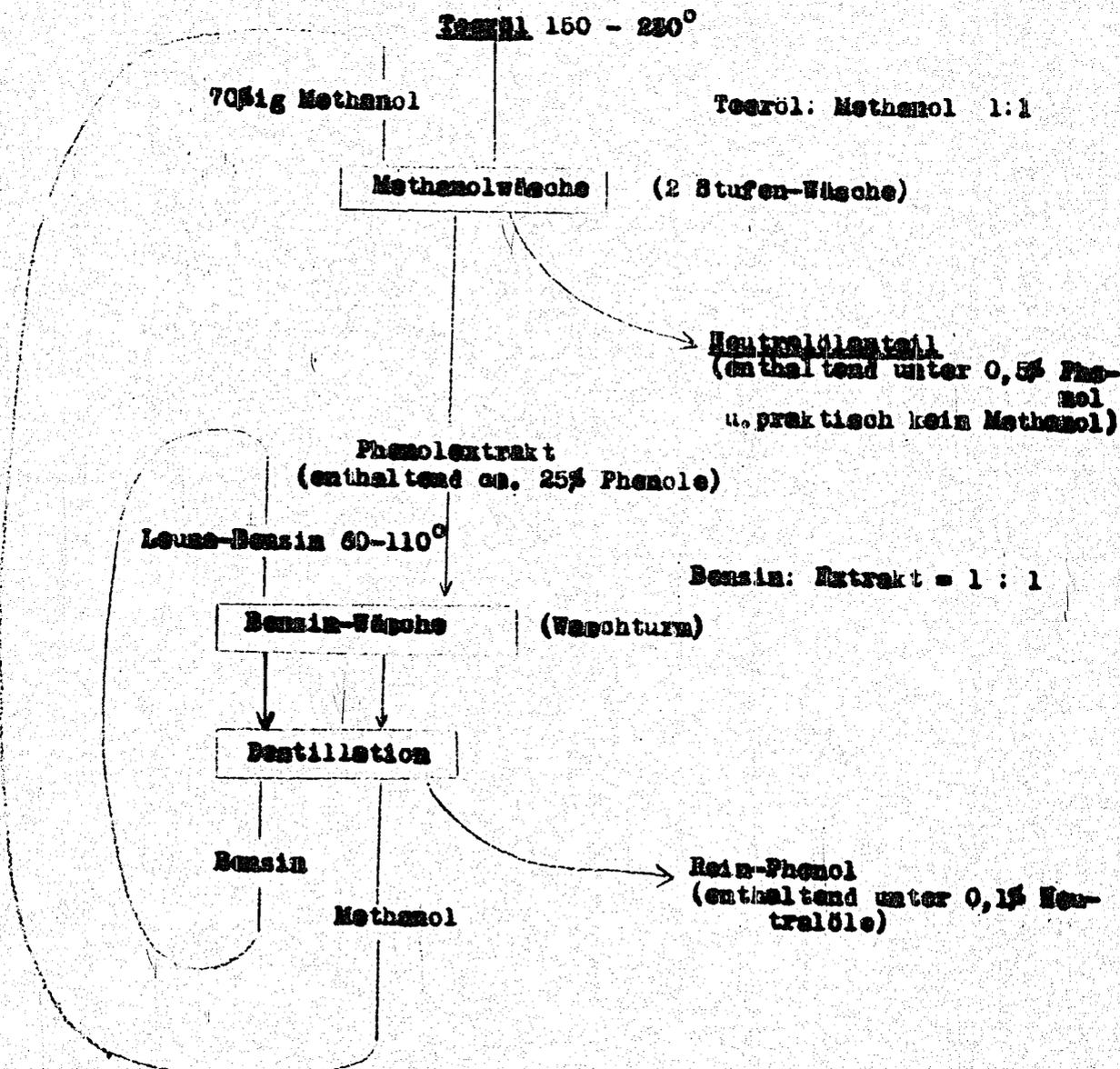
Im Rahmen des Reichs-Schmelprogrammes hat Leverkusen für die Phenolgewinnung aus den verschiedenen anfallenden Schmelzteeren ein Verfahren ausgearbeitet.

Als Ausgangsprodukt für die Gewinnung der Phenole wird der Eisölvorlauf (Siedegrenzen 150-250°) genommen. Das bei etwa 400° abgeschchnittene Schmelzeisöl wird durch Herausnahme dieses Vorlaufes (11-12 %) auf den richtigen Flammpunkt eingestellt und entspricht nach Herausnahme dieser leichten Anteile noch dem verlangten Typus. Der Anteil der Phenole in dieser Fraktion ist mit 50 - 60 % sehr hoch, daher bietet die Verarbeitung dieses Öls einen grossen Anreiz bezüglich Wirtschaftlichkeit des Verfahrens. Die Wirtschaftlichkeit steigt mit der Phenolkonzentration im Ausgangsprodukt. Der Einzelpreis des Phenolöls aus der Schmelzung soll 12 Pfennig betragen. (Vergleich Hydriemittelöl Steinkohle bei nur etwa 26 - 28 % Phenolgehalt¹⁾ ca 18 Pfennig²⁾). Bei dem Phenolöl aus der Schmelzung betragen die Verfahrenskosten etwa 6 - 7 Pfennig, sodass die fertigen Phenole etwa 20 Pfennig kosten werden, was eine gute Preislage darstellt.

Das Verfahren arbeitet ohne Anwendung von Lauge, es ist nur Destillationsarbeit zu leisten.

1) Angabe DR. Bierichs
2) Angabe DR. Pier

Schema des Verfahrens



10 % des Öles gehen im Kreislauf. Das Verfahren arbeitet bei Normaldruck und Normaltemperatur. Es besteht Ähnlichkeit mit dem Spritzwäscheverfahren Liebeck. Vorteile bestehen durch die 2 Stufenwäsche und die Kombination mit Benzin (Byk-Goldenverfahren arbeitet mit Benzin). Die Patentlage ist nicht ganz klar. Das verwendete Leuca-Benzin wird bei 110° abgeschnitten. Bei 200° abgeschnittenes Benzin scheidet sich nicht von Methanol trennt. Bei höheren Phenolen geht das Verfahren nicht so gut. Die jetzt werden nur die Phenole -220° chemisch weiter verarbeitet, es besteht

jedoch die Hoffnung, dass später auch höhere Phenole verwertet werden können.

Neben den Phenolen fällt bei dem Leverkusener Verfahren ein schlechtes Dieselöl an, das bei Heizflächensteuern die Cetanzahl 25, bei Spulgassteuern die Cetanzahl 36 hat, also nur als Mischkomponente zu gutem Dieselöl in Frage kommt.

Oberschles. Teer enthält nach Dr. Dierichs:

1,8 % KARBOLSAURE
4,8 % KRESOLE
12,5 % KYLENOLE

im Vergleich dazu Steinkohleverflüssigung:

1,5 % KARBOLSAURE
3,5 % KRESOLE
2,2 % KYLENOLE
7,2 % höhere Phenole

Bei der Besprechung der Lage des Schwelprogrammes im Allgemeinen brachten die Leverkusener Herrn zum Ausdruck, dass von Seite des Reichsamts (Dr. Fahr) die Bestrebung bestünde, durch chemische Aufarbeitung den Wert der Schwelteere zu erhöhen und dadurch den Schwelprozess wirtschaftlicher zu gestalten. Wegen der besseren Qualität des Teeres würden zur Zeit die Heizflächenverfahren vorgezogen (u. Umständen ohne die Kombination mit der Hydrierung). Leverkusen hätte Interesse, die Meinung von Ludwigshafen über die Entwicklung des Schwelprogrammes zu erfahren, da die chemischen Arbeiten auf ein möglichst sicheres Ausgangsmaterial aufgebaut werden sollten.

Dr. Pier und Dr. Bähr brachten daraufhin zum Ausdruck, dass der ausschlaggebende Faktor bei der Schwelerei immer der Koks sei und auch bleiben werde, da er das Hauptprodukt darstelle. Die chemische Aufarbeitung der Teere hinsichtlich wertvollerer Produkte könne für das Gesamtproblem gesehen niemals den Ausschlag geben bzw. die Auswahl der Verfahren bestimmen. Richtig ist eine Kombination von Schwelung und Hydrierung, dabei sei dasjenige Schwelverfahren vorzuziehen, das bei grösster Billigkeit die höchste Teerausbeute liefere. (Spülgasverfahren, Brikettierung). Die Elastizität einer solchen Kombination garantiert sowohl eine Veredlung der Teere, als auch grösstmögliche Ausbeute an teestgerechtem Heizöl. Die Gewinnung chemisch wertvoller Stoffe kann bei der Kombination Schwelung-Hydrierung ebenso gut bzw. noch besser und einfacher (asphaltfreie Öle) aus den Hydrierprodukten geschehen. Der Weg über die Kombination mit anhydrierter Kohle ermöglicht weiterhin die Erzeugung von Schwelkoks, der geeignet ist für den Hochofenbetrieb. Dieses Problem steht besonders für Lothringen und Oberschlesien stark im Vordergrund. Die Erzeugung von Fahrseugkoks durch die Schwelung steht erst an 2. Stelle.

Die Heizflächenverfahren sind wesentlich teurer als die Spülgasverfahren, die Differenz erlaubt die Erstellung einer Hydrierung, wobei eine allen Verhältnissen gewachsene Kombination entsteht, während die Heizflächenverfahren allein bezüglich Rohstoff, Teerausbeute und Qualität unelastischer sind.

Dr. Bähr gab anschliessend an Hand eines Schemas eine Übersicht über eine Kombination Schwelen-Hydrieren (90 Teile Kohle in die Schwelung, 10 Teile Kohle in die Hydrierung).

Die Herren von Leverkusen zeigten weiterhin Interesse an Hydrierprodukten wie Reinst Toluol, Reinst Xylol (o+m+p) Karbazol und 6 Ring-Naphthenen. Beim Xylol wurden Ungesättigte stören, Hydroaromaten jedoch nicht. Karbazol wird für Schädlingsbekämpfung (Nirossa) gebraucht, es besteht grosser Mangel. Als Rohstoff werden bisher Anthracenrückstände verwendet, wobei das Anthracen zu Ruß verarbeitet wird. Benötigt werden bis 10 000 t Jato Karbazol. (Das Karbazol könnte 70 Pfennig kosten.) Bei der Steinkohlenhydrierung fallen durch Destillation des Schwelöles etwa 0,1 % auf Benzol an.

Das Ausgangsbenzol aus Steinkohle für DHD enthält über den ganzen Siedebereich etwa 50-60% Naphtene, in 80° Fraktion sind noch 40-50% Naphtene vorhanden. Dr. Teichmann bittet um Übersendung von je 150 Ltr der Fraktionen 70-100° u. 100-170° aus Scholven-Benzin. (Das Benzin kann auch unzerlegt sein).

Bei der Entphenolung des Abwassers von Gelsenberg nach dem Phenolsolvanverfahren hat Dr. Dierichs festgestellt, dass sich dieses Abwasser schlechter verhält als die Abwässer von Pölitze und Leuna (Scholven ist nicht untersucht, Abwässer gehen an Mascher Genossenschaft). Das Gelsenbergwasser liefert schlechtes Phenol (Verunreinigung mit 12-14% Neutralöl). Es muß sich um Störung durch einen Körper handeln (ca. 0,5g/Ltr), der in Wasser löslich ist, mit Natronlauge herausgeht, in den Siedebereich der Phenole fällt und sich bei Isolierung vielleicht polymerisiert (Diolafine?). Ludwigshafen wird Versuche machen, diesen Körper zu identifizieren und das Auftreten bei Gelsenberg zu erklären.

Gelsenberg hat 4,5g Phenole im Abwasser, Pölitze mehr. (6g). Hier geht das Generatorabwasser dazu. Die Wirtschaftlichkeitsgrenze des Phenolsolvanverfahrens liegt bei etwa 4,5g Phenolen im Liter Abwasser.

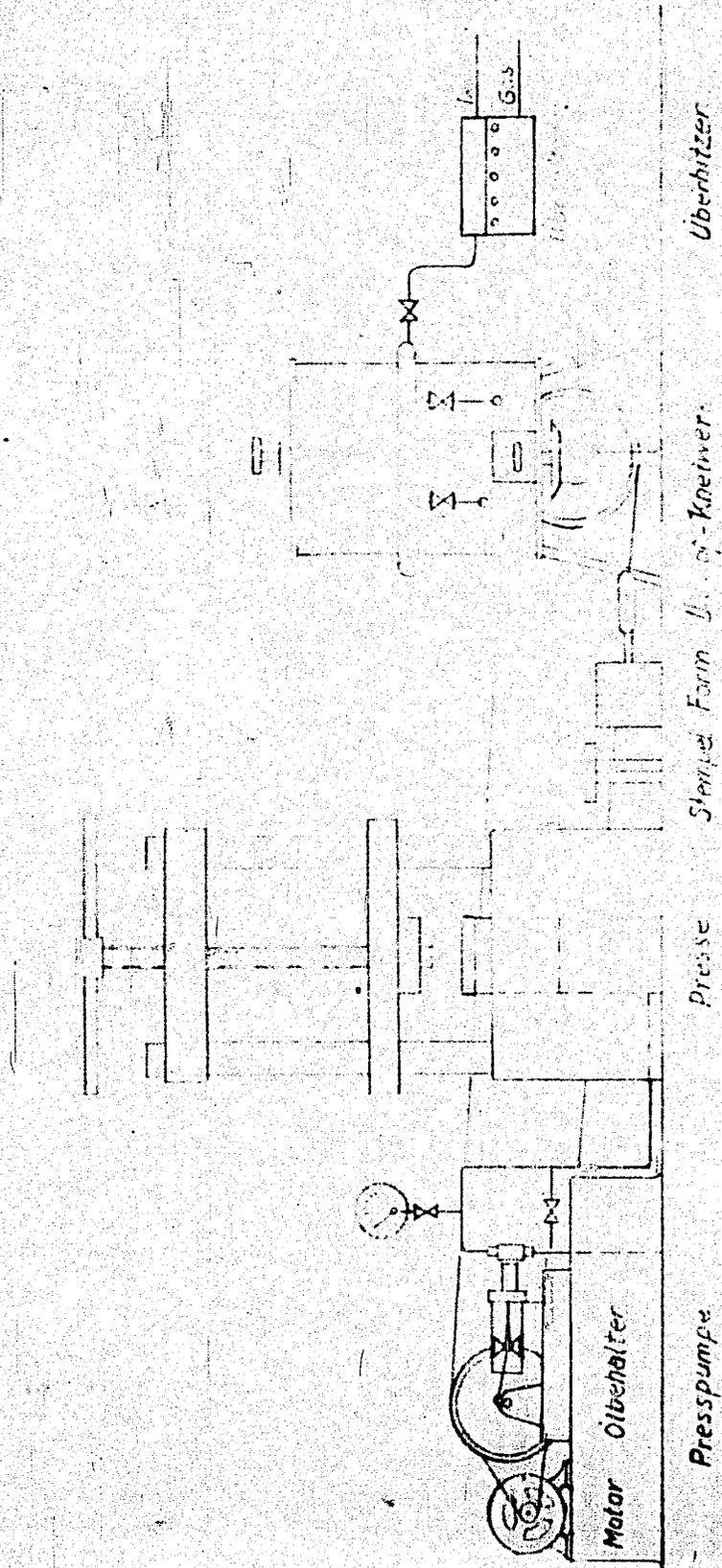
gez. Rank

INDEX

22. Etikettiermittel aus Hydrierrückstand des
Hydrierwerkes "Rheinbraun."
Etiquetting material from hydrogenation
residues of the hydrogenation plant
"Rheinbraun."

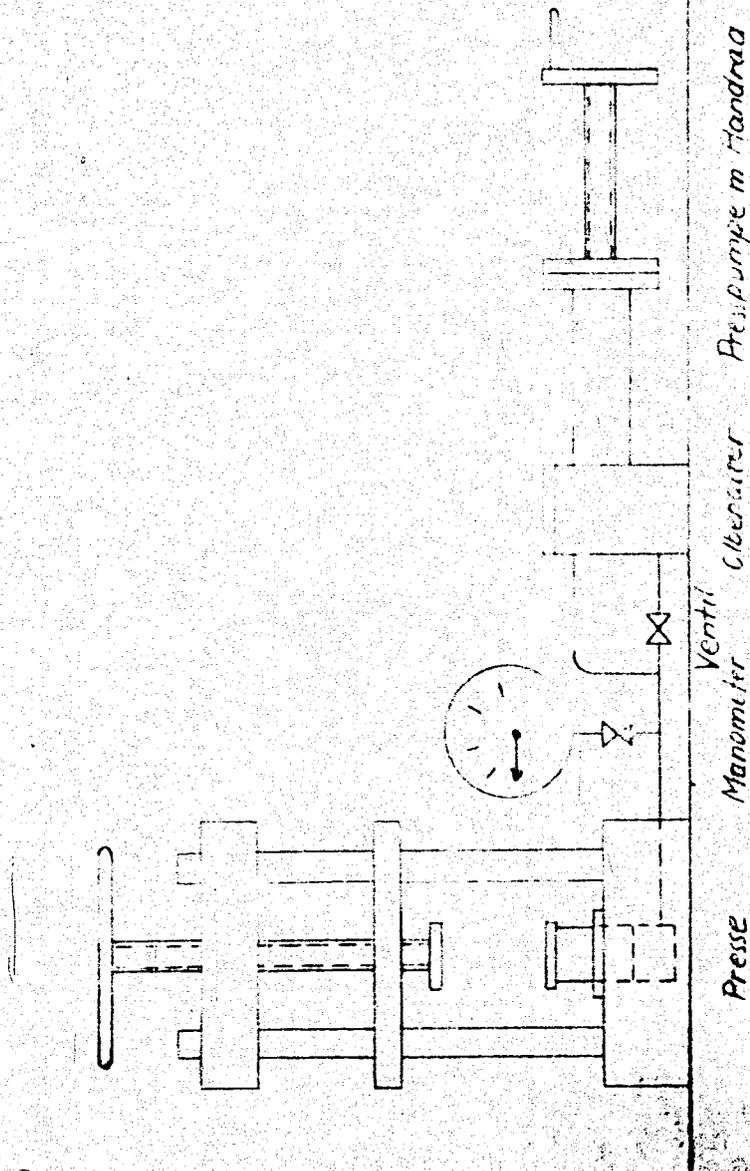
Pages Nos. 431 - 437

Abb. 1



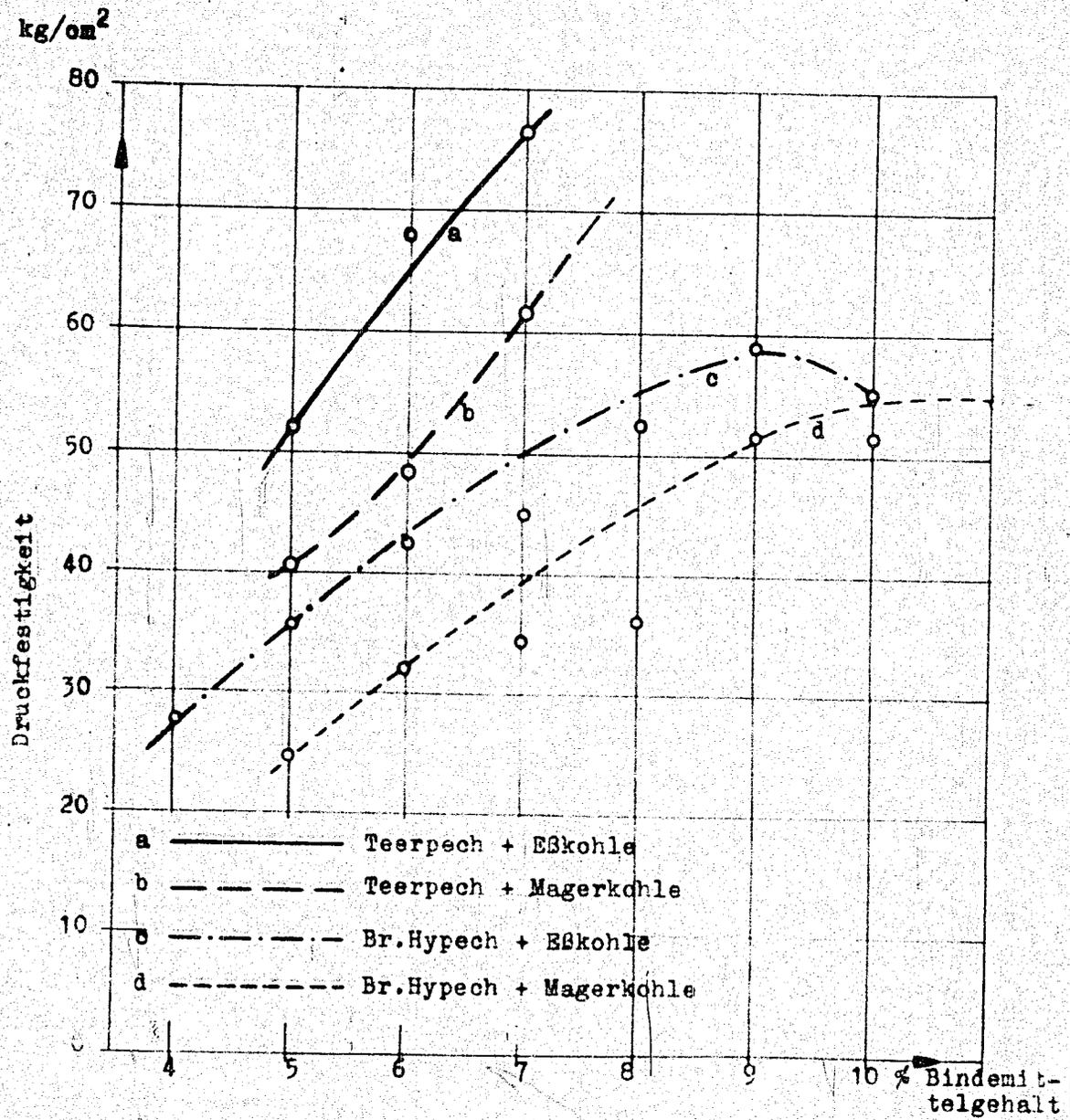
Einrichtung der Versuchsanstalt für 180g-Zinnblech

Abb. 2



Press Manometer Ventil Gleitstück Presspumpe m Handma

Einrichtung zur Prüfung der Druckfestigkeit von Versuchsbrille
im Laboratorium



Druckfestigkeitskurven von BSkohle- und Magerkohlen-Versuchsbrikette mit Teerpech und Br.-Hypech (Schleuder-Rückstand).

Esskohle + Bindemittel

Esskohle + Teerpech
" + Br. Hypoch



43

Bindemittelgehalt

Magerkoble + Bindemittel

— Magerk. + Teerpech
- - - " + Teerpi: Br.Hyp.=1:1
- - - " + Br.Hyp=ab

433



Bindemittelanteil

23. Brickettversuche mit Braunkohlen-Hyech
(Br. Hyech) von der Union Rheinische
Braunkohlen-Kraftstoff A. G. Wesseling (GmbH)
in Brickett-Laboratorium vom 11.-22.9.1942 -
Sachbearbeiter: Dipl. Ing. Müller.
Brickett tests with brown coal Hyech
(Br. Hyech) from the Union Rheinische
Braunkohlen-Kraftstoff A. G. Wesseling (GmbH)
in the bricketting laboratory 11 to 22.9.1942.
Investigator: Dipl. Ing. Müller.

Bras. Nos. 439 - 447

Abshrift. /Dr.

Brikettierversuche mit Braunkohlen-Hyposch (Br. Hyposch) von der Union Rheinische Braunkohlen-Kraftstoff AG. Wesseling (Bonn) im Brikettierlaboratorium vom 14. - 22.9.1942.

Sachbearbeiter: Dipl.-Ing. Müller.

Durch die Laboratoriums-Brikettierungsversuche sollte festgestellt werden, ob das von der Union Rheinische Braunkohlen-Kraftstoff AG., Werk Wesseling, über die I.G. Farben (Dr. Bühn) in Ludwigshafen in Stücken angelieferte Br. Hyposch unter normalen Betriebsbedingungen für die Steinkohlen-Brikettierung verwendbar, gegebenenfalls welcher Bindemittelsatz zur Erreichung genügender Festigkeiten erforderlich ist.

A) Die Versuchseinrichtung.

Die zur Brikettierung benutzte Versuchsanordnung des Laboratoriums besteht aus einem Knetwerk (Abb. 1) mit elektrischem Antrieb, einer großen hydraulischen Brikettpresse (bis zu 200 at Preßdruck) sowie einer kleinen Druckpresse (Abb. 2) zum Prüfen der Druckfestigkeit der Briketts.

Die Brikettpresse ist eine hydraulische Zweisäulenpresse. Die V o r p r e s s u n g des Gemisches erfolgt mit Hilfe einer Handspindel, der eigentliche Preßdruck wird durch Einschaltung einer Ölpumpe erzeugt.

Der Dampf aus dem Kesselhaus zur Beheizung des Knetwerkes wird durch einen kleinen gasbeheizten Überhitzer auf 195 - 215° überhitzt. Der Dampf tritt durch 6 Düsen gedrosselt in das Knetwerk ein. Seine Temperatur, die durch ein seitlich in das Knetwerk eingelassenes Thermometer gemessen wird, schwankte während der Versuchsreihe zwischen 100 und 124°; die Temperatur des Brikettiergutes beim Austrag aus dem Knetwerk betrug 90 - 95°.

Das Brikettiergut wird in ein Gefäß von etwa 190 - 200 g Fassungsvermögen aus dem Knetwerk abgesogen, auf einer Waage auf genau 190 g abgewogen und anschließend in die ^{auf} 120° vorgewärmte Form von quadratischer Grundfläche (50 x 50 mm) und 190 mm Höhe ungefüllt und hierauf ein genau passender Stahlstempel gesetzt. Durch Herunterdrehen der Spindel wird

das Gemisch v o r g e p r e s s t und dann durch Betätigung der hydraulischen Presse der Preßdruck bis auf 160 Atm. erhöht. Dieser Druck wirkt 3 s lang. Darauf wird die hydraulische Presse abgestellt, die Form auf eine Gabel gesetzt und das Brikkett mit Hilfe des Stahlstempels und der Preßspindel ausgestoßen. Die einzelnen Brikketts (10 jeder Reihe) werden in der Reihenfolge der Herstellung abgestellt.

B) Die Brikkettierkohle.

Zur Brikkettierung wurden zwei Steinkohlenarten (ES- und Magerkohle) verwendet, deren Gehalt an flüchtigen Bestandteilen 6 % auseinander liegt und die einen verschiedenen spezifischen Bindemittelbedarf zeigen.

Ihre Karsanalyse und Körnungen sind in Zahlentafel 1 unter a) und b) wiedergegeben.

Die zum Brikkettieren verwandte ESkohle hat erfahrungsgemäß (wahrscheinlich wegen ihres höheren Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen) zur Erreichung gleicher Festigkeiten einen geringeren Bindemittelbedarf als die Magerkohle.

Ein wesentlicher Körnungsunterschied zwischen beiden Kohlenarten besteht nicht, so daß hieraus kein unterschiedlicher Einfluß auf den Bindemittelbedarf entstehen kann.

Die geringfügigen Unterschiede im Aschen- und Feuchtigkeitsgehalt der beiden Kohlenarten dürften auf das Haftvermögen des Bindemittels wohl keinen wesentlichen Einfluß ausüben.

C) Bindemittel.

Bindemittel war das in der Hochdruck-Versuchs-Hydrationsanstalt der I.G.-Farben in Ludwigshafen unter Vakuumdestillation als Schleuderrückstand hergestellte stückige Br.Hyposch von Wesseling mit einem B.P. von 67,4°. Die Mahlbarkeit betrug 29,7 % unter 0,5 mm und die Streckbarkeit 25 cm (Zahlent. 2 unter a). Diese beiden letzten Zahlenwerte liegen weit unter denen eines guten Steinkohlen-teerpechs (30 % bzw. über 60 cm) und lassen ein weit geringeres Haftvermögen erwarten.

Nach dem eben. Untersuchungsergebnis (Zahlentafel 2 unter b) hat das Br.Hyposch den ungewöhnlich hohen Aschengehalt.

von 51,6 %. Davon entfallen 12,9 % auf Schwefel, der an Pyrit gebunden ist. Bei diesem hohen Schwefelgehalt bilden sich bei längerer Einwirkung von überhitztem Dampf offenbar Säuren, die starke Anfrassungen an der Apparatur hervorrufen. Die Verbindungen CaSO_3 , Al_2O_3 und SiO_2 stören bei dem Brikettierungsvorgang selbst als Pechverschleier, bei der Verbrennung als Aschenträger.

B e t r i e b s m ä ß i g e Mahlversuche des Br.Hyposch ergaben folgendes:

Das in Stückgröße von etwa 25 mm angelieferte Br.Hyposch wurde in kleinen Mengen in einer **T e u t t o m i a m ü h l e** (240 mm ϕ , $n = 3000$) 5 min gemahlen. Die ausgetragene Menge war zwar staubfrei, aber zu gering. Bei einer **G l o c k e n - m ü h l e** ($n = 1400$) trat nach 2 min sahlflüssiges Br.Hyposch aus der Mühle, das infolge der bei der Zerkleinerungsarbeit entstehenden Wärme geschmolzen war.

Es wurde nun versucht, das Pech mit Hilfe eines 10 Kg schweren Stumpfers von **H a n d** zu zerkleinern. Während der größere Teil des Peches in kleinen Stücken beim Stampfen auseinanderprang, blieb der kleinere Teil unter der Aufschlagfläche des Stumpfers als flaches Stück liegen, das unmittelbar nach dem Aufschlag noch teigartig war, jedoch dann schnell erhärtete. Offenbar hatte die durch die Schlagarbeit entstandene Wärme eine Erweichung der zerkleinerten Pechteilchen verursacht.

Mit den in den Brikettfabriken üblichen Zerkleinerungseinrichtungen läßt sich dieses Br.Hyposch betriebsicher demnach **n i e h t** zerkleinern.

Die für die Versuchsdurchführung notwendige Zerkleinerung auf die betriebmäßig erforderliche Körnung wurde von Hand mit einem kleinen Hammer erreicht. Ihre Zusammensetzung ist in Zahlentafel 1 unter b) wiedergegeben.

D) Durchführung der Brikettierungsversuche.

Das Br.Hyposch wurde anteilmäßig mit 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 und 11 % der Kohle zugesetzt, die gründliche Durchmischung in einem Gefäß erfolgte von Hand. Die Gesamteinsetzmenge für jede Versuchsreihe (etwa 2200 g) wurde in einmaliger Aufgabe in das Knotwerk eingefüllt.

Von jeder Einsatzmenge wurden 10 Preßlinge in Würfelform von 5 cm Kantenlänge und einem durchschnittlichen Gewicht von 190 g hergestellt, die zur Ermittlung ihrer Druckfestigkeit (in kg/cm^2) nach 24 h Abkühlzeit auf der eingangs beschriebenen hydraulischen Handpresse serdrückt wurden. Nach dem fünften Preßling wurde in jeder Versuchsreihe der Feuchtigkeitsgehalt des Gemisches beim Verlassen des Knetwerkes bestimmt. Der Wassergehalt schwankte zwischen 0 und 2,5 %.

Da bei der HShohle mit 10 % Br.Hypech die Festigkeit der Briketts geringer wurde, ist anzunehmen, daß bei 9 % Zugabe die optimale Festigkeit erreicht wird. Deshalb wurde bei dieser Kohle mit 11 % Br.Hypech nicht mehr brikettiert.

Im Laufe der Versuchsdurchführung wurde festgestellt, daß das Br. Hypech selbst und die aus dem Knetwerk entweichenden Dämpfe blanke Metallteile der Apparatur stark angriff. Die Ursache dieser korrodierenden Erscheinung scheint, wie schon erwähnt, auf im Dampf des Knetwerkes sich bildende saure Schwefelverbindungen (SO_2 und SO_3) zurückzuführen sein.

Die in der Zahlentafel 1 unter c aufgeführten Druckfestigkeiten sind gemittelte Werte aus zehn Einzelergebnissen der Versuchsreihen, und zwar getrennt für beide Kohlenarten.

B) Die Versuchsergebnisse bei Zugabe von Br.Hypech in Pulverform.

1. Bei Magerkohle (schwer brikettierbar).

Die erhaltenen Druckfestigkeiten als Funktion des Bindemittelgehaltes bei HSh- und Magerkohle zeigt das anliegende Kurvenbild. Um einen Vergleich mit den entsprechenden Druckfestigkeitskurven bei Verwendung von 5, 6 und 7 % normalen Teerpech als Bindemittel zu ermöglichen, wurden die Kurven von solchen Versuchspreßlingen bei denselben Brikettierkohlen mit eingeseichnet.

Die Druckfestigkeitskurve für die Magerkohlenbriketts (a) beginnt bei 4 % Br.Hypech mit einem so geringen, mit dem Manometer nicht meßbaren Wert, daß derselbe zahlenmäßig nicht

zu erfassen war, denn die Briketts brachen bei geringster Druckbeanspruchung auseinander. Die Festigkeitswerte bei 9 und 10 % mit rd. 51 kg/cm^2 unterscheiden sich praktisch nicht. Bei 11 % wird mit 54 kg/cm^2 eine geringe Druckfestigkeitsteigerung von 3 kg/cm^2 erzielt.

Diese beiden letzten Kurvenwerte lassen erkennen, daß durch einen höheren Bindemittelgehalt keine größere Festigkeit zu erzielen ist. Offenbar wird mit 9 - 10 % Br.Hyechanteil die optimale Brikettfestigkeit erreicht. Die vom Kurvenverlauf abweichenden Druckfestigkeiten von 7 und 8 % erklären sich offenbar aus einer (zwischen 120 und 124° schwankend) zu hohen Temperatur im Knetwerk.

Die Versuchsreihen mit 4, 5 und 6 % Br.Hyechanteilen wurden mit Temperaturen durchgeführt, die zwischen 99 und 104° schwankten. Hierbei verhielt sich das Gemisch im Knetwerk wie ein übliches Pech-Kohle-Gemisch. Die Briketts hatten (außer bei 4 %) ein gutes Aussehen.

Bei der Versuchsreihe mit 7 % Br.Hyech wurde die Temperatur allmählich (von 99° ab) gesteigert, erreichte beim sechsten Brikett 110° , beim folgenden 120° und beim sechsten Brikett 124° . Die Briketts erhielten aber mit zunehmender Temperatur auffallend starke Risse. Wie die Festigkeitsprüfung dann auch ergab, hatten diese letzten Briketts im Durchschnitt eine um 7 kg/cm^2 geringere Festigkeit als jene, die bei einer Gemisch-Temperatur unter 110° gepreßt worden waren.

Um nun festzustellen, bei welchen Temperaturen die Risse in den Briketts entstanden, mit denen zugleich auch eine Festigkeitsverminderung verbunden schien, wurde bei der Versuchsreihe mit 8 % Br.Hyechzusatz die Temperatur im Knetwerk wieder gesenkt.

Die Versuchsreihe mit 8 % Br.Hyech wurde mit 121° begonnen und diese Temperatur mit geringen Schwankungen beibehalten. Da nun die sämtlichen Briketts dieselben Risse aufwiesen und bei den frischen Briketts bei geringstem Druck die Risse sich erweiterten, konnte die Ursache dieser Erscheinung nur auf die hohe Knetwerktemperatur zurückge-

führt werden. Deshalb wurde die Dampfaufuhr stark gedrosselt, so daß von dem siebenten Brikkett an die Temperatur im Knetwerk unter 110° sank. Die Brikketts zeigten nun keine Risse mehr. Die Festigkeit stieg im Durchschnitt allerdings nur um 4 kg/cm^2 , so daß die Annahme berechtigt erscheint, daß das Br. Hypech bei hohen Temperaturen an Haftvermögen verliert. Die restlichen Versuchsreihen wurden daher wieder mit 100° im Knetwerk durchgeführt.

Eine Ursache für die bei den Temperaturen über 110° erreichten geringeren Brikkettfestigkeiten könnte auch darin zu suchen sein, daß nach der Pressung infolge des eigentümlichen Verhaltens des Br. Hypechs bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen die gepresste Masse noch zu plastisch ist und bei dem ruckartigen Ausstoßen der Versuchsbrikketts aus der Form rissig wird.

Bei Magerkohle mit Br. Hypechzusatz wird die Festigkeit der Teerpechbrikketts von 6 und $6,5 \text{ \textcircled{S}}$ erst bei $9, 10$ und $11 \text{ \textcircled{S}}$ erreicht.

2. Versuchsergebnisse bei leicht brikkettigerbarer BKkohle.

Ein wesentlich günstigeres Ergebnis wurde bei BKkohle festgelegt. Die Festigkeitskurve der BKkohlen-Versuchsbrikketts (vergl. Kurve 0) steigt von 28 kg/cm^2 bei $4 \text{ \textcircled{S}}$ über 36 kg/cm^2 bei $5 \text{ \textcircled{S}}$ ziemlich gleichmäßig auf 59 kg/cm^2 bei $9 \text{ \textcircled{S}}$. Dieser $9 \text{ \textcircled{S}}$ ige Br. Hypechgehalt scheint nach diesen Versuchsreihen bei optimaler Bindefähigkeit die größte Festigkeit zu ergeben; denn bei einem Zusatz von $10 \text{ \textcircled{S}}$ sinkt die Festigkeitskurve wieder auf 55 kg/cm^2 .

Die beiden Festigkeitsmittelwerte bei 7 und $8 \text{ \textcircled{S}}$ liegen auch bei den BKkohlenbrikketts unterhalb der im übrigen gleichmäßig verlaufenden Kurve. Die unterschiedliche Zunahme von 6 auf $7 \text{ \textcircled{S}}$ und von 7 auf $8 \text{ \textcircled{S}}$ ist auch hier auf die Temperatur im Knetwerk zurückzuführen, die infolge starker Schwankungen in der Dampfaufuhr mehrfach ^{über} 110° stieg. Dementsprechend fiel z.B. auch die Festigkeit der mit diesen Temperaturen hergestellten Brikketts von 56 kg/cm^2 auf 40 kg/cm^2 . (Von sechsten auf das siebente Brikkett bei $8 \text{ \textcircled{S}}$.)

Diese Feststellung bestätigt erneut die Beobachtung, daß beim Brikettieren mit Br.Hytech als Bindemittelszusatz mit Temperaturen unter 110° im Knetwerk gearbeitet werden muß.

Die KSKohlenbriketts mit 9 % Br.Hytechgehalt besitzen die gleiche Festigkeit wie die Briketts aus gleicher Kohle mit 5,5 % Teerpech. Der ^{Br}Hytechverbrauch ist dabei 60 % höher als der Teerpechverbrauch, weil seine Bindkraft nur 60 % die des Teerpechs beträgt.

1. Versuchsergebnisse bei Zugabe von flüssigem Br.Hytech.

Der Versuch, flüssiges Br.Hytech der Kohle als Bindemittel beizugeben, mißlang, denn es war keine Möglichkeit gegeben, das flüssige Pech zwecks guter Vermischung mit der Kohle genügend zu zerstäuben. Die Kohle wurde ins Knetwerk aufgegeben und auf 140° erhitzt, das Br.Hytech über dem Bunsenbrenner bei $140 - 150^{\circ}$ verflüssigt und dann in dünnem Strahl ins Knetwerk eingeführt. Hierbei war festzustellen, daß sich das flüssige Pech überhaupt nicht mit der Kohle vermischt, sondern sich mit feinsten Kohleteilchen umgab und strangartige Massen bildete. Selbst im oberen Teil des Knetwerkes konnte trotz der hohen Temperatur keine Durchmischung erreicht werden. Flüssiges Br.Hytech kann offenbar nur fein zerstäubt der Kohle vor der Aufnahme in das Knetwerk (wie beim Fohr-Kleinschmidt-Verfahren) zugegeben werden. Ob sich auch dann diese kleinsten Pechteile mit feinkörniger Kohle umgeben und sich isolieren, ist nach dem jetzigen Versuchstand nicht zu beurteilen.

2) Zusammenfassung.

- 1) Die Zerkleinerung des stückigen Br.Hytechs kann nicht mit den üblichen Zerkleinerungsmaschinen erfolgen, da das Pech schon bei niedriger Mahltemperatur sähflüssig wird. Bei schlagender und drückender Zerkleinerung mit einem schweren Stampfer entstehen teigartige Pechzusammenballungen, die sich schnell wieder verfestigen.
2. Bei 9 - 10 % Br.Hytechzusatz werden die höchsten Brikettfestigkeiten erreicht, die dem Haftvermögen des Teerpechs bei nur 5,5 bzw. 6 - 6,5 % Zusatz entsprechen. Eine weitere

Br.Hyppchzugabe steigert die Festigkeit der Briketts nur noch ganz gering (Magerkohle) oder nicht mehr (HStkohle). Dieser hohe Br.Hyppchbedarf ist bedingt durch den hohen Aschengehalt von 51,6 % (Zahlentafel 2 unter b).

3. Beim Brikettieren mit dem Überhitzungsempfindlichen Br.Hyppch verlieren die Briketts an Festigkeit bei Temperaturen im Knottwerk über 110°. Die günstigste Temperatur für die Brikettfestigkeit scheint zwischen 99 und 105° zu liegen. Hierin unterscheidet sich das Braunkohlen-Hyppch wesentlich von dem Steinkohlen-Hyppch, das s.B. bei Wärmaefenanlagen Temperaturen bis zu 125° erfordert. Der Aschengehalt des Steinkohlen-Hyppchs ist mit 8 - 11 % bedeutend geringer als jener des untersuchten Braunkohlen-Hyppchs; deshalb ist die Bindefähigkeit des Steinkohlen-Hyppchs gegenüber der des Braunkohlen-Hyppchs wesentlich günstiger.
4. Durch den hohen Aschengehalt des Br.Hyppchs von 51,6 % erhöht sich der Gesamtaschengehalt der Briketts um etwa 4 %, wodurch ihr Heizwert herabgesetzt wird.
5. Die stark korrodierenden Eigenschaften des Br.Hyppchs, verursacht durch den Schwefelgehalt, lassen das Br.Hyppch in der vorliegenden Zusammensetzung als Bindemittel für die Steinkohlenbrikettierung ungeeignet erscheinen.
6. Da die Versuche mit flüssigem Pech in Ermangelung eines geeigneten Zerstäubungs-Apparates nicht durchgeführt werden konnten, kann ein abschließendes Urteil über die Eignung von flüssigem Br.Hyppch als Bindemittel bei der Steinkohlenbrikettierung nicht abgegeben werden.

Essen, den 2. Februar 1943.

ges. (Unterschrift)

Isolentafel 1

a) Elementanalyse der Brickettkohle.

1. ESKohle mit 16,5 % flucht. Bestandt., 9,0 % Asche und 2% Feuchtigkeit.
2. Magerkohle mit 10,5 % " " " " , 9 % Asche und 2,5 % Feuchtigkeit.

b) Körnungen der Brickettkohlen und des Br.Hyposch.

Körnung mm	ESKohle %	Magerkohle %	Körnung mm	Br.Hyposch %
über 5	4,7	3,0	—	—
5 - 3	16,0	8,5	—	—
3 - 1	36,0	18,5	—	—
1 - 0,5	17,0	33,5	1 - 0,5	25,0
0,5 - 0,3	6,8	16,5	0,5 - 0,3	17,5
0,3 - 0,1	10,0	16,3	0,3 - 0,2	15,0
unter 0,1	9,5	3,7	0,2 - 0,1	1,0
			0,1 - 0,06	32,5
			unter 0,06	9,0

c) Ergebnisse der Druckfestigkeits-Untersuchung bei Br.Hyposch-Briketts:

Br.Hyposchgröße	erreichte durchschnittliche Druckfestigkeiten:	
	ESKohle kg/cm ²	Magerkohle kg/cm ²
4	27,65	nicht messbar niedrig
5	35,62	24,64
6	42,50	31,86
7	45,03	34,86
8	52,82	36,05
9	59,15	51,46
10	54,60	51,34
11	—	54,55

Zahlentafel 2

Brikkertiertechnische Eigenschaften und Zusammensetzung des Braunkohlen-Hyposches.

a) Brikkertiertechnische Eigenschaften:

S.P.	68,5°
Mahlbarkeit	29,67 % unter 0,5 mm
Streckbarkeit	25 cm
Asche	51,60 %
Benzollösliches	45,63 %.

b) Zusammensetzung des Br.Hyposches nach der chem. Untersuchung:

FeS ₂	24,2 %
CaCO ₃	19,4 %
Al ₂ O ₃	6,6 %
SiO ₂	1,4 %
Kohlenstaubähnliche Substanz	2,8 %
Benzollösliche, organische Substanz	45,6 %.

Die Benzollösliche, organische Substanz enthält:

Asche	0,24 %
flücht. Bestandteile	87,60 %
Schwefel	0,09 %
Chlor	0,26 %
Kohlenstoff	89,09 %
Wasserstoff	6,45 %
Erweichungspunkt (K.S.)	38 °
Beim Destillieren bis 363° fällt an	15,40 % +)
Der Destillationsrückstand hat einen Erweichungspunkt (K.S.) von	65 °.

+) Destillat von der benzollöslichen organischen Substanz.

24. Bericht über die Briquettingversuche
mit Braunkohlen-Nyech (Abschluss) von der
Union Rheinische Kraftstoff A.G., Esselin,
Bonn, im Briquettinglaboratorium von 18.-23.11.1942.
Report about the briquetting tests
with brown coal-Nyech (end) from the Union
Rheinische Kraftstoff A.G., Esselin, Bonn,
in the briquetting laboratory. 18. to 23.11.1942.

Frame Nos. 442 - 455