15) Kaltölanschlüsse: Vor Ofen I und Ofen II

16) Dünnbreiherstellung: Die Dünnbreiherstellung aus Dickbrei und Schleuderöl wurde hochdruckseitig hinter den Pressen ohne besondere Mischeinrichtung durchgeführt. Die Mischstrecke bis zum Eintritt des Gases war ca. 60 m lang.

POOR COPY 1

B) Kohlemahlanlage und Anmaischung

Die aus dem Kohlelager angelieferte Rohkohle wurde mittels Transportband über einen Magnetabscheider einer Schlagkreuzmühle ohne Siebeinsatz als Vorbrecher aufgegeben. Die zerkleinerte Kohle wurde dann nach Durchlaufen zweier Vorratsbunker den beiden Fullermühlen zugeführt.

Die fein gemahlene, noch feuchte Kohle lief über eine Hilburgwaage und wurde dann in einer Hauerschnecke mit 60 - 80° warmer 50%iger Eisensulfatlösung (Kat I) besprüht und in einer 6 m langen Schnecke mit der Lösung vermischt. Nun erfolgte die Trocknung der etwa 10 % H_2O enthaltenden Kohle in einem mit 4 atm-Dampf beheizten Röhrentrockner mit Stickstoff als Umlaufgas auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 0,5 - 1 %. Der Taupunkt des mittels eines Ventilators umgewälzten Stickstoffs wurde, nach Abscheidung des mitgerissenen Kohlenstaubes in einem Cyklon, durch Wassereinspritzung in einem Hordenwäscher gesenkt. Zur getrockneten Kohle wurde mittels eines Tellerzuteilers getrocknete Bayermasse und Sulfigran (Kat II und III) in dem vorderen Teil einer zweiten Hauerschnecke zugefügt.

Die Anreibung mit Öl erfolgte anschließend in einer Stangenmühle, wobei die Kohle in das vorgelegte und dauernd umgepumpte Anreibeöl solange eingetragen wurde, bis die gewünschte Kohlekonzentration erreicht war. Aus den Kohlebreivorratsgefäßen wurde der Brei über eine Ringleitung den Pressen zugeführt. Vor den Vorratsgefäßen und in der Ringleitung waren Siebe (Druckfilter) eingebaut. Die doppelte Siebung des Breies wurde durchgeführt, um Schwierigkeiten in der Regeneration durch Vorhandensein gröberer Teilchen auszuschalten.

C) Abstreiferdestillation.

Die Destillation des Abstreiferproduktes (unter Zumischung des Nachkühlerschwelöles) wurde in einer 22 m hohen Kolonne mit 1200 mm Durchmesser (Durchmesser des unteren verjüngten Teiles 650 mm) durchgeführt, an welche eine 6,7 m hohe 600 mm weite Seitenkolonne zur Benzinabtrennung angeschlossen war. Die durch Verteilerböden unterteilten Kolonnen enthielten als Füllmaterial Raschigringe von 50 mm Ø. Bei 1200 kg stündlicher Einspritzung betrug der Dampfzusatz ca 320 kg.

D) Rückstandsaufarbeitung.

Schleuderei: Der aus dem Hochdruck entspannte Abschlamm wurde stundenweise gewogen und gesammelt. Die Vermischung mit dem Verdünnungsöl erfolgte gewichtsmäßig in einem Wiege-Rührgefäß. Von dort wurde die fertige Schleudermischung in das Vorratsgefäß für den Schleuderbetrieb gepumpt. Von hier aus wurde die Mischung über eine Doppelschlangenheizung (20 atm Dampf) der Ringleitung aufgegeben, aus der die Schleudern über ein Überlaufgefäß gespeist wurden. Am Einlauf des Überlaufgefäßes waren auswechselbare Siebe (0,25 mm) angebracht. Als Schleudern wurden Laval-Schleudern

POOR COPY 1

neuester Bauart (maximale Drehzahl 3200) verwendet. Beim Fahren auf Bi + Mi (Schweröl-verdünnung) wurde die Einlauftemperatur auf 160-170° gehalten, beim Fahren auf Bi + Heizöl (mittelölhaltiges Verdünnungsöl) wurde auf 140-145° aufgeheizt. Bei beiden Fahrweisen entsprachen die pro Stunde durchgesetzten Schleudermengen nicht den stündlich anfallenden Abschlamm-Mengen, wodurch ein periodischer Betrieb bedingt war. Schleuderdurchsatz 3 - 3,3 Tonnen/Std.

Schwelerei: Die Verschwelung des Schleuderrückstandes wurde in einem halbtechnischen Kugelofen vorgenommen. Die Schweltrommel hatte bei einer Länge von 9 m 1,5 m Durchmesser. Die Trennungswand war etwa 1 m vom Austragsende angebracht. Da beim Heizölfahren mittelölhaltige Produkte zur Verschwelung gelangten, wurde der Ofen mit einem elektrischen Druckvorheizer in der Art der Gasphasevorheizer ausgestattet. Er bestand aus 11 senkrecht angeordneten N 6 Rohren 30 x 48 x 10 000 lang. Zwischen Vorheizer und Ofeneingang war eine Entspannungsventilgruppe angeordnet (normales Patronenventil). Die Füllung des Ofens bestand aus 98 eckigen Schlagkörpern (je 24 kg Gewicht) und 103 Kugeln (je 13 kg Gewicht). Der Ofen lief normal mit 12 Touren, es bestand die Möglichkeit, die Tourenzahl zu verdoppeln. Als Spülgas wurde in einer Muffel vorgeheizter Stickstoff am Austragsende eingeblasen. Der Vorheizer wurde bei 20 atm betrieben, das Produkt wurde auf 290 - 350° aufgeheizt. Bei bis 800 kg - 1000 kg[1]) stündlicher Einspritzung wurden je 20 m³ N_2 durch die Vorheizung und am Austragsende des Ofens zugegeben.

Für die am Ende des Versuchs durchgeführte Toppung des Schleuderrückstands wurde die Austragsschurre des Ofens durch ein einfaches Ablaufrohr ersetzt. Über eine Öltauchung und ein Düsenrohr (wagrechtes Rohr mit 4 Löchern 11 - 14 mm) wurde das getoppte Produkt in dünnem Strahl einer mit Wasser gefüllten Granulierschnecke aufgegeben. Um die Verweilzeit im Kugelofen nicht unnötig zu erhöhen, wurde durch Anbringen von Löchern am unteren Rand der Abschlußplatte des Austragskopfes das Niveau im Ofen möglichst tief gehalten.

E) Herstellung des Anreibeöls

Das Anreibeöl war eine anfallgemäße Mischung aus Schleuderöl und Vorkühlerschwelöl, die bei den Fahrweisen auf Schwerölüberschuß mit dem Rückführabschlamm vermischt wurde.

Zur Einstellung des Dünnbreies auf den gewünschten Festegehalt wurde reines Schleuderöl eingesetzt.

---

1) Dieser hohe Durchsatz konnte zu Beginn des Versuches (Benzin + Mittelölfahrweise) nicht gefahren werden, da die Anfallmenge der Kammer geringer war.

POOR COPY

2) Rohstoffe

A) Kohlen

Als Versuchskohlen gelangten Kohlen des oberschlesischen Steinkohlerevieres und zwar Kohlen der Beuthen- und Heinitzgrube zur Verwendung. Die Auswahl der Kohlen bezw. Sortimente erfolgte durch die Oberschlesischen Hydrierwerke im Einvernehmen mit dem Oberschlesischen Steinkohlensyndikat unter Berücksichtigung der für den späteren Einsatz im Hydrierwerk Blechhammer in Frage kommenden Verhältnisse. Seitens der Hochdruckversuche Ludwigshafen lagen Kleinversuchsergebnisse mit den genannten Kohlen vor.

Die zum Versuch eingesetzten Kohlen wurden auf der Kaskadyn-Wäsche der Hohenzollerngrube (O.S.) in aufbereitungstechnisch zweckmäßiger Weise auf einen für die Hydrierung passenden Aschegehalt gewaschen. Der ursprünglich von den Hochdruckversuchen gewünschte Aschegehalt von 4 % auf Trockenkohle konnte mit Rücksicht auf ein wirtschaftliches Aufbereitungsergebnis nicht erreicht werden, die eingesetzte Mischkohle hatte im Mittel einen Aschegehalt von 5 %. Die gewaschene Kohle wurde in abgedeckten Eisenbahnwagen in Ludwigshafen angeliefert und hier nach Sorten getrennt in Zelten gelagert.

Eingegangene Kohlen nach Herkunft, Sorte und Menge

Herkunft	Sortiment	Menge to	% H_2O	% Asche/TK
Beuthengrube	Feinkohle 0 - 8 mm	885	8,8	4,0
Beuthengrube	Nußkohle 8 - 25 mm	1 092	9,5	6,1
Heinitzgrube	Nußkohle 8 - 30 mm	2 010	7,8	5,0
Heinitzgrube	Feinkohle	85	11,0	3,8
Heinitzgrube	Nuß + Feinkohle	13	10,0	4,0
	Insgesamt	4 085	9,5	5,0

Die Herstellung der Mischkohle (Kohlen der Beuthengrube + Heinitzgrube im Anlieferungsverhältnis der Kohlenarten) erfolgte gewichtsmäßig beim Abtransport zur Kohlemahlanlage.

POOR COPY

06358

Die Analysen der Kohlen sind in Tabelle 1 aufgeführt. Es handelte sich um Kohlen von 81,6 - 82,0 % Kohlenstoffgehalt in der Reinkohle. Die Kohlen wiesen einen Gehalt von 4 % disponiblem Wasserstoff auf und enthielten 11,0 - 11,7 % Sauerstoff bezogen auf Reinkohle. Der Gehalt an Flüchtigem in der Reinkohle war 37 - 38 %.

Die Anlage zu Tabelle 1 enthält Schliffbilder der Versuchskohlen.

B) Katalysatoren.

Als Katalysatoren kamen die üblichen Eisenkatalysatoren und Sulfigran, in Versuchsperiode 4 geschwefelte Bayermasse zur Anwendung. Tabelle 2 gibt die analytische Untersuchung der Katalysatoren wieder. Die Bayermasse wurde in getrockneter Form zugegeben. Die Schwefelung der Bayermasse wurde in einem Schneckenofen bei 400° mit gasförmigem H_2S vorgenommen. Nach dieser Behandlung enthielt die Bayermasse 19 % Schwefel.

C) Anreiböl.

Der Start des Versuches erfolgte mit Anreiböl und Abstreiferschweröl der Gelsenberg Benzin A.-G. Wie Tabelle 3 zeigt, enthielt das Anreiböl Gelsenberg 10,5 % Festes und 7,8 % s-Asphalt im Öl.

3) Versuchsverlauf.

Der Versuch wurde bei 700 atm Gesamtdruck programmgemäß in 5 Versuchsperioden durchgeführt.

Versuchsperiode 1: Fahren von Mischkohle (Beuthen- + Heinitzkohle 1:1) auf Benzin und Mittelöl vom 15.7. - 5.8.41

Versuchsperiode 2: Fahren von Mischkohle (Beuthen- + Heinitzkohle 1:1) auf Benzin + 35 % Schweröl überschuß vom 6.8. bis 18.8.41

Versuchsperiode 3: Fahren von Mischkohle (Beuthen- + Heinitzkohle 1:1) auf Benzin + 50 % Schweröl überschuß vom 19.8. - 2.9.41

Versuchsperiode 4: Fahren von Mischkohle (Beuthen- + Heinitzkohle 1:1) auf Benzin + 50 % Schweröl überschuß unter Anwendung geschwefelter Bayermasse vom 3.9. - 10.9.41

Versuchsperiode 5: Fahren von Heinitzkohle auf Benzin + 35 % Schweröl überschuß vom 11.9. - 21.9.41

POOR COPY 1

66353

Versuchsperiode 1: Fahren von Mischkohle (Beuthen- + Heinitzkohle 1:1) auf Benzin und Mittelöl vom 15.7.41 - 5.8.41.

15.-16.7.41: Auffüllen der Kammer, mit Gasdurchgang (1000 m³/St. durch Dickbreiweg, 1800 m³/St. durch Dünnbreiweg), 700 atm, ab 114° je 500 kg/St. Gelsenberg Sumpfmittelöl durch beide Breiwege, 30 Ltr Wasser hinter Produktabstreifer.

17.7.41: Bei 288° Ofentemperatur Heißumlauf (400 kg/St.) und Wascher angefahren, Gasmenge durch Dickbreiweg wurde auf 900 m³/St. vermindert, Gasmenge durch Dünnbreiweg wurde geteilt: 1200 m³ durch Gasse I Vorheizer, 500 m³ erst vor Regenerator III, da der Ausgang Vorheizer Gasse I höhere Temperatur aufwies als der Regenerationsrückweg.

18.7.41: Umstellung auf Mischung von 70 % Anreiböl Gelsenberg + 30 % Abstreifer-Schweröl Gelsenberg, Erhöhung der Temperatur, Erhöhung der Einspritzmenge in den Dünnbreiweg auf 800 kg/St., Heißumlauf auf 800 kg vorgefahren, Eingangsgas auf 700 bezw. 1400 m³ zurückgenommen.

19.7.41: Bei 408° Ofentemperatur wurde der Dickbreiweg auf 40 % festehaltigen Kohlebrei umgestellt und die Einspritzmenge auf 700 kg vorgefahren. Der Brei war aus Mischkohle (Beuthen + Heinitz 1:1) mit 1,2 % $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$, 1,5 % Bayermasse, 0,3 % Sulfigran und Gelsenberg Anreiböl hergestellt. Anschließend wurde auch der Dünnbreiweg (Regenerationsweg) zunächst auf ein Gemisch von 5 Teilen Kohlebrei und 3 Teilen Anreiböl (24 % Festes im Gemisch) umgestellt. 30 kg/St. Wasser vor Regenerator III Rückweg.

20.7.41: Ofenlage: Ofen I maximal 466°. Die Breieinspritzung durch den Dünnbreiweg wurde auf 1000 kg/St. erhöht, der Festegehalt durch Verminderung des Anreiböizusatzes auf 30 % Festes gesteigert. Die Spülwassermengen wurden auf je 50 kg vor Reg. III-Rückweg und hinter Produktabstreifer vermehrt.

21.7.41: Ofenlage: Ofen I und II maximale Temperaturen 471°. Festekonzentration: 41 % Festes im Dickbrei, 36 % Festes im Dünnbrei.

22.7.-24.7.41: Durch beide Breiwege wurde 40%iger Brei gefahren.

25.7.41: Erhöhung der Dickbreikonzentration auf 43 %, durch die Regeneration lief weiterhin 40%iger Brei.

26.7.-5.8.41: Die Konzentration des Dickbreies wurde im Laufe dieses Zeitraumes auf 50 - 51 % Festes erhöht, im Dünnbreiteil jedoch 40 - 41 % Festes beibehalten. Für das Benzin- und Mittelölfahren wurden schließlich folgende Einspritz- und Gasmengen eingestellt: 1000 kg Dickbrei und 900 m³ Gas im Dickbreiweg, 900 kg Dünnbrei (700 kg Dickbrei und 200 kg Anreiböl) und 1500 m³ Gas im Dünnbreiweg, entsprechend etwa 45 - 46 % Festekonzentration am Ofeneingang.
Mit 476° Mittel- und 480° Maximal-Temperatur in den Öfen waren die geplanten Fahrbedingungen erreicht, es wurden dabei etwa 1200 m³ Kaltgas gebraucht. Die Temperatur Ausgang Heißabscheider oben betrug 426°.
Wesentliche Störungen traten in dieser Fahrperiode im Hochdruckteil nicht auf.

POOR COPY

Versuchsperiode 2: Fahren von Mischkohle (Beuthenkohle und Heinitzkohle 1:1) auf Benzin + 35 % Schweröluberschuß vom 6.-18.8.1941.

6.-9.8.41: Umstellung auf Heizölfahren. Statt 100 % Schweröl wurde das Schleuderverdünnungsöl aus 50 Teilen Schweröl und 50 Teilen Mittelöl zusammengesetzt, gleichzeitig erfolgte Abschlammrückführung (ca. 16 % bezogen auf Anreiböl). Bei ungefähr gleichbleibender Gaseingangsmenge 2600 m³ wurde der Durchsatz im Dünnbreistrang erhöht auf 1800 kg (1400 kg Dickbrei + 400 kg Anreiböl), durch den Dickbreiweg liefen weiterhin 1000 kg 50 %iger Dickbrei, ebenso blieb die Heißumlaufmenge mit 800 kg unverändert. Die Durchsatzerhöhung bewirkte deutlich bessere Regenerationswirkung im kalten Regenerator.

11.-13.8.41: Bei 478° mittlerer Ofentemperatur 1500 m³ Gesamtkaltgas.

14.-16.8.41: Erhöhung der Dickbreikonzentration auf 52 % Festes. Eine langsam bis auf 26 % erfolgte Steigerung des Abschlammfesten, auf welche schlechtes Arbeiten des Heißumlaufs zurückgeführt wurde, wurde durch Senkung der Abscheiderausgangstemperatur von 426° auf 417° ausgeglichen.

Wegen hoher Kammerdifferenz von 28 atm wurden die Eingangsgasmengen auf 800 m³ durch den Dickbreistrang und 1400 m³ durch die Dünnbreileitung erniedrigt, gleichzeitig wurde zeitweilig die Wassereinspritzung verstärkt. Die Kammerdifferenz ging infolge dieser Maßnahmen auf 23 atm zurück. Sicherheitshalber wurden auch Etagenkühler und Ausgangsleitungen geheizt.

17.8.41: Die Einspritzmengen wurden schließlich auf 1050 kg Dickbrei und 1930 kg Dünnbrei (1450 + 480) erhöht.

Der Regenerator III arbeitete nun so gut, daß die Kaltgaszugabe vor dem Regenerator weggelassen werden konnte.

Die Spülwassermenge hinter dem Produktabstreifer wurde auf 100 kg erhöht.

18.8.41: Unverändert.

Versuchsperiode 3: Fahren von Mischkohle (Beuthenkohle + Heinitzkohle 1:1) mit ungeschwefelter Bayermasse als Kat. II auf Benzin + 50 % Schweröluberschuß vom 19.8. - 2.9.41.

19.-22.8.41: Umstellung auf die Fahrweise auf 50 % Schweröluberschuß. Erhöhung der Abschlammrückführung auf 24 - 25 % bezogen auf Anreiböl. Die richtige Zusammensetzung des Schleuderverdünnungsöles wurde für diese Fahrweise mit 85 % Mittelöl + 15 % Schweröl ermittelt und beibehalten.

POOR COPY

23.8.41: Störung: Die Anreibeölpresse, welche das zur Herstellung des Dünnbreies erforderliche Öl förderte, fiel für etwa 1 Stunde aus. Dadurch ging für diese kurze Zeit 52%iger Brei durch die Regeneration. Die Folge war ein schnelles Absinken des Regenerations-K-Wertes von ca. 300 auf ca. 90 unter gleichzeitigem Anstieg der Druckdifferenz der Regeneration um 5 - 6 atm. (Näheres siehe Regenerationsbericht). Nach Beseitigung der Störung lief der hierdurch nicht unterbrochene Betrieb normal weiter, K-Wert und Differenz erreichten wieder ihren alten Wert.

24.-26.8.41: Bei etwa 26 % Festem im Abschlamm dauerndes Ausfallen des Heißumlaufs. Zur Erniedrigung des Festegehalts wurde der Abscheiderausgang (oben) auf 408° zurückgenommen und außerdem Schweröl in das Neutralisationsrohr zwischen Ofen II und Abscheider (bis 250 kg/St.) eingespritzt. Bei niedrigerer Abschlamm-Festekonzentration arbeitete der Heißumlauf wieder besser.

25.8.41: Unverändert.

26.-27.8.41: Heißumlaufmenge auf 1200 Ltr/St. erhöht. Entsprechend der Schwerölzugabe vor dem Heißabscheider wurde als Verdünnungsöl 100 % Mittelöl eingesetzt.

28.8.41: Durch Heizwertabfall des Kraftgases Temperaturabfall in Vorheizer und Öfen

29.8.41: Mittlere Ofentemperatur wieder 478°.

30.8.41: Beim Verdünnen des Abschlamms mit reinem Mittelöl waren leichte Asphaltausfällungen zu beobachten, die sich im Sieb vor den Schleudern und zeitweise auch in den Schleudern selber bemerkbar machten. Trotz wiederholter Spülungen traten Schleuderausfälle ein. Es wurde wieder auf ein Verdünnungsöl, bestehend aus 85 % Mittelöl und 15 % Schweröl umgestellt. Gleichzeitig erlaubte der gesenkte Festegehalt im Abschlamm (19 - 20 %) die Einstellung der Schwerölein spritzung vor dem Heißabscheider. Der obere Ausgang des Heißabscheiders wurde bei 408° gehalten.

1.9.41: Störung: Die letzten Elemente des Ofens II gingen kurz auf 540° hoch, der Ofen konnte durch Zugabe von Kaltöl am Ofeneingang abgefangen werden.

2.9.41: Ofenlage: Ofen I mittlere Temperatur 480°, Ofen II mittlere Temperatur 476°.

POOR COPY

Versuchsperiode IV: Fahren von Mischkohle / Beuthenkohle + Heinitz-kohle 1:1 / mit geschwefelter Bayermasse als Kat. II auf Benzin und 50 % Schweröluberschuß 3. - 10.9.41:

3.9.41: Umstellung auf 1,5 % geschwefelte Bayermasse.

4.-7.9.41: Unverändert. Der Wechsel des Katalysators verursachte keine direkt erkennbare Änderung der Ofenlage.

8.-9.9.41: In der Zeit vom 15.7.-7.9.41 wurde 40-42% festehaltiger Dünnbrei zusammen mit Gas im Temperaturintervall von 250 - 410° mit Erfolg regenerativ aufgeheizt und dabei ziemlich konstante K-Werte von 300 über die gesamte Regeneration erhalten. Es folgte nun der Versuch, die Festekonzentration im Dünnbrei weiter zu steigern. Damit sollte die Festegrenze ermittelt werden, bei der noch Regeneration möglich ist bezw. bei der noch erträgliche Wärmeübergangswerte erzielt werden können. Ab 8.9.41 wurde zu diesem Zweck der Anreibeölzusatz in den Dünnbreistrang stufenweise vermindert.

10.9.41: Umstellung auf ungeschwefelte Bayermasse. Störung: Kurzes Hochgehen des Ofens II auf 527°. Der Ofen wurde mit kaltem Anreiböl geduscht.

Versuchsperiode V: Fahren von Heinitzkohle[1] auf Benzin + 35 % Schweröluberschuß vom 11.9.-21.9.41:

11.9.41: Umstellung auf Heinitzkohle. Störung: Geringer Heizwert des Kraftgases verursachte Absinken der Temperaturen. Kurzer Ausfall des Heißumlaufes.

12.9.41: Störung: Ansteigen der Kammerdifferenz vermutlich infolge Verstopfung der Leitungen zwischen Wasserabstreiferflasche und Wascher durch Propanhydrat infolge tieferer Außentemperatur. Umstellung auf Anreiböl.

13.9.41: Verbesserung der Heizung der Ausgangsleitungen.

14.-15.9.41: Umstellung auf Kohlebrei wie früher, normale Kammerdifferenz von 18 - 20 atm wurde wieder erreicht.
Zur Drückung des Abschlammfesten wurden 100 kg Abstreifer-Schweröl in das Neutralisationsrohr eingespritzt und die Schleuderverdünnung entsprechend gewählt.

1) mit ungeschwefelter Bayermasse als Katalysator II

POOR COPY

06363

16.-17.9.41: Der Festegehalt im Dünnbrei war seit 8.9.41 langsam auf 47,5 % gesteigert worden. Dabei konnte ein schnelles Absinken der K-Werte auf 120 - 130 und darunter festgestellt werden.

Ab 17.9. wurde der Dünnbrei wieder auf 42 % Festes eingestellt. Die Folge war eine starke Verbesserung des Wärmeübergangs bis auf K-Werte, die wenig unter den früheren Normalwerten lagen.

18.9.41: Unverändert.

19.-21.9.41: Beendigung des Versuches, Umstellung auf Anreibeöl, Zurücknahme der Temperaturen und des Druckes, Umstellung auf Schleuderöl, Abstreiferschweröl und schließlich Mittelöl. Die Öfen etc. ließen sich bei 250 atm normal entschlammen.

4. Versuchsergebnisse

A) Bilanzen und Ausbeuten

(vergleiche Bilanzübersicht Seite 18)

Versuchsperiode 1: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin und Mittelöl:

Bei einem Reinkohledurchsatz von 0,45 (davon 43 % regenerativ aufgeheizt) wurde bei 480° Maximaltemperatur ein Reinkohleabbau von 97 % und 0,25 Benzin + Mittelölleistung erzielt. Der praktische Ölgewinn bestand aus 21,8 % Benzin, 74,0 % Mittelöl und 4,2 % Schweröl. Die Vergasung bezogen auf Benzin + Mittelöl + Vergasung betrug dabei 23,4 %. Das Abschlammöl hatte 14,6 % Asphalt.

Als Schleuderverdünnungsöl diente Abstreiferschweröl. Die Eingangsgasmenge war 3,4 m^3/kg RK, an Kaltgas wurden 1,7 m^3/kg RK verbraucht.

Versuchsperiode 2: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß.

Bei einem Schleuderverdünnungsöl, das sich aus 50 % Mittelöl und 50 % Schweröl zusammensetzte, bestand der praktische Ölgewinn aus 23,5 % Benzin, 41,7 % Mittelöl und 34,8 % Schweröl. Der Reinkohledurchsatz betrug dabei 0,61, davon wurden 59 % regenerativ aufgeheizt.

POOR COPY 1

Die maximale Ofentemperatur war 481°. Bei einem Abbau von 96,6 % und 20,5 % Vergasung (bezogen auf praktischen Ölgewinn + Vergasung) betrug die praktische Ölgewinnleistung 0,38, die Benzin- und Mittelölleistung 0,25. Im Abschlammöl waren 15,6 % Asphalt. An Gas wurden 2,5 m^3/kg RK Eingangsgas und 1,5 m^3/kg RK Kaltgas gefahren.

Versuchsperiode 3: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 50 % Schwerölüberschuß mit ungeschwefelter Bayermasse.

Für diese Fahrweise bestand das Schleuderverdünnungsöl aus 85 % - 92,5 % Mittelöl und 15 % - 7,5 % Schweröl. Bei 481°, 0,65 Reinkohledurchsatz (davon 59 % durch die Regeneration) und 96,2 % Abbau wurde eine praktische Ölgewinnleistung von 0,41 erzielt. Der praktische Ölgewinn setzte sich aus 23,5 % Benzin, 22,2 % Mittelöl und 54,3 % Schweröl zusammen, entsprechend einer Benzin + Mittelölleistung von 0,19. Die Vergasung betrug 19,0 % bezogen auf praktische Ölgewinnleistung + Vergasung. Im Abschlammöl waren 17,1 % Asphalt vorhanden. An Eingangsgas wurden 2,1 m^3/kg RK, an Kaltgas 1,3 m^3/kg RK angewendet.

Versuchsperiode 4: Fahren von Beuthen + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 50 % Schwerölüberschuß mit geschwefelter Bayermasse.

Bei diesem Versuch wurden im wesentlichen die Fahrbedingungen der Versuchsperiode 3 eingehalten. Der Reinkohledurchsatz war mit 0,62 nur 4,6 % kleiner als bei Versuchsperiode 3. Gegenüber der Anwendung ungeschwefelter Bayermasse wird mit geschwefelter Bayermasse bei praktisch gleichem Abbau und gleicher Leistung etwas bessere Vergasung (18 % gegen 19 %), etwas niedrigerer Asphalt (16,3 gegen 17,1 %) und etwas mehr Benzin und Mittelöl im praktischen Ölgewinn (22,2 % Benzin, 27,4 % Mittelöl, 50,4 % Schweröl) erhalten. Diese kleinen Verbesserungen liegen jedoch nahe an der Fehlergrenze der Bilanzierung, da die Versuchsperiode 4 nur etwa 7 Tage dauerte.

POOR COPY

Versuchsperiode 5: Fahren von Heinitzkohle allein auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß mit ungeschwefelter Bayermasse.

Dieser etwa 8 Tage gelaufene Versuch ist mit Versuchsperiode 2 (Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 35 % Schweröl-überschuß) zu vergleichen. Bei praktisch gleichem Reinkohledurchsatz (0,60) und gleicher Temperatur (481°) gab die Heinitzkohle gegenüber der Mischkohle mit 95,5 % gegen 96,6 % einen etwas schlechteren Abbau, jedoch praktisch gleiche Leistung und Spaltung. Die niedrige Vergasung von 18,6 % erscheint in Anbetracht der kurzen Versuchsdauer etwas unsicher. Der Asphaltwert liegt bei der Heinitzkohle deutlich schlechter (18,2 % gegen 15,6 % im Abschlammöl).

Bei vergleichender Betrachtung der Kohleanalysen (Tabelle 1) kann dafür als Erklärung eventuell der etwas höhere Sauerstoffgehalt der Heinitzkohle und ihr höherer Aschegehalt herangezogen werden.

Allgemeines.

Die Ergebnisse des halbtechnischen Versuches bestätigten im Wesentlichen die im 10 Ltr.-Ofen erhaltenen Resultate. Abbau und Vergasung lagen im halbtechnischen Versuch etwas besser.

Die bei den Versuchsperioden 4 und 5 zu niedrig gefundene Wasserneubildung von 6 - 6,5 % ist wahrscheinlich die Folge von Meßfehlern.

Auch bei den höheren Asphaltmengen der Schwerölfahrweisen traten im Schwelofen keine produktbedingten Störungen auf. Die in den Versuchsperioden 3, 4 und 5 gegen 1 und 2 trotz höherer Asphalte höher liegenden Schwelausbeuten (83 %) sind durch größeren Durchsatz (Füllungsgrad) und durch Einlaufen des Ofens zu erklären.

Grundsätzlich können die chemischen Ergebnisse des Fahrens auf Schweröl folgendermaßen formuliert werden:

Der Übergang von der Benzin- und Mittelöl-Fahrweise zu den Schweröl- bezw. Heizölfahrweisen erfolgt durch Einsatz eines Gemisches aus Mittelöl und Schweröl bezw. reinem Mittelöl als Schleuderverdünnungsöl, im Gegensatz zur Verwendung von reinem Schweröl bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl. Gleichzeitig erfolgt eine Durchsatzerhöhung. Die bei den Schwerölfahrweisen angewendete Gesamt-Gasmenge war mit 3, 5 - 3,9 m^3/kg RK um 25 % geringer als beim Benzin und Mittelölfahren (5,0 m^3/kg RK).

Für die Mischkohle (Beuthen- + Heinitzgrube) zeigt Kurvenblatt 1 die Verteilung des praktischen Ölgewinnes im Benzin, Mittelöl und Schweröl bei den im Großversuch gewählten Durchsätzen und Temperaturen in Abhängigkeit von der Art des Verdünnungsöles. Während sich der Benzingehalt des Ölgewinns nur wenig verschiebt, nimmt der Schwerölgehalt mit wachsender Mittelölmenge im Verdünnungsöl zu und gleichzeitig der Mittelölgehalt ab.

Der vorzunehmenden Durchsatzerhöhung sind bei gleichbleibender Temperatur Grenzen gesetzt durch den damit gleichzeitig ansteigenden Asphaltspiegel, welcher vom Schwelofen noch bewältigt werden muß. Asphaltmengen von 17 - 18 % im Abschlamm entsprechend 11-12 % Asphalt im Öl des Schleuderrückstandes konnten wie erwähnt im Schwelofen noch glatt verarbeitet werden.

POOR COPY 1

Bei etwa 35 % Schweröigehalt im praktischen Ölgewinn konnte der Feinkohledurchsatz von 0,61 gefahren werden. Der Durchsatz beim Fahren auf 50 % Schweröl im Ölgewinn wurde nach den 10 Ltr.-Ofen-Versuchen unter Rücksichtnahme auf den Asphaltspiegel mit 0,65 gewählt, dabei ergab sich zwangsläufig ein Verdünnungsöl, bestehend aus 85 - 92,5 % Mittelöl und 15 - 7,5 % Schweröl. Ein ohne Rücksicht auf den Asphaltspiegel weiter erhöhter Durchsatz bezw. die Anwendung von reinem Mittelöl als Verdünnungsöl würde erlauben, den Schweröl-gehalt im Ölgewinn noch weiter zu steigern.

Der Einfluß der Durchsatzerhöhung (0,45 beim Benzin und Mittelöl-fahren auf 0,65 beim Fahren auf 50 % Schweröl) auf den Abbau der Kohle war bei gleichbleibender Temperatur gering (97 % gegen 96,2 %).

Kurvenblatt 2 zeigt weitere Zusammenhänge, insbesondere die Abnahme der Vergasung für die Fälle, bei denen die Aufspaltung der Kohle in der Hauptsache nur bis zum Schweröl erfolgt.

In Kurvenblatt 3 ist die Leistung ein und desselben Hochdruckraumes bei den verschiedenen Fahrweisen festgehalten, Im selben Hochdruck-raum wird beim Fahren auf 35 % Schweröl im Ölgewinn praktisch die-selbe Benzin- und Mittelölmenge wie beim Benzin- und Mittelöl-Fahren erhalten. Zusätzlich leistet derselbe Hochdruckraum noch etwa 0,12 kg/Ltr./Stunde Schweröl. Soll eine weitere Steigerung der Schwer-ölmenge auf 50 % erzielt werden, so kann mit Rücksicht auf die Asphaltmenge die Steigerung der Gesamtleistung nur mehr in weniger großem Maßstab erfolgen. Die in gleichem Hochdruckraum erzeugte Benzin- und Mittelölmenge fällt dann zu Gunsten des Schweröles gegen die Benzin- + Mittelöl-Fahrweise ab.

POOR
COPY

Bilanzübersicht

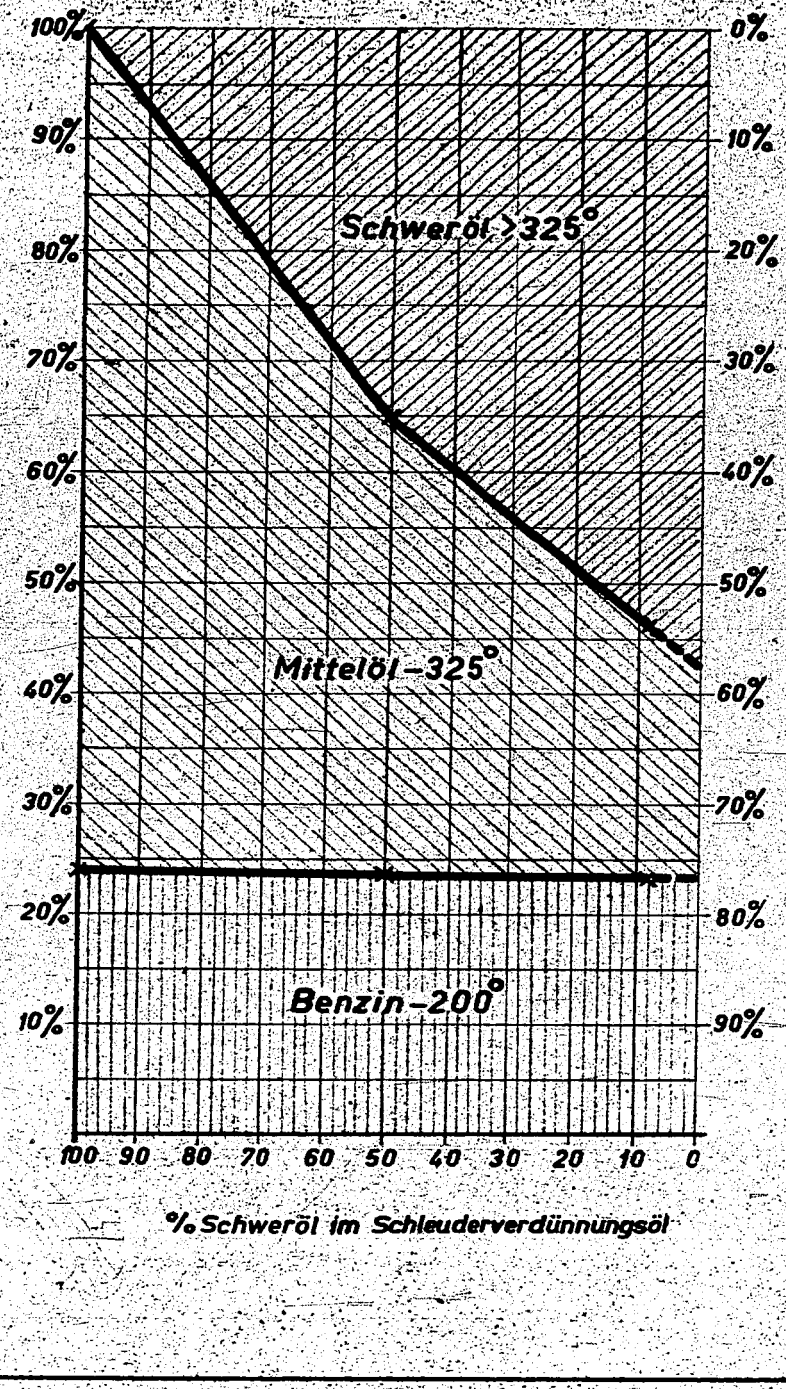
Fahrperiode	1	2	3	4	5
Kohle	Beuthen- + Heinitzkohle 1:1				Heinitzkohle
% Asche / TK	4,9				5,3
% C / RK	81,96				81,61
Kohlevorbehandlung und Kontaktzugabe	Kohle geschrotet, gemahlen, getränkt mit 1,2 % $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$, getrocknet, mit 1,5 % Bayermasse und 0,5 % Sulfigran vermischt			wie 1-3, jedoch geschwefelte Bayermasse	wie 1-3
Schleuderverdünnungsöl	100% Schweröl	50% Schweröl 50% Mittelöl	7,5% Schweröl 92,5% Mittelöl	15% Schweröl 85% Mittelöl	27% Schweröl 73% Mittelöl
Abschlamm : Verdünnungsöl	1:0,52	1:0,41	1:0,44	1:0,45	1:0,37
Zusammensetzung des Anreiböls	Schleuderöl + Vorkühleröl	Schleuderöl + Vorkühleröl + Rückf.Abschl.	Schleuderöl + Vorkühleröl + Rückf.Abschl.	Schleuderöl + Vorkühleröl + Rückf.Abschl.	Schleuderöl + Vorkühleröl + Rückf.Abschl.
% Festes	8,2	13,7	11,6	12,8	13,4
% Asphalt i. Öl	9,2	9,8	12,6	11,0	11,5
% + 325° im Öl	2,8	15,4	27,6	28,0	25,6
T-Kohle + Kat : Rückführabschl.	-	1:0,21	1:0,28	1:0,30	1:0,37
Gesamt-Kohlebrei : % Ges.Festes	46,0	44,8	45,8	44,3	44,9
% Reinkohle	38,4	34,2	36,5	34,2	34,2
Dünnbrei : % Ges.Festes	41,0	41,6	41,8	40,5	42,5
% Reinkohle	33,3	30,7	32,6	30,5	31,1
Fahrbedingungen:					
Temperaturen: Vorheizerausgang (144)	452°	455°	446°	441°	444°
Ofen I maximal	480°	481°	481°	481°	481°
Ofen II maximal	480°	481°	481°	481°	481°
Abscheidereingang	434°	425°	412°	412°	416°
Druck atm:	700	700	700	700	700
Durchsatz : Gesamtbrei	1,17	1,79	1,79	1,82	1,75
Dünnbrei	0,58	1,18	1,18	1,19	1,14
Reinkohle Gesamt	0,449	0,612	0,653	0,622	0,595
Reinkohle im Dünnbrei	0,193	0,362	0,386	0,363	0,355
Eingangsgas: m^3/kg RK	3,35	2,46	2,11	2,18	2,10
Kaltgas: m^3/kg RK	1,72	1,47	1,34	1,42	1,40
Gesamtgas: m^3/kg RK	5,07	3,93	3,45	3,60	3,50
H_2-Partialdruck am Eingang atm	590	587	590	570	550
Versuchsergebnisse:					
Rohbilanz	98,2	97,8	97,9	98,6	97,5
Aschebilanz	98,3	100,2	99,5	104,3	101
Abbau	97,0	96,6	96,2	96,4	95,5
Hochdruckölgewinn / RK	69,5	71,6	71,2	73,0	71,4
% Abwasser / RK	9,2	8,5	8,6	6,5	6,0
Praktische Ölgewinnleistung	0,264	0,383	0,410	0,410	0,377
Zusammensetzung des praktischen Ölgewinns:					
% Benzin - 200°	21,8	23,5	23,5	22,2	23,7
% Mittelöl 200-325°	74,0	41,7	22,2	27,4	43,3
% Schweröl	4,2	34,8	54,3	50,4	33,0
Leistung: Benzin + Mittelöl	0,253	0,250	0,187	0,204	0,248
Schweröl	0,011	0,133	0,223	0,206	0,129
Vergasung/prakt.Ölgew. + Verg.	22,6	20,5	19,0	18,0	18,6
" /Benzin + Mittelöl + Verg.	23,4	28,2	34,0	31,0	25,5
% Vergastes C vom C der Reinkohle	18,1	16,6	15,3	15,3	15,1
davon % als CO	1,8	2,0	2,2	2,2	1,3
% als CO_2	3,3	3,1	3,4	3,9	5,1
% Neuabschlamm / TK + Kat.	106	124	102,5	114,5	111,2
Abschlammeigenschaften: % Festes	19,7	21,9	20,8	21,6	22,3
% Asche i.F.	53,6	49,4	51,0	51,9	51,0
im Öl: % s-Asphalt	14,6	15,6	17,1	16,3	18,2
% Mittelöl	4,5	4,5	10,5	9,9	11,1
% Festes im Schleuderrückstand	38,5	40,0	38,5	39,0	41,1
% Schwelausbeute	80	79	82,7	83	83

06367

POOR COPY

Kurvenblatt 1

Ölgewinnverteilung in Abhängigkeit von der Zusammensetzung des Schleuderverdünnungsöles



Rsk. 6549-1e

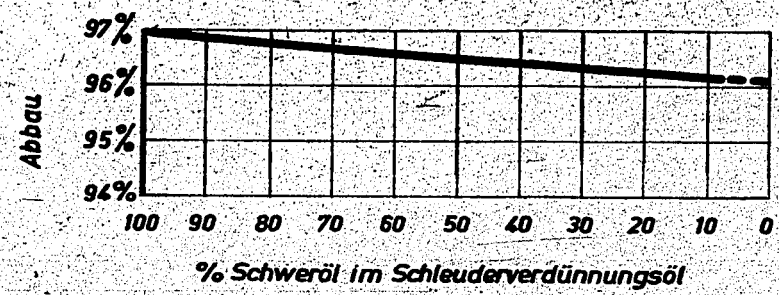
1

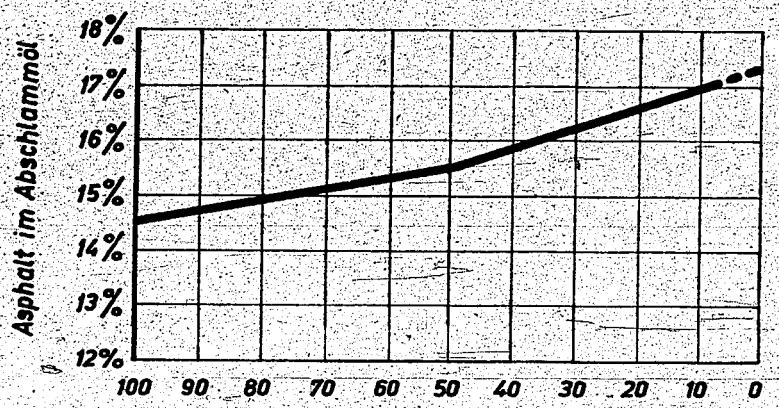
Kurvenblatt 2

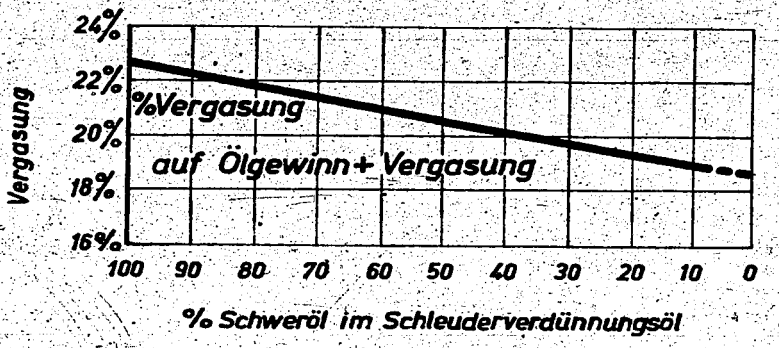
06369

20

Abhängigkeit des Abbaues, des Asphaltgehaltes im Abschlammöl und der Vergasung von der Zusammensetzung des Schleuderverdünnungsöles





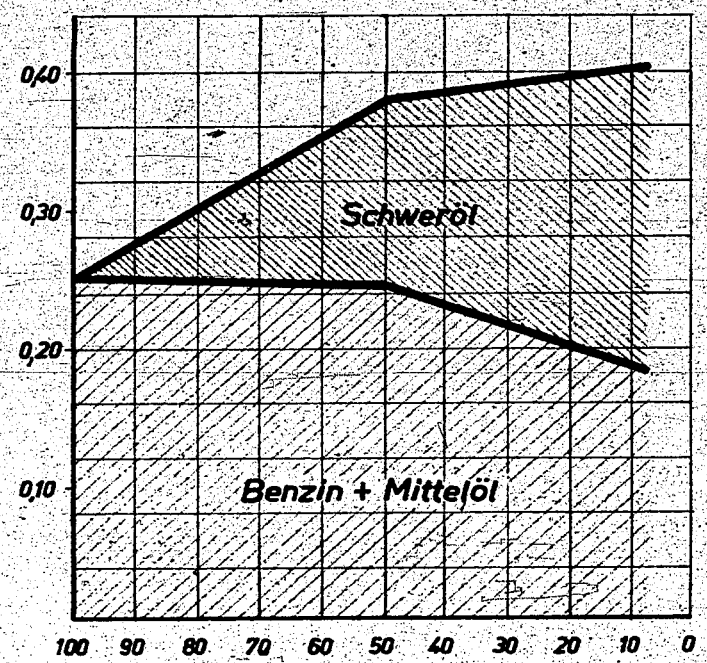


RSK. 4550-15

06370 21

Kurvenblatt 3

Ölgewinnleistung bei verschieden zusammengesetzten Schleuderverdünnungsölen



P.s.k 655-16

Erzeugung von Brikettiermittel aus Schleuderrückstand

Nach Beendigung des Versuches wurden etwa 32 Tonnen Schleuderrückstand auf Brikettiermittel von 85° Krä-Sar verarbeitet. Der Schleuderrückstand wurde in dem etwas abgeänderten Kugelofen (siehe Abschnitt Versuchsanordnung) getoppt.

Der Ofen lief mit 1000-1250 kg Durchsatz[1]. Das Produkt wurde unter 20 atm Druck unter Zugabe von 20 m³/Stunde Stickstoff auf 408° aufgeheizt. Nach der Entspannung wurde das Produkt mit etwa 280° in den auf 320-340° aufgeheizten Ofen eingespritzt, in den noch im Gegenstrom 20 m³ Stickstoff eingeblasen wurden.

Aus 100 Teilen Schleuderrückstand wurden 69,3 Teile Topprückstand und 30,7 Teile Toppöl erhalten.

Analysen der Einspritz- und der Anfallprodukte:

	Schleuderrück-stand	Toppöl	Topprückstand (wasserfrei)
% Benzol-Festes	36,4	1,4	54,7
% Asche i.F.	54,4	-	52,2
spez.Gewicht	1,270/100°	1060/20°	-
v. Öl: % - 325°	25,6	53	1,5
- 350°	36,6	-	6,6
% s-Asphalt	10,9	-	21,5
Krä-Sar	-	-	85°

Die Bilanzierung ergibt eine geringe Festeneubildung von 11 % bezogen auf das im Schleuderrückstand eingebrachte organische Feste. Diese Neubildung ist auf die lange Verweilzeit des Gutes im Kugelofen zurückzuführen (über 1 h). Die verwendete Granuliervorrichtung läßt teilweise schaumigen und wasserhaltigen Rückstand anfallen. Durch neuere Erfahrungen in Scholven ist diese Vorrichtung überholt.

B) Analysen der Zwischen- und Endprodukte.

Kohle:

Die Kohleanalysen sind im Abschnitt "Rohstoffe" besprochen. Aus Tabelle 4 sind die erreichten Mahlfeinheiten ersichtlich. Die Kohle wurde zunächst auf 69 % Rückstand auf Din 400 geschroten.

1) Durchsatz beim Schwelen 750 kg

POOR COPY 1

Die gemahlene Trockenkohle hatte 38 % Rückstand auf Din 400 und 30 % Durchgang durch Din 10 000. Die durch die Endmahlung in der Stangenmühle erreichte Feinheit des Kohlebreies war: 1,9 % Rückstand auf Din 100, 7,4 % Rückstand auf Din 400 und 60 % Durchgang durch Din 10 000. Bei dieser Mahlfeinheit traten weder niederdruckseitig noch hochdruckseitig Störungen auf.

Anreibeöl bezw. Gleitöl:

Mit Anreibeöl wird die fertige Mischung von Schleuderöl, Vorkühlerschweröl und Rückführabschlamm bezeichnet. Das zur Dünnbreiherstellung verwendete Gleitöl war Schleuderöl allein.

Tabelle 3 enthält die in den einzelnen Fahrperioden an diesen Produkten gefundenen Analysenresultate. Bei Fahrperiode 1 (Benzin + Mittelöl, ohne Abschlammrückführung) lag das Feste im Anreibeöl bei 8 %, der Mittelölgehalt im Öl bei 2,5 %, der s-Asphaltgehalt bei 9 %. Die Anreibeöle der Fahrweisen auf Schwerölüberschuß zeigten Festegehalte von 11,6 - 14,4 % und Asphaltgehalte im Öl zwischen 10 und 13 %. Je nach der Wahl des Schleuderverdünnungsöles waren 16,7 - 29,8 % Mittelöl in den Ölen enthalten.

Die Gleitöle enthielten 8,8 - 11,5 % Festes, 10,9 - 11,7 % Asphalt im Öl und 16,9 - 35 % Mittelöl.

Beim Fahren auf Benzin + Schwerölüberschuß waren die Öle etwas wasserstoffreicher als bei der Benzin- und Mittelöl-Fahrweise.

Kohlebrei:

Tabelle 5 gibt Viskositäten von Dick- und Dünnbreien. In einem Engler-Viskosimeter mit 6 mm Düse wurden bei 90° Durchflußzeiten bestimmt und mit dem Festegehalt des Breies in Beziehung gebracht. In Anbetracht der Tatsache, daß auch die Ölqualität selber einen erheblichen Einfluß auf die Viskosität hat, ist eine solche Parallele nicht streng gültig, doch zeigt die Tabelle auf jeden Fall eine starke Erhöhung der Durchflußzeit bei Erhöhung der Festekonzentration auf über 46 - 47 %, was mit den Erfahrungen der Regeneration (siehe Regenerationsbericht) gut in Übereinstimmung gebracht werden kann.

Abschlamm: (siehe Tabelle 6)

Die Festegehalte der Abschlämme lagen zwischen 20 und 22 %. Auf je mehr Schwerölüberschuß gefahren wurde, desto höher lag die Asphaltkonzentration. Der Abschlamm aus Heinitzkohle (5) zeigte deutlich höheren Asphaltgehalt als derjenige aus Mischkohle. Der Mittelölgehalt war beim Fahren auf Schwerölüberschuß maximal 11 % und lag somit höher als beim Benzin und Mittelöl-Fahren.

In Tabelle 5 sind Abschlammviskositäten aufgeführt, welche im Leunaviskosimeter bei 100° gemessen wurden. Es ist ein deutlicher Einfluß von hohen Feste- und Asphaltwerten auf die Viskosität festzustellen. Etwas höherer Mittelölgehalt (Fahrperioden 3 - 5) bringt eine geringe Viskositätserniedrigung.

POOR COPY

1

06373

Siebanalysen des Abschlammfesten (Tabelle 4) ergaben 0,1 % Rückstand auf Din 900 und 97,3 % Durchgang durch Din 16 000.

Filterversuche mit Abschlämmen im Druck-Steinfilter (5 atm, 160°), wobei die Abschlämme mit 2 Teilen Sumpfmittelöl verdünnt wurden, ergaben folgende Filterleistungen (kg/m²/h):

Abschlamm		Filtermischung	Originalprodukt (errechnet)
1	Benzin + Mittelöl	49	16
3	Benzin + Schwerölüberschuß	77	26

Diese Filterleistungen sind, wie nach früheren Erfahrungen zu erwarten war, untechnisch. Der Abschlamm aus der Schwerölfahrweise ist besser filtrierbar als der Benzin- und Mittelölabschlamm.

Schleuderöl, Schleuderrückstand (Tabellen 7 und 8)

Die Festegehalte der Schleuderöle lagen zwischen 8,8 und 12,6 % mit 29 - 35 % Asche. Die Festegehalte der Schleuderrückstände waren mit 37,8 - 40,0 % zufriedenstellend. Es wurde eine Ascheanreicherung im Festen von 53,8 - 55,4 % erreicht.

Das Öl der Schleuderöle enthielt etwas mehr Asphalt als das Öl des entsprechenden Schleuderrückstandes. Die Mittelölgehalte der einander entsprechenden Öle waren etwa gleich. In den Elementaranalysen der Öle, des Festen und der Asche aus den verschiedenen Fahrperioden zeigten sich praktisch keine Unterschiede. Es wurde auch keine merkliche selektive Wirkung der Schleuderei hinsichtlich chemischer Zusammensetzung der einzelnen Komponenten beobachtet.

Der Vergleich der Siebanalysen des Festen aus Schleuderöl und Schleuderrückstand (Tabelle 4) deutet, wie zu erwarten, auf etwas gröberes Festes im Schleuderrückstand hin.

Schwelöle.

Die Tabellen 9, 10, 11 und 12 enthalten die Analysen der Schweröle. Etwa 80 % des Schwelöles fiel als Vorkühleröl, etwa 20 % als Nachkühleröl an. Das Vorkühleröl ging zur Anreibung, das Nachkühleröl zur Abstreiferdestillation.

Die Mittelölgehalte des Schleuderrückstandes beim Schwerölfahren zeigen sich deutlich in den Schwelölen. Der Mittelölgehalt des Vorkühleröles (Tabelle 9) entsprach ungefähr dem Mittelölgehalt des in die Schwelung eingehenden Öles.

Der Benzingehalt des Nachkühleröles (Tabelle 10) stieg mit zunehmender Mittelölrückführung an.

POOR COPY

06374

Schwelrückstand.

Der Ölgehalt der Schwelrückstände lag minimal bei 0,5 %.

Tabelle 13 führt Analysen und Heizwerte der Schwelrückstände auf. Die Rückstände hatten 42 - 46 % Glührückstand und Heizwerte zwischen 4500 und 4960 WE.

Abstreifer:

Analysen vergl. Tabelle 14. Der Vergleich der Siedekurven und Kolonnenzerlegungen der Abstreifer aus den einzelnen Versuchsperioden ergibt für das Schwerölfahren gegen das Benzin- und Mittelölfahren kaum erhöhte Benzinmengen, jedoch entsprechend dem im Kreislauf gehenden Mittelöle, erhöhte Mittelölgehalte (40,5 % bezw. 48 % gegen 30 %). Entsprechend milderer Hydrierung liegt der Phenolgehalt beim Schwerölfahren anscheinend höher.

Der Vergleich der Elementaranalysen läßt etwas höhere Sauerstoff- und Stickstoffmengen beim Schwerölfahren erkennen.

Von Benzin, Mittelöl und Schweröl aus dem Abstreifer wurden einerseits Produkte der Laboratoriums-Kolonnenzerlegung und andererseits auch die Produkte der technischen Destillation untersucht. Bei der Laborzerlegung wurde das Nachkühleröl des Schwelofens nicht zugefügt, dies ist lediglich in den technischen Produkten enthalten. Zur Bilanzierung wurden Gewichtsengleranalysen des Abstreifers (und der Schweröle) herangezogen.

Sumpfbenzine.

Es wurden Rohbenzine und mit Natronlauge entphenolierte Benzine untersucht (Tabellen 15 - 20). Zur Verwendung gelangten Benzine der Abstreifer-Labor-Zerlegung (Tabellen 15 und 17), Benzine der technischen Destillation (16 und 18) und Benzine der technischen Destillation, denen das zugehörige Gasbenzin (C_5) anteilmäßig zugemischt worden war (Tabellen 19 und 20).

Zwischen den Labor- und den technischen Benzinen bestehen Unterschiede im Abschneiden. Die Laborbenzine sind höher abgeschnitten als die technischen (Endpunkte bis 220° bei ersteren). Dadurch sind Unterschiede im spezifischen Gewicht, der Siedekurve, im Phenolgehalt usw. bedingt.

Zwischen Benzin- und Mittelölfahren und der Fahrweise auf Schweröl besteht insofern ein Unterschied bei den Sumpfbenzinen, als der Aromatengehalt der Benzine der Schwerölfahrweisen deutlich höher liegt, als beim Fahren auf Benzin und Mittelöl. (Tabellen 15, 16, 17, 18). Entsprechend geht damit eine Erhöhung der Motor-Oktanzahl von 69 auf 71 - 73,8.

Abstreifermittelöle (Tabellen 21 und 22)

Auch hier wurden Laboratoriums- und technische Produkte untersucht. Die Mittelöle der Schwerölfahrweise zeigen gegen die Benzine und Mittelölfahrweise etwas höhere Sauerstoff- und Stickstoffwerte.

POOR COPY 1

06375

Abstreiferschweröle

Die Tabellen 23, 24 und 25 geben Untersuchungen einerseits von im Labor vorgenommenen und andererseits vom technisch gewonnenen Abstreiferschwerölen. Die Abstreiferschweröle der Schwerölfahrweisen haben gegenüber dem Abstreiferschweröl der Benzin- + Mittelölfahrweise höheres spezifisches Gewicht (1,052 gegen 1,042) infolge veränderter Siedekurve, etwas mehr Phenole, dementsprechend etwas höhere Sauerstoffwerte und teilweise höhere Stickstoffwerte. Die Untersuchungen auf Heizöleigenschaften geben für die Schwerölfahrweise etwas höhere Stockpunkte, Asphaltwerte, Koksteste und auch Viskositäten. Die Abstreiferschweröle sämtlicher Fahrweisen entsprechen für sich allein hinsichtlich Viskosität und Stockpunkt nicht den Marine-Bedingungen für Bordheizöle.

Heizöle (Tabellen 25 und 26)

Um aus den Abstreiferschwerölen testgerechte[1] Heizöle zu erhalten, wurden Mischungen mit Abstreifer-Mittelöl hergestellt und zwar so, daß die Mischöle bei genügendem spezifischen Gewicht etwa eine Viskosität von $35^{o}E/20^{o}$ aufwiesen.

Das Abstreiferschweröl der Benzin- und Mittelölfahrweise benötigte ein Mischungsverhältnis von ca. 74 Teilen Schweröl und 26 Teilen Mittelöl. Das resultierende Heizöl hatte dann 1,044 - $1,046_{/20^{o}}$ spezifisches Gewicht, Stockpunkt -3° bis -5°, Kokstest 0,55 - 0,58 und eine Viskosität von $35,5^{o}E/20^{o}$ bezw. $3,8^{o}E/50^{o}$.

Die Abstreiferschweröle der Schwerölfahrweisen verbrauchten für ihre Einstellung auf Heizölqualität etwas mehr Mittelöl (28 - 35 Teile). Die resultierenden Heizöle hatten 1,044 - $1,050_{/20^{o}}$ spezifisches Gewicht, -7 bis -15° Stockpunkt, 0,6 - 1,4% Kokstest und wieder etwa $35^{o}E/20^{o}$ bezw. $3,6$ - $3,8^{o}E/50^{o}$ Viskosität.

Alle Öle waren hinsichtlich "Satzfreiheit" den Anforderungen entsprechend.

Am Ende des Versuches wurden Heizölproben hergestellt und an das OKM bezw. im Auftrag des OKM an die chem. physik. Versuchsanstalt Kiel-Dietrichsdorf, an die Deschimag Bremen und an die Kriegsmarinewerft Kiel abgeschickt.[2]

Tabelle 28 enthält ein Verzeichnis und die Analyseresultate dieser Proben im Vergleich zu den Anforderungen des OKM.

Man ersieht daraus, daß die Mischungen der Abstreifer-Schweröle mit Mittelöl die Anforderungen des OKM erfüllen.

Phenole in den Ölen und im Abwasser: (Tabelle 29)

Die Abstreifer der Schwerölfahrweisen enthielten 0,9 - 1,1 % Karbolsäure und 1,7 % Kresole. Die Phenole des Sumpfbenzines bestanden zu 65 % aus Karbolsäure von 84,7 % Reinheit, die Phenole des Sumpf-Mittelöles enthielten 4,7 % Karbolsäure und 21 % Kresole.

Die Phenolbestimmungen im Abwasser zeigen so starke Schwankungen, daß daraus keine Schlüsse gezogen werden können.

1 Kesselwagen Abwasser ging im Auftrag OHW zu Versuchszwecken an I.G. Leverkusen ab.

1) Für Bordheizöl
2) Im Auftrag des OKM von Qualität A 48 to, von Qualität B - 27 - 42 to am 18.X.41 an Deschimag A.G. Bremen, von Qualität B am 14.I.42 120 to an Kriegsmarinewerft Kiel.

POOR COPY 1

Waschöl (Tabelle 30):

Als Waschöl stand ein Steinkohlenmittelölschnitt mit [illegible] 0,950 g/cm³ zur Verfügung, von dem die [illegible] Siedeanteile

KW-Vergasung:

In Tabelle 31 ist die Verteilung der KW-Vergasung einerseits in Gewichtsprozenten Kohlenwasserstoff, andererseits in Gewichtsprozenten Kohlenstoff aufgeführt, sowie der Gehalt an Ungesättigten und an Isoverbindungen.

Der Vergleich der Schweröl-Fahrweisen gegen die Benzin- und Mittelölfahrweise läßt in der Richtung auf höhere Schwerölmengen eine Zunahme der Methanmengen erkennen.

Der Gehalt an Ungesättigten sowie an Isobutan im Gesamtbutan ist bei allen Fahrweisen etwa gleich.

Löslichkeiten (Tabelle 32):

Bezüglich der Löslichkeiten in Waschöl und Abstreifer bestehen bei den verschiedenen Fahrweisen für H_2, CO, N_2 und CH_4 kaum Unterschiede, welche über den Rahmen der Meß- und Analysenfehler hinausgehen.

Die Unterschiede der Löslichkeiten im Abschlamm zwischen Benzin- und Mittelölfahren und Schwerölfahren sind beträchtlich und zwar zeigt die Schwerölfahrweise geringere Löslichkeiten. Beim Schwerölfahren sind die im Gesamten anfallenden Abschlamm-Mengen (infolge der Rückführung) wesentlich höher wie beim Benzin- und Mittelölfahren. Trotzdem waren die Abschlammgasmengen nicht in dem gleichen Maße höher. Es muß daraus geschlossen werden, daß eine Sättigung nicht erreicht wurde bezw. daß beim Benzin- und Mittelölfahren Gas mitgerissen wurde.

CO_2, H_2S, NH_3:

In Tabelle 33 ist die Verteilung des anfallenden CO_2, H_2S und NH_3 auf Gase und Abwässer errechnet.

Organischer Schwefel:

Die Ergebnisse der Bestimmungen des organischen Schwefels in den Abgasen sind in Tabelle 34 enthalten. Die starken Diskrepanzen der ermittelten Zahlen lassen keine charakteristischen Eigenschaften der einzelnen Fahrweisen erkennen. Der Gehalt an organischem Schwefel ist im Abschlammgas am geringsten.

POOR COPY

06377

Wasserstoffverbrauch.

Die aus den Analysen der Produkte errechneten Wasserstoffverbräuche gibt Tabelle 35. Der geringere H_2-Verbrauch der Heizölfahrweisen gegen die Benzin- und Mittelölfahrweisen tritt hervor. 66 - 71% des Wasserstoffes werden chemisch verbraucht.

C) Ergebnisse der Regeneration.

Die Ergebnisse der Brei-Regeneration sind in dem beiliegenden Bericht von Dipl.-Ing. Schappert „Das Ergebnis des Großversuches K 804 hinsichtlich der Breiregeneration" vom 8.X.41 enthalten.

Entsprechende Hinweise über Störungen in der Regeneration bezw. Ausbau der Regeneratoren erfolgten in den Kapiteln B) Versuchsverlauf bezw. D) Ausbaubefund und im „Vorläufigen Ausbaubericht".

D) Ausbaubefund.

Der beiliegende „Vorläufige Bericht über den Ausbaubefund der Hochdruckkammer nach dem Heizölgroßversuch"[1]) vermittelt die Einzelheiten des Ausbaubefundes.

Nicht enthalten sind in dem Bericht der Ausbaubefund des Regenerator III[2]), des Ofen I, sowie die analytischen Untersuchungsergebnisse von Verkrustungen in der Aufheizung.

Regenerator III: Die Messungen der Strömungswiderstände im Hin- und Rückweg ergaben keine Veränderungen gegen die am Beginn des Versuches ermittelten Werte. Der später vorgenommene Ausbau zeigte, daß der Hinweg leicht mit weichen öligen Massen verschmutzt war, der Rückweg war vollkommen sauber.

---

1) Ob.-Ing. Reichle, Dr. Hamacher, 13. Oktober 1941.
2) Bilder sind jedoch beigefügt.

1

06818

Ofen I:

Beim Entschlammen dieses Ofens wurden in der Entschlammung etwa 20 kg abgeschliffener Körner von unterschiedlicher Größe (bis ca. 4 mm groß) festgestellt. Eine am Ofen durchgeführte Durchgangsprüfung ergab ein gutes Resultat. Bei der später vorgenommenen Öffnung des Ofens zeigte sich das aus anliegender Skizze (Seite 31) ersichtliche Bild: Der Trichter des Ofens sowie der untere und mittlere Ofenteil war bis 2 m von unten mit ziemlich locker liegenden Körnchen derselben Art, wie sie bei der Entschlammung gefunden wurden, ausgefüllt. Darüber lag noch eine weiche Schicht (50 cm), in der dieselben Körnchen mit etwas mehr öligen Anteilen vermischt waren. Der obere Ofenteil war sauber. Die insgesamt abgesetzte Festemenge betrug etwa 330 kg, das heißt etwa 0,025 % bezogen auf eingebrachte Trockenkohle, oder 0,5 % auf Asche.

Im Gegensatz zur Kaviarbildung bei Braunkohle fehlte den Körnchen die Kugelform. Ebenfalls kann, wie die beiliegenden Schliffbilder (Seite 32) zeigen, von keiner ausgesprochenen Schichtenbildung die Rede sein. Es ist lediglich eine dünne äußere Schicht vorhanden, welche ca. 1/10 des Kornes ausmacht und offenbar den Zusammenhalt des Kornes bewirkt.

Die Analyse der Körner zeigte ein interessantes Ergebnis:

Herkunft der Probe	Ofen unten	Ofen Mitte (weicher Teil)	zum Vergleich Kohleasche (Mischkohle)
% Benzolfestes	87,0	82,6	
% Asche i. Festen	96,1	90,3	
% Asphalt im Öl	2,8	3,4	
Analyse der Asche			
% SiO_2	16,72		32,65
% Fe_2O_3	21,80		10,36
% Al_2O_3	30,80		28,11
% CaO	4,23		9,47
% MgO	0,49		4,94
% Na_2O	9,43		1,71
% Cl	Spur		-
% SO_4	13,70		9,59
im Gesamtprodukt:			
% Sulfid S	4,93		
% Gesamt-S	5,72		
% Cl [1)]	6,56		

1) im Auszug mit verdünnter HNO_3

POOR COPY 1

06379

Die Körperchen bestehen also praktisch ganz aus anorganischen Bestandteilen. Die Hauptbestandteile des Glührückstandes sind SiO_2, Fe_2O_3, Al_2O_3, Na_2O. Schwefel in sulfidischer Form und Chlor treten in wesentlicher Menge auf.
SiO_2, Fe_2O_3 und Al_2O_3 entstammen wahrscheinlich den anorganischen Beimengungen der Kohle. Die starke Anreicherung von Alkalien und Chlor gibt zur Vermutung Anlaß, daß diese Kohlebeimengungen durch Alkalichloride und eventuell auch durch Eisensulfid (vielleicht aus Katalysatoren) zusammengekittet wurden. Bei einem Chlorgehalt der Kohle von 0,014 % errechnet sich, daß etwa 10 % bezogen auf das mit der Kohle eingegangene Chlor in den Absetzungen enthalten sind.

Im Hydrierwerk Pölitz, das mit praktisch der gleichen Kohle[1] arbeitet, wurden ähnliche Absetzungen beobachtet. Da bei Ruhrkohle im Großbetrieb bei 700 atm und Eisenkatalysatoren diese Erscheinung bisher nicht auftrat, liegt die Vermutung nahe, daß es sich um eine Eigenschaft der oberschlesischen Kohle handelt. Möglicherweise bestehen Zusammenhänge mit der hohen Alkalität dieser Kohle.

Die Absetzungen nehmen einerseits Reaktionsraum weg, andererseits stellen sie eine Gefahr dar für den Fall, daß die Öfen entschlammt werden müssen.

Verkrustungen in der Aufheizung.

In Ergänzung zu den Ausführungen in dem beiliegenden Ausbaubericht liegen noch eine Reihe von Analysen der Krusten und Absetzungen vor (siehe Tabelle Seite 33). Trotzdem keine Vollanalysen vorhanden sind, läßt sich folgendes erkennen:
Ein Hauptteil der Absetzungen ist Eisensulfid. Daneben wurden teilweise große Chlor- und auch Alkali-Mengen festgestellt. Dieser Umstand läßt vermuten, daß bestimmte Beziehungen zwischen den Absetzungen in der Aufheizung und der "Grieß"-Bildung im ersten Ofen bestehen. Ob die Chloride bereits in der Vorheizung aus dem organisch gebundenen Chlor der Kohle gebildet werden, oder ob dies erst im Ofen stattfindet und die Chloride mit dem Anreibeöl in das System zurückgeführt werden und sich absetzen, kann auf Grund des vorhandenen Materials nicht entschieden werden.

---

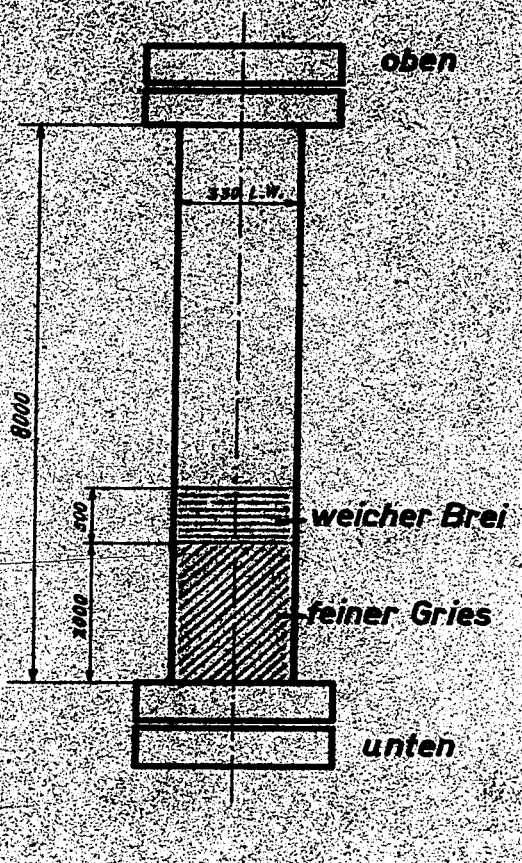
1) Pölitz hat allerdings ungewaschene Kohle mit 7 % Asche

POOR COPY 1

06380

Ausbau Ofen J. Ka. 804
Heizölgroßversuch 1941

Reaktionsvolumen 645 ltr.



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Fgr. 25.6.42 Kurve 80

RSK 6450/16

06381

Schliffbilder der Absetzungen in Ofen I

Vergrößerung 1:30





POOR COPY 1

POOR COPY

Analysen der Verkrustungen im Vorheizer

Ort der Kruste	Dicke der Kruste	% Benzol-festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i-Öl	Im Benzol-Unlöslichen						
					% SiO_2	% Fe	% Ca	% Na	% S	% CO_2	% Cl_2
Letzte Haarnadel Gasse II	4 mm	86,5	96,5	-	1,3	34,7	2,2		20,4	-	8,5
Letztes Steigrohr Gasse II vor Übergang nach Gasse III	4 mm	72,5	98,1	-	3,4	19,0	2,1		11,5	2,2	
Übergangsbogen Gasse II nach Gasse III (weicher Ansatz)	-	67,5	55,0	7,4	7,6	17,9	1,5		9,9		8,0
Verbindungsrohr Reg I - Gasse III	1,7 mm	75,0	98,3	-	7,2	33,3	4,6		11,5		5,5
Letztes Fallrohr Gasse III	3 - 4 mm	100	98,0	-	1,7	26,5	0,8		10,4	0,4	
Übergang Vorheizer zum Ofen I (harter Teil d.Kruste)	-	82,3	93,9	-		40,0		7,7	17,9		
Übergang Vorheizer zum Ofen I (weicher Teil d.Kruste)	-	78,0	98,0	5,4							

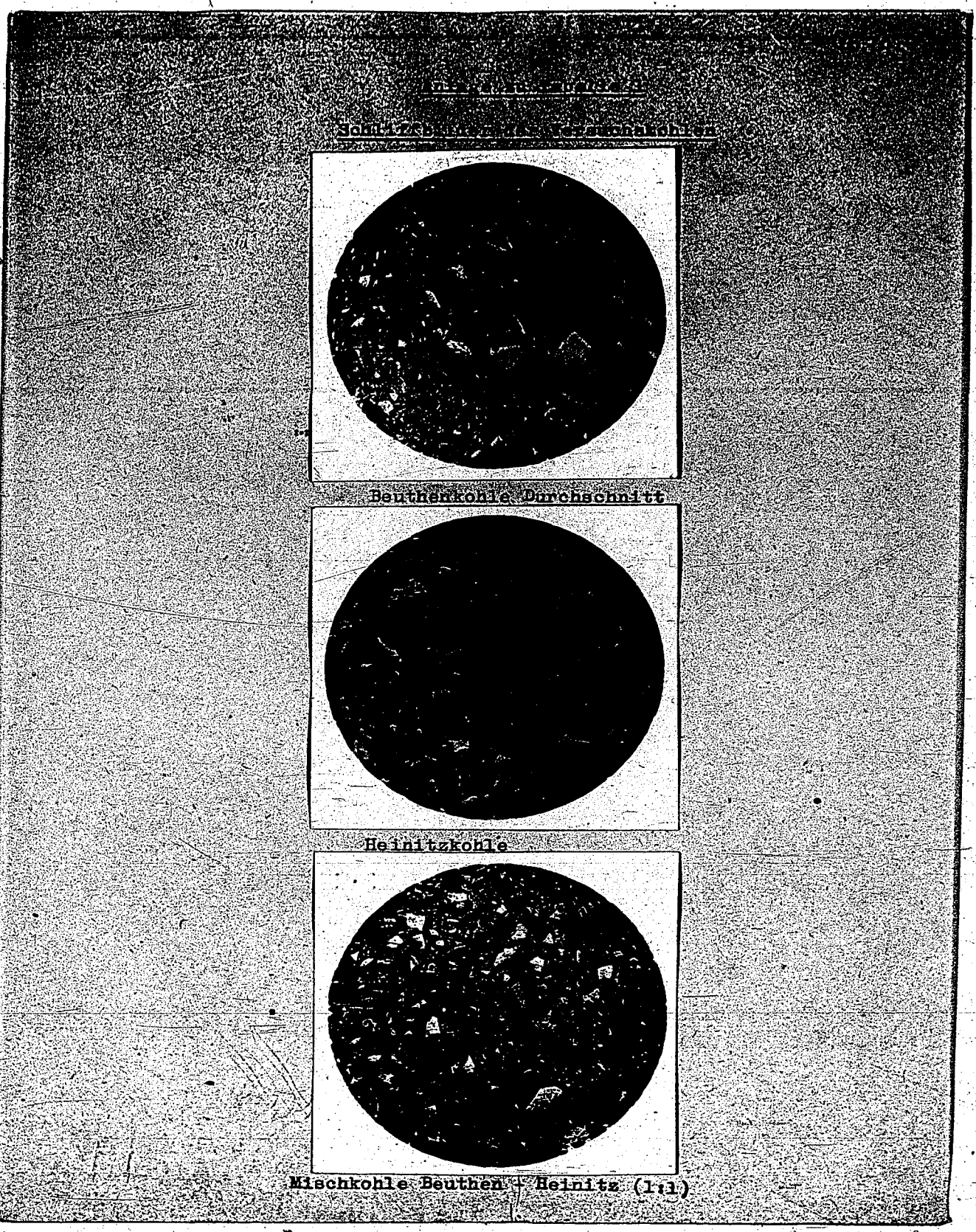
tabellen

Tafel 2

Versuchskohlen

Kohle	Beuthen-Grube	Heinitz-Grube	Fettkohle Beuthen u. Heinitz im Anlieferungsverhältnis
Sortiment	Nuß- + Feinkohle im Anlieferungs-Verhältnis	Nußkohle 8-30 mm	Nuß- + Feinkohle
% Wasser	7,94	8,88	7,65
% Asche / TK	4,78	5,29	4,88
Reinkohle : % C	81,69	81,61	81,96
H	5,04	5,02	5,04
O	11,24	11,73	11,03
N	1,62	1,18	1,67
S fl	0,37	0,42	0,29
S ges	0,65	0,64	0,66
Cl	0,04	0,045	0,014
H disp.	3,99	4,01	3,97
Flüchtiges	37,17	37,55	37,59
Alkalität g H_2SO_4/kg TK	20,0	19,35	17,7
Schwelanalyse der Reinkohle:			
% Koks	78,4	76,69	77,8
% Urteer	10,3	10,21	10,1
% Wasser	5,1	5,45	5,2
% Gas + Verlust	6,2	7,65	6,9
Bitumengehalt der Reinkohle	0,30	0,30	0,30
Trockenkohle:			
Verbrennungswärme	7494	7354	7468
Heizwert	7235	7097	7210
Ascheanalyse:			
% SiO_2	33,02	31,68	32,65
Fe_2O_3	9,96	11,88	10,36
Al_2O_3	28,31	26,59	28,11
CaO	9,76	9,88	9,47
MgO	5,10	5,07	4,94
K_2O	} 1,75	} 1,83	} 1,71
Na_2O			
SO_3	8,78	12,09	10,25
P_2O_5	0,98	0,73	0,89
Cl	–	–	–
TiO_2	1,27	1,20	1,27
Schmelzpunkt	1253°	1237°	1245°

POOR COPY



Beuthenkohle Durchschnitt

Heinitzkohle

Mischkohle Beuthen + Heinitz (1:1)

POOR COPY

06386

Tabelle 2

Katalysatoren

Katalysator	$FeSO_4 \cdot 7\ H_2O$	Bayermasse getrocknet	Bayermasse geschwefelt	Sulfigran
% Fe	19,00			
% SO_4	34,77			
% Na				56,03
% S			19,2	38,52
% H_2O	45,24	2,01		
% SiO_2	0,03	8,57		0,16
% Fe_2O_3		40,38		0,47
% Al_2O_3		22,71		0,10
% CaO	0,004	1,68		0,44
% MgO	0,59	0,70		0,19
% Na_2O		7,84		
% SO_3		0,18		
% CO_2		2,74		0,59
% P_2O_5		0,50		
% TiO_2	0,35	5,80		
% Cl	Spur	Spur		Spur

POOR COPY

Anreiböl und Gleitöl (Umlaufschmierung)

Untersuchtes Produkt	Anreiböl Gelsenberg (Startöl)	Anreiböl	Anreiböl	Gleitöl	Anreiböl	Gleitöl	Anreiböl	Gleitöl	Anreiböl	Gleitöl
Fahrperiode	–	1	2	2	3	3	4	4	5	5
spez.Gewicht		1,088/100°	1,110/100°	1,086/100°	1,102/100°	1,076/100°	1,089/100°	1,079/100°	1,104/100°	1,094/100°
% H_2O	2,1	0,1	0,3	0	0,1	0	0	0	0	0
% Festes	10,5	8,2	14,4	11,4	11,6	8,8	12,7	9,4	13,3	10,5
% Asche i. Festen	56,3	39,7	41,7	42,1	43,5	37,0	45,9	38,4	42,6	42,5
Vom Öl:										
spez. Gewicht	1,083/50°	1,063/100°	1,071/100°	1,067/100°	1,062/100°	1,044/100°	1,06 /100°	1,047/100°	1,068/100°	1,047/100°
C.E : % – 325°	6,5	2,5	16,7	16,9	27,6	35,0	29,8	31,5	22,2	30,2
% s-Asphalt	7,8	8,9	12,0	11,3	12,8	10,9	9,9	11,7	11,5	11,0
Vak.-Kurve:										
% – 225°	26,6	18,5	27,5	29,6	33,6	41,0	36,3	37,0	32,2	38,4
% – 275°	56,4	51,8	48,5	50,4	48,8	53,5	52,6	52,7	49,9	54,5
% – 325°	68,8	67,4	61,2	62,6	60,1	63,4	63,5	64,0	62,2	64,8
spez.Gew. Frakt. – 225°	1,012/40°	1,011/40°	1,001/40°	0,991/40°	0,980/40°	0,976/40°	0,989/40°	0,979/40°	0,991/40°	0,981/40°
" " " 225 – 275°	1,043/60°	1,038/60°	1,061/60°	1,047/60°	1,048/60°	1,046/60°	1,059/60°	1,046/60°	1,056/60°	1,046/60°
" " " 275 – 325°	1,062/90°	1,057/90°	1,065/90°	1,063/90°	1,066/90°	1,063/90°	1,075/90°	1,065/90°	1,071/90°	1,063/90°
Elementaranalyse des Öls										
% C	89,88	90,56	89,98	89,91	89,46	89,43	90,38	89,71	90,08	89,56
% H	7,46	7,39	7,37	7,51	7,41	7,67	7,46	7,65	7,58	7,68
% O	1,74	1,33	1,70	1,65	2,09	1,86	1,16	1,67	1,50	1,78
% N	0,83	0,69	0,90	0,89	0,98	0,99	0,95	0,92	0,97	0,93
% S	0,09	0,03	0,04	0,04	0,05	0,04	0,04	0,04	0,06	0,04
% Cl	< 0,01	–	< 0,01	–	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,01
% H / 100 C	8,3	8,16	8,19	8,36	8,29	8,58	8,26	8,53	8,19	8,57
Heizwert	9136	9187	9094	9126	9114	9129	9103	9125	9049	9114
Verbr.-Wärme	9541	9586	9487	9532	9514	9544	9506	9536	9448	9529
vom Festen:										
Trockenprobe:										
% Asche (Glührückst.)	55,25	39,70	41,77	40,00	43,54	37,30	44,35	34,00	42,69	40,92
% C	38,58	54,75	53,40	53,90	50,10	57,75	50,05	60,85	51,62	52,70
H	1,47	2,20	2,17	2,27	2,17	2,46	2,13	2,45	1,95	2,25
O	–	–	–	–	–	–			–	
N	0,42	0,56	0,77	0,73	0,51	0,66	0,40	0,62	0,49	0,49
S fl.	4,38	2,34	2,17	2,49	2,17	2,06	2,96	2,45	2,50	2,93
S ges	5,90	3,42	3,68	3,42	3,96	2,98	4,60	3,56	4,38	4,25
Cl	1,19	–	0,18	0,15	0,21	0,19	0,17	0,12	0,21	0,18
% H / 100 C	3,81	4,02	4,07	4,21	4,33	4,26	4,26	4,02	3,78	4,27
Heizwert	3810	4960	4879	4965	4700	5605	4628	5590	4753	4883
Verbrennungswärme	3909	5072	5009	5089	4818	5748	4755	5735	4858	5004
Ascheanalyse:										
% SiO_2		27,39	26,86	26,80	27,39	26,45	24,44	25,13	23,78	23,81
Fe_2O_3		19,67	20,46	19,51	20,78	20,21	25,07	28,19	22,48	23,25
Al_2O_3		29,72	27,82	30,23	26,13	27,24	21,62	20,11	23,30	25,22
Ca_2O_3		5,15	5,10	4,80	5,71	5,18	6,11	6,17	5,82	5,35
Mg O		2,93	3,03	2,98	3,32	3,03	3,23	3,11	3,31	2,96
K_2O		} 6,37	} 7,24	} 7,57	} 6,51	} 6,89	} 6,56	} 6,40	} 6,22	} 6,79
Na_2O										
SO_3		5,16	5,88	4,85	6,21	5,30	8,49	6,57	11,31	9,30
P_2O_5		1,10	0,70	1,15	0,91	1,11	0,88	1,07	0,80	0,82
TiO_2		2,37	1,56	3,04	2,33	3,17	3,07	1,94	2,34	2,15

POOR COPY

POOR COPY

Tabelle 4

Siebanalysen (Durchschnittswerte)

Untersuchtes Produkt	% Rückstand auf Din								Durchgang durch Din
	100	400	900	2500	4900	10000	12000	16000	16000
Rohkohle (geschroten)	42,7	26,2	10,6	6,8	3,1	2,1	0,8	0,5	7,2
Trockenkohle	23,5	14,7	9,7	9,7	5,9	6,0	3,1	1,7	25,7
Festes aus Kohlebrei	1,9	5,5	7,9	11,3	6,8	6,8	3,3	2,4	54,1
Festes aus Abschlamm	0	Spur	0,1	0,4	0,7	0,7	0,4	0,4	97,3
Festes aus Schleuderöl	0	0	Spur	0,4	0,2	0,4	0,2	0,9	97,9
Festes aus Schleuderrückstand	0	0	0,1	0,5	0,8	1,1	0,3	0,8	96,4

88390

Tabelle 5

Viskositäten.

Kohlebrei.

Durchflußzeiten für 100 cm^3 bei 90° im Engler-Viskosimeter mit 6 mm Düse

Art des Breies	Fahrperiode	% Festes im Brei	Durchflußzeit sec
Dickbrei	4	50,4	66,8
"	5	48,3	64,6
Dünnbrei	5	46,6	29,1
"	5	45,8	40,8
"	5	45,6	28,7
"	5	45,4	23,5
"	4	45,2	19,2
"	4	43	20,1
"	4	42,2	18,1
"	5	41,8	18,9
"	5	41,0	16,7

Abschlamm: Leunaviskosimeter bei 100°: Centistokes

Fahrperiode	im Abschlamm			Viskosität Centistokes
	% Festes[1]	% s-Asphalt i.Öl [1]	% Mittelöl i.Öl [1]	
1	19,7	14,6	4,5	900-950
2	21,9	15,6	4,5	900-930
Maximalwert	26,8	19,1	5,8	2500-3700
3-5	22,0	17,3	11,1	700-900

1) Mittelwerte

POOR COPY

Tabelle 6

Abschlammuntersuchungen

Versuchsperiode		1	2	3	4	5
spez.Gew./100°		1,143	1,175	1,206	1,197	1,192
% Benzolfestes		19,7	21,9	20,8	21,6	22,3
% Asche i.Festen		53,6	49,4	51,0	51,9	51,0
Vom Öl:						
spez.Gew./100°		1,096	1,112	1,113	1,112	-
s-Asphalt		14,6	15,6	17,1	16,3	18,2
% - 325°		4,5	4,5	10,5	9,9	11,1
Vakuumdestill.b.20 mm Hg						
Fraktionen: bis 225°:	%	14,9	14,5	15,5	18,1	-
"	spez.Gew./40°	1,004	1,014	0,995	1,002	-
" 225-275°:	%	23,3	18,3	15,0	14,2	-
"	spez.Gew./60°	1,043	1,052	1,048	1,054	-
" 275-325°:	%	14,4	14,4	14,4	13,7	-
"	spez.Gew./90°	1,061	1,068	1,064	1,066	-
Elementaranalyse:	% C	-	-	-	90,88	-
	H	-	-	-	6,87	-
	O	-	-	-	1,56	-
	N	-	-	-	0,64	-
	S	-	-	-	0,04	-
	Cl	-	-	-	< 0,01	-
	% H / 100 C	-	-	-	7,6	-
	Heizwert	-	-	-	9063	-
	Verbr.-Wärme	-	-	-	9434	-
vom Festen: Trockenprobe						
% Asche (Glührückst.)		52,62	49,67	48,25	52,00	48,85
% C		42,21	46,05	45,79	42,35	44,82
% H		1,73	1,82	1,98	1,73	1,75
% O		-	-	-	-	-
% N		0,57	0,56	0,45	0,39	0,48
% S fl		2,95	2,31	1,94	3,54	2,43
% S ges		5,01	4,61	4,55	5,47	4,86
% Cl		-	0,16	0,18	0,11	0,23
% H / 100 C		4,1	4,0	4,3	4,1	3,9
Heizwert		3886	4245	4200	3890	4078
Verbrennungswärme		3984	4350	4307	3990	4173
Ascheanalyse:	% SiO_2	24,3	25,2	26,3	24,9	24,2
	% Fe_2O_3	21,7	21,4	21,3	20,6	22,6
	% Al_2O_3	24,8	25,6	25,4	25,8	24,3
	% CaO	5,8	5,5	6,6	6,4	6,5
	% MgO	3,1	3,3	3,8	3,7	3,3
	% $K_2O + Na_2O$	6,8	6,6	6,4	6,3	6,6
	% SO_3	10,1	8,0	6,3	8,6	9,7
	% P_2O_5	0,8	0,8	0,8	0,9	0,8
	% Cl	-	-	-	-	-
	% TiO_2	2,3	2,4	2,3	2,6	1,9

POOR COPY

Tabelle 3

Verarbeitung des Schlammöles

Versuchsbezeichnung	1	2	3	4
spez. Gewicht/100°	1,082	1,092	1,100	1,095
% Benzolfestes	8,9	12,6	8,8	11,5
% Asche im Festen	33,1	35,0	31,3	28,9
Vom Öl: spez. Gewicht / 100°	1,062	1,064	1,059	1,061
a-Asphalt	9,9	12,2	12,4	11,4
% < 325°	2,8	17,3	33,8	30,2
Vakuumdestill. bei 18 mm				
Fraktionen: - 225° ; %	22,0	30,7	38,8	36,8
spez. Gew./40°	1,012	0,991	0,975	0,983
225 - 275° ; %	33,7	20,7	12,7	13,8
spez. Gew./60°	1,038	1,047	1,045	1,053
275 - 325° ; %	12,2	11,7	10,0	10,6
spez. Gew./90°	1,057	1,063	1,061	1,065
Elementaranalyse: % C	90,21	89,85	89,16	89,72
H	7,41	7,45	7,54	7,39
O	1,47	1,78	2,25	1,91
N	0,88	0,86	1,00	0,93
S	0,03	0,85	0,04	0,04
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,01
% H / 100 C	8,2	8,3	8,5	8,2
Heizwert	9180	9130	9084	9134
Verbr.-Wärme	9580	9530	9491	9533
vom Festen: Trockenprobe:				
% Asche (Glührückst.)	41,10	40,85	32,69	35,30
% C	53,72	54,95	61,24	58,90
% H	2,15	2,16	2,63	2,50
% O	-	-	-	-
% N	0,63	0,68	0,80	0,67
% S fl	2,09	1,77	2,10	2,78
% S ges	3,41	3,40	3,07	3,88
% Cl	0,13	0,10	0,16	0,13
% H / 100 C	3,8	3,9	4,3	4,2
Heizwert	4970	5031	5600	5390
Verbrennungswärme	5086	5155	5742	5530
Ascheanalyse: % SiO_2	27,2	27,7	26,1	23,2
% Fe_2O_3	20,6	19,3	22,6	27,1
% Al_2O_3	28,0	29,5	25,6	17,7
% CaO	5,5	4,8	5,3	6,0
% MgO	2,9	3,0	3,1	3,1
% $K_2O + Na_2O$	5,9	6,8	6,7	5,9
% SO_3	5,9	4,6	7,6	13,0
% P_2O_5	0,7	1,0	1,1	1,0
% Cl	-	-	-	-
% TiO_2	3,2	2,5	2,0	3,0

POOR COPY

Tabelle 8

Untersuchung des Schleuderrückstandes

Versuchsperiode		1	2	3	4
spez.Gew. / 100°		1,266	1,263	1,255	1,264
% Benzolfestes		38,6	37,8	38,5	40
% Asche im Festen		55,3	53,8	55,4	55,4
vom Öl: spez.Gew. / 100°		1,058	1,061	1,050	1,059
a-Asphalt		8,2	11,3	11,5	11,6
% - 325°		3,4	18,5	32,2	30,2
Vakuumdestill. bei 18 mm					
Fraktionen: - 225° : %		23,7	29,4	40,3	37,1
spez.Gew./40°		1,014	0,991	0,976	0,983
225 - 275° : %		31,5	21,8	12,5	13,8
spez.Gew./60°		1,038	1,045	1,047	1,052
275 - 325° : %		13,4	12,0	9,7	9,5
spez.Gew./90°		1,058	1,061	1,063	1,067
Elementaranalysen: %	C	90,31	89,90	89,26	90,03
	H	7,45	7,38	7,56	7,52
	O	1,40	1,78	2,28	1,38
	N	0,81	0,88	0,85	1,02
	S	0,03	0,05	0,05	0,04
	Cl	-	< 0,01	< 0,01	0,01
% H / 100 C		8,2	8,2	8,5	8,4
Heizwert		9188	9172	9118	9115
Verbrennungswärme		9590	9571	9526	9521
vom Festen: Trockenprobe					
% Asche (Glührückst.)		57,40	54,85	56,15	57,10
% C		37,85	40,50	38,95	36,42
H		1,62	1,80	1,71	1,56
O		-	-	-	-
N		0,50	0,54	0,39	0,43
S	fl	3,48	2,83	2,08	2,80
S	ges	5,76	5,34	5,15	5,59
Cl		-	-	-	0,12
% H / 100 C		4,3	4,4	4,4	4,3
Heizwert		3525	3775	3550	3337
Verbrennungswärme		3620	3875	3646	3414
Ascheanalyse: %	SiO_2	24,1	25,5	26,2	25,1
%	Fe_2O_3	23,8	23,7	23,2	21,1
%	Al_2O_3	22,6	26,2	23,2	22,1
%	CaO	6,7	6,7	7,4	8,0
%	MgO	3,4	3,6	3,6	3,9
%	$K_2O + Na_2O$	4,9	7,4	7,1	5,8
%	SO_3	10,8	4,8	7,5	10,8
%	P_2O_5	0,4	0,8	0,6	0,7
%	Cl	-	-	-	-
%	TiO_2	3,3	2,2	1,5	2,6

POOR COPY

Tabelle 9

Untersuchung der Schwelöle

Vorkühleröl:

Versuchsperiode		1	2	3	4	5
spez.Gew./100°		1,138	1,117	1,085	1,073	–
% H_2O		0,1	0,2	0,1	0,1	–
% Festes		4,0	4,5	3,0	6,1	–
% Asche im Festen		21,3	22,8	20,5	16,3	–
vom Öl: spez.Gew./100°		1,142	1,076	1,069	1,063	–
% s-Asphalt		11,6	7,8	9,1	8,7	
% - 325°		3,8	15,2	36,7	32,4	
Vakuumdestill. bei 18 mm Hg						
Fraktionen - 225° %		14,4	32,6	39,5	38,5	–
spez.Gew./40°		1,043	1,021	1,023	1,013	–
225 - 275° %		36,4	28,0	22,8	22,3	–
spez.Gew./60°		1,092	1,081	1,094	1,090	–
275 - 325°		16,0	12,4	12,7	12,3	–
spez.Gew./90°		1,112	1,109	1,105	1,101	–
Elementaranalyse: %	C	90,22	91,03	90,24	90,13	–
	H	5,93	6,77	6,69	7,00	–
	O	2,80	1,38	2,11	2,14	–
	N	0,95	0,75	0,90	0,67	–
	S	0,10	0,06	0,05	0,05	–
	Cl	< 0,01	0,01	< 0,01	0,01	–
% H / 100 C		6,6	7,4	7,4	7,8	–
Heizwert		8901	9050	9026	8996	–
Verbr.-Wärme		9220	9415	9387	9374	–

Nachkühleröl:

spez.Gew.	1,037 $^{o}_{15}$	1,042 $^{o}_{20}$	0,986 $^{o}_{20}$	1,012 $^{o}_{20}$	
% H_2O	2,6	0,3	1,5	–	
% Festes	0,4	0,4	0,3	0,6	
% Asche im Ganzen	0,2	0,02	Spur	Spur	
% Asphalt	2,5	1,4	0,5	0,6	
Phenole	–	–	20,2	23,8	
Elementar-Analyse: % C	88,52	89,25	86,00	84,82	
H	7,22	7,44	7,99	7,94	
O	3,85	2,82	5,28	6,34	
N	0,34	0,42	0,69	0,86	
S	0,06	0,06	0,04	0,03	
Cl	< 0,01	< 0,01	0	< 0,01	
% H / 100 C	8,2	8,3	9,3	9,4	
Heizwert	9091	9101	9017	8799	
Verbrennungswärme	9481	9503	9448	9228	

POOR COPY

Tabelle 10

Rohbenzin aus Nachkühleröl (Schwelofen) Laborzerlegung

Fahrperiode	1	2	3
% vom Nachkühleröl	9,6	16,0	25,8
spez.Gew./15°	0,957	0,940	0,936
A.P. I	- 26,1	- 36,0	- 26,5
Siedebeginn °C	135°	108°	80°
% - 100°	-	-	3,5
- 150°	3,0	3,0	12,2
- 180°	47,0	51,5	57,6
- 200°	81,8	85,0	92,3
- 220°	93,0	95,0	-
Endpunkt °C / %	222°/95,5	239°/97,9	208°/98,2
Rückst.	3,0	1,5	1,4
Verlust	1,5	0,6	0,4
Elementaranalyse:			
% C	84,94	86,55	82,93
H	8,45	8,68	8,68
O	6,10	4,19	7,65
N	< 0,47	0,51	0,72
S	0,03	0,05	0,02
Cl	< 0,01	0,01	-
% H / 100 C	10,0	10,0	10,5
Heizwert	8986	9461	8727
Verbrennungswärme	9439	9431	9196
% Phenole	-	-	16,6
% Paraffine 1)	-	-	32
% Naphthene	-	-	29,5
% Aromaten	-	-	29
% Ungesättigte	-	-	9,5

1) entphenoliert

POOR COPY

06395

Tabelle 11

Mittelöl aus Nachkühleröl (Schwelofen) Laborzerlegung

Fahrperiode	1	2	3
Rohmittelöl:			
% vom Nachkühleröl	45,2	42,6	62,9
spez.Gew. / 15°	1,013	1,016	0,990
Phenole	15,7	11,6	26,2
A.P. I	-36,0	-35,3	-33,3
G.Engler: Siedebeginn	200°	200°	200°
% - 225°	13,7	15,7	50,7
- 250°	38,2	43,9	81,8
- 275°	60,4	63,1	93,6
- 300°	79,6	80,0	-
- 325°	93,2	92,5	-
Endpunkt / %	340°/97,4	329°/95,6	292°/97,3
Rückst.	2,1	4,0	2,5
Verlust	0,5	0,4	0,2
Mittelöl entphenoliert:			
Spez.Gew./15°	0,975	1,002	0,971
A.P. I	-45,8	-40,7	-38,2
Ungesättigte	21,6	22,7	18,5
Fraktionen			
- 225° : Spez.Gew./15°	0,965	0,967	0,956
A.P. I	-47,9	-46,8	-41,4
225 - 250° : Spez.Gew./15°	0,976	0,980	0,966
A.P. I	-45,4	-45,3	-40,1
250 - 275° : Spez.Gew./15°	0,994	0,996	0,978
A.P. I	-43,0	-43,2	-35,8
275 - 300° : Spez.Gew./15°	1,012	1,013	0,997
A.P. I	-38,8	-40,1	-32,4
300 - 325° : Spez.Gew./15°	1,022	1,030	-
A.P. I	-27,9	-34,7	-

POOR COPY

06396

Tabelle 12

Schweröl aus Nachkühleröl (Schwelofen), Laborzerlegung

Fahrperiode		1	2	3
% vom Nachkühleröl	–	45,2	41,4	11,5
spez. Gew. / 80°		1,107	1,116	1,081
Vakuumdestill. 22 mm Hg				
Fraktionen:	– 200° : %	–	–	–
	spez. Gew.	–	–	–
	– 225° : %	10,4	9,5	19,2
	spez.Gew.	1,041/80°	1,070/40°	1,018/40°
225 –	250° : %	31,6	30,8	17,4
	spez.Gew.	1,063/80°	1,070/80°	1,048/40°
250 –	275° : %	19,4	19,3	19,2
	spez.Gew.	1,101/80°	1,102/80°	1,057/80°
275 –	300° : %	9,3	8,1	22,6
	spez.Gew.	1,104/80°	1,107/80°	1,079/80°
300 –	325° : %	6,4	6,9	20,9
>	325° : %	21,3	24,4	–
	Verlust %	1,6	1,0	0,7

POOR COPY

06397

Tabelle 13

Analysen des Schwelrückstands

Fahrperiode	1	2	3	4
vom Festen auf Trockenprobe:				
% Asche (Glührückst.)	42,05	46,10	43,92	44,35
% C	55,68	52,21	53,28	53,45
% H	1,30	1,14	1,42	1,57
% O	–	–	–	–
% N	0,73	0,38	0,44	0,35
% S il	1,85	1,99	1,84	1,89
% S ges	4,11	4,54	4,02	4,00
% Cl	–	0,12	0,21	0,14
% H / 100 C	2,3	2,2	2,7	2,9
Verbrennungswärme	5030	4810	4865	4589
Heizwert	4959	4740	4787	4492
Ascheanalyse: % SiO_2	–	23,7	25,3	–
% Fe_2O_3	–	25,0	23,8	–
% Al_2O_3	–	23,3	22,0	–
% Ca O	–	6,5	6,1	–
% Mg O	–	3,4	3,1	–
% $K_2O + Na_2O$	–	6,7	6,7	–
% SO_3	–	7,8	9,9	–
% P_2O_5	–	0,7	0,7	–
% TiO_2	–	2,4	1,5	–

POOR COPY

06398

Tabelle 14

Abstreiferuntersuchung

Fahrperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./15°	0,999	0,995	0,998	0,984	0,986
% H_2O	2,0	2,4	2,3	1,4	1,8
% Phenole	9,3	10,2	10,9	14,2	16,5
Gewichts Engler:					
Siedebeginn	65°	59°	65°	65°	67°
% - 100°	1,7	2,3	1,8	2,3	2,8
- 125°	3,0	3,5	2,6	3,0	3,4
- 150°	4,6	5,2	3,8	3,9	4,5
- 180°	7,2	8,4	7,6	7,7	7,1
- 200°	9,8	11,3	11,5	11,3	11,5
- 225°	13,4	18,2	21,0	19,0	20,4
- 250°	19,5	27,1	31,2	31,3	34,4
- 275°	25,2	35,6	44,1	42,1	44,6
- 300°	33,0	45,6	54,7	55,7	56,0
- 325°	45,8	57,9	64,8	64,6	63,1
- 350°	63,4	71,3	75,9	75,1	75,0
Rückstand	35,8	27,9	23,4	23,7	24,0
Verlust	0,8	0,8	0,7	1,2	1,0
Labor-Kolonnen-Zerlegung:					
- 200°	14,7	16,7	16,9	17,0	14,7
200 - 325°	29,7	40,5	48,1	48,0	48,2
> 325°	53,8	41,9	34,0	33,5	35,9
% H_2O	0,7	0,6	0,8	0,5	0,7
% Verlust	1,1	0,3	0,2	1,0	0,5
El.Analyse : % C	87,39	86,85	86,76	87,22	86,53
H	9,09	9,24	9,44	9,38	9,35
O	2,79	3,34	3,15	2,59	3,23
N	0,69	0,54	0,61	0,76	0,85
S	0,03	0,02	0,03	0,04	0,03
Cl	0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
g H / 100 C	10,4	10,6	10,9	10,75	10,80
Heizwert	9392	9294	9316	9287	9302
Verbrenn.-Wärme	9887	9792	9826	9794	9807

POOR COPY

Probe-Nr.	1	2	3	4	5
spez.Gew. / 15°	0,855	0,863	0,851	0,840	0,834
Phenole %	18,8	26,8	24,5	16,7	22,6
A.P. I	+15,2	+10,2	+16,0	+14,4	+15,9
A.P. Ia	+30,5	+7,4	+7,3	+14,7	+17,9
A.P. II	+54,1	+53,5	+53,9	+51,0	+48,5
Jodzahl		31,5	19,4	17,5	13,7
ASTM: Siedebeginn °C	46	43	46	38	37
% - 50°	0,5	1,3	0,2	1,5	2,0
- 70°	6,4	10,3	6,6	6,5	8,0
- 100°	20,0	20,8	19,4	20,9	23,4
- 150°	51,3	46,0	45,9	50,7	53,4
- 180°	78,7	70,9	72,3	78,7	79,8
- 200°	92,1	92,4	92,3	93,9	93,8
Endpunkt °C / %	214° / 96,2	214° / 97,9	218° / 97,9	208° / 96,5	205° / 97,4
Rückstand	1,2	1,2	1,3	1,6	1,5
Verlust	2,6	0,9	0,8	1,9	1,1
Fraktionen:					
90 - 100° : %	9,6 [1]	3,9	4,7	6,4	6,4
spez. Gew. / 15°	0,750	0,739	0,739	0,743	0,740
A.P. I	+ 36,4	+36,8	+33,7	+37,5	+33,0
120 - 140° : %	13,3	10,8	10,4	6,6 [2]	12,2
spez. Gew. / 15°	0,795	0,796	0,794	0,798	0,795
A.P. I	+21,1	+22,5	+22,3	+23,6	+23,0
160 - 180° : %	21,1	19,3	19,7	21,6	20,8
spez. Gew. / 15°	0,886	0,856	0,885	0,896	0,895
A.P. I	+ 4,5	+ 3,0	+ 3,8	+ 3,5	+ 4,0
190 -		210°	209°	208°	205°
% -		10,0	10,2	6,8	8,2
spez. Gew. / 15 °		0,954	0,954	0,960	0,955
A.P. I		-8,5	-5,9	-7,0	-3,1
Zusammensetzung: % Paraff.	30,5	21,2	22,5	21,5	17,5
% Naphthene	33,5	25,0	25,8	36,0	45,0
% Aromaten	23,0 -	40,8	43,5	35,5	32,0
% Ungesättigte	13,0	13,0	8,2	7,0	5,5
Elementaranalyse: % C	83,51	82,89	82,92	83,81	83,40
H	11,85	11,56	11,33	11,71	12,01
O	4,11	4,81	5,16	3,81	3,97
N	0,50	0,73	0,58	0,64	0,60
S	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01
Cl	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
% H / 100 C	14,2	13,9	13,7	14,0	14,4
Heizwert	9512	9423	9366	9568	9453
Verbr.-Wärme	10152	10022	9977	10200	10102

1) 80 - 100°
2) 120 - 130°

POOR COPY

Kohbensäuntersuchung (Fraktionierte Destillation der Abspaltgase unter Schwefelsäure)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./15°	0,792	0,810	0,798	0,806	0,794
% Phenole	3,6	6,9	4,3	ca 3	3,8
A.P. I	+19,6	+16,5	+17,3	+15,5	+17,8
A.P. Ia	+31,1	+14,4	+16,6	+16,6	+17,1
A.P. II	+53,5	+54,1	+53,3	+52,4	+52,7
Jodzahl		29,0	21,7	18,5	14,3
ASTM: Siedebeginn °C	44	54	42	43	38
% - 50°	0,6	-	2,0	-	2,0
- 70°	6,6	4,5	7,7	7,0	9,0
- 100°	26,8	18,4	25,8	23,0	27,0
- 150°	69,8	61,9	63,8	62,0	64,4
- 180°	89,8	88,6	86,1	85,4	84,0
- 200°	96,3	96,3	94,9	94,8	92,2
Endpunkt °C / %	204°/ 98,3	207°/ 97,9	210°/ 98,1	210°/ 97,8	210°/ 95,4
Rückstand	0,8	1,4	1,5	1,2	1,6
Verlust	0,9	0,7	0,4	1,0	3,0
Fraktionen:					
90 - 100° : %	6,2[1]	6,5	7,4	7,4	8,0
spez.Gew./15°	0,742	0,737	0,736	0,742	0,740
A.P. I	+31,6	+28,7	+30,1	+30,9	+30,5
120 - 140° : %	17,3[2]	15,8	14,5	16,2	13,8
spez.Gew./15°	0,790	0,783	0,789	0,794	0,796
A.P. I	+15,8	+20,0	+18,8	+19,7	+19,0
160 - 180° : %	13,3[3]	17,6	14,8	16,2	13,2
spez.Gew./15°	0,849	0,850	0,855	0,858	0,853
A.P. I	+7,2	+7,2	+3,2	+4,2	+4,4
190° -		207°	209°	205°	210°
%		4,0	5,5	7,0	6,4
spez.Gew./15°		0,875	0,888	0,894	0,887
A.P. I		+1,6	-6,2	-5,2	-8,8
Zusammensetzung:					
% Paraffine	30,0	24,5	28,0	25,0	25,5
Naphthene	36,0	27,2	27,8	33,5	33,0
Aromaten	23,0	36,5	35,5	35,0	36,0
Ungesättigte	11,0	11,8	8,7	6,5	5,5
Elementaranalyse: % C	85,31	85,18	85,60	86,23	85,70
H	12,88	12,59	12,76	12,42	12,97
O	1,45	1,80	1,43	0,92	0,97
N	0,34	0,41	0,18	0,41	0,33
S	< 0,01	0,01	0,02	0,02	0,02
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
% H / 100 C	15,1	14,8	14,9	14,4	15,1
Heizwert	9982	9917	10002	9944	9987
Verbr.-Wärme	10678	10597	10690	10614	10687

1) 80-90° 2) 110-130° 3) 150-170°

POOR COPY

Untersuchung des entphenolierten Abwassers aus (Laborerzeugung des Betriebes ohne Zusatz von Schwefel)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./15°	0,795	0,805	0,800	0,794	0,788
Ungesättigte %	3,5	7,4	8,8	7,0	6,5
A.P. I	+17,5	+15,2	+15,2	+17,4	+19,8
A.P. Ia	+32,3	+18,4	+20,2	+22,3	+24,0
A.P. II	+54,3	+54,2	+54,3	+52,5	+52,6
Jodzahl		18,7	14,0	14,1	9,5
ASTM: Siedebeginn °C	48°	45°	49°	45°	43°
% - 50°	–	0,9	–	0,2	0,8
- 70°	4,0	5,7	3,2	5,0	6,0
- 100°	23,0	21,0	20,4	22,4	27,9
- 150°	62,0	54,4	57,1	62,0	63,5
- 180°	82,6	73,8	76,9	80,6	82,7
- 200°	91,6	88,9	90,2	92,2	95,5
Endpunkt °C / %	214°/ 96,6	220°/ 98,0	221°/ 98,1	212°/ 97,0	212°/ 97,5
Rückstand	1,2	1,2	1,4	1,8	1,2
Verlust	2,2	0,8	0,5	1,2	1,3
Fraktionen:					
90 - 100° : %	6,0[1]	6,4	6,8	8,0	11,0
spez.Gew./15°	0,737	0,725	0,733	0,737	0,741
A.P. I	+33,5	+29,5	+33,6	+33,5	+33,3
120 - 140° : %	16,4[2]	15,7	13,2	19,1	14,8
spez.Gew./15°	0,787	0,767	0,783	0,778	0,785
A.P. I	+19,0	+23,7	+21,1	+20,0	+21,4
160 - 180° : %	12,8[3]	13,5	13,8	10,2	13,0
spez.Gew./15°	0,837	0,831	0,834	0,835	0,836
A.P. I	+6,8	+4,4	+4,6	+6,0	+7,5
190° -		210°	211°	212°	212°
%		10,6	11,3	9,4	7,8
spez.Gew./15°		0,867	0,870	0,870	0,870
A.P. I		-2,5	-1,7	-1,2	+0,3
Zusammensetzung:					
% Paraffine	32,5	27,8	29,5	26,5	28,0
% Naphthene	35,0	30,0	30,8	37,0	38,0
% Aromaten	22,5	34,7	34,5	31,0	30,0
% Ungesättigte	10,0	7,5	5,8	5,5	4,0
Elementaranalyse: % C	86,73	86,72	86,16	86,55	86,21
H	12,90	12,74	13,04	13,02	13,08
O	0	0,10	0,38	0,00	0,35
N	0,35	0,42	0,40	0,41	0,34
S	0,02	<0,01	0,01	0,02	0,01
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% H / 100 C	14,9	14,7	15,1	15,0	15,2
Heizwert	10142	10092	10126	10179	10115
Verbr.-Wärme	10839	10780	10830	10882	10821
Oktanzahlen Research	80,0	76,2	80,5	77,0	77,0
Motor	69,2	72,0	73,8	72,0	71,0

1) 80-90° 2) 110-130° 3) 150-170°

POOR COPY

Tabelle 14

Untersuchung des entphenolierten Rohbenzins (Technische Destillation des Austreiberzerunters Schwelölzusatz)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./15°	0,787	0,788	0,789	0,796	0,786
Ungesättigte %	6,9	7,3	8,5	8,5	7,5
A.P. I	+20,4	+19,5	+18,3	+16,2	+17,7
A.P. Ia	+30,8	+24,0	+23,0	+21,3	+21,0
A.P. II	+53,3	+53,8	+52,0	+52,4	+52,8
Jodzahl	21,8	22,9	18,6	16,0	11,5
ASTM: Siedebeginn °C	47°	39°	42°	47°	40°
% - 50°	-	5,4	0,7	1,5	1,0
- 70°	4,2	9,0	6,4	8,4	8,0
- 100°	26,2	26,6	26,9	30,8	29,7
- 150°	69,5	66,8	66,4	70,0	66,9
- 180°	88,9	86,5	84,8	89,4	83,5
- 200°	96,4	96,2	93,7	96,2	93,5
Endpunkt °C/%	205°/ 98,4	206°/ 97,8	208°/ 96,8	213°/ 97,2	211°/ 96,5
Rückstand	1,0	1,2	1,5	1,6	1,8
Verlust	0,6	1,0	1,7	1,2	1,7
Fraktionen:					
90 - 100° : %	7,0[1]	8,4	8,1	9,6	9,7
spez.Gew./15°	0,740	0,733	0,739	0,741	0,741
A.P.I	+32,4	+33,9	+30,3	+32,0	+30,4
120 - 140° : %	17,2[2]	14,4	14,6	15,2	15,7
spez.Gew./15°	0,785	0,782	0,784	0,785	0,791
A.P. I	+19,7	+18,9	+18,4	+18,6	+17,5
160 - 180° : %	13,2[3]	12,2	11,7	13,4	11,5
spez.Gew./15°	0,832	0,836	0,836	0,840	0,838
A.P. I	+9,1	+7,8	+5,2	+4,5	+4,5
190° -			208°	213°	211°
%			6,2	3,6	7,0
spez.Gew./15°			0,870	0,874	0,873
A.P. I			-3,6	-3,0	-1,2
Zusammensetzung:					
% Paraffine	30,0	29,0	25,8	26,0	27,0
% Naphthene	37,5	32,0	37,5	35,5	35,0
% Aromaten	24,0	30,0	29,5	32,0	33,0
% Ungesättigte	8,5	9,0	7,2	6,5	5,0
Elementaranalyse: % C	86,26	86,22	86,32	86,67	86,92
H	13,28	13,18	13,09	12,87	12,89
O	0,19	0,31	0,44	0,09	0,90
N	0,25	0,26	0,13	0,34	0,28
S	<0,01	0,02	0,02	0,02	<0,01
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	Spur
% H / 100 C	15,4	15,3	15,2	14,9	14,8
Heizwert	10113	10140	10133	10092	10074
Verbr.-Wärme	10830	10852	10840	10780	10770
O.Z.: Research	-	-	79,3	77,0	79,5
Motor	69	ca 70	72,3	73,6	72,0

1) 80 -90° 2) 110-130° 3) 150-170°

POOR COPY

Tabelle 19

Benzin der technischen Destillation / Gasbenzin

Kernbenzin

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% Gasbenzin i.d.Mischung	11,8	7,1	11,7	12,2	14,3
spez.Gew./15°	0,795	0,794	0,787	0,806	0,786
Phenole %	6,8	4,8	2,3	2,7	3,2
A.P. I	+22,0	+20,1	+20,5	+16,7	-
A.P. Ia	+18,3	+17,7	+21,2	+17,7	+16,0
A.P. II	+53,7	54,1	+51,8	+52,7	+52,2
Jodzahl	21,9	24,2	21,7	15,8	11,9
ASTM: Siedebeginn °C	39°	40°	35°	49°	38°
% - 50°	3,6	2,6	3,5	-	2,0
% - 70°	13,4	10,4	12,8	3,5	11,0
% - 100°	34,0	29,5	34,2	21,2	36,0
% - 150°	65,8	65,1	68,2	62,8	70,2
% - 180°	88,8	88,1	87,1	87,4	88,2
% - 200°	95,4	94,9	94,8	95,4	95,2
Endpunkt °C / %	210° / 97,8	207° / 96,7	209° / 96,7	205° / 97,4	206° / 97,2
Rückstand	1,2	2,4	1,6	1,6	1,4
Verlust	1,0	0,9	1,7	1,0	1,4
Fraktionen:					
90 - 100° : %	7,0[1]	7,3	7,9	7,2	9,5
spez.Gew./15°	0,720	0,735	0,738	0,740	0,741
A.P. I	+36,4	+32,8	+33,3	+34,3	+31,8
120 - 140° : %	12,6[2]	13,6	13,1	16,6	13,2
spez.Gew./15°	0,783	0,790	0,794	0,790	0,792
A.P. I	+21,6	+19,6	+18,5	+20,5	+19,3
160 - 180° : %	15,0[3]	15,8	12,7	15,8	13,0
spez.Gew./15°	0,860	0,857	0,859	0,852	0,850
A.P. I	+8,8	+6,4	+3,4	+4,2	+4,4
190° - 210° %	4,0		5,4	4,4	
spez.Gew./15°	0,895		0,889	0,889	
A.P. I	-1,4		-4,9	-3,1	
Zusammensetzung:					
% Paraffine	25,5	21,5	24,3	25,0	24,5
% Naphthene	31,5	35,0	36,2	33,5	35,0
% Aromaten	34,0	34,0	30,8	35,0	35,5
% Ungesättigte	9,0	9,5	8,7	6,5	5,0
Elementaranalyse: % C	84,67	85,05	85,59	85,80	85,31
H	12,85	12,78	12,93	12,52	13,15
O	2,24	1,74	1,00	1,52	1,25
N	0,21	0,40	0,44	0,11	0,23
S	0,02	0,02	0,03	0,04	0,06
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% H / 100 C	15,2	15,0	15,1	14,6	
Heizwert	9961	9873	10048	9914	9863
Verbr.-Wärme	10655	10563	10747	10590	10573

1) 80-90° 2) 110-130° 3) 150-170°

POOR COPY

Tabelle 20

Benzin der technischen Destillation + Gasbenzin
Entphenolliertes Kohbenzin

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% Gasbenzin in der Mischung	11,8	7,1	11,7	12,2	14,5
spez.Gew./15°	0,776	0,748	0,781	0,797	0,779
Ungesättigte %	5,6	8,5	7,2	7,0	5,5
A.P. I	+23,7	+20,9	+20,7	+17,3	-
A.P. Ia	+26,0	+25,4	+24,8	+21,5	+27,0
A.P. II	+54,2	+54,5	+52,5	+52,5	+52,4
Jodzahl	20,2	22,7	17,0	14,2	12,4
ASTM: Siedebeginn °C	44°	42°	40°	54°	42°
% - 50°	0,4	0,8	1,5	-	1,0
- 70°	9,0	7,2	10,5	2,0	9,0
- 100°	33,2	28,6	31,8	19,4	35,2
- 150°	69,4	67,8	66,9	63,6	72,8
- 180°	87,4	87,4	84,4	86,2	88,2
- 200°	96,4	96,4	92,9	94,6	95,2
Endpunkt °C / %	208°/ 98,2	206°/ 98,0	209°/ 96,0	207°/ 97,4	205°/ 97,4
Rückstand	1,2	1,2	1,8	1,5	1,4
Verlust	0,0	0,8	2,2	1,1	1,2
Fraktionen:					
90 - 100° : %	8,2[1]	8,4	7,3	8,6	10,4
spez.Gew./15°	0,721	0,733	0,739	0,734	0,735
A.P. I	+34,7	+33,9	+32,7	+34,8	+33,8
120 - 140° : %	15,0[2]	14,4	13,1	17,8	13,2
spez.Gew./15°	0,781	0,782	0,792	0,785	0,783
A.P. I	+21,1	+18,9	+17,0	+20,2	+20,5
160 - 180° : %	12,0[3]	12,2	12,1	15,2	10,2
spez.Gew./15°	0,833	0,836	0,852	0,836	0,835
A.P. I	+8,2	+7,8	+1,2	+5,5	+6,2
190° -	208°		209°	207°	205
%	5,6		7,0	6,2	5,7
spez.Gew./15°	0,861		0,885	0,870	0,871
A.P. I	+6,8°		-5,3°	-2,3	+1,0
Zusammensetzung:					
% Paraffine	30,5	31,0	28,0	26,5	29,0
% Naphthene	33,0	31,0	37,5	36,0	39,5
% Aromaten	28,5	29,0	27,8	32,0	26,5
% Ungesättigte	8,0	9,0	6,7	5,5	5,0
Elementaranalyse: % C	-	86,22	86,36	86,70	86,38
H	-	13,18	13,23	12,81	13,25
O	-	0,31	0,12	0,32	0,17
N	-	0,26	0,26	0,13	0,12
S	-	0,02	0,03	0,03	0,07
Cl	-	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% C / 100 C	-	15,3	15,3		
Heizwert	-	10140	10173	10015	10157
Verbr.-Wärme	-	10852	10888	10707	10873
Oktan-Z. (Research	-	74	-	-	-
(Motor	69,7	69,7	72,4	70,2	-

1) 80-90° 2) 110-130° 3) 150-170°

POOR COPY

Mitteldruckuntersuchung (Raffinationsgang über Bleicherde ohne Behandlung von Schwefelsäure)

Rohmittelöl

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./15°	0,979	0,981	0,964	0,976	0,981
A.P. I °C	-31,0	-30,1	-30,2	-29,4	-28,5
% Phenole	12,9	15,0	15,5	22,1	24,1
Gewichts Engler:					
Siedebeginn	221°	222°	191°	205°	201°
% - 225°	1,3	0,4	7,0	12,2	18,3
- 250°	17,7	24,8	40,1	43,5	50,6
- 275°	53,9	56,9	60,0	68,7	74,2
- 300°	80,7	83,2	89,6	90,2	91,4
- 325°	95,9	-	-	-	-
Endpunkt °C / %	327°/	324°/	319°/	319°/	316°/
	97,5	96,4	97,9	97,6	97,2
Rückstand	1,9	3,0	1,9	2,2	2,7
Verlust "	0,6	0,6	0,2	0,2	0,1
Elementar-Analyse : % C	87,08	86,68	86,54	86,24	86,32
H	9,66	9,42	9,56	9,64	9,35
O	2,58	3,36	3,28	3,56	3,45
N	0,64	0,51	0,60	0,53	0,84
S	0,03	0,02	0,01	0,02	0,03
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% H / 100 C	11,1	10,9	11,0	11,2	10,8
Heizwert	9343	9357	9354	9317	9267
Verbr.-Wärme	9865	9865	9844	9839	9772

Entphenoliertes Mittelöl

spez.Gew./15°	0,968	0,963	0,956	0,957	0,950
A.P. I °C	-29	-25,6	-24,0	-26,6	-23,7
Ungesättigte	13,0	14,0	9,8	10,0	11,0
Fraktionen: Siedebeginn	227°	228°	215°	200°	210°
bis 225° spez.Gew./15°	-	-	0,930	0,903	0,922
A.P. I °C	-	-	-22,4	-21,2	-26,1
225-250° spez.Gew./15°	0,939	0,936	0,933	0,932	0,932
A.P. I °C	-25,0	-24,8	-25,0	-26,0	-25,1
250-275° spez.Gew./15°	0,955	0,946	0,947	0,950	0,950
A.P. I °C	-27,4	-25,3	-25,7	-27,2	-22,1
275-300° spez.Gew./15°	0,975	0,959	0,969	0,970	0,970
A.P. I °C	-29,6	-25,2	-26,1	-27,4	-23,1
300° bis	323°	325°	324°	309°	
spez.Gew./15°	0,991	0,987	0,986	0,984	
A.P. I	-30,7	-25,9	23,3	-24,8	

POOR COPY

06406

Tabelle 22

Mittelöluntersuchung (technische Destillation des Abstreifers unter Schwelölzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
Rohmittelöl					
spez.Gew./15°	0,979	0,981	0,982	0,982	0,978
A.P. I °C	-25,7	-28,7	-27,8	-27,3	-27,8
% Phenole	21,6	15,9	19,5	22,1	21,4
G'Engler Siedebeginn	161°	191°	197°	194°	196°
% - 200°	2,5	1,3	1,1	0,9	1,4
% - 225°	12,9	15,4	17,5	20,1	19,8
% - 250°	32,4	35,5	40,4	42,8	43,9
% - 275°	55,5	56,6	58,7	66,2	65,4
% - 300°	80,5	79,3	77,9	83,1	84,9
% - 325°	-	-	92,6	94,5	
Endpunkt °C/%	324°/	326°/	331°/	327°/	322°/
"	96,5	97,2	96,8	96,3	96,8
Rückstand "	3,2	2,7	2,9	2,8	2,9
Verlust	0,3	0,1	0,3	0,9	0,3
Elementar-Analyse: % C	86,18	85,69	85,62	85,96	85,73
H	9,43	9,45	9,42	9,30	9,30
O	3,69	4,12	4,13	3,87	4,08
N	0,67	0,71	0,80	0,84	0,86
S	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% H / 100 C	10,9	11,0	11,0	10,8	10,8
Heizwert	9197	9249	9219	9175	9139
Verbr.-Wärme	9706	9760	9728	9677	9642
Entphenoliertes Mittelöl					
spez.Gew./15°	0,965	0,965	0,961	0,956	0,956
A.P. I °C	-16,5	-28,4	-26,4	-26,1	-24,7
% Ungesättigte	16,5	14,4	11,9	9,5	12,6
Fraktionen:					
Siedebeginn	195°	216°	204°	207°	197°
bis 225°: spez.Gew./15°	0,910	0,924	0,917	0,919	0,914
A.P. I °C	-19,5	-21,2	-24,0	-24,1	-23,7
225-250°: spez.Gew./15°	0,925	0,929	0,929	0,932	0,937
A.P. I °C	-24,5	-25,4	-25,2	-24,5	-26,5
250-275°: spez.Gew./15°	0,950	0,950	0,948	0,950	0,954
A.P. I °C	-28,5	-27,3	-25,7	-25,7	-26,0
275-300°: spez.Gew./15°	0,974	0,974	0,979	0,970	0,977
A.P. I °C	-31,9	-29,4	-26,8	-26,5	-28,3
300° bis	325°	325°	325°	320°	322°
spez.Gew./15°	0,993	0,995	0,992	0,990	0,998
A.P. I °C	-30,3	-30,7	-27,1	-25,3	-27,3

POOR COPY

Tabelle 22

Abstreifer-Schweröluntersuchungen (Laborverlegung des Abstreifers ohne Schwerölzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./50°	1,042	1,052	1,052	1,054	1,052
% Phenole	1,0	5,2	4,4	6,3	7,2
Gew. Engler:					
Siedebeginn	322°	340°	330°	338°	354°
% - 350°	21,2	12,8	18,0	19,2	19,0
Gewichts-Vakuumdestill. (22 mm Hg)					
Siedebeginn	195°	204°	204°	200°	194°
Fraktionen:					
-225° : %	25,7	19,1	23,2	28,8	30,8
spez.Gew./40°	1,010	1,024	1,024	1,022	1,022
225-250° : %	35,5	34,4	32,2	29,8	29,8
spez.Gew./40°	1,034	1,040	1,045	1,046	1,048
250-275° : %	17,0	18,6	17,7	16,6	16,2
spez.Gew./80°	1,032	1,040	1,041	1,045	1,042
275-300° : %	9,2	10,5	9,0	10,5	7,8
spez.Gew./80°	1,053	1,051	1,049	1,058	1,056
300-325° : %	5,7	6,7	7,6	4,9	6,9
Rückstand >325° : %	6,3	10,1	9,7	9,0	8,1
Verlust : %	0,6	0,6	0,6	0,4	0,4
Elementar-Analyse: % C	89,58	89,37	89,01	89,14	88,63
H	8,22	7,92	8,20	8,00	8,08
O	1,45	2,09	2,33	1,90	2,25
N	0,71	0,59	0,42	0,92	0,99
S	0,03	0,02	0,03	0,03	0,04
Cl	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
% H / 100 C	9,2	8,9	9,2	9,0	9,1
Heizwert	9275	9283	9227	9295	9265
Verbr.-Wärme	9718	9705	9666	9727	9701

POOR COPY

06408

Tabelle 24

Abstreifer-Schweröluntersuchungen (Technische Destillation des Abstreifers unter Schwelölzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
spez.Gew./50°	1,045	1,053	1,056	1,060	1,049
% Phenole	1,2	2,2	2,6	6,5	8,5
Gew. Engler					
Siedebeginn °C	333	337	351	351	338
% -350°	20,5	9,4	-	-	11,4
Gew. Vak.Destill.(22 mm Hg)					
Siedebeginn	208°	208°	214°	219°	-
Fraktionen:					
-225° : %	24,2	12,7	15,4	8,1	29,2
spez.Gew./40°	1,021	1,038	1,031	1,029	1,022
225-250° : %	32,0	37,8	39,0	39,6	29,5
spez.Gew./40°	1,045	1,046	1,045	1,048	1,044
250-275° : %	21,0	20,2	18,1	20,5	17,9
spez.Gew./80°	1,034	1,042	1,042	1,042	1,041
275-300° : %	9,6	10,9	12,4	13,3	7,5
spez.Gew./80°	1,050	1,055	1,057	1,060	1,059
300-325° : %	6,4	7,1	5,8	6,5	6,9
Rückst. > 325° : %	6,1	9,8	8,2	10,7	8,1
Verlust : %	0,7	1,5	1,1	1,3	0,9
Elementar-Analyse: % C	89,48	89,27	88,63	88,88	89,39
H	8,19	8,08	8,08	7,87	8,02
O	1,53	2,16	2,25	2,68	1,68
N	0,76	0,46	0,99	0,52	0,85
S	0,03	0,02	0,04	0,04	0,05
Cl	<0,01	<0,01	0,01	0,01	<0,01
% H / 100 C	9,1	9,1	9,1	8,8	9,0
Heizwert	9274	9260	9265	9168	9237
Verbr.-Wärme	9717	9697	9701	9593	9670

POOR COPY

06409

Tabelle 25

Heizöleigenschaften der Abstreiferschweröle

(Laborzerlegung des Abstreifers ohne Schwelölzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün	–
spez.Gew./50°	1,046	1,055	1,049	1,056	–
Stockpunkt	+ 5°	+ 7°	+ 12°	+ 8°	–
Flammpunkt	183°	183°	182°	180°	–
Brennpunkt	236°	238°	233°	233°	–
Kokstest %	0,4	1,7	1,0	1,5	–
s-Asphalt %	0,9	1,8	2,2	1,7	–
Asche %	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	–
Phenole %	1,2	5,2	2,8	6,3	–
Viskosität °E / 20°	–	–	–	–	–
" " / 50°	12,4	19,7	17,6	21,9	–
" " / 80°	2,7	3,4	3,2	3,5	–
Heizwert	9275	9283	9227	9295	–
Verbr.-Wärme	9718	9705	9666	9727	–

Heizöleigenschaften der Abstreiferschweröle

(Technische Destillation des Abstreifers unter Schwelölzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	–	d'grün
spez.Gew./50°	1,048	1,057	1,056	–	1,054
Stockpunkt	+ 7°	+ 8°	+ 8°	–	+ 7°
Flammpunkt	184°	189°	188°	–	185°
Brennpunkt	238°	250°	241°	–	236°
Kokstest %	0,7	1,1	1,1	–	1,3
s-Asphalt %	1,0	1,9	2,0	–	2,0
Asche %	Spuren	Spuren	Spuren	–	0,01
Phenole %	1,0	4,4	2,6	–	8,5
Paraffine %		1,1	1,3	–	–
Viskosität °E / 20°	–	–	–	–	–
" / 50°	12,2	18,5	16,8	–	21,9
" / 80°	2,7	3,3	3,1	–	3,5
Heizwert	9274	9260	9168	–	9237
Verbrennungswärme	9717	9697	9593	–	9670

POOR COPY

Tabelle 26

Heizöleigenschaften von Schweröl-Mittelölmischungen

(Schweröl und Mittelöl aus Laborzerlegung des Abstreifers ohne Schweröl-zusatz)

Fahrperiode	1	2	3	4
Mischungsverhältnis Schweröl : Mittelöl	74,2:25,8	69,5:30,5	72:28	71:29
spez.Gew./20°	1,044	1,046	1,044	1,048
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün
Stockpunkt	- 3°	- 10°	- 1,5°	- 10°
Flammpunkt	132°	131°	124°	112°
Brennpunkt	170°	163°	159°	150°
Kokstest %	0,55	0,80	0,62	1,3
s-Asphalt %	0,6	0,8	1,5	1,4
Asche %	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
% Phenole im Mittelöl	12,9	15,0	15,5	22,1
% Paraffine	0,9	-	-	-
Viskosität °E / 20°	35,6	35,3	35,3	35,2
°E / 50°	3,8	3,7	3,7	3,7
"Satzfreiheit"	±2 000 Maschen Sieb, bei 0° satzfrei			satzfrei
Gew. Engler: % - 250°			2,0	4,9
% - 275°			9,1	12,1
% - 300°	11,5	16,3	15,1	20,5
% - 325°	22,8	27,6	24,1	29,5
% - 350°	42,1	42,7	38,3	42,0
Elementar-Analyse: % C	87,10		86,64	86,24
H	9,63		9,54	9,64
O	2,45		3,49	3,56
N	0,79		0,31	0,53
S	0,02		0,01	0,02
Cl	0,01		0,01	<0,01
% H / 100 C	11,1		11,0	11,2
Heizwert	9333		9354	9317
Verbrennungswärme	9853		9869	9839

POOR COPY

Tabelle 27

Heizöleigenschaften von Schweröl-Mittelölmischungen

(Schweröl und Mittelöl aus Technischer Destillation des Abstreifers unter Schwelölzusatz)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
Mischungsverhältnis Schweröl : Mittelöl	74:26	71,8: 28,2	65:35	66:34	69:31
Farbe	d'grün	d-grün	d-grün	d-grün	d-grün
Spez.Gewicht / 20°	1,046	1,050	1,045	1,050	1,046
Stockpunkt	- 5°	- 7°	-12°	-13°	- 8°
Flammpunkt	122°	122°	114°	114°	114°
Brennpunkt	159°	154°	148°	145°	142°
Koks-test %	0,58	0,84	0,9	1,4	0,85
s-Asphalt %	0,7	1,0	1,4	1,8	1,0
Asche %	Spuren	Spuren	Spuren	0	Spuren
% Phenole im Mittelöl	21,3	14,8	16,0	22,1	21,4
% Paraffine	0,9	0,9	0,7		
Viskosität °E / 20°	35,4	35,4	29,4	35,4	35,0
°E / 50°	3,8	3,8	3,3	3,7	3,6
"Satzfreiheit"	12 000 Maschen Sieb, bei 0° satzfrei			satzfrei	
Gewichts Engler: % - 250°			8,0	7,9	7,2
- 275°			15,8	16,4	13,6
- 300°	14,1		22,2	23,3	19,5
- 325°	23,2	26,3	30,2	29,1	28,3
- 350°	40,7	40,6	43,4	38,1	41,5
Elementar-Analyse: % C	86,11			85,96	86,04
H	9,41			9,30	9,35
O	3,51			3,87	3,67
N	0,94			0,84	0,91
S	0,02			0,02	0,02
Cl	0,01			< 0,01	< 0,01
% H / 100 C	10,9			10,8	10,9

POOR COPY

Tabelle 28

Heizölproben für das OKM

Bestimmungsort	Chem.phys. Versuchsanstalt Kiel-Dietrichsdorf			Deschimag Bremen		Kriegsmar.-Werft Kiel	Zum Vergleich Anforderungen der Kriegsmarine			
Absendetag	1.X.41	1.X.41	29.XII.41	18.X.41	18.X.41	14.1.42				
Menge	10 Ltr	10 Ltr	7 Ltr	48 to	42 to	120 to				
Probenbezeichnung	VIII	IX	X	Qual.A	Qual.B	-				
Zusammensetzung:										
% Abstreifer-Schweröl	100	65	65	100	65	75				
% " Mittelöl	-	35 1)	35 2)	-	35 1)	25 1)				
Analyse: spez.Gew./20°	1,081	1,043	1,047	1,079	1,041	1,050	> 1,030	> 1,040		
Viskos. °E/20°	-	22,0	35,5	-	15,5	31,5				
" °E/50°	21,5	3,1	3,9	19,1	2,6	3,55			ohne Viskos.-Grenze von Verdünnungsölen abhäng.	nicht >35°E/20°, nicht über 300°E, 0° bei 0° ausscheidungsfrei
Unterer Heizwert Kal/kg	9227	9267	9253	9189	9199	9312	möglichst hoch (> 9000)			
" " Kal/C	9980	9650	9700	9900	9600	9800				
% C	89,37	87,79	88,66	89,50	87,91	88,47				
H	8,11	8,73	8,59	8,03	8,67	8,38			bei 0° ausscheidungsfrei, falls Viskosität bei 0° unter 200° Engler liegt	
S	0,03	0,03	0,05	0,04	0,05	0,04	nicht >1,0	nicht > 0,5		
Stockpunkt °C	+ 8	- 16	- 12	+ 6	- 14	- 9				
% Kreosot	1,9	11,0	5,5	1,9	12,0	9,6				
% H_2O	Spur	0,4	0,1	0,5	0,5	0,2	nicht >1,0			
% Asche	Spur	Spur	Spur	Spur	Spur	Spur	nicht >0,05			
% Normalbenzinunlösliches (n-Asphalt)	2,3	1,3	1,1	2,3	1,1	1,7	unter 3,0		Dickere Öle müssen bei der Temp. ausscheidungsfrei sein, bei der sie eine Viskosität von 200°E haben	
% Xylolunlösliches	0,01	< 0,01	0,01	0,01	< 0,01	0,02	nicht >0,2			
Koks nach Konradson %	1,0	0,7	0,73	1,3	0,8	0,85	unter 6,0	unter 2,0		
Flammpunkt (PM) °C	184	101	133	180	95	105	> 90°	>100°		
Flammpunkt (DVM) °C	193	119	146	192	113	123				

1) normales Mittelöl 200-325°
2) Mittelöl 250-325°
3) nicht in Kraft getreten

POOR COPY

Tabelle 29

Phenolzerlegungen

Fahrweise	2		3
Untersuchtes Produkt	Benzin [1]	Mittelöl [1]	Abstreifer
% Phenole	7,1	14,8	12,7
Zerlegung: % Vorlauf	3,9	2,8	3,2
% Karbolsäure	64,9 [2]	4,7	8,9
% o-Kresol	11,0	8,5	2,6
% m+p-Kresol	11,8	12,5	11,0
% Xylenole	–	16,6	14,6
% höhere	4,8	54,9	59,7
% Verlust	3,6	–	–
vom Abstreifer: % Karbolsäure		0,85	1,1
% Kresole		1,73	1,7

Phenolgehalt des Abwassers

Fahrperiode	1	2	3	4	5
g Phenole/Ltr	0,2-2,9	3,6-4,8	0,9-4,8	0,5	0,4-1,1

1) techn. Abstreiferdestillation: 10,8 % Benzin, 50 % Mittelöl
2) 84,7 % Reinheit, 31,6° Erstarrungspunkt

POOR COPY

Tabelle 30

Analyse des Phenoles

spez.Gew.	0,950/15°	
% Phenole	9,9 %	
Gewichtsengler: Siedebeginn		83°
%	- 100°	0,8
	- 150°	2,7
	- 180°	5,8
	- 200°	8,3
	- 250°	39,2
	- 300°	74,2
	- 325°	85,9
	- 350°	91,5
Elementaranalyse:	% C	86,68
	H	10,15
	O	2,56
	N	0,53
	S	0,08
	Cl	0
% H / 100 C		11,7
Heizwert		9445
Verbr.-Wärme		9993

POOR COPY

Tabelle 51

Verteilung der KW-Vergasung (Gewichtsprozente)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% CH_4	27,1	30,8	33,1	31,6	31,9
% $C_2H_6 + C_2H_4$	24,2	23,8	22,9	22,7	22,9
% $C_3H_8 + C_3H_6$	30,4	26,6	27,0	28,1	29,4
% $C_4H_{10} + C_4H_8$	18,3	18,8	17,0	17,6	15,8
Ungesättigte					
% von C_2	1,8	1,4	1,8	1,5	1,4
% von C_3	2,1	2,2	2,3	2,4	2,3
% von C_4	4,2	3,1	4,2	3,8	4,2
% Isobutan im Butan	11	10	11	10-11	11

Verteilung des C der KW-Vergasung

Fahrperiode		1	2	3	4	5
C in CH_4	%	25,5	28,8	31,3	29,8	30,1
C in $C_2H_6+C_2H_4$	%	24,2	23,8	23,0	22,8	23,1
C in $C_3H_8+C_3H_6$	%	31,2	27,2	27,8	29,0	30,4
C in $C_4H_{10}+C_4H_8$	%	19,1	20,2	17,9	18,4	16,4

POOR COPY

Anlage 12

Absorptionen

Waschöl $m^3/m^3/atm$

Fahrperiode		1	2-5
spez.Gew. des Öles		0,950/15°	0,950/15°
Temperatur 1)		18°	18°
Löslichkeit:	H_2	0,067	0,066
	CO	0,097	0,112
	N_2	0,074	0,075
	CH_4	0,216	0,185
	C_2H_6	0,525	0,432
	C_3H_8	0,801	0,540

Abstreifer m^3/to wasserfr. Abstreifer/atm

Fahrperiode		1	2-5
spez.Gew. des Öles		0,999/15°	0,991/15°
Temperatur		40°	40°
Löslichkeit:	H_2	0,060	0,059
	CO	0,104	0,090
	N_2	0,059	0,067
	CH_4	0,184	0,180
	C_2H_6	0,607	0,567
	C_3H_8	1,18	1,02

Abschlamm m^3/to Abschlammöl/atm

Fahrperiode		1	2-5
spez.Gew. des Öles		1,096/100°	1,112/100°
Temperatur 2)		430°	430°
Löslichkeit:	H_2	0,199	0,135
	CO	0,246	0,121
	N_2	0,170	0,127
	CH_4	0,296	0,170
	C_2H_6	0,459	0,239
	C_3H_8	0,718	0,309

1) Eintrittstemperatur des Öles in den Wascher
2) Abscheidereingang

POOR COPY

Tabelle 33

Verteilung des CO_2, H_2S und NH_3-Anfalles auf Abgas und Abwasser [1]

(in Gew.% auf durchgesetzte Reinkohle)

Fahrperiode		1	2	3	4	5
CO_2	Abgase	0,83	0,77	0,90	1,20	1,59
	Abwasser	0,92	0,77	0,65	0,68	0,71
	Summe	1,75	1,54	1,55	1,88	2,30
H_2S	Abgase	0,06	0,06	0,08	0,12	0,10
	Abwasser	0,41	0,29	0,37	0,31	0,26
	Summe	0,47	0,35	0,45	0,43	0,36
NH_3	Abgase	0,06	0,10	0,06	0,11	0,08
	Abwasser	0,75	0,63	0,64	0,62	0,63
	Summe	0,81	0,73	0,70	0,73	0,71

1) Destillations- und Schwelabgase blieben unberücksichtigt

POOR COPY

06418

Tabelle 34

Gehalt an organisch gebundenem Schwefel in den Gasen

mg S/m³ Gas

Art des Gases	Fahrperiode			
	1	2	3	4
Abgas I	19,4	8,3	9,9	
Abgas II	11,5	8,3	20,0	
Wascher Abgas I	16,8	7,5	6,5	8,6
Wascher Abgas II	11,9	17,8	25,1	10,3
Abschlammgas	7,8	4,7	5,7	

Tabelle 35

Wasserstoffverbrauch

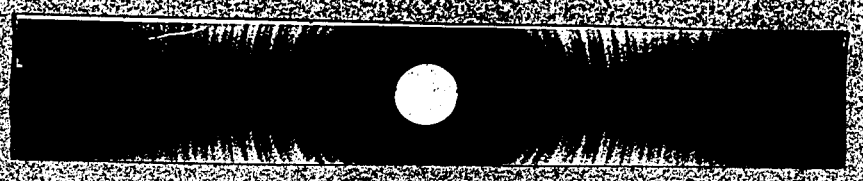
Fahrperiode	1	2	3
m^3 verbrauchter H_2/Tonne Reinkohle	1190	1020	983
davon % chemisch	66,0	69,1	70,7
% gelöst	27,5	28,0	26,0
% Verlust	6,5	2,9	3,3

I. $(NH_4)_2WO_4 + 4H_2S = (NH_4)_2WS_4 + 4H_2O$

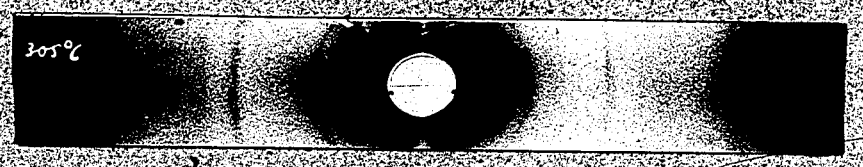
II. $(NH_4)_2WO_4 + 2H_2S = (NH_4)_2WO_2S_2 + 2H_2O$

III. $(NH_4)_2WS_4 + H_2 = WS_2 + H_2S + (NH_4)_2S$

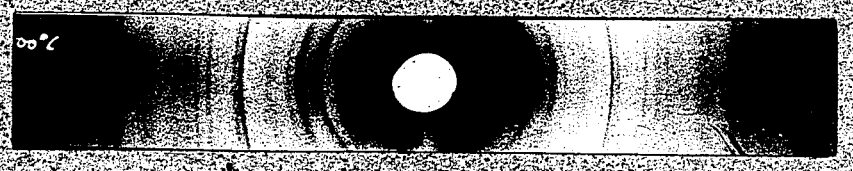
	Herstellung von Wolfram-disulfid über das Sulfosalz	



I. Ammoniumsulfowolframat



II. Aktives Wolframdisulfid (aus Sulfosalz)



III. Probe II, durch Erhitzen auf 800° rekristallisiert, inaktiv



IV. Wolframdisulfid, kristallin, inaktiv

Kupferstrahlung $\lambda = 1{,}54$ Å

[redacted]

Debye-Scherrer-Aufnahmen von Ammonium-sulfowolframat und Wolframdisulfiden

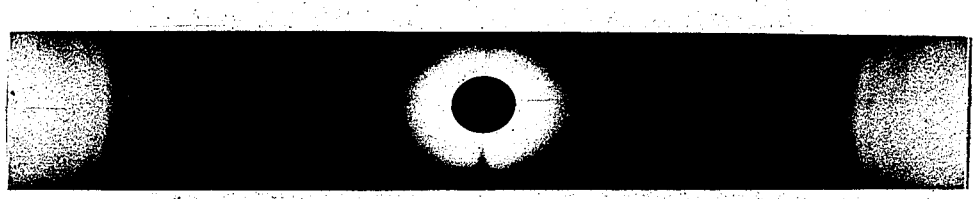
Ammoniakwerk Merseburg G.M.b.H.

06421

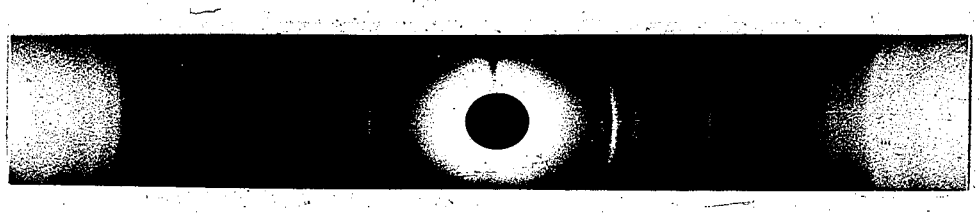
POOR COPY

06422

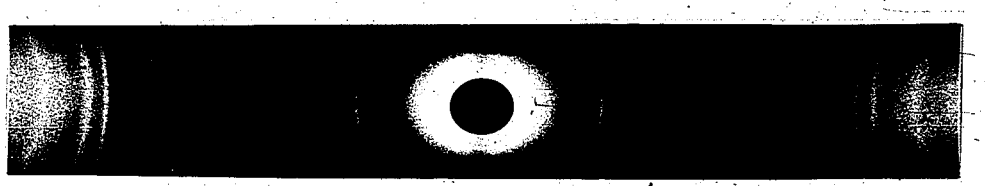
~~WS_2 - Katalysator~~



WS_2 aktiv aus Sulfosalz



WS_2 als Katalysator gebraucht



Wolframsulfid bei 800° rekristallisiert; inaktiv

Katalysatoroberfläche	m^2 je 1g Katalysator	m^2 je 1ccm Katalysator-raum
Aktiv-Kohle	400	150
Kieselsäuregel	110	50
Wolframdisulfid, aktiv (aus Sulfosalz)	20	50
Bimsstein	1	0,5

IG Ludwigshafen Rh. 1943

Spezifische Oberflächen verschiedener Katalysatoren

Hauptlaboratorium Hochdruckversuche 743

Hochdruckversuche
Lu 558

18. Mai 1943 Hg/Kl

ccm adsorbiertes Gas pro g Katalysator	Argon	Wasserstoff	Äthylen	Äthan
Aktiv-Kohle	0,05 (100)	0,08 (100)	7,2 (100)	7,0 (100)
Kieselsäure gel	0,01 (20)	~0,08 (100)	0,55 (7)	0,2 (3)
Wolframdisulfid, aktiv (aus Sulfosaulz)	0,005 (10)	0,35 (450)	3,0 (42)	0,83 (12)
	Gasaufnahme bei 0°C und 5 mm Gleichgewichtsdruck			

IG Ludwigshafen 1943	Gasadsorption an verschiedenen Katalysatoren	Hauptlaboratorium Hochdruckversuche

04424

POOR COPY

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

18. Mai 194[illegible] Hg/Fe

ccm adsorbiertes Gas pro ccm Katalysator	Argon		Wasserstoff		Äthylen		Äthan	
Aktiv-Kohle	0,02	(100)	0,03	(100)	2,7	(100)	2,6	(100)
Kieselsäuregel	0,005	(25)	~0,03	(100)	0,15	(9)	0,1	(4)
Wolframdisulfid, aktiv (aus Sulfosalz)	0,013	(65)	0,9	(3000)	7,8	(290)	2,1	(80)

Gasaufnahme bei 0°C und 5 mm Gleichgewichtsdruck

I G Ludwigshafen 1943	Gasadsorption an verschiedenen Katalysatoren	Hauptlaboratorium Hochdruckversuche

06425

POOR
COPY

Reaktionstyp	Beispiel	Reaktionsbedingungen: Temperatur °C	Druck atm	Ölteildruck atm	Durchsatz kg/Ltr. Kat./Std.	Umsatz %
Olefinhydrierung	Diisobutylen —→Isooktan	216	250	20	2,0	99
Aromatenhydrierung	Benzol —→Cyclohexan	322	200	3	0,1	99
	Naphthalin —→Dekalin	336	200	3	0,9	90
Naphthendehydrierung	Perhydropyren —→Pyren	400	200	4	1,0	weitgehend
	Methylcyclohexan → Toluol [1]	485	50	6	0,5	90 [2]
	Cyclohexan —→Benzol [1]	485	50	6,5	0,5	80 [2]
Reduktion von organischen Sauerstoff-, Stickstoff- und Schwefelverbindungen	Vorhydrierung von Braunkohlemittelöl mit 18 % Phenolen 4 % Stickstoffbasen 2,5% Schwefelverbindungen	380	200	8	1,0	 99,5 99,5 99

1) an Wolfram-Nickelsulfid-Kontakt
2) Etwa dem Gleichgewichtswert entsprechend

I.G. Ludwigshafen 1943	Reaktionen an Wolframdisulfid ohne Änderung des C-Gerüstes	Hochdruck-versuche

06426

POOR COPY

Hochdruckversuche
Lu 538

17. 5. 1943. Do/Pr.

Reaktionen an WS_2 mit Änderung des C-Gerüstes.

Reaktionstyp	Beispiel	Reaktionsbedingungen: Temperatur °C	Druck atm	Ölteildruck atm	Durchsatz kg/l Kat. Stde	Umsatz %
Isomerisierung	n-Butan ⟶ i-Butan	400	200	160	0,5	35
	Cyclohexan ⟶ Methylcyclopentan	408	250	21	1,0	90
	Benzol ⟶ Methylcyclopentan	498	250	27	1,0	90
Spaltung von Paraffinen	Isooktan ⟶ Niedrigersiedende KW.	400	250	18	1,5	40
	Paraffinöl 260-320° ⟶ Benzin bis 180°	408	220	5	1,0	90
	n-Heptan ⟶ Niedrigersiedende KW.	435	250	20	1,5	15
Spaltung von Naphthenen	Dekalin ⟶ Niedrigersiedendes Benzin	403	220	6	1,1	90

06427

POOR COPY

Verfahren	Hauptreaktion	Reaktionsbedingungen Temp. °C	Druck atm	Ölteildruck atm	Durchsatz kg/l Kat. u. Std.	Ergebnisse Umsätze %	Aufspaltung %
Raffinierende Hydrierung							
a) Rohbenzolraffination	Olefinhydrierung	~320	40	3	1,25	Olefine >90 Aromaten unter 5	0
b) Tieftemperaturhydrierung von Braunkohlenschwelteer	Hydrierung von Aromaten und Olefinen, Reduktion von O,N u.S-Verbindungen	~360	300	Sumpfphase	0,5	Olefine >90 O,N,S-Verbind. >90	15
c) Vorhydrierung von Mittelöl aus Braunkohle	Reduktion von O,N,S-Verbindungen, Hydrierung von Aromaten und Olefinen	370	200	8	1,0	O,N,S-Verb. 99 Olefine >90	10
Schmierölverbesserung	Hydrierung von Aromaten mit geringer Spaltung, Reduktion von S-Verbindungen	380	700	Sumpfphase	0,8	Aromaten 20 S-Verb 80	30
Spaltende Hydrierung							
Benzinierung von Mittelöl							
a) paraffinischem Erdöl	Starke Spaltung, evtl. Reduktion und Hydrierung	380	300	15	1,0	S-Verb. >90	60
b) Braun- und Steinkohle	Hydrierung u. Reduktion mit starker Spaltung	400-420	200-300	12	1,0	Olefine >90 O,N,S-Verb. 99	50

I.G.
Ludwigshafen
1943

Beispiele für technische Reaktionen an Wolframdisulfid

Hochdruckversuche

06428

POOR COPY

Hochdruckversuche
Lu 558

3

22. 5. 1943. v.Fü/Pf.

Herrn Dr. Pier

Zum Vortrag Frankfurt.

Über die Herstellung von katalytisch aktivem Wolframsulfid.

Zur Darstellung von WS_2 sind im Gmelins Handbuch 10 Methoden angeführt:

1.) W + S beim starken Erhitzen $\longrightarrow WS_2$
2.) WO_3 oder W + S oder H_2S oder CS_2 starkes Erhitzen (glühen) $\longrightarrow WS_2$
3.) 1 Teil WO_3 + 6 Tl. HgS mit Kohle bedeckt 1/2 Stunde auf Weißglut $\longrightarrow WS_2$
4.) $(NH_4)_2\ WS_4$ durch starkes Glühen im CO_2-Strom $\longrightarrow WS_2$ pseudomorph nach Ammoniumwolframat
5.) S + K_2WO_4 1/2 Stunde im Tontiegel schmelzen $\longrightarrow WS_2$
6.) WO_3 + K_2CO_3 + S 1/2 Stunde im Tontiegel schmelzen $\longrightarrow WS_2$
7.) $Na_2\ S_2\ O_3$ + WO_3 verrieben und im Tiegel erhitzt $\longrightarrow WS_2$
8.) Über WCl_6 wird in geschlossener App. H_2S bei 375° übergeleitet
9.) WS_3 glühen $\longrightarrow WS_2$
10.) WS_3 mit KCN glühen und die Schmelze mit H_2O ausziehen.

Überprüft man diese Methoden auf ihre Eignung zur Darstellung von aktivem WS_2 mit großer Oberfläche, so verbleiben nur einige in Frage kommende Verfahren. Fast alle diese Herstellungsverfahren beruhen auf der Darstellung von WS_2 bei hoher Temperatur, da das Oxyd oder Metall bei tiefer Temperatur nicht in das WS_2 übergeht, wobei unter unter 5.), 6.), 7.) und 10.) auch noch Alkali anwesend ist.

Daß aber Alkali auch in sehr geringen Mengen bei Mo und W katalytisch schädlich ist, wissen wir schon aus den Untersuchungen über die Ammoniakkatalysatoren, was sich auch bei WS_2 bestätigt hat. Es wurde deswegen bei uns, nachdem die Schwefelung von WO_3 mit H_2S bei 600° sowie die Herstellung von WS_2 aus WCl_6 + H_2S zu keinem aktiven Kontakt geführt hat, die Herstellung aus dem Sulfosalz entsprechend dem Verfahren 4.) sowie durch Fällen von WS_2 und weitere drucklose Reduktion zum WS_2 geprüft. Auch diese Versuche waren negativ, der letzte Versuch wahrscheinlich deswegen, weil WS_3 außerordentlich oxydabel ist und deswegen in reinem Zustand gar nicht vorlag, der erste durch zu hohe Temperatur. Es wurde deswegen weiter gesucht, um ein Weg zu finden, bei tieferer Temperatur das WS_2 entstehen zu lassen. Bei der Herstellung von Katalysatoren wird ja bekanntlich ein großer Wert auf gut entwickelte Oberfläche gelegt. Um dieses Ziel zu erreichen, wird gewöhnlich bei der Herstellung von Metallkatalysatoren schon durch die Reduktion der Oxyde diese angestrebte große Oberfläche erhalten, falls die Reduktionstemperatur für das gewählte Oxyd nicht zu hoch liegt und als Folge davon das

21429

POOR COPY

3

entstehende lockere Metall nicht gleich zu sintern anfängt (Beispiel Fe aus Fe_3O_4, bei NH_3-Katalysator, Co aus $Co(OH)_2$ bei dem Fischer-Katalysator). Genügt diese feine Verteilung noch nicht für die gewünschte katalytische Reaktion, so werden noch komplizierter gebauten Verbindung, wie z.B. bei Ni das Nickelformiat, -acetat oder -oxalat, das eventuell noch auf Träger verteilt ist, zur Reduktion bei besonders niedriger Temperatur (unter 250°) der Reduktion unterworfen. Will man ein aktives Oxyd oder eine andere Metallverbindung wie z.B. Sulfid darstellen, so geht man gewöhnlich über die Zwischenstufe der Herstellung eines Hydroxyds oder eines gefällten Sulfids, die durch vorsichtiges Trocknen und vorsichtigen weiteren Entzug des Konstitutionswassers in das entsprechende Oxyd übergeführt werden. Für die katalytische Wirkung eines Oxyds oder Oxyd-Hydroxyd-Katalysators ist es wichtig, daß das Hydroxyd oder Oxydhydrat in bestimmter Modifikation vorliegt oder in diese unter bestimmten Bedingungen übergeht (Beispiel aktive Tonerde, aktives Silicagel). Für einige katalytische Reaktionen genügt aber auch schon, wenn ein Oxyd höherer Wertigkeitsstufe leicht in das einer niedrigeren Wertigkeitsstufe übergeht (Mn, Cr-Katalysator). Bei der Herstellung von aktiver Kohle geht man ebenfalls von einer sehr komplizierten hochmolekularen Kohlenstoffverbindung aus und erzeugt durch vorsichtigen Abbau ein besonders stark aufgelockertes Kohlenstoffgerüst.

Zur Herstellung von WS_2 wurde bei uns von Dr. Jacob in Abänderung des Verfahrens 4.) die Zersetzung des Ammoniumsulfowolframats mit H_2 bei Temperaturen bis 400° durchgeführt und so der besonders aktive 5058 erhalten.

Ein ebenso aktives WS_2 konnte später auch durch Schwefeln von WO_3 oder Ammomiumwolframat mit H_2S unter Druck (5-10 at) bei bis 410 - 430° ansteigender Temperatur und ca.36-10 Stunden erhalten werden. Durch Anwendung des H_2S unter Druck ist es hiermit gelungen, die bei normalem H_2S-Druck nur bei hoher Temperatur und da erst sehr schwer verlaufende Schwefelung bei tiefer Temperatur in relativ kurzer Zeit durchzuführen. Technisch hat man von der Benutzung eines H_2S-Druckes Abstand genommen und das Verfahren über das Sulfosalz entwickelt.

v. Fischer

POOR
COPY

Hochdruckversuche
Lu 558

4

2.6.1943. Pa/Pf.

06431

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Zur Grundlagenforschung über Katalyse.

Zwecks Klärung der katalytischen Vorgänge bei der Hochdruckhydrierung wären an sich außerordentlich ausgedehnte wissenschaftliche Untersuchungen erwünscht, von denen im Rahmen der Hochdruckversuche - neben den vordringlichen technischen Aufgaben - naturgemäß nur sehr bescheidene Ausschnitte bearbeitet werden können.

Im Weißerde-Laboratorium und bei den kleinen Öfen der Kleinapparatur besteht grundsätzlich die Möglichkeit zur Durchführung eines umfangreichen Versuchsprogramms in zwei Richtungen:

a) Prüfung von Katalysatoren der verschiedensten Art und Herstellung.

b) Versuche mit ausgewählten Kontakten und reinen Substanzen, definierten chemischen, technischen Produkten und Fraktionen solcher Produkte in einem weiten Druck- und Temperaturbereich.

c) Weitergabe ausgewählter und im Hochdruck geprüfter Kontaktproben an andere Stellen für physikalische und chemische Spezialuntersuchungen, deren Ergebnisse zur Deutung der katalytischen Effekte beitragen können, wie quantitative chemische und Spurenanalysen, Röntgenuntersuchungen, Elektronenbeugung, Adsorptionsmessungen mit Gasen, Farbstoffen, hochmolekularen Substanzen u.s.w.

Von den für die nächste Zeit geplanten bezw. schon in Gang befindlichen Teiluntersuchungen seien hier, zunächst unter Verzicht auf die Aufstellung eines umfassenden Arbeitsplanes, folgende Versuche mit Wolframkontakten erwähnt:

WS_2 aus reiner Mo-freier Wolframsäure

WS_2 aus alkalifreiem Gelbsalz

WS_2 aus Gelbsalz bei verschiedenen Temperaturen mit Wasserstoff zersetzt

WS_2 aus Gelbsalz in Stickstoff-Atmosphäre bei verschiedenen Temperaturen thermisch zersetzt

WS_2 in verschiedenen Korngrößen

WS_2 bei 600 at reduzieren und bei 250 at fahren

WS_2 aus Gelbsalz druckles in der Druckapparatur zersetzt und ohne Luftzutritt in Betrieb genommen

Wolframtrisulfid, bei tiefer Temperatur mit Wasserstoff behandelt

Wolframoxysulfid mit verschiedenem S-Gehalt

WS_2 druckgeschwefelt mit elementarem S

WS_2 druckgeschwefelt mit H_2S

21.5.41

-2-

POOR COPY

06432

WS_2 technisch gebraucht - dann druckgeschwefelt (Regeneration?)

WS_2 mit Störsubstanzen bzw. Zusätzen hergestellt über Gelbsalz bzw. über WO_3 (Störsubstanzen und Zusätze: As, Sb, Bi, Te, Se, V, Al, Zn, Ti, Th, Ce, P, Si, Fluoride u.s.w., ferner Mo, Cr, Mn, U, Fe, Co, Ni, Ag, Cu u.s.w.)

WS_2 auf Trägern

WO_3 mit H_2S-freiem Gas und S-freiem Produkt im Kupfer - ausgekleideten Ofen.

WO_3 Versuche zur Reduktion bei verschiedenen Temperaturen, H_2-Drucken und mit großen Gasgeschwindigkeiten

WO_3 Versuche zur Umwandlung in Sulfid im Hochdruckofen

WO_3 auf Träger im Vergleich zu WS_2.

Die Prüfung erfolgt in der Regel unter den Bedingungen der Benzinierung (Spaltung von Gasöl) und unter den Bedingungen der Vorhydrierung) (raffinierende Hydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl.

Außerdem sollen die in Gang befindlichen Versuche mit Diisobutylen, n-Heptan, Isooktan, Benzol, Toluol, Triäthylbenzol, Tetralin, Dekalin, Pyren, Perhydropyren, Coronen, und Perhydrocoronen noch auf weitere reine Substanzen wie z.B. Äthylen, Normal-Butan, Isobutan, Cetan, Triisobutylen, Phenole, Alkohole, bzw. Stickstoffverbindungen u.s.w. ausgedehnt werden.

Weitere Versuche sind dann vorgesehen mit den Nachbarelementen des Wolframs und den Elementen der Eisengruppe.

- v. Füner
- Peters

POOR COPY

Zurück an 06433
Verzimmer Dir. Dr. Pier

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

25. Oktober 1945 M/Fe

Adsorption von Wasserstoff an Wolframsulfid.

1) Herstellung von WS_2.

Das für die Adsorptionsversuche benutzte WS_2 wurde durch Reduktion mit Wasserstoff aus Ammonsulfowolframat bei 350°C hergestellt unter sorgfältigem Ausschluß von Sauerstoff. Der Bombenwasserstoff wurde über Platinkontakt von O_2 befreit, mit konzentrierter Schwefelsäure gereinigt und getrocknet. Die Reduktion dauert bei der angegebenen Temperatur etwa 400 Stunden. Auch nach dieser Zeit entstehen noch geringe Spuren von H_2S. Im Reduktionsgefäß herrscht dauernd ein Wasserstoffüberdruck von ca. 150 mm Hg.

2) Adsorption bei ca. 25°C.

Die Adsorption nimmt bis 48 Stunden noch merklich zu. Der Endwert ist bis zu Drucken von unter 100 mm ziemlich konstant und beträgt rund 1ccm H_2 pro 1 g WS_2. Unter 100 mm Druck sinkt die adsorbierte Menge und beträgt bei 13 mm Hg nur noch 0,45 ccm H_2, bei allerdings kürzerer Versuchsdauer.

Enddruck	ccm H_2/g WS_2	Beobachtungszeit
466 mm	1,05	16 Stunden
211,6"	1,16	48 "
109,5"	0,96	16 "
45,3"	0,74	20 "
13,2"	0,45	4 "

Gelangen auch nur Spuren von Außenluft an den Kontakt, so nimmt die Adsorptionsfähigkeit sofort sehr stark ab (auf weniger als die Hälfte). Die mit vergiftetem WS_2 erhaltenen Werte streuen dann ziemlich stark. Es gelang nicht, durch erneute Reduktion mit H_2 bei der zuerst angegebenen Temperatur die alte Aktivität wiederherzustellen, diese Vergiftung auf O_2-Aufnahme zurückzuführen ist, bleibt unsicher.

Die Versuche wurden gemeinsam mit Dr. von Miffling durchgeführt.

gez. Meier

21/1/63

POOR COPY

Abschrift!

Kat Kalk

6

5.8.1948 A/Sw. 06434

6 4 3 4: 1 to.

Schüttgewicht 0,95– 1.

100 kg Terrana + 107 l 8(10)%ige HF-Lösung+165 l Lösg.mit 10% NH_3 10% H_2S 10% Gelberde = 100 Kat.

Also für 1 to 6434 werden gebraucht

WO_3 0,116 to WO_3(Bi) als Gelberde(Bi) = 0,165 Gelbsalz
0,125 to 0,117 to WS_2
à RM 6 216,65= RM 721,13

Einkaufsspesen Bi. 3/4 % RM 5,42

RM 726,55

Sonstiges Rohmaterial

	1,05 to Terrana			à RM 170/to	= 128,50	
	0,15 to Flußsäure			à RM 290/to	= 43,50	
	Für 0,117 WS_2					
NH_3	0,03	+ 0,12	= Ges. 0,15	à RM 300/to	= 45.–	
NaSH-Lauge	0,25	+ 0,37	= " 0,62	" 85	= 52,70	
NaOH	0,095	+ 0,55	= " 0,645	" 35	= 22,57	
HCl	0,44	+ 1,5	= " 0,195	" 45	= 87,75	
H_2	30cbm	+ 400cbm=	430cbm	à 6 Pfg/cbm	= 25,80	
N_2	150cbm	+1500cbm=	1650cbm	à 3 Pfg/cbm	= 49.–	504,82

Spesen:

Verarbeitungskosten Bi+Fracht Lu-Bi 0,117x2114.45	=	247,40
Löhne 304x0,117 =35,56 +480	=	515,56
Gehälter 92x0,117 =10,76+144	=	154,76
Reparaturen 360xo,117 =42,12 + 350	=	392,12
Pressen + 400	=	400.–
Energien 40 x 0,11£ = 4,7 +80	=	84,70
Zins.,Steuer,Feuerschutz 35x0,117=4,09+35	=	39,09
Amortisation 50 x 0,117 = 5,85 + 70	=	75,85
Sicherheitszuschlag 80 x 0,11B =9,36 + 145	=	154,36
Untersuchungskosten + 100	=	100.– 2163,84
Prod.Wert (=We-Preis)Sa.	RM	3 395,21

– 2 –

6

06435

Produktions-Wert = Me-Preis =	3 395,21 RM/to			
Versand+Lagerkosten ca. 1%	34.- RM			
Kapitalzinsen 5% auf Umlaufkapt. ½ Jahr = 2,5% v. RM 3 395,21	85.- RM			
	3 514,21 RM			
Generalien 11,11% v.3514,21	390,45			
Kalkul.ZwischenWert Gestehkosten	3 904,64			
	Brabag		**Andere Firmen**	
Kalkul.Zwisch.Wert	3 904,64		3 904,64	
Zins.Anlagekapt. 26000.-RMa5% 1 Jahr	36,10			
	3 904,74		3 904,64	
Gewinn	-	10%	390,46	
	3 940,74		4 295,10	
Verkaufsunkosten 1%	-	1%	44,28	
Umsatzsteuer 2%	80,40	2%	88,56	
	4 020,14		4 427,94	

06436

HOCHDRUCKVERSUCHE
Hg./Lu. 558

16. Juli 1940/F.

Geheim

A k t e n n o t i z

Betr.: Kat. Fabrikation.

I. Sicherung der Produktion.

Um den letzten Kontaktversorgungsplan vom 19.4.1940, der im wesentlichen den jetzigen Anfahrterminen der neuen Hydrierwerke gerecht wird, zu erfüllen, müssen produziert werden:

6434:	1940	400 t		
		davon am 1.7.40	erzeugt	150 t
		" 1.7.40	noch zu erzeugen	250 t
			d.h. 42 t / Monat	
	1941	600 t	d.h. 50 t / Monat	

Da die Kapazität von Lu 50 t / Monat beträgt, kann der Bedarf in der alten Anlage Lu gedeckt werden. Es war geplant, in Pölitz ab 1.1.1941 60 t / Monat herzustellen; damit wäre eine 100%ige Reserve vorhanden.

Vorhydrierkontakt:

1940	360 t (dazu möglichst 180 t Reserve)		
	davon am 1.7.40	erzeugt	70 t
	" 1.7.40	noch zu erzeugen	290 t(+ 180t
		d.h. etwa 50 t (+ 30 t) / Monat	
1941	720 t	d.h. 60 t / Monat	

Die Kapazität von Lu beträgt zur Zeit nur 30 t / Monat; Pölitz sollte ab 1.10.1940 ebenfalls 30 t / Monat, ab 1.1.1941 60 t / Monat 6719 oder ähnl. Vorhydrierkontakte herstellen.

Da sich der Anfahrtermin von Pölitz aus später dargelegten Gründen (vgl. II) nicht einhalten lässt, wird vorgeschlagen, einige für Pölitz bestellte Apparate vorübergehend in der alten Kontaktfabrik Lu aufzustellen, sodass diese 60 t / Monat Vorhydrierkontakt erzeugen kann. Es handelt sich um 1 Filterpresse und 1 Tablettiermaschine. Wenn diese Apparate bis zum 1.9.40 in Lu aufgestellt sind, entwickelt sich die Produktion folgendermassen:

Im Juli und August 1940 je 30 t = 60 t	
zu produzierender Rest im Jahr 1940:	230 t (+ 180 t Reserve)
d.h. ab 1.9.1940 zu produzieren:	55 t /Monat und einmalig 180 t Reserve

Die zum Einbau benötigten Mengen Vorhydrierkontakt liessen sich also in Lu rechtzeitig herstellen; die Reservemengen müssten dagegen im Jahre 1941 entweder in der im April mit 45 motos 6434 bezw. 6719 anlaufenden Kontaktfabrik Me oder in der Neuanlage (Pölitz oder Lu/Op) erzeugt werden.

7019:	1940	78 t		
		davon am 1.7.40	erzeugt	20 t
		ab 1.7.40	noch zu erzeugen	58 t
			d.h. bei Produktionsbeginn am 1.9.1940	15 t / Monat
	1941	148 t	d.h.	12 t / Monat

Die Kapazität von Lu beträgt zur Zeit 9 t / Monat. Durch Aufstellen eines Nachbehandlungsofens und einer Tablettiermaschine aus den Bestellungen für Pölitz lässt sie sich vorübergehend auf 15 t / Monat 7019 steigern. Eine dafür notwendige Tränkapparatur ist im Bau und soll diese Woche fertig werden. Der 850°-Aktivierungsofen hat im elektrischen Teil noch so viele

06438

Störungen, sodass unter Umständen ein Reserveofen auch dafür aus Pölitz entliehen werden muss. Für Pölitz ist ebenfalls eine Produktion von 15 t / Monat 7019 vorgesehen.

7360: 1940 0 t
1941 108 t } nach dem Programm vom 19.4.1940

In diesem Punkte ist das Kontaktlieferprogramm veraltet. Der Bedarf wird jetzt geschätzt auf:

1940 - 32 t (für Pölitz)
1941 250 t (ausreichend für 30 Öfen)

Die aktive Tonerde für 1940 wird von Oppau geliefert. Die Tränkung kann in Lu erfolgen; doch muss auch hier ein Nachbehandlungsofen von Pölitz aufgestellt werden.
Über die Beschaffung der aktiven Tonerde für 1941 sind die Verhandlungen mit Oppau noch nicht abgeschlossen.

Zusammenfassung:

Zur Sicherung der Kontakt-Produktion für 1940 und 1941 - trotz Verschiebung des Anfahrtermines der Kat. Fabrik Pölitz - wird vorgeschlagen, folgende für Pölitz bestellte Apparate vorübergehend in der alten Kontaktfabrik Lu behelfsmässig in Betrieb zu nehmen:

1 Filterpresse (von insgesamt 4 für Pölitz bestellten)
2 Nachbehandlungsöfen (von insgesamt 3 für Pölitz bestellten)
2 Tablettiermaschinen (von insgesamt 6 für Pölitz bestellten)
evtl.1 Aktivierungsofen (von insgesamt 2 für Pölitz bestellten)

Am schwierigsten erscheint im Augenblick die rechtzeitige Beschaffung der 2 Nachbehandlungsöfen. Die Arbeiten müssten so beschleunigt werden, dass alle Apparate am 1.9.1940 in Lu in

-4-

06439

Betrieb genommen werden können.
Unter dieser Voraussetzung ist es möglich, das Kontaktprogramm für 1940 und 1941 zu erfüllen, unabhängig von dem Anfahrtermin der neuen, bisher in Pölitz geplanten Kontaktfabrik. Auf weitere Sicht ist jedoch die Inbetriebnahme einer neuen Kontaktfabrik unvermeidlich, da die alte Anlage in Lu durch häufiges Hinzufügen neuer Fabrikationen in den alten niedrigen Bau und Ineinanderschachtelung der verschiedensten Kontaktherstellungen zu eng und unübersichtlich ist und daher unwirtschaftlich arbeiten muss.

06440

II. Verzögerung des Anfahrtermins in Pölitz.

Bei dem Kontaktversorgungsplan vom 19.4.1940 war als Anfahrtermin der Kontaktfabrik-Pölitz der 1. Oktober 1940 angenommen.

Infolge des ungewöhnlich langen und kalten Winters konnte mit den

Erdarbeiten erst am 20.5.1940
Fundamenten " 15.6.1940

begonnen werden, sodass erst jetzt die Bauten aufgeführt werden. und die

Apparaturmontage frühestens am 15.9.1940

angefangen werden kann.

Da die Anlage nicht in Dringlichkeitsstufe 1 gebracht werden konnte, stiess die Apparatebeschaffung auf erhebliche Terminschwierigkeiten. Es fehlen jetzt noch bestimmte Terminzusagen von verschiedenen Firmen; andere Firmen geben sehr lange Termine an. Schwierigkeiten bereiten z.B. die folgenden Firmen:

Siemens & A.E.G.	Beschaffung von	Elektromotoren
Cyklo, München	"	" Zykloantriebe
B. Müller, Weidenau	"	" Rohre für Schnecken- und Nachbehandlungsöfen
Seiffert, Eberswalde	"	" div. Apparaten

Obwohl wir vom Reichsamt / Herrn Fäßler, bei der Abkürzung der Liefertermine unterstützt wurden, ist noch nicht sicher, dass die Lieferung so beschleunigt werden kann, dass die für die provisorische Kontaktherstellung in Lu erforderlichen Teile bis zum 1.9.1940 vollständig in Lu sind. Das betrifft besonders die Firma Müller, Weidenau.

Nach den Bau- und Lieferzeiten muss mit einer Verzögerung der Fertigstellung der Kontaktfabrik Pölitz bis etwa Dezember 1940 gerechnet werden.

06441

Im Mai stellte es sich nun weiter heraus, dass Pölitz infolge neuer Rohstoffdispositionen nicht imstande ist, den für die Kontaktfabrikation zugesagten Schwefelwasserstoff vor 1.3.1941 zu liefern, die gesamte Menge nicht vor 1.7.1941. Es mussten daher die Möglichkeiten einer vorübergehenden Beschaffung von H_2S geprüft werden.

Infrage kommt die Herstellung von H_2S:

a) Durch Hydrierung von Schwefel: Anlagekosten rd. RM 200 000.--, Betriebskosten wahrscheinlich billig.

Da die Apparatur erst in etwa einem Jahr anfahrbereit ist, scheidet das Verfahren für Pölitz aus.

b) Durch Zersetzung von Sulfhydratlauge mit Schwefelsäure: Anlagekosten rd. RM 100 000.--, Betriebskosten wahrscheinlich höher als bei a). Nachteil: teurer Laugebezug und umständlicher Laugentransport.

Die Apparatur kann voraussichtlich in etwa 4 - 5 Monaten anfahrbereit sein.

Zusammenfassung:

Aus vorstehendem ergibt sich, dass die Kontaktfabrik Pölitz nicht vor Dezember 1940 anfahren kann.

06442

III. Verlegung der neuen Kontaktfabrik von Pölitz nach Ludwigshafen/Oppau.

Ausser den in der Aktennotiz von Herrn Kranepühl vom 11.7.1940 niedergelegten, im Wortlaut wiederholten Punkten 1 - 4 sprechen auch die folgenden Punkte 5) - 8) für die Verlegung nach Lu/Op.

1.) Die Feindgefährdung ist nach der neuesten Entwicklung in Oppau nicht wesentlich grösser als in Pölitz.

2.) Da die Hochdruck-Versuchsbetriebe und die Extraktionsanlage für die Toluolfabrikation jetzt nicht mehr nach Pölitz kommen, wäre die der I.G. Farbenindustrie gehörende Kontaktfabrik ein von den übrigen I.G. Fabriken losgelöster, isoliert dastehender Betrieb, der nicht so bequem geführt und überwacht werden kann, als in Verbindung mit anderen Betrieben.x

3.) Die Verbindung mit Forschung und Entwicklung wäre in Oppau besser gewährleistet,

4.) Die Wirtschaftlichkeit für die I.G. wäre in Verbindung mit anderen I.G.-Betrieben günstiger. Es fallen weg: Die Kosten für Transport von Sulfhydratlauge und von flüssigem Ammoniak, es erniedrigen sich die Kosten für Transport von Terrana, die aus Deggendorf/Bayern bezogen werden muss.

5.) Die auf dem Kontaktgebiet besonders wichtige Geheimhaltung lässt sich besser gewährleisten.

6.) Es besteht die Möglichkeit, die neue Kontaktfabrik in Lu/Op soweit entfernt von der alten zu errichten, dass man vom Gesichtspunkt der allgemeinen Sicherheit aus nicht von dem gleichen Standort sprechen kann, zumal

7.) die alte Kontaktfabrik Lu infolge Überalterung im Laufe der Zeit abgestellt werden muss und dann höchstens noch als Reserveanlage betrachtet werden kann.

8.) Da der Kontaktbedarf für die Jahre 1940 und 41, wie im Teil I gezeigt wurde, behelfsmässig von der alten Kontaktfabrik Lu geliefert werden kann, würde die Terminverzögerung durch Verlegung der neuen Kontaktfabrik von Pölitz nach Lu/Op die Inbetriebnahme der Hydrierwerke unter normalen Umständen nicht gefährden.

Die Punkte 6), 7) und 8) stellen die Entgegnung auf die Punkte 1), 2) und 3) der Aktennotiz vom 11.7.1940 dar, die gegen eine Verlegung von Pölitz nach Lu/Op sprechen.

-8-

x Vorhandensein vorgebildeter Leute in Lu/Op

06443

Zu Punkt 4) kann hier nicht Stellung genommen werden.
Punkt 5) d.h. dem schon ausgegebenen Aufwand von 75 000 RM für Fundamente stehen gegenüber wesentliche Einsparungen in Lu durch Wegfall der Ausgaben für Siedlung und Gemeinschaftsgebäude (geschätzt rd. RM 450 000.--.)
Voraussetzung für den Bau in Lu/Op ist:

1) Eine geeignete Regelung der Arbeiterbeschaffung, wie sie für Pölitz durch Prof. Krauch über die Hydrierwerke Pölitz gesichert wurde.
2) Eine Genehmigung des Generalbevollmächtigten Dr. Todt zur Verlegung des Baus von Pölitz nach Lu/Op.
3) Eine Unbedenklichkeitserklärung des Arbeitsamtes Ludwigshafen.

Wichtig ist eine baldige Entscheidung über den Standort, da infolge der zur Zeit stark beschleunigten Bauarbeiten in Pölitz die Kosten dort jetzt stark ansteigen.

Antwort
a. Führer
Goetze
Reichsk

Hg

Abschrift

06444

I.G. Bitterfeld

A.W.D.

034584 -8 AUG 1943

Diktat: Ablage:

5058 M

Büro Dr.Langheinrich
I.G. Berlin NW 7
Dorotheenstr. 35

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 R.St.G.B.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als Einschreiben!
3. Kenntnisnahme unter Verantwortung des Empfängers unter strengstem Verschluß!

Unser Hausruf 2423 | Unser Zeichen Werk Nord Dr. Lg/Bö | Bitterfeld 4.8.43

Betreff
1. Rückgewinnung von WO3 aus verbrauchtem 6434-Kontakt.

Wir haben zur Kenntnis genommen, dass z.Zt. bei den I.G.-Werken keine Vorräte mehr an verbrauchtem Kontakt 6434 lagern. Dagegen müssen wir richtigstellen, dass wir in Bitterfeld noch eine Menge von etwa 15 t von Leuna und etwa 53 t von Ludwigshafen zur Umarbeitung auf Lager haben.

Nach Ihrer Mitteilung sind jetzt noch etwa 500 t dieser Kontaktrückstände auf fremden Hydrierwerken vorhanden, deren Wolframinhalt möglichst bald nutzbar gemacht werden soll. Wie Sie wissen, ist die Aufarbeitung des Materials auf nasschemischen Wege zur Herstellung von Wolframsäure nicht geignet, da erstens die Ausbeute wenig zufriedenstellend und zum zweiten die Durchsatzmenge derart gering ist, dass wir hierfür unsere Apparatur nur zu einem Bruchteil ausnutzen könnten. Im Einvernehmen mit der Reichsstelle Eisen und Stahl sind daher diese Kontaktrückstände bisher auf Ferrowolfram verschmolzen worden und die Rücklieferung der Wolframsäure erfolgte aus hierzu freigestellten Erzen. Auch in Zukunft müsste dieser Weg beschritten werden.

Die Aufarbeitung der Kontaktrückstände auf Ferrowolfram bietet an sich keine Schwierigkeiten. Der Engpass liegt darin, dass der verbrauchte Kontakt vor dem Verschmelzen auf alle Fälle abgeröstet werden muss. Wir haben Sie hierüber bereits fernmündlich unterrichtet und Ihnen angeraten, sich nach freier Röstkapazität umzusehen. Ihr Herr Dr.Langheinrich teilte uns jedoch gestern fernmündlich mit, dass diese Bemühungen erfolglos geblieben sind.

Als zweiten Vorschlag hatten wir Ihnen mitgeteilt, dass wir z.Zt. einen Drehrohrofen aufstellen, der zum Abrösten von Wolframerzen dienen soll. Die Fertigstellung des Ofens dürfte jedoch vor Anfang nächsten Jahres mangels Arbeitskräften nicht zu erwarten sein. Wir benötigen hierzu auf vier Wochen vier Schlosser, die ausschliesslich mit der Montage des Ofens beschäftigt werden müssten. Arbeitskräfte der Bitterfelder Werke sind nicht vorhanden. Aus diesem Grunde teilten wir heute Ihrem Herrn Dr.Klockmann fernmündlich mit, dass uns durch Sie diese 4 Montageschlosser zur Verfügung gestellt werden müssten, wenn eine umgehende Fertigstellung des Ofens notwendig ist. Zur Ausmauerung des Ofens würden weitere vier Wochen erforderlich sein, wofür uns allerdings Arbeitskräfte zur Verfügung stehen. Es wäre also damit zu rechnen, dass vom Zeitpumkt der Zurverfügungstellung der vier Schlosser an gerechnet innerhalb von 8 - 10 Wochen mit der Aufnahme der Abröstung von Kontaktrückständen begonnen werden kann. Wir kamen überein, dass Sie uns baldmöglichst Bescheid geben, ob Ihnen die Frei-

b.w.

ϕ Herrn Dr. Hill

10.AUG 1943 7426

POOR COPY

06445

stellung von vier Schlossern nach Bitterfeld möglich ist. Wir schätzen, dass wir in dieser neuen Röstanlage 30 Mato des verbrauchten Kontaktes durchsetzen können, so dass der laufende Anfall von 360 Jato verarbeitet werden könnte. Die überschiessende Menge von 140 t könnten wir in unserer vorhandenen Apparatur innerhalb eines halben Jahres mit durchsetzen.

Die Kosten für die Umarbeitung des Kontaktes auf Wolframsäure bedingen durch den Umweg über Ferrowolfram gegenüber dem normalen Umarbeitungspreis von Wolframsäure aus Erzen noch zusätzliche Mehrkosten von RM 1,20/kg WO_3 im Hydrat + etwa RM -,50/kg WO_3 Abröstkosten. Bisher haben Sie aus 100 Teilen WO_3 im verbrauchten Kontakt 79,5 Teile WO_3 im Hydrat zu einem internen I.G.-Umarbeitungspreis von RM 2,10 + RM 1,20 + RM -,50 = etwa RM 3,80/kg WO_3 im Hydrat zurückerhalten. Da es sich bei den auf Lager befindlichen Kontaktrückständen um fremdes Material handelt, schlagen wir der einfacheren Abrechnung wegen vor, dass die I.G. den fremden Werken die Kontaktrückstände als Wolframrohstoff abkauft. Da die Verarbeitung derselben auf Ferrowolfram erfolgt, müsste der Kauf durch unsere Abt. M im Einvernehmen mit der Fachabteilung Ferrolegierungen gemäss der Wolframerzskala getätigt werden. Sie Ihrerseits müssten dann für den zu anderen Zwecken verbrauchten Kontaktrückstand neue Erzmengen für die Hydrierspate beantragen, und zwar in Anlehnung an das frühere Umarbeitungsverhältnis von 100 WO_3 im Kontakt zu 79,5 Teilen WO_3 im Hydrat. Da bekanntlich die Ausbeute von Wolframsäure aus Erz inzwischen erhöht werden konnte, würden wir, wenn wir ein Umarbeitungsgeschäft abschlössen, nunmehr aus 100 Teilen WO_3 im Kontakt 80,5 Teile WO_3 zurückliefern. Somit müssten von Ihnen zur Herstellung von diesen 80,5 Teilen WO_3 in der Wolframsäure 87,5 Teile WO_3 im Erz für die Hydriersparte angefordert werden, damit die Hydrierungen wieder in den Besitz des Wolframs gelangen, falls dies erforderlich sein sollte.

2. WO_3-Verarbeitung in Bitterfeld.

Zu den von Ihnen genannten Zahlen möchten wir zu der ersten Tabelle bemerken, dass die 152 t WO_3, die noch von Bitterfeld zu liefern sind, um 58 t zu hoch sind. Sie führen nämlich in der 5. Reihe noch 58 t WO_3 auf, die aus dem 1.Quartal 1943 stammen und an Ludwigshafen zu liefern waren. Wir müssen feststellen, dass diese Menge nach Ludwigshafen im Zeitpunkt Ihrer Aufstellung, d.h. Anfang Mai, bereits abgeliefert und dass somit insgesamt nur 94,0 t WO_3 rückständig waren. Demnach müssten ab Mai bis Ende d. J. in Bitterfeld nur noch 435 t WO_3 erzeugt werden.

Bei normaler Kapazitätsausnutzung, d.h. bei Aufarbeitung des jeweils anfallenden Umlaufs beträgt der Verlust etwa 8 %. Wenn wir dagegen die Forderung erfüllen sollen, bis Ende d. J. die aufgeführten Mengen zu erzeugen, so ist dies nur möglich, wenn der gesamte Umlauf zu einem späteren Zeitpunkt aufgearbeitet werden könnte. In diesem Falle beträgt die Ausbeute jedoch zunächst nur etwa 70 % , unter der Voraussetzung, dass die auf Lager befindlichen Erze bei einer einmaligen Auslaugung diesen Prozentsatz erreichen lassen. Es müssten uns also vorübergehend entsprechende Erzpartien zur Verfügung gestellt werden, um den angeforderten Bedarf an Säure bis Ende d.J. decken zu können. Wir möchten jedoch ferner bemerken, dass wir die Aufstapelung des Umlaufs auch nicht in unbeschränktem Masse durchführen können, da hierfür Trockenanlagen und andere Apparaturen notwendig sind, die uns in solchem Ausmasse nicht zur Verfügung stehen. Es wäre daher erwünscht, wenn wir nach Möglichkeit wie bisher die Ablieferungen vornehmen könnten.

Werk Nord
gez.Lang

ß Abt.M,Bln.

POOR COPY

Reichsminister
für Bewaffnung und Munition
Mittelamt / Ro I

Berlin, den 21. Juli 1944

Geheim!

Aktenvermerk

über

Besprechung am 19.7.1944 bei RM-A/Ro
betr. Lebensdauer von Kontakten.

Anwesend:

Min.Rat Wißmann	RM-A/Ro	
Oberreg.Baurat Schwabe	"	
Reg.Baurat Schneider	"	
Dr. Kranepuhl	GB Chem	
Dr. Becker	"	
Dr. Langheinrich	IG-Kontaktherstellung	
Dr. Klockmann	Arbeitsgemeinschaft Hydrierung-Synthese u. Schwelung (Asyn)	

A. Kontaktsorten.

1.) Kontakt 5058 (Hochwolframhaltiger Hochleistungskontakt)
Schüttgewicht = 2,5; W-Inhalt = 100 % WS_2 = 80 % W;
z.Zt. eingebaut etwa 840 t mit 670 t W-Inhalt; für
1944 vorgesehene Einbaumenge = 550 t mit etwa 440 t W-Inhalt;
Lebensdauer = etwa 1 Jahr;
Laufender Verschleiss = 15 % bei Regenerierung
(bei W-Rückgewinnung über höchstens 30 % W-Verlust).
Verwendungs-Notwendigkeit richtet sich nach den zu erzeugenden Mineralölprodukten und den Eigenheiten des Erzeugungs-Verfahrens des betreffenden Werkes; Hauptverbraucher ist die Anlage Zeitz mit einer jährlichen Einbaumenge von 360 t Kontakt mit etwa 290 t W-Inhalt; Austausch in Zeitz durch wolfram-verdünnten Kontakt vorläufig nicht möglich.

2.) Kontakt 8376 (W-verdünnter Hochleistungskontakt auf Tonerdebasis)
Schüttgewicht = 1,0; W-Inhalt = 20 - 25 %(genauer Prozentgehalt konnte noch nicht angegeben werden)
z.Zt. eingebaut = 240 t mit ca. 55 t W,
wird im techn. Großbetrieb erprobt
1944 werden voraussichtlich eingebaut 400 - 450 t mit etwa 88 - 100 t W;

POOR COPY 7

Lebensdauer auf 1 Jahr geschätzt; laufender Verschleiss bei Regenerierung mit 15% angenommen;
Verwendung: Austausch - Kontakt für 5058. Versuche bisher günstig; abschliessendes Urteil erst Ende 1943 möglich; Angabe, von welchem Zeitpunkt ab 5058 in vollem Umfange durch 8376 ersetzt werden kann, ist noch nicht möglich;

3.) Kontakt 6434 (Wolfram-verdünnter Kontakt für Gas-Phase)
Schüttgewicht = 1,0; W-Inhalt = 8%;
z.Zt. eingebaut = 400 t mit etwa 32 t W-Inhalt;
1944 für Einbau möglich höchstens 450 t mit etwa 36 t W-Inhalt;
Lebensdauer etwa 1 Jahr;
Laufender Verschleiss = 100 %, da der verbrauchte Kontakt nicht regenerierbar; W-Rückgewinnung nur durch Aufbereitung für WO_3- Erzeugung mit etwa 50% W-Ausbringen oder über Fe-Erzeugung mit etwa 90% W Ausbringen;
z.Zt. ist eine Menge an verbrauchtem Kontakt mit etwa 35 t W-Inhalt greifbar.

B. Wolframbedarf IV./43 für Benzin-Kontakte.

Die Höhe des W-Bedarfs für IV./43 für Benzin-Kontakte ergibt sich

1.) aus der notwendigen Kontaktbevorratung

Während an dem Kontakt 6434 ausreichende Vorräte vorhanden sind (etwa für 1 Jahr), ist die Vorratslage bei dem Kontakt 5058 unzureichend.
Die notwendige Vorratsmenge an Kontakt 8376 richtet sich nach dem Ergebnis der Versuche zum Austausch von Kontakt 5058. Bevorratung kann also erst nach Vorliegen der Versuchsergebnisse festgelegt werden. Die Herstellung des Kontaktes würde dann successive aus dem nach Verbrauch zum Ausbau kommenden Kontakt 5058 erfolgen.
Von RH-A/Ro wird folgende Bevorratung mit Kontakt 5058 als notwendig anerkannt:

a) gegen normale Betriebsstörungen bei den Hydrierwerken für jedes Werk eine Kammerfüllung,
u.zw. ergibt sich unter Berücksichtigung der W-Verluste in Höhe von 8% bei der WO_3-Herstellung und in Höhe von 6% bei der Kontakt-Herstellung aus WO_3:

POOR COPY

Werk	Zahl der Öfen mit Kontakt 5o58 in einer Kammer	Kontaktmenge in t	W-Inhalt im Kontakt t	W-Verlust in t	W-Bedarf im Erz (65% WO_3 in t)
Zeitz	3	6o	48	7	55,0
Leuna	1	2o	16	2,5	18,5
Scholven	2	4o	32	5,o	37,o
Gelsenberg	2	4o	32	5,o	37,o
Pölitz	1	2o	16	2,5	18,5
Wesseling	1	2o	16	2,5	18,5
Brücks	1	2o	16	2,5	18,5
Blechhammer	1	2o	16	2,5	18,5
Summe	12	24o	192	29,5	221,5

b) zur Vorbeugung gegen Erzeugungsausfälle der Hydrierwerke durch Fliegerschäden bei den Kontaktfabriken ein 3-Monats Vorrat

das sind $\frac{84o}{12} \times 3$ = 21o t Kontakt mit 168 t W-Inhalt = 195 t Bedarf an W im Erz (= 65% WO_3).

Für Bevorratung mit Kontakt 5o58 wird von Ri-A/Ko anerkannt:

gemäss Ziff.a) 24o t Kontakt mit 192 t W-Inhalt = 221 t W-Bedarf im Erz

gemäss Ziff. b) 21o t Kontakt mit 168 t W-Inhalt = 195 t W-Bedarf im Erz

Summe = 45o t Kontakt mit 36o t W-Inhalt=416 t W-Bedarf im Erz.

Davon sind die vorhandenen Bestände von 2o5 t Kontakt bei den Hydrierwerken und 95 t Kontakt bei den Kontakt-Fabriken abzusetzen, und zwar:

3oo t Kontakt mit 24o t W-Inhalt = 28o t W-Bedarf im Erz

so dass für Bevorratung noch hergestellt, bezw. an Erz noch bereitgestellt werden müssen:

15o t Kontakt mit 12o t W-Inhalt = 14o t W-Bedarf im Erz

= etwa 28o t W-Erz (65% WO_3)

2.) aus dem laufenden Kontaktverbrauch:

a) an Kontakt 5o58

in 3 Monaten kommen $\frac{84o}{12} \times 3$ = 21o t Kontakt mit 168 t W-Inhalt zur Regenerierung; bei 15% Regenerationsverlust und 14%

POOR COPY

W-Verarbeitungsverlust bei O_3- und Kontaktherstellung aus WO_3 ergibt sich der Bedarf an W im Erz mit $\frac{168 \cdot 0,15}{0,86}$ =

29 t W im Erz = 55 t W-Erz (65% WO_3)

b) an Kontakt 8376

Die entsprechenden Zahlen für den Kontakt 8376 sind:

zu regenerierende Menge = $\frac{240 \cdot 3}{12}$ = 60 t Kontakt m.13 t W-Inhalt;

W-Bedarf im Erz = $\frac{13 \cdot 0,15}{0,86}$ = 2,3 t = etwa 5 t W-Erz (65% WO_3)

c) an Kontakt 6434

zu regenerierende Menge $\frac{400 \cdot 3}{12}$ = 100 t Kontakt mit 8 t W-Inhal

W-Bedarf im Erz = $\frac{8 \cdot 1,0}{0,86}$ = 9,3 t = 19 t W-Erz (65% WO_3)

Bezüglich W-Rückgewinnung vergleiche Ziffer A 3.

Dem GB Chem ist demnach für IV/43 für die Kontaktherstellung ei W-Bedarf in Höhe von insgesamt

gemäss Ziffer 1) = 140 t W = 280 t W-Erz (65% WO_3)

gemäss Ziffer 2) = 40,6t W= 80 t W-Erz (65% WO_3)

Summe 180,6t W = 380 t W-Erz (65 % WO_3)

= 60 moto W = 120 moto W-Erz (65% WO_3)

zuzuerkennen.

Unter Berücksichtigung der Kapazitäten der Kontaktfabriken ist vom GB Chem für IV./43 ein Bedarf von 48,8 W= ca.100 moto W-Erz für Kontaktbevorratung und Verschleiss angemeldet werden. Rü-A/Ro wird bei der Zentralen Planung die Zuteilung dieser Menge befürworten.

Bei Zuteilung dieses Bedarfs wird die Wolfren-Lilanz nur mit 48,8 minus 10,3 = 38,5 moto W belastet, da an verbrauchtem Kontakt 6434 für die Erzeugung von Ferrowolfram 450 t Kontakte mit 35 t W-Inhalt entsprechend 31 t W in Ferro-Wolfram zur Verfügung stehen (Vergl. Ziff.A 3)!

Die für die notwendige Kontaktbevorratung erforderliche Restmenge an W in Höhe von 11,2 moto W muss für I./44 zusätzlich zu der für die Abdeckung des laufenden Verschleisses benötigten Menge bereitgestellt werden.

POOR COPY 7

06450

C. Voraussichtlicher W-Einsatz 1944 für Benzinkontakte.

Der W-Bedarf für 1944 wird voraussichtlich betragen:

Für etwa 2oo t neuen Kontakt 8376			6o t W im
" " 5o t " " " 6434			5 t " "
Für Ausgleich der Verluste bei der Regenerierung von			
55o t Kontakt 5o58		$\frac{44o.o,15}{o,86}$ =	72 t " "
45o t " 8376		$\frac{1oo.o,15}{o,86}$ =	18 t " "
45o t " 6434		$\frac{36 \cdot 1,o}{o,86}$ =	42 t " "
			197 t W im J

Einschliesslich einer geringen W-Menge für Sonderkontakte ist mit meinem Bedarf von 2oo t = 17 moto W im Erz zu rechnen. Dieser Bedarf erhöht sich für I/44 um die für die notwendige Kontaktbevorratung noch benötigte Restmenge von 11 moto (vgl. Ziff.B Seite 4 unten) auf 28 moto W im Ers, so dass insgesamt für 1944 etwa 235 t W im Ers für Herstellung von Kontakten eingesetzt werden müssen. Die W-Bilanz für 1944 wird bei Zuteilung in dieser Höhe höchstens mit 2oo t W belastet, da 1944 an verbrauchtem Kontakt 6434 mindestens 45o t mit etwa 35 t W für die Erzeugung von Fe-W anfallen.

D. W-Einsatz für Benzinkontakte ab 1945

Die künftige Entwicklung des W-Einsatzes für Benzinkontakte hängt davon ab, ob und von welchem Zeitpunkt ab der Kontakt 5o58 durch den Kontakt 8376 in voller Höhe ausgetauscht werden kann.

Unter der Annahme, dass dieser Austausch ab 1945 möglich ist, ergibt sich W-mässig:

Die Bestände an fertigem einsatzfähigem Kontakt belaufen sich Anfang 1945 auf

45o t	Kontakt aus der Bevorratung IV/43 u. I/44
245 t	" " " Senkung der Kontaktmenge 1943 von 84o t auf 55o t für 1944 abzüglich 15% Verschleiss bei der Regenerierung.
Summe:	695 t Kontakt mit 556 W-Inhalt

Dazu kommen die Bestände an fertigem Kontakt 6434 in Höhe von etwa 4oo t mit etwa 32 t W-Inhalt. Insgesamt steht aus den Beständen in fertigem Kontakt also eine W-Menge von 556 + 32 = 588 t zur Verfügung.

- 6 -

POOR COPY

06451

Weiterhin ist aus den zum Ausbau kommenden 550 t Kontakt 5058 nach Abzug des Regenerationsverlustes eine W-Menge von 550.0,8.0,85 = 375 t verfügbar, insgesamt also 588 + 375=963 t

Davon geht der Bedarf für die Herstellung von $\frac{550}{2,5}$ = 220 t neuem Kontakt 8376 in Höhe von $\frac{220 \cdot 0,22}{0,86}$ = 42 t ab, so dass für die Deckung des laufenden Verschleisses der eingebauten Kontakte 8376 und 6434 verbleiben

963 - 42 = 921 t .

Der laufende W-Bedarf für die Deckung des Regenerierungsverlustes beträgt:

Für 450 + 220 = 670 t Kontakt 8376 $\frac{670 \cdot 0,22 \cdot 0,15}{0,86}$ = 26 jato

für 450 t Kontakt 6434 $\frac{450 \cdot 0,08 \cdot 1,0}{0,86}$ = 42 jato

Insgesamt 68 jato

d.h. aus der W-Menge, die dem GB Chem in Kontakten Ende 1944 zur Verfügung steht, könnte der W-Bedarf für die Kontakte 8376 u.6434 ohne Belastung der W-Bilanz für $\frac{921}{68}$ = 13,5 Jahre gedeckt werden, wobei Ende jeden Jahres aus verbrauchtem Kontakt 6434 für die Erzeugung von Fe-W 32 t W (in Fe-W gerechnet) zurückfliessen. Die bis Ende 1944 in Kontakt 5058 investierte W-Menge stellt eine Reserve dar, auf die ggf. zugunsten des metallurgischen Sektors zurückgegriffen werden kann.

E. Massnahmen zur Sicherstellung sparsamsten W-Einsatzes für Kontakte

1.) Bei der WO_3-Erzeugung

Ausgangsmaterial für die Herstellung der Benzinkontakte ist WO_3. Die benötigten WO_3-Mengen werden zurzeit ausschliesslich in Bitterfeld erzeugt. Je nach Belastung der WO_3-Anlage in Bitterfeld sollen die W-Verluste bei der Umarbeitung von Erz auf WO_3 zwischen 8-20% betragen. Zurzeit bestehen bereits für die Kontaktfabriken nach Angabe des GB Chem u.der Asyn Schwierigkeiten, aus Kapazitätsgründen in Bitterfeld WO_3 in dem erforderlichen Umfange zu erhalten.

Da bei der vorgesehenen Bevorratung mit Kontakt 5058(vgl. Ziff.B) die WO_3-Anlage in Bitterfeld stärkstens belastet werden wird, muss von der Fachabteilung Ferro-Legierungen beschleunigt geprüft werden, welche anderen WO_3-Anlagen zur Vermeidung einer Vergeudung von W bei der Umarbeitung von Erz auf

POOR COPY

WO_3 über den normalen Verlustsatz von 8% hinaus zur Erzeugung der in IV/43 und I/44 benötigten WO_3-Menge für Kontakte heranzuziehen sind. Von der Fachabteilung wäre je nach Ergebnis der Prüfung das Erforderliche zu veranlassen.

2.) Bei Aufarbeitung verbrauchter Kontakte

a) Kontakt 6434

Wie bereits unter Ziff.A 3) vermerkt, steht zurzeit eine Menge an verbrauchtem Kontakt 6434 mit 35 t W-Inhalt zwecks Rückgewinnung des W zur Verfügung. Da die Aufarbeitung des Kontakts auf WO_3 einen W-Verlust von 50% zur Folge haben würde, bei Verarbeitung dieser Kontakt-Menge auf Fe-W jedoch voraussichtlich nur ein W-Verlust von 10% entsteht, wäre weiterhin von der Fachabteilung Ferro-Legierungen die Aufarbeitung sowohl der zurzeit bereits verfügbaren wie der künftig anfallenden Mengen an verbrauchtem Kontakt 6434 auf Fe-W in Bitterfeld oder in einem anderen Ferro-Legierungswerk zu klären.

b) Kontakt 5058 und 8376

Die W-Verluste bei der Regenerierung der verbrauchten Kontakte 5058 und 8376 betragen 15%. Es ist anzunehmen, dass bei Einsatz der verbrauchten Kontakte für die Erzeugung von Fe-W höchstens 10% an W verloren geht. Mit Rücksicht auf die vor allem im Kontakt 5058 investierte, hohe W-Menge wäre ferner von der Fachabteilung Ferro-Legierungen in Zusammenarbeit mit dem GB Chem und der Asyn zu klären, ob und inwieweit auf die Regenerierung verbrauchter Kontakte 5058 und 8376 zu verzichten ist, die verbrauchten Kontaktmengen nach Ausbau aus den Hydrierwerken zur Erzeugung von Fe-W einzusetzen sind und dafür Ers zur Herstellung neuer Kontakte bereitzustellen ist.

POOR COPY

8

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

06453

Forschungsbericht
Nr. 559

3. Juni 1942 Ry/Ba

Benzinierung von Braunkohle- und Steinkohlenteer mit einigen Kontakten.

(Kracken + Hydrieren, 9. Mitteilung).

Zusammenfassung.

1. In Vergleich mit 6434 wurden die Kontakte:
   7421 : 6109 + 20 ZnS + 1 MoS_2
   8597 : 6109 + 20 FeS
   8642 : 6752 (Synth. Al-Silicat) + 20 ZnS + 1 MoS_2
   geprüft.

2. Mit beiden Oelen wurden zunächst mit dem Kontakt auf synth. Al-Silicat wie mit dem Ferrosulfid-Kontakt höhere Aromatenkonzentrationen in Benzin und höhere Oktanzahlen beobachtet. Auch die Raffinatoktanzahlen liegen etwas günstiger. Kontakt 8642 ist dem Kontakt 8597 weit überlegen, benötigt jedoch eine um 1-15 aF höhere Arbeitstemperatur und gibt wesentlich höhere Vergasung.
   gibt

3. Reitbrooköl/gegenüber Bruchsaler Benzine, die in den höheren Fraktionen ganz wesentlich klopffester sind, was nicht nur auch auf den höheren Aromatengehalt zurückzuführen ist, sondern auch auf stärkere Verzweigung der Paraffine.

4. Mit Reitbrooköl und Kontakt 8642 auf synthetischem Al-Silicat werden Benzine erhalten, die in den oberen Fraktionen mindestens ebenso gut sind wie die aus Steinkohlenverflüssigung.

ges. Retter

Gemeinsam mit:

Dr. Peters — Dr. v. Funer
" Grassl — " First
" Günther — " Meier
D'Ch. Trefimow

ZW 1286

POOR COPY

8