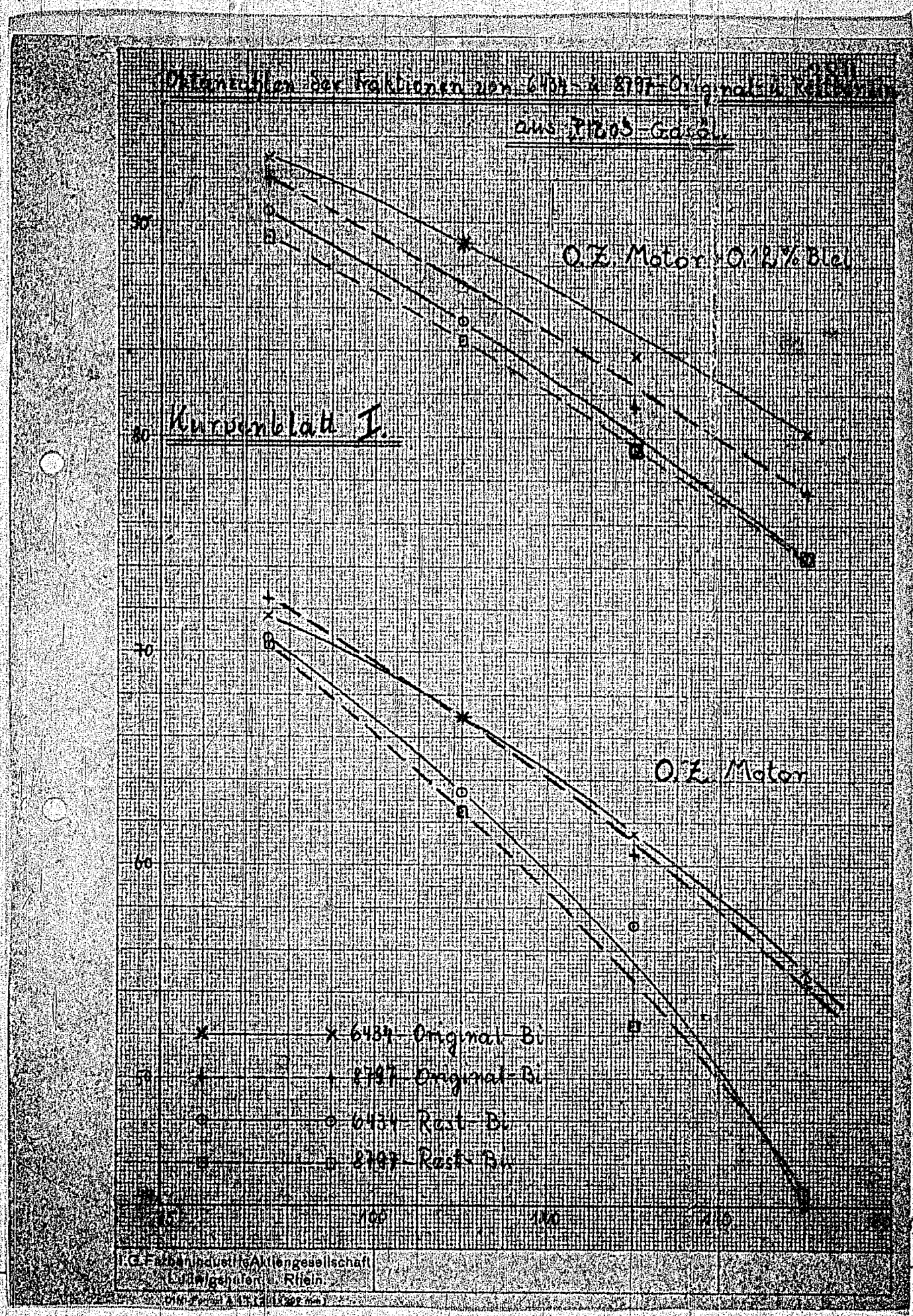
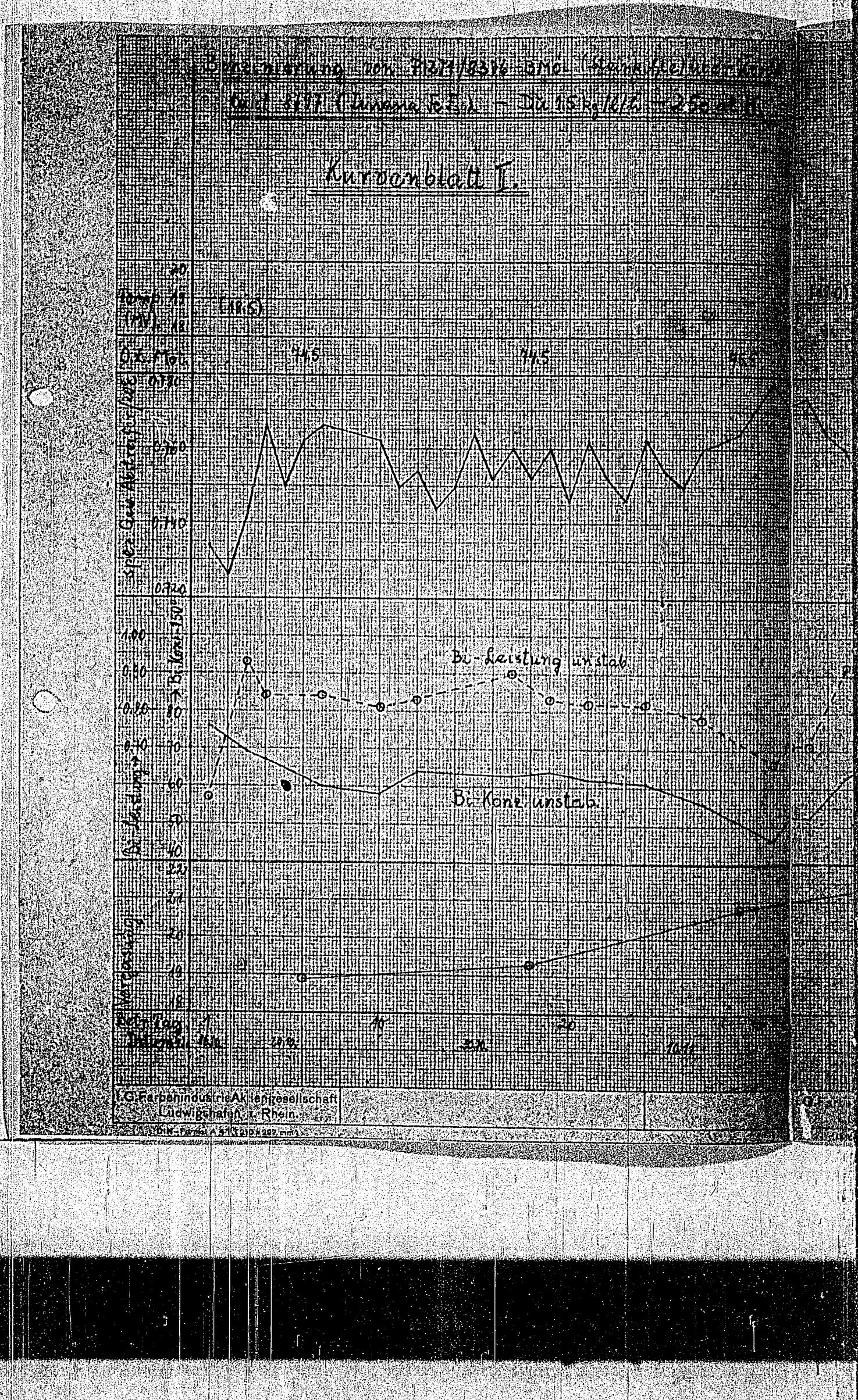
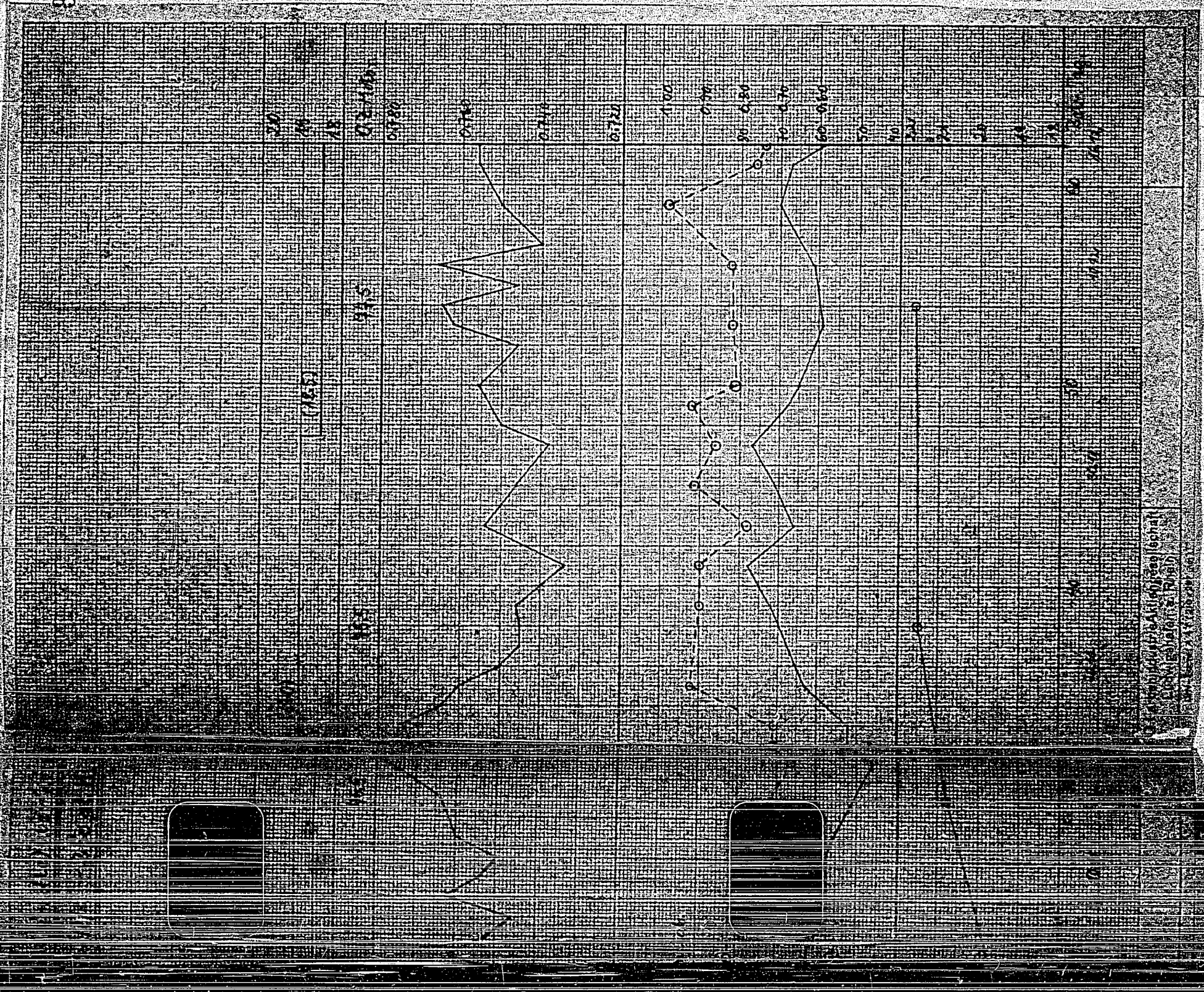
Oktanzahlen der Fraktionen von 6434 + 8197 Original Bi aus Tl_2O_3-Gasöl



Versuch Nr. 3177 (Anlage Fe 3/1) — Di 15 kg/l/h — 250 °C

Kurvenblatt I.





TITLE PAGE

73. 5058 Kontakt in Kombination mit 7846-Kontakt.

Catalyst 5058 in combination with catalyst 7846.

Frame Nos. 382 - 384

2c 382 1 Durchschrift

Hochdruckversuche
Lv 3/5.

28. Januar 1942. Scha/Le.

(73)

5058 Kontakt in Kombination mit 7846-Kontakt.

Da die beiden Kontakte in verschieden hohen Temperaturbereichen arbeiten, war von Leuna der Vorschlag gemacht worden, den Vorheizer nach dem 5058- und vor dem 7846-Kontakt einzuschalten. Dabei arbeitete der 7846-Kontakt in neuem Zustand bei einer Temperatur von 22,5 MV.

Inzwischen wurde ein etwas anderer Kontakt entwickelt 7846 W oder 8676, der bei 1/2 - 1 MV tieferen Temperatur arbeitet. Nimmt man nun einen gegebenen Verlauf der Kontakttemperaturen über einen Zeitraum von z.B. 2 Jahren an und ebenso einen erfahrungsgemässen Abfall der K-Werte der Regeneratoren, so findet man, dass die Wärmeleistung des Vorheizers (vor Ofen II) stetig abnimmt, während nach etwa 13 Monaten auch vor dem Ofen I eine zusätzliche Aufheizung notwendig wird (Anlage 1.); umgekehrt arbeitet im ersten Jahr die Regeneration noch so gut, dass die Eintrittstemperatur in den 5058-Ofen mittels Kaltgas - das dem Eingangsgas entnommen werden kann - gesenkt werden muss.

Wenn auch einige Voraussetzungen gemacht werden müssen hinsichtlich Durchsatz, Wärmetönung, K-Wert der Regeneratoren, Temperaturlage der Öfen usw. besonders in Abhängigkeit der Lebensdauer der Kontakte, so zeigen die Bilder doch, dass u.U. die starre Schaltung des Vorheizers zwischen den beiden ersten Öfen nicht mehr brauchbar ist.

Um eine zweckentsprechende Schaltung der Vorheizung empfehlen zu können, ist Voraussetzung, dass folgende Punkte geklärt sind:

1.) Temperaturverlauf beider Kontakte in Abhängigkeit von der Zeit,
2.) Durchsatz evtl. ebenso in Abhängigkeit von der Zeit,
3.) Gasmenge Eingang " " " " "
4.) Wärmetönung " " " " "
Wärmetönung in Abhängigkeit von den 3 Öfen.

Es wird sich u.U. herausstellen, dass eine Aufteilung in 2 unabhängige Vorheizer zweckmässig ist.

gez. Schappert

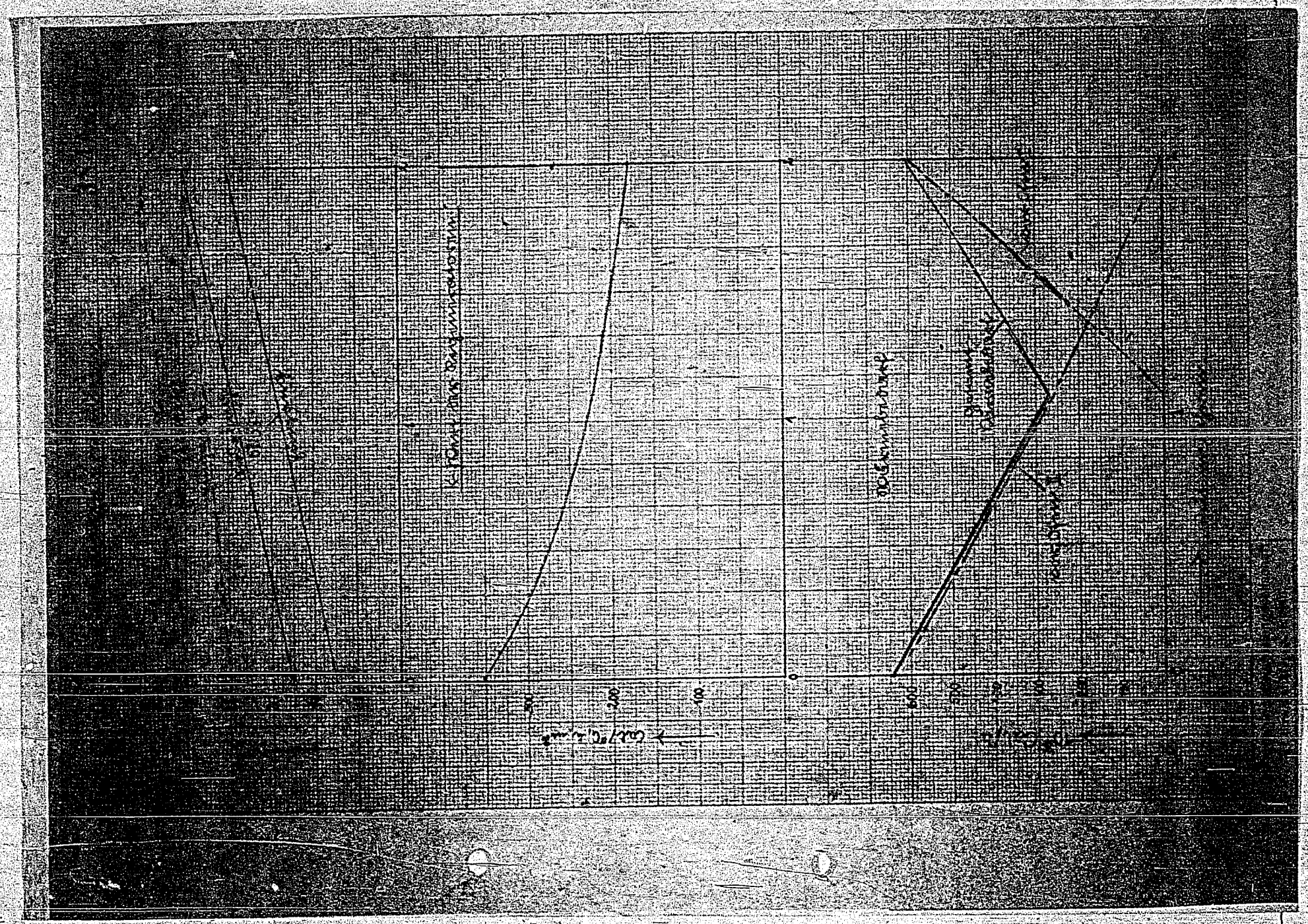
Anlagen

1988?

Anlage II.

5058 + Ersatzkontakt.

Durchsatz	t/h	20 (C = 0,65)			
Eingangsgas	m³/h	35 000			
Wärmetönung	Cal./kg	200			
Zeit	Jahren	0			2
Temp. der Öfen I	°C mV	18,5 ⇔ 19,5 365 ⇔ 382		18,75 - 20,75 386 ⇔ 404	21,0 ⇔ 22,0 408 ⇔ 425
II	°C mV	21,0 ⇔ 22,0 408 ⇔ 425		21,5 - 22,5 418 ⇔ 434	22,0 ⇔ 23,0 425 ⇔ 442
Kaltgas	m³/h	21 000		20 500	20 500
Wärmeart Reg. Hinweg	Cal/°C	21 200			
" Rückweg		29 900		29 800	29 800
Regeneration					
Temp.-Bild	°C	113 425 30 403		132 434 30 390	446 442 30 383
Temp.-Diff.	°C	46		69	84
K-Wert	Cal/°C h m²	350		230	180
Fläche	m²	564 = 8 Reg.			
Wärmebedarf					
vor Ofen I	10³ Cal/h	⇔		⇔	⇔
" " II	" "	630		290	605


Kraftstoffverbrauch
Leistung
Drehzahl

TITLE PAGE

74. Versuche im 1-ltr. Ofen zur Spaltung von Abstreiferschweröl aus Steinkohle bei 250 atm mit fest angeordetem, regenerierbarem Kontakt.

Experiments in the 1 ltr. furnace aiming at the splitting of stripper heavy oil from bituminous coal at 250 atm with solid-bed, regenerable catalyst.

Frame Nos. 385 - 398

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

386

15. Oktober 1943 Rtz/Fe

Versuche im 1-ltr-Ofen zur Spaltung von Abstreiferschweröl aus Steinkohle bei 250 atm mit fest angeordnetem, regenierbarem Kontakt.

(74)

Zusammenfassung:

Ein sehr aschearmes Abstreiferschweröl aus oberschlesischer Kohle bzw. eine leichtere und eine schwerere Fraktion daraus wurden bei 250 atm Druck im geraden Durchgang über DHD-Kontakt K 7260 verarbeitet. Der Kontakt zeigte dabei Abklingen, das eine Regeneration nach einem Betriebszyklus von 200-350 Stunden (je nach der verwendeten Fraktion) erforderlich machte. Es wurde dabei eine (Neu-) Leistung -325°C von etwa 0,4 erzielt, wobei der Anfall -325° zu etwa ¼ aus Benzin -170° mit 25-30% Aromaten und OZ Motormethode + Pb 69/82 ohne Oxobenzin und zu etwa ¾ aus einem wasserstoffarmen, praktisch phenolfreien, aber noch stark stickstoffhaltigen Mittelöl bestand (A.P. -15 bis -20°, Phenole unter 0,1%, Basenzahl 200-1000). Das Schweröl dürfte bei Rückführung, die möglich erscheint, da es gegenüber dem Ausgangsöl in gleichen Fraktionen nur um etwa 4° im Anilinpunkt wasserstoffärmer ist, zu einer gewissen Erniedrigung der Vergasung führen. Das aus dem Mittellauf und wahrscheinlich auch das aus dem Gesamtabstreiferschweröl erhaltene Schweröl stellt ferner ein gutes Heizöl dar, während das aus dem Vorlauf erhaltene Schweröl in spezifischem Gewicht und Stockpunkt nicht ausreichend ist. Im einzelnen lassen sich aus den Versuchen folgende Anhaltswerte ableiten:

	Gesamtabstreiferschweröl		45% Vorlauf	45% Mittellauf	Verarbeitg.d. Abstr.Schweröls in 5'Ph. bei 300 at 600 at zum Vergleich
Druck atm	250		250	250	300 600
Durchsatz kg/l/h	0,8	0,6	0,8	0,8	" "
Zyklusdauer/Stdn.	275[1]	350[1]	350	200	" "
Temp.d.Zykl. Anfang	24,5	24	24	24,5	ca.25 "
Ende	26,5	26,5	26,5	26,5	" 26 "
Leistung (Neuleistung) -325° Vergasung/Anfall -325°+Vergasung	0,35-0,4 geschätzt von 14-18% ansteigend	0,30	0,45 von 8-12 % ansteigend	0,35 v.25-30% ansteigend	ca.22 0,34 " 22% 10%
Anfall: Sp.Gew./20°	0,990	0,990	0,970	0,990	
-170°: %	ca.10	ca.10	ca.10	ca.10	
Sp.Gew.[1]	0,780	0,790	0,765	0,780	
A.P.	+20	+12	+15	+20	
170-325°: %	30	32	38	30	
Sp.Gew./20°	0,925[1]	0,930	0,925	0,930	
A.P.	-15	-20	-15	-20	
% Phenole	0,07	0,01	ca.0,01	ca.0,05	
Basenzahl mg	+	ca.500	ca.200	ca.1000	
325°: %	60	58	52	60	
Sp.Gew./50°	1,035[1]	1,035[1]	1,015	1,040	
Stockpunkt	-	-	+13	-9	

1) geschätzt

Die Vergasung, die, abgesehen von der Verarbeitung der schweren Fraktion (45% Mittellauf), verglichen mit der Verarbeitung des Schweröls in Sumpfphase durchaus tragbar erscheint, ist mit einem mittleren C von etwa 2 etwas niedriger molekular als beim DHD-Verfahren. Bei einer zweistufigen Fahrweise: 1. Stufe 600 atm Sumpfphase auf Heizölüberschuß, 2. Stufe Verarbeitung des Schwerölüberschusses in Gasphase bei 250 atm wie hier (bzw. mit Rückführung) dürfte sich ein Vorteil in der Vergasung gegenüber der einstufigen Verarbeitung bei 600 atm in Sumpfphase ergeben.

Aus der leichteren und der schwereren Fraktion wurden sehr ähnliche Produkte erhalten (vgl. Kurvenblatt 1), dabei war aus der leichteren Fraktion das Benzin etwas wasserstoffärmer und das Mittelöl etwas wasserstoffreicher, ferner das Mittelöl in den unteren Fraktionen etwas voller als aus der schwereren Fraktion. Genauere Produktuntersuchungen stehen noch aus. Andeutungen für irgendwelche prinzipiellen Schwierigkeiten ergaben sich bei den Versuchen nicht.

Versuchsverlauf:

Zur Durchführung von Versuchen zur Spaltung von Schweröl über fest angeordnetem Kontakt wurde ein Abstreiferschweröl von Ka 804 aus oberschlesischer Kohle K 1242 (Heizölfahrweise) gewählt, das nach Filtration (zur Vermeidung von Störungen durch auffällige feste Anteile) einen Feststoffgehalt von 0,08 %, einen Aschegehalt von nur 0,008 % und 0,9 % a-Asphalt hatte. Das Schweröl wurde ferner durch Vakuumdestillation in 45 % Vorlauf, 45 % Mittellauf und 10 % Rückstand zerlegt. Mit dem Vorlauf und dem Mittellauf wurden ebenfalls Versuche durchgeführt (Einspritzprodukte vgl. Tabelle 1).

1. Einbau:

Ofen 308,500 ccm; K 7360, Fe0 1820-1901, 4-8 mm Körnung, 350 g.
Einspritzung: Abstreiferschweröl von Ka 804 aus oberschlesischer Kohle K 1242 (P 1585 vom 17. 7. 43, filtriert vom 18. 7. 43), 400 g/h=Durchsatz 0,8 kg/ltx/h.
Sonstige Bedingungen: Druck 250 atm, 3 obm Gas/kg Öl, gerader Durchgang, ohne Gaskreislauf, ohne Schwefel. Der Versuch wurde bei 23 MV angefahren, nach 24 Stunden wurde die Temperatur auf 24 MV und nach weiteren 24 Stunden auf 25 MV erhöht. Nach 85 Stunden Betriebszeit sollte der Ofen auf Regeneration umgestellt werden. Dabei ging infolge einer Verstopfung der Regenerationsausgangsleitung und damit zusammenhängender falscher Regulierung der Regenerationsluft die Temperatur im Ofen hoch, sodaß die Innenelemente festbrannten und der Ofen ausgebaut werden mußte.

Bei diesem Versuch, über dessen näheren Verlauf Tabelle 2 orientiert, wurde die Vergasung nicht ermittelt. Die Temperatur wurde rascher vorgefahren, als auf Grund des Nachlassens der Kontaktaktivität erforderlich gewesen wäre, wie sich aus der jeweiligen Zunahme der Spaltung bei Erhöhung der Temperatur ergibt. Außerdem war die Temperatur am Schluß des Versuches mit 25 MV noch nicht ausgefahren, sodaß noch mit einer erheblich längeren möglichen Zyklusdauer als 85 Stunden gerechnet werden kann.

2. Einbau:

Wiederholung des 1. Einbaus mit frischem Kontakt. Versuchsbedingungen im wesentlichen wie oben, aber etwas kleinerer Durchsatz (0,6 kg/ltx u. Std.). Der Versuch wurde bei 24 MV angefahren. Nach 24 Stunden wurde die Temperatur auf 24,5 MV erhöht. Der Versuch lief dann weiter

teilweise in Tabelle 5 enthalten

30 Stunden ohne deutliche Anzeichen von Abklingen (vgl. Tabelle 2, Kontakte von Anilinpunkt, Phenolgehalt, %-> 325° und ->350°, allerdings sogenanntes gewaschenes etwas ansteigendes spezifisches Gewicht), und wurde dann durch die Explosion am 20.7.43 unterbrochen, wobei noch drei Gasanalysen dieser Fahrperiode verlorengingen.

In dieser Fahrperiode war die Spaltung bei 24,5 MV nur unwesentlich höher als bei dem ersten Versuch mit höherem Durchsatz bei 25 MV, die Spaltung dagegen bei 24,5 MV etwa so wie im ersten Versuch bei 24 MV, sodaß der geringere Durchsatz keine Vorteile zu bieten scheint. 1)

Nach glatt verlaufener Regeneration wurde der Versuch mit der leichten Fraktion des Abstreiferschwerölz (P 1535, 45 % Verlauf vom 20.7.43, vgl. Tabelle 1) bei einem Durchsatz von 0,8 kg/ltr u. Std. und einer Anfangstemperatur (323-stündigen) Fahrperiode mehrfach erhöht werden, um die Spaltung (Mittelölleistung) konstant zu halten, und zwar nach 24 Stunden auf 24 MV, nach der 48. Stunde auf 24,5 MV, nach der 74. Stunde auf 25 MV, nach der 180. Stunde auf 25,5 MV und schließlich nach der 215. Stunde auf 26,5 MV. Würde man 26,5 MV als großtechnische Gasmaßtemperatur ansetzen, so wäre dieser Versuchszyklus mit 323 Stunden ebenfalls noch nicht ganz ausgefahren gewesen, da die 26,5 MV-Periode abgebrochen wurde, ehe sich ein deutlicher Abfall der Leistung zeigte. Bei Umstellen auf Regeneration ging die Temperatur im Ofen offenbar durch zu starke Luftzugabe hoch, sodaß die Druckseite Thermoelementhülse durchbrannte und der Ofen ausgebaut werden mußte.

Der vom früheren Verlauf dieses Versuches mit P 1535-Verlauf orientierte Anhalt 3. anerkennt daraus, daß sich die Produkteigenschaften beim Vorfahren der Temperatur innerhalb des Zyklus nur wenig ändern, die Produkte werden möglicherweise lediglich etwas wasserstoffärmer, da hier die Vergasung mit der Temperatur deutlich ansteigt. Der letzte Wert mit ca. 17 % bezogen auf Anfall -325° + Vergasung dürfte vielleicht etwas zu hoch sein, da das mittlere C im Ofengas bei dieser Analyse mit 1,3 bestimmt wurde, während sonst im allgemeinen Werte von 1,1 bis 1,3 gefunden wurden. Den Angaben über die Vergasung liegt die Annahme zugrunde, daß das im Abstreifer gelöste Gas das im Ofengas und Produktgas enthaltene Kohlenstoff um 0,5% bezogen auf Einspritzung übersteigt, da zu der fraglichen Zeit infolge der Explosionsschäden keine Bestimmungen von Gasbenzin und gelöstem Gas durchgeführt werden konnten. Da eine Einzelbestimmung des gelösten Gases bei dem späteren Versuch mit P 1585-Mittellauf nur 0,7 % bezogen auf Einspritzung ergab, dürfte die obige Annahme von 0,5 % eine obere Grenze darstellen und die wahren Vergasungszahlen höchstens etwas niedriger sein als die unter obiger Annahme errechneten.

3. Einbau:

Wiederholung des 1. und 2. Einbaues mit frischen Kontakten. Einspritzung = schwere Fraktion aus Abstreiferschweröl = P 1585 - 45% Mittellauf vom 20. 7. 43. Durchsatz 0,8 kg/ltr und Stunde, 4 Stunden bei 24 MV und 230 atm, dann regeneriert und 250-stündiger Dauerversuch bei 250 atm Gesamtdruck, Anfangstemperatur 24,5 MV und folgende Temperaturerhöhungen: nach der 40. Stunde auf 25 MV, nach der 80.

1) Die Raffination ist anscheinend bei dem geringeren Durchsatz etwas besser, wie sich aus den Phenolgehalten ergibt. Für die Stickstoffraffination liegen allerdings keine Unterlagen vor.

2) von 25 MV fortgesetzt. Die Temperatur mußte während dieser fast 14-tägigen

Stunde auf 26 kV, nach der 125. Stunde auf 26,5 kV und nach der 220. Stunde auf 27 kV. Außerdem wurden von der 170. Stunde ab der Einspritzung 2 % CS_2 zugesetzt, ohne daß sich aber irgend ein deutlicher Einfluß der Schwefelung der Einspritzung geneigt hätte. Am Schluß dieses Versuchszyklus zeigte sich ein deutlicher Leistungsabfall, d.h. bei geforderter einigermaßen konstanter Leistung hätte der Zyklus schon früher abgebrochen und der Kontakt regeneriert werden müssen. Beim Umstellen auf Regeneration zeigte sich, daß bei dem schweren Einspritzprodukt einstündiges "Trockenfahren" vom Abstellen der Einspritzung bis zum Entspannen des Ofens nicht genügte, denn es ergab sich anschließend bei 5 atm ein ungenügender Stickstoffdurchgang. Der Ofen wurde daraufhin bei 250 atm H_2-Druck und 10 kV 5 Stunden mit P 151 (Schwerbenzin (= Schwerbenzin aus ungarischem Benzin) bei Durchsatz 0,3 gespült und konnte daraufhin einwandfrei regeneriert werden.

Anschließend soll noch festgestellt werden, ob der Kontakt nach dem Schwerölversuch noch seine volle Dehydrierbarkeit unter DHD-Bedingungen besitzt. Die allerletzten Versuche mit P 151 (Schwerbenzin bei 20 atm wurden aber versehentlich mit Durchsatz 1,0 anstelle von 0,5 (normaler DHD-Durchsatz bei Prüfung im 1-ltr-Ofen) durchgeführt, sodaß diese Ergebnisse nicht eindeutig ist. Eine Wiederholung dieser Festversuche mit Durchsatz 0,5 ist beabsichtigt.

Die Ergebnisse der Produktuntersuchungen (vgl. Tabellen 2-4 und Kurventblätter) sind in der Zusammenfassung besprochen.

Gasanalysen, Produktuntersuchungen (Benzin mit Oktanzahlen, Mittelöl mit Cetenzahl, Heizöleigenschaften des Schweröls) stehen noch aus.

Vergleich mit Verarbeitung des Abstreiferschweröls in Sumpfphase bei 300 atm.

Ein Versuch im 10-ltr-Ofen bei 300 atm mit Schweröleinführung hatte ergeben, daß eine Verarbeitung des Abstreiferschweröls für sich allein bei 300 atm eine hohe Temperatur erforderlich hat. Selbst bei etwa 26 mV wurde eine Benzin- + Mittelölleistung von nur etwa 0,22 bei einer Vergasung von etwa 22 % erhalten. Das Benzin dürfte wie in vorliegenden Versuch ziemlich aromatenreich, vielleicht sogar noch aromatenreicher und das Mittelöl ziemlich phenolhaltig (ca. 1% ?) gewesen sein. Eine Untersuchung dieser Sumpfphaseprodukte liegt nicht vor, da sie infolge der Explosion am 29. 7. 43 verloren gingen. Insgesamt dürfte die Verarbeitung des Abstreiferschweröls in Sumpfphase bei 300 atm nach den vorliegenden Zahlen aber wenig aussichtsreich sein, insbesondere dürfte sich kein Vorteil in der Vergasung ergeben, wenn man Anstelle der direkten Fahrweise auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm in einer ersten Stufe bei 600 atm auf Heizölüberschuß fahren und in einer zweiten Sumpfphasestufe bei 250 atm das Schweröl zu Benzin und Mittelöl spalten würde. Demgegenüber dürfte sich ein Vergasungsvorteil ergeben, wenn man die zweite Stufe, die Spaltung des Abstreiferschweröls wie hier, in Gasphase ausführt.

Gemeinarbeit:

Dr. Donath,
Dr. Kornmann,
Dr. Rottax,

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann,
Dr. Pasore,
Dr. Mesle,
Dr. Meier.

x) Vgl. Anhang

xx) teilweise in Tabelle 5 enthalten.

Tabelle 1.

Anlage 31 a

	P 1585 v. 17.7.43, fl. erlaubt vom 19.7.43		
	Original	45% Vorlauf	45% Mittellauf
Spezifisches Gewicht/50°	1,056	1,024	1,062
Asphalt bestimmt bei 310°	838	326	–
	2,4	40,5	–
Pentan	0,03	–	–
Asche	0,005	–	–
n-Asphalt	0,9	–	–
Vakuumdestillation		(10 mm)	(15 mm)
Beginn		172	201
% bei 200°		50,8	–
225		78,2	8,6
275		–	77,5
325		–	93,8
Endpunkt °C		273	385
%		95,6	
–200°			
Spezifisches Gewicht A.P. in Mischung		1,025/40	1,051/40 + 19,5
200–225°			
Spezifisches Gewicht		1,038/40	
225–275°			
Spezifisches Gewicht A.P. in Mischung		1,030/40	1,049/60 + 31,2
≥ 275°			
Spezifisches Gewicht			1,053/20
A.P. in Mischung			+ 20,4
Koksteat		0,10	0,23
% S		0,056	0,043

Tabelle 2.

Versuche mit Dreibahnpostleermaschine (P-1585 v. 17.7.43, Fil-trieb v. 19.7.43.

1. Einbau (Ofen 305)

Datum 1943 Betriebsstunden	19.7. a 21	20.7. a 45	21.7. c 69	22.7. b 85	
Druck atü Temperatur KV Durchsatz	250 23 0,8	250 24 0,8	250 25 0,8	250 25 0,8	
Leitstufe -325° Neuleitstufe -325°	0,26 0,24	0,30 0,30	0,39 0,39	0,39 0,39	
Anfall:					
Spez. Gewicht/20°	1,010	1,005	0,986	0,986	
Anilinpunkt °C	+21		+17	+17	
A.P. -170°	+9		+19	+19,5	
A.P. 170-325°	-7,0 ber.		-15 ber.	-21 ber.	
ASTM. Beginn	117	106	85	94	
% - 170°	4		5	7	
325	21		41	41	
330	41	40,5	55	(68?)	
350	62		69	70	
% Phenole -325°	-	-	-	0,07	

2. Einbau (Ofen 309)

Datum 1943 Betriebsstunden	26.7. bc 22	26.7. c 46	27.7. abc 70	28.7. bc 86	29.7. bc 106
Druck atü Temperatur KV Durchsatz	250 24 0,6	250 24,5 0,6	250 24,5 0,6	250 24,5 0,6	250 24,5 0,6
Leitstufe -325° Neuleitstufe -325°	0,30 0,30	0,28 0,28	0,30 0,30	0,30 0,30	0,32 0,32
Anfall:					
Spez. Gewicht/20°	0,970	0,976	0,985	0,990	0,986
A.P.	+17,0	+17,0	+16	+17,5	+17,0
A.P. -170°	-1,0 ber.	-15,0ber.	=	+12,0	+12,5
A.P. 170-325°				-19,0ber.	-19,0ber.
ASTM. Beginn °C	89	84	90	114	106
% - 170°	12,5	8	7	9,5	8
325	42	42	42	42	45
330	60	62	62	62,5	65
350	70	72	72	72	74
% Phenole	-	-	0,02	0,009	0,005
Asche mg/kg			450		

Tabelle 3: Versuche mit Abstreiferschwerö

Einspritzung	2. Einbau				
	P 1585 vom 20. Juli 1943 / 45 % Vorlauf				
Datum 1943	5.8.bis6	6.8. bis	7.8.bis	9.8.bis	12.8.
Betriebsstunden Gesamt 1 Zyklus	152/46	176/70	200/94	248/142	309/
Druck atm	250	250	250	250	250
Temperatur MV	24	24,5	25	25	25,5
Durchsatz kg/l/Std.	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Frischöl %	100	100	100	100	100
cbm Gas/kg Öl	3	3	3	3	3
% P 471	0	0	0	0	0
Leistung -325°	0,45	0,46	0,50	0,48	0,40
Neuleistung -325°	0,45	0,46	0,50	0,48	0,40
Vergasung/Anfall+Vergasung	4,2	4,5	5,2	5,0	6,0
Vergasung/Anf.-325° + Verg.	8,3	9,1	9,6	9,5	13,1
Gesamtprodukt:					
Spezifisches Gewicht/20°	0,970	0,966	0,962	0,966	0,97
Anilinpunkt °C	+14,0	+12,5	+14,0	+15	+16
ASTM - Beginn	98	86	80	80	80
% - 100°	-	1	1,5	1,5	2
150	5	6	6	5	5
170	7	8	8	7	7
200	10	11	10,5	10	10
250	16	16	16	16,5	15
300	30	29	33,5	30	29,5
325	49	47	51,5	50	41,5
350	77	71	76,5	72	66
360	90	82	87	83	75
-325°: Gewichts-%[1]	(49)	(47)	(51,5)	(50)	(41,5
Spezifisches Gewicht/20°					
A.P. -170°	+16	+18,5	+15,5	-	-
" " 170-325°	-9,0 ber.	-13,0ber.	-15,0ber.	-	-
ASTM-Beginn					
% - 100°					
150°					
180					
200					
250					
300					
325					
Endpunkt °C					
%					
Phenole					
Basenzahl mg/l	0,016	0,006	0,002	0,012	~0,02(
Jodzahl			(8.8. 209 mg)		430
					4,9
>325°: Gewichts-%					
Spezifisches Gewicht/50°					1,018
Vakuumkurve					
Beginn					
% - 225°					
275					
325					
Endpunkt					
-225°: Spezifisches Gew.					
A.P. in Mischung					
>225°:					
Spezifisches Gewicht					
A.P. in Mischung					

1) nach Kolonnenzerlegung bzw. in Klammern nach ASTM

...elferschwerölfraktionen.

	b a u					E i n b a u				
	Juli 1943 / 45 % Vorlauf					P 1585 vom 20.7.43/45 % Mittellauf				
	7.8.bc 200/94	9.8.bc 248/142	12.8.ab 309/203	14.8.bc 361/255	17.8.ab 429/323	21.8.b 26/18	26/27.8.ab 154/146	27.8.bc 178/170	29.8.ab 218/210	31.8.ab 266/258
	250	250	250	250	230	250	250	250	250	250
	25	25	25,5	26,5	26,5	24,5	25,5	26,5	26,5	27
	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	0	0	0	0	0	0	0	2	2	2
	0,50	0,48	0,40	0,46	0,46	~0,40	0,35	0,34	0,30	
	0,50	0,48	0,40	0,46	0,46	~0,40	0,35	0,34	0,30	
	5,2	5,0	6,0	5,5	9,1?	~11,5	10,8	~12,0	~12,0	
	9,6	9,5	13,1	10,7	16,9?	~21	18,9	25,2	28,2	
						(22.8.ab)		(28.8.bc)		
	0,962	0,966	0,974	0,972	0,9607	0,974	0,981	0,987	0,990	1,020
	+14,0	+15	+16	+13	+11,5	+23	+12,0	+18,0	+17,5	
	80	80	80	83	82	88	60	53	0	88
	1,5	1,5	2	2	2	2	3,5	4,5	4	0,5
	6	5	5	6,5	7,5	9	8,5	9	9	5
	8	7	7	9	10	11	11,0	11	11	6
	10,5	10	10	13	13	14	14,5	14	13,5	9
	16	16,5	15	19	20,5	21	22	22	19,5	14,5
	33,5	30	29,5	36	34,5	34	33,5	30,5	28,5	23
	51,5	50	41,5	48,5	47	47	40	39,5	37,5	28,5
	76,6	72	66	70	66,5	52	56	50,5	49	41
	[redacted]0)		(41,5)	(48,5)	48,8	(~48)	40,3	33,7	34,5	(~27)
					0,890		0,890	0,883	0,896	
			-	-	}-14,0		}-11,0	}-9,0	}-11,0	
			-	-	}ber.		}ber.	}ber.	}ber.	
					89		54	57	75	
					2		7,5	7,5	5,5	
					17,5		22	23	22	
					27		29	30	29,5	
					34,5		34	38	36,5	
					65,5		55	59,5	55,5	
					92,5		81,5	86,5	85,5	
					97		95,5	97	97,5	
					331		331	331	361	
					98		98,5	98	99	
	0,002	0,012	~0,020	0,015	0,08	0,027	0,07	0,01	0,03	
	(8.8. 209 mg)		430	107			690	1038	1,9	
			4,9	3,6	10,0		8,4	12,3	14,5	
				62,5	50,7	(52)	59,6	66,0	64,1	(73)
		1,018		1,011	1,017	1,022	1,030	1,037	1,043	1,047
				15 mm		(15 mm)	(15 mm)	(15 mm)	(15 mm)	(15 mm)
				167		175	157	171	186	138
				88,9		82,5	67,0	53,2	57,3	44,3
				-		-	-	98,6	98,4	93,
				-		-	-	-	-	-
				252/98,8		265/98,6	270/98,6	275	275	290/9
				1,010/40		1,023/40	1,030/40	1,026/40	1,030/40	1,022/4
				+17		+14,7	+11,1	+13,0	+14,1	+9,8
								(225-275)	(225-275)	(225-275)
				1,046/60		1,034/60	1,055/60	1,048/60	1,052/60	1,050/60
				+29,4		+39,0	+45,1	+18,3		+15,

Tabelle 4.

Fraktionsanili

		45 % Vorlauf			45 % Mittella			
Datum		17. 8. 43 A II b			26./27. 8. 43 c + a			
Spez.Gewicht/20°		0,960			0,981			
Anilinpunkt °C		+ 11,5			+ 12,0			
- 100°:	Sp.Gew./20°	0,762			0,740			0,748
	A.P. °C		+24,5			+ 28,0		
	%			4,7			8,7	
100-120°:	Sp.Gew./20	0,782			0,774			0,777
	A.P. °C		+ 16,0			+ 19,0		
	%			5,2			5,8	
120-140°:	Sp.Gew./20°	0,800			0,790			0,796
	A.P. °C		+ 9,0			+ 11,5		
	%			3,3			3,7	
140-160°:	Spez.Gew./20°	0,817			0,808			0,816
	A.P. °C		+ 4,0			+ 5,0		
	%			4,0			3,8	
160-180°:	Sp.Gew./20°	0,835			0,830			0,837
	A.P. °C		+1,0ber.			+ 1,0		
	%			4,6			5,0	
180-200°:	Sp.Gew./20°	0,865			0,865			0,865
	A.P. °C		-7,0 ber.			-9,0 ber.		
	%			9,0			6,5	
200-225°:	Sp.Gew./20°	0,892			0,895			0,890
	A.P. °C		-15,0ber.			-13,5ber.		
	%			12,6			7,1	
225-250°:	Sp.Gew./20°	0,914			0,915			0,917
	A.P. °C		-19,0ber.			-19,0ber.		
	%			15,2			9,1	
250-275°:	Sp.Gew./20°	0,930			0,931			0,932
	A.P. °C		-20,0ber.			-23,0ber.		
	%			13,4			11,7	
275-300°:	Sp.Gew./20°	0,998?			0,954			0,952
	A.P. °C		-21,0ber.			-27,0ber.		
	%			13,9			16,5	
300° :	Sp.Gew./20°	0,981			1,000			0,987
	A.P. °C		-27,0ber.			-33,0ber.		
	%			11,6			20,0	
Verlust %				2,5			2,0	

Tabelle 4.

Fraktionsanilinpunkte.

45 % Mittellauf

27.8.43 ϕ + a 0,981 + 12,0			28.8.43 0,987 + 16,0			29.8.43 0,990 + 17,5			Durchschnitt 45% Mit 0,985 + 15,8		
[redacted]	+ 28,0	5,7	0,748	+ 28,5	9,9	0,760	+ 25,0	12,0	0,749	+ 27,2	10,2
		3,8	0,777	+ 20,0	5,9	0,775	+ 20,5	5,0	0,775	+ 19,8	5,6
	+ 11,5	3,7	0,796	+ 12,5	5,0	0,791	+ 14,0	2,6	0,7		3,8
	+ 5,0	3,8	0,816	+ 8,0	3,2	0,816	+ 10,5	4,5	0,813	+ 7,8	3,8
	+ 1,0	5,0	0,837	+ 3,5	5,0	0,838	+ 5,5	4,3	0,835	+ 3,3	4,8
	-9,0 ber.	6,5	0,865	-5,0 ber.	6,4	0,860	± 0,0	5,4	0,863	-5,7 ber.	6,1
	13,5ber.	7,1	0,890	-15,0ber.	7,5	0,888	-14,0ber.	7,9	0,891	-14,2ber.	7,5
	-19,0ber.	9,1	0,917	-21,0ber.	10,0	0,916	-19,0ber.	9,1	0,916	-19,6ber.	9,4
	-23,0ber.	11,7	0,952	-23,0ber.	10,5	0,930	-21,5ber.	12,7	0,931	-22,5ber.	11,6
	-27,0ber.	16,5	0,952	-26,0ber.	17,4	0,949	-24,0ber.	20,0	0,952	-25,8ber.	18,0
		0,0	0,987	-29,0ber.	15,3	0,975	-33,0ber.	14,8	0,991	-31,7ber.	15,7
		2,0			4,0			1,7			2,6

Sammelproduktuntersuchungen

	Sammelprodukt 308 25.7.-17.8.1943 (aus P 1585 Vorlauf enth 20% Anteile aus P 1585 Original)	Sammelprodukt 308 20.-31.8.1943 (aus P 1585 Mittellauf)
Benzin -175°		
% Benzin -175°	6,0	7,5
% Mittelöl 175-325°	86,6	90,2
% Schweröl 325°	66,8	61,0
% Verlust	0,6	1,6
Benzin -175°		
Spez. Gewicht/20°	0,777	0,76
ASTM: I/E	+20/45	47,5/67,5
% - 100	72	
120	26	
150	55,5	56
160	83	83,5
170	90	91,5
175	95	96
Endpunkt °C/%	176/98,5	175/98,5
Verlust	0,5	0,5
Zusammensetzung:		
Gewichts-% Paraffine	12,5	17
Naphthene	63	63
Aromaten	23	18,5
Ungesättigte	1,5	1,5
Jodzahl	4,6	5,7
Oktanzahl Mot.-verf.	73,0	73,4
Klopfwert ccm + 1,12 Pb	59,2/83	68,5/80,5
Mittelöl -325°		
Spez. Gewicht/20°	0,827	0,82
A.A.	-14,5 bar	-11,5 bar
ASTM/Beginn	176	170
% +200°	3	2
250	39,5	32
300	90	82
Endpunkt/%	324/99,0	318/98
Ungesättigte	3,0	3,5
Zahlen		
Bromzahl mg/100	(n.724) 275	(n.724)
Schweröl 325°		
Spez. Gewicht/20°	1,024	1,049
Stockpunkt °C	+15	+9
Zähflüssigkeit	?	
Viskosität bei 20°	6,4	15,9
50°	2,0	3,47
Flammpunkt °C	165	170

1) Bei der Untersuchung dieser Proben wurden versehentlich etwas zu große aber nicht genau erfaßte Mengen Rohbenzin zum Ansatz des Versuches zugesetzt.

Nachträge

Aktivitätsprüfung des Kontaktes vom 3. Einbau nach dem Schwerölversuch

Prüfung mit P 1518 Schwerbenzin 27 mV/20 atm/Durchsatz 0,5/0-Stundenzyklus			Frühere Aktivitätsprüfung der gleichen Kontaktcharge zum Vergleich
	1.Zyklus	2.Zyklus	
Gewichts-% Aromaten im DHD-Abstreifer	63	69,5	79
%-100° im DHD-Abstreifer	16,5	18	17
% Ausbeute am DHD-Abstreifer			79,3
Kontaktbeurteilung:			
Temperaturnote	-	92	101
Ausbeutenote		95 ?	63
Spaltnote		105	108

Der Unterschied in den Temperaturnoten bedeutet, daß der Kontakt nach dem Schwerölversuch eine etwa 10° höhere Temperatur zur Erzielung des gleichen Aromatengehaltes im Abstreifer benötigte als frischer Kontakt. Dabei ist nicht ganz klar, ob dieser Aktivitätsverlust allein auf das Konto des Schweröls zu setzen ist, nach neueren Ergebnissen scheint vielmehr eine teilweise irreversible Schädigung durch den hohen Schwefelzusatz in der letzten Fahrperiode durchaus möglich. Vielleicht steht auch die rasche Abklingen in dieser Fahrperiode mit dem Schwefelzusatz in Zusammenhang.

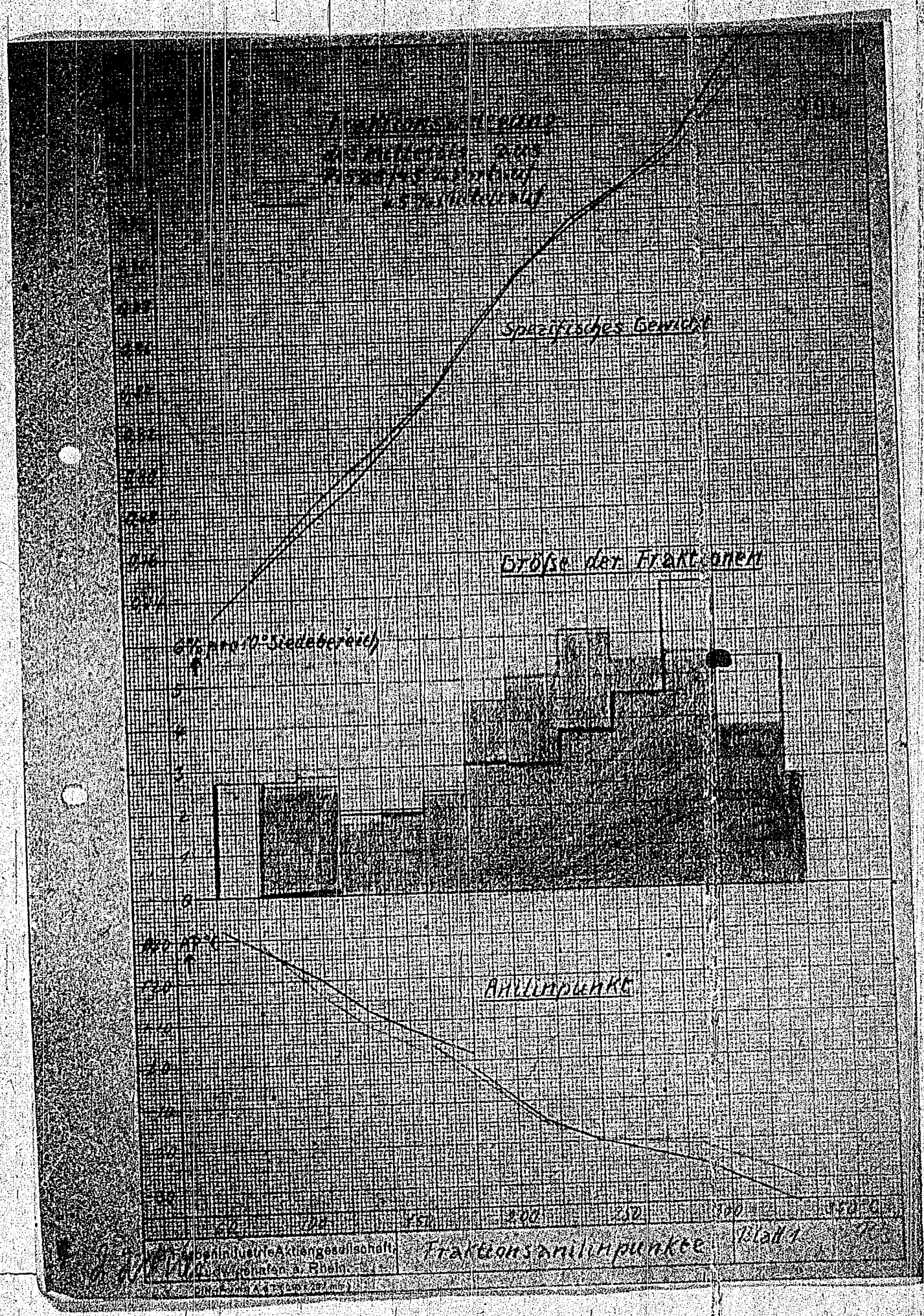
Verarbeitung des Abstreiferschweröls in Sumpf hase bei 600 atm.

Hierfür ergeben sich nach Versuchen in den 10-ltr-öfen etwas günstigere Zahlen als bei 300 atm, nämlich eine Benzin- + Mittelölleistung von 0,34 und eine Vergasung von 17,5 % bei der ebenfalls sehr hohen Temperatur von 25,5 V. Die in der Zusammenfassung beim Vergleich der Verarbeitung in Sumpf- und Gasphase gezogenen Schlüsse werden hierdurch aber nicht geändert, umsomehr, als derartig hohe Temperaturen in der Sumpf hase technisch nicht erreichbar sein dürften.

Ausbaubefunde

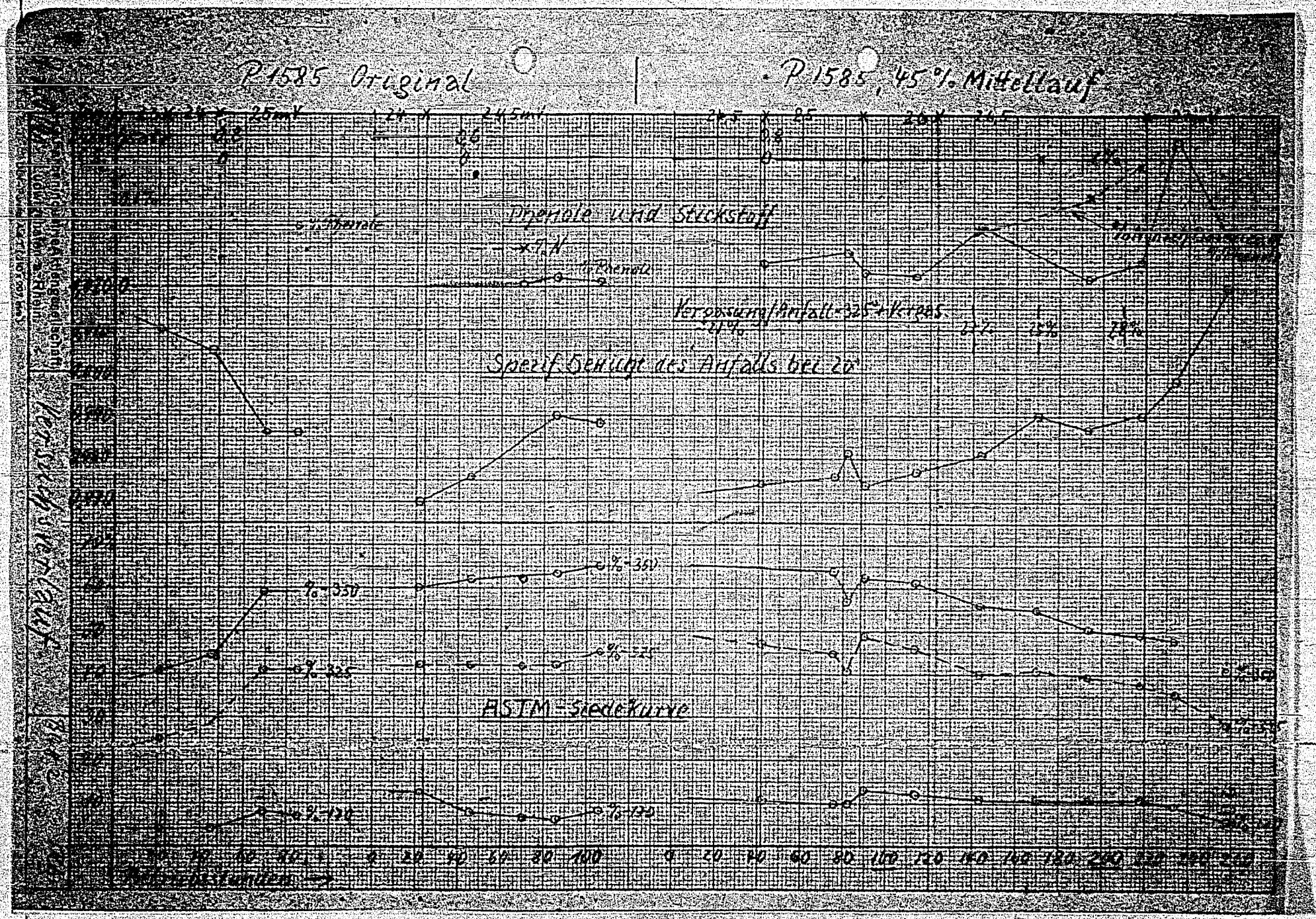
	Einbau Gewicht g	Gesamt-Gewicht g	Ausbau davon Körnung	Staub	Festigkeit
1. Einbau	355	334	274,5	79,5	Körner fest
2. "	350	443	420	23	" "
3. "	350	345,4	294	51,4	" "

Der Staubanfall ist deutlich höher als bei normalen DHD-Versuchen, es handelt sich aber bei dem verwendeten Kontakt um eine Charge mit nicht allzu hoher Festigkeit (bei der Abriebprobe ergab er 85 % Rückstand auf dem 8 mm Sieb). Ferner ist nicht klar, wieweit die verschiedenen Betriebsstörungen, die bei der Beschreibung des Versuchsverlaufs erwähnt wurden, den Zerfall begünstigen, sodaß die Frage der Kontakthaltbarkeit noch nicht abgeschlossen ist.


Spezifisches Gewicht
Größe der Fraktionen
Anilinpunkte
Fraktionsanilinpunkte
Blatt 1

P 1585 Original

P 1585, 45 % Mittellauf



F 1585, 45 % Verlauf

Dipenti rend stadscaff

Ilcesumflußfau-Sasker

Spezif. Gewicht des Asphalts bei 20°

ASTM-Sieb-Zahlen

TITLE PAGE

75. Aromatenbestimmung in Vaseline durch Lichtabsorptionsmessung.

Determination of aromatics in vaseline by light absorption measurement.

Frame Nos. 399 - 400

Hochdruckversuche
Lu 1.

399

18.März 1944. Br/Le.

(15)

Aromatenbestimmung in Vaseline durch Lichtabsorptionsmessung.

Durch vergleichende Lichtabsorptionsmessung soll festgestellt werden, ob sich aromatisch gebundene Kohlenwasserstoffe in „Vaseline aus Petrolatum Lützkendorf 42" (im folgenden als „Vaseline I" bezeichnet) und in „Vaseline Ofen 307 vom 12.2.1944 Donath" (als „Vaseline II" bezeichnet) befinden.

Beide Vaselineproben wurden in Heptan im Verhältnis 1:500 (etwa 2 g in 1000 cm³) gelöst und die Absorptionsspektren im Ultravioletten aufgenommen. Zur Verfügung stand eine Absorptionsapparatur, bestehend aus einem Eisenbogen als Lichtquelle, je 2 Küvetten mit verschiedenen, definierten Schichtdicken zur Aufnahme der Substanz und der Vergleichslösung (Heptan), einem rotierenden Sektor zur messbaren Schwächung der Lichtintensität, einem Hüfner-Rhombus und einen Quarzspektrographen. Das Spektrum wird photographisch aufgenommen.

Nach dem Beer-Lambertschen Gesetz gilt die Beziehung:

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-\alpha \cdot d} = 10^{-\varepsilon \cdot c \cdot d}$$

$$\log \frac{J_0}{J} = \alpha \cdot d = \varepsilon \cdot c \cdot d$$

$$\log \alpha = \log \varepsilon c = \log \log \frac{J_0}{J} - \log d$$

Dabei bedeutet d die Dicke einer senkrecht durchstrahlten Schicht (in cm), J_0 die Intensität des eintretenden, J die Intensität des austretenden Lichtes, α den Absorptionskoeffizienten, c die molare Konzentration (in Mol/l) und ε den molaren Extinktionskoeffizienten.

Da in unserem Fall die molare Konzentration unbekannt ist, benutzen wir die Gleichung

$$\log \alpha = \log \log \frac{J_0}{J} - \log d.$$

Für verschiedene Schichtdicken wird das Absorptionsspektrum aufgenommen und jeweils diejenige Wellenlänge λ herausgesucht, bei der das Absorptionsspektrum und das Vergleichsspektrum gleich hell erscheinen. Der dazugehörige $\log \alpha$ wird errechnet und zusammengehörende Werte von $\log \alpha$ und λ werden graphisch aufgetragen.

Vergleicht man die Absorptionskurven der beiden Vaselineproben mit denen aromatischer Kohlenwasserstoffe, erhält man bei beiden Proben niedere Absorptionsbanden in der Gegend von drei- und mehrfach substituierten Benzolkernen.

Vaseline I: $\lambda_{(max)} = 2660$ Å; $\log \alpha = 0{,}53 \sim 1$
Vaseline II: $\lambda_{(max)} = 2740$ Å; $\log \alpha = 0{,}23 \sim 1$

Das Absorptionsmaximum der Vaseline II ist ausgeprägter als das der Vaseline I. Es handelt sich also bei der Vaseline I im verstärkten Maß um ein Gemisch der verschiedenen Methylbenzole.

Da das Absorptionsmaximum der Vaseline II bei kleinerem $\log \alpha$ liegt als das der Vaseline I, ist der Gesamtgehalt an aromatisch gebundenen Kohlenwasserstoffen in der Vaseline II am kleinsten.

-2-

22351

Für drei- und mehrfach substituierte Benzolkerne kann man als Mittelwert einsetzen:

$\lambda(max) = 2750$ Å; $\log \varepsilon = 2{,}61$

Ein Vergleich der $\log \varepsilon$ der beiden Proben mit diesem Wert ergibt als Gehalt aromatisch gebundener Kohlenwasserstoffe:

Vaseline I:

$\log c = \log \varepsilon - \log \ell$

$= 0{,}53-1 - 2{,}61$

$= 0{,}92$

$c = 8{,}32 \cdot 10^{-4}$ $\frac{\text{Mol Aromaten}}{1}$

$8{,}32 \cdot 10^{-4}$ Mol Aromaten in 2,0064 g Vaseline

$\frac{8{,}32 \cdot 10^{-4}}{2{,}0064}$ " " 1 g "

$\frac{8{,}32 \cdot 10^{-4} \cdot 78}{2{,}0064} = 3{,}4 \cdot 10^{-2}$ g Aromaten in 1 g Vaseline

3,4% aromatisch gebundene C-H in Probe I.

Vaseline II:

$\log c = 0{,}23 -1 - 2{,}61$

$= 0{,}62 -4$

$c = 4{,}2 \cdot 10^{-4}$ $\frac{\text{Mol Aromaten}}{1}$

$4{,}2 \cdot 10^{-4}$ Mol Aromaten in 2,0112 g Vaseline

$\frac{4{,}2 \cdot 10^{-4}}{2{,}0112}$ " " " 1 g "

$\frac{4{,}2 \cdot 10^{-4} \cdot 78}{2{,}0112} = 1{,}63 \cdot 10^{-2}$ g Aromaten in 1 g Vaseline

1,6 % aromatisch gebundene C-H in Probe II.

Die sehr schwache Fluoreszenz und das Fehlen der entsprechenden Absorptionsmaxima lässt auf Abwesenheit pol[redacted]scher Kohlenwasserstoffe schliessen.

gez. Brode
gez. Frombenz

TITLE PAGE

76. Gewinnung von Vaseline aus Petrolatum bezw. propanentasphaltiertem und entharztem Vakuum-Rückstand aus deutschem Erdöl.

Production of vaseline from petrolatum or propane de-asphalted and de-waxed vacuum residue from German crude oil.

Frame Nos. 401- 403

ndruckversuche
Lu 1

3.3.1944. Ei/Pf.

Gewinnung von Vaselin aus Petrolatum bezw. propanentasphaltiertem und entharztem Vakuum-Rückstand aus deutschem Erdöl.

(76)

a) Frühere Versuche aus dem Jahr 1942 (Dr. Peters).

Ausgangsmaterial für die Gewinnung von Vaselin war bei Versuchen, die Dr. Peters im Jahr 1942 ausführte, Petrolatum (Paraffin aus propanentasphaltiertem und entharztem Vakuum-Rückstandnaus deutschem Erdöl Lützkendorf P 1522 v. 16.V.42. Bei raffinierender Hydrierung mit Kontakt 8376 entstand aus diesem Material bei Anwendung von 600 atü und etwa 20,5 - 21,5 MV ein vaselinartiges Produkt, das je nach angewandter Temperatur gelb bis nahezu farblos war. Nach dem Abtreiben von geringen Mengen an Spaltprodukten (5-10 %) im Vakuum stellte der so erhaltene Rückstand nach einer Erdebehandlung mit 2 % Terrana und anschließender Filtration die fertige Vaseline dar. Diese hatte folgende Eigenschaften:

		z. Vergleich amerik. Vaselin nach Holde
d_{70}	: 0,830	0,822 - 0,900
Smp.	: 50°	38 - 51°C
V_{80}	: 2,2°E	2,2 - 4,1°E
Farbe	: In festem Zustand fast farblos, in geschmolzenem Zustand schwach gelb mit blauer Fluoreszenz	in geschmolzenem Zustand schwach gelb, blau fluoreszierend
Konsistenz	: homogen, salbenartig, in dünnen Schichten durchscheinend.	homogen, in dünnen Schichten durchscheinend.

Die Untersuchung nach dem D.A.B.VI ergab, daß sämtliche hier geforderten Teste erfüllt wurden.

b) Neuere Versuche (Dr. Donath).

Erstes Ausgangsmaterial für die jetzigen Versuche war Petrolatum aus Lützkendorfer propanentasphaltiertem und entharztem Vakuum-Rückstand. Das zweite Ausgangsmaterial war Propanharz aus dem gleichen Vakuum-Rückstand. Als drittes Ausgangsmaterial diente der propanentasphaltierte und entharzte Vakuum-Rückstand aus Lützkendorf in nicht entparaffiniertem Zustand. Die Versuche und deren Ergebnisse sind in folgenden Tabellen zusammengestellt:

Datum	P No.	Zeit	Temp.	Durch-satz	Kon-takt	Druck
Prod.1 Of.307 v.3.2.44	1556 (Petro-latum)	15-18 h	23	0,45	8376	250
Prod.2 Of.307 v.3.2.44	Prop.-Harz	23- 2 h	23	0,16	8376	250
" " " " " "	" "	3- 5 h	23	0,33	8376	250
Prod.3 Of.307 v.10.244	P 1594 Schweröl Mitzkendorf	b Schicht	21	0,5	8376	600
" " Of.307 v.12.2.44	"	a II Schicht	20,5	0,5	8376	600
" " Of.307 v.16.2.44	"	b I "	19,5	0,5	8376	600
" " Of.307 v.17.2.44	"	a I "	20,8	0,5	8376	600
" " Of.307 v.19./20.2.44	"	a b "	20,5	0,5	8376	600

Versuchs-Ergebnisse.

	Petro-latum P 1556	Prop.-Harz 23-2h	Harz 3-5h	Propan - Schweröl Mitzkendorf P 1594	P 1594	P 1594	P 1594	P 1594
% Spaltprod. -220°Vak.	25	100	80	28	6	?	5	3
% Vaselin	80	0	nicht vaselin-artig	72	94	98	95	97
d 70 Vaselin	0,797	---	--	0,833	0,850	0,862	0,851	0,853
Kristallform	Nadeln	--	--	Nadeln	Nadeln	Nadeln	Nadeln	Nadeln
H_2SO_4 Probe	gelb	--	--	gelb	gelb	braun	gelb	gelb
KM " O_4 "	violett	--	--	violett	violett	violett	violett	violett
Farbe	weiß	--	--	weiß	f.weiß	gelb	f.weiß	f.weiß
Visc. b.80°	1,4°E	--	--	1,8°E	3,2°E	4,8°E	3,4°E	3,3°E
Konsistenz	nicht transparent	--	nicht transparent	--	transpa-rent	trans-parent	trans-parent	trans-parent
Smp.	56	--	35	50	52	55	52	55

Aus diesen neueren Versuchen ergibt sich, daß Petrolatum unter den angewandten Hydrierbedingungen nicht zu Vaselin führt, da die Forderung hinsichtlich Dichte, Konsistenz und Viscosität b. 80° nicht erfüllt werden. Ebensowenig hat Propanharz sich zu Vaselin hydrieren lassen.

Die Versuche mit propanentasphaltiertem und entharztem Vakuum-Rückstand von deutschem Erdöl (P 1594 von Lützkendorf) sind als positiv bezüglich der Gewinnung von Vaselin aus diesem Ausgangsmaterial zu bezeichnen. Am nächsten der natürlichen amerikanischen Vaseline, wie sie im Holde charakterisiert ist, kommen die Ofenanfallprodukte vom 12. und 17.II.44 und 19.II.44. Die Untersuchung der aus dem Ofenanfall vom 12.II.44 erhaltenen Vaseline nach den Vorschriften des deutschen Arzneibuches VI ergab, sowohl bei uns als auch bei Herrn Dr. v. Czetsch, Biolabor, daß sämtliche dort geforderten Teste erfüllt werden. Herr v. Czetsch hat eine 1 kg - Probe zur Weiterleitung an das Krankenhaus angefordert und als solche Vaselin aus Ofenanfall vom 12.II.44 erhalten. Außerdem wurde eine größere Probe von 10 kg Vaselin aus dem Ofenanfall vom 19.II.44 hergerichtet, die ebenfalls als weinwandfrei bezeichnet werden darf.

gez. Eisenhut

TITLE PAGE

77. Hydrierung von Flugmotorenaltöl (P 1580).
Hydrogenation of old aviation lubricant. (P 1580).

Frame Nos. 404 - 409

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

Te 404

1. März 1944 Rtz/Fe

Hydrierung von Flugmotorenöl (P 1580). II[1)] (alt

Zusammenfassung.

Flugmotorenaltöl, das in Kokstest, Flammpunkt und Viskosität ungenügend war, wurde in einem 3,3-ltr-Ofen bei 250 atm H_2-Druck, 18,5 mV = 565°C, Durchsatz 0,9 kg/ltr mit Kontakt 8376 T-Pillen raffiniert. Aus dem Anfall wurde nach Abtrennung von 11,5 % Vorlauf (Gasöl + Spindelöl) ein allen Anforderungen entsprechendes Flugmotorenöl erhalten. Der Vorlauf ist nur zum kleinen Teil durch Spaltung während der Raffination entstanden und war zum größten Teil bereits in dem Altöl enthalten.

Von dem so durch Hydrierung raffinierten und mit ca. 88 % Ausbeute erhaltenen Flugmotorenöl wurden 425 ltr mit 0,02 % eines uns von Dr. Zorn zur Verfügung gestellten Inhibitors vermischt, für Motorversuche im Technischen Prüfstand Oppau, bei der Erprobungsstelle Rechlin sowie beim RLM in Berlin bereitgestellt. Zwei Proben, Sendung 1 ohne, Sendung 2 mit Inhibitor, wurden zur Prüfung im Motor an den Technischen Prüfstand Oppau gesandt.

Wir erhielten von der Pintsch-Öl G.m.b.H., Berlin-Britz, eine zweite Sendung Flugmotorenaltöl (P 1580, Eingangsdatum: 23.12.43) zur Raffinierung durch Hydrierung und zur Herstellung größerer Proben dieses hydrierten Öles zur Erprobung im Motor. Die Altölprobe unterschied sich von der früheren (vergl. Bericht I) nur unwesentlich: die frühere Probe hatte nur einen um 12° höheren Flammpunkt und auffallenderweise einen erheblich tieferen Stockpunkt. Es fällt auf, daß bei dem jetzigen Versuch der Stockpunkt des Öls durch die Hydrierung praktisch nicht geändert wurde, während er bei dem früheren Versuch stark erhöht, und zwar auf den gleichen Wert gebracht worden war, wie beim jetzigen Versuch. Es wäre möglich, daß das damalige Öl einen Stockpunktserniedriger enthielt, der durch die Hydrierung entfernt wird. (Den Eingangsdaten nach könnte es sich bei dem ersten Altöl um Winteröle, bei dem letzten um Sommeröle gehandelt haben). Das Altöl enthält noch leichte Ölanteile, wie sich aus seiner Vakuumkurve ergibt (Vergl. Tabelle 1, interpoliert bis 265°/15 mm etwa 12 %). Dieser Umstand ist bei Bewertung der Hydrierausbeute an anforderungsgerechtem Flugmotorenöl zu berücksichtigen. Es ist daher anzunehmen, daß allein durch Toppen mit dem Flammpunkt auch die zu niedrige Viskosität in Ordnung gebracht werden könnte. Zweck der Hydrierung ist also eine Verbesserung der Teste, vor allem des Kokstestes, daneben auch der Säure-, Verseifungs- und Jod- bzw. Bromzahl.

Die jetzigen Versuche wurden mit K 8376 ausgeführt, während zu den früheren K 5058 verwendet wurde. Dementsprechend sowie entsprechend dem jetzt etwas höheren Durchsatz wurden etwas höhere Raffinationstemperaturen benötigt (vgl. folgende Gegenüberstellung).

---

1) I: Vergl. Zusammenstellung 21 6161 vom 17. Juni 1943/Dr. Donath

405

Versuchsbedingungen.

	Frühere Versuche	Jetzige Versuche
Kontakt	K 5058 (J.Nr.1060)	K 8376 (J.Nr.1559)
Stückgröße	2-4 mm Körnung	5 mm Pillen
Kontaktvolumen	1 ltr	3,34 ltr
Schüttgewicht kg WS_2/ltr	2,015 2,0	1,075 0,25
H_2-Druck atm	250	250
Durchsatz kg/ltr Kontakt und Stunde	0,7[1]	0,9
Gas cbm/kg Öl	2,1	2,0
Mindestraffinationstemperatur	15 mV (305°C) evtl.noch etwas niedriger	17 mV (339°C)
Zur Herstellung der Probe angewandte Raffinationstemperatur	15 mV (305°C)	18,5 mV (365°C)

Bei Kontakt 5058 zeigte sich oberhalb von 15 mV bereits eine mit der Temperatur ansteigende Spaltung, während eine solche bei K 8376 selbst bei 18,5 mV noch fast unmerklich war. Untersuchungen von schwächer und stärker raffinierten Proben sind in Tabelle 2 enthalten. Unter den stärker raffinierenden Bedingungen (18,5 mV) wurde eine größere Probe hergestellt, durch Schleudern von Kontaktstaub und sonstigem Feetem befreit und kontinuierlich in einer Pipestill zerlegt.

Destillationsbilanz.

Sammelprodukt von Ofen 307 vom 26. 1. - 2. 2. 1944

Destillat	50 kg	= 11,5 %
Rückstand	377 kg	= 86,5 %
Verlust	9 kg	= 2,0 %
Einfüllung	436 kg	= 100 %

Eine Flugmotorenöl-Untersuchung des Rückstandes ist in Tabelle 1 enthalten. Das Produkt entspricht den Anforderungen. Bei dem Verlust dürfte es sich in der Hauptsache um Rückstand bzw. Gesamtprodukt Handeln, das durch die Manipulationen verloren gegangen ist, sodaß im großtechnischen Betrieb mit einer Ausbeute an fertigem Flugmotorenöl von etwa 88 % (entsprechend 0,5 % Verlust) gerechnet werden kann.

In Abhängigkeit von der Raffinationstemperatur wurden noch folgende, nicht in Tabelle 2 enthaltene Daten erhalten:

---

1) im früheren Bericht irrtümlich mit 0,8 angegeben.

Tabelle 1.

Flugmotorenöl-Untersuchungen.

	Ausgangsöl: Flugmotorenalt-öl v. Pintsch-Öl GmbH (2. Sen-dung)	Durch raffinierende Hydrierung und anschließendes Toppen in der Pipestill daraus mit 86,5% Aus-beute hergestelltes fertiges Flugmotorenöl	
Bezeichnung	P 1580 vom 23. Dezember 1943	Rü > 265° (15 mm) aus Sammelprod. v. Ofen 307	Rü > 265° (15 mm) mit Inhibitor "r 50%ig"
Farbe	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün
Spez. Gew./20°	0,893	0,884	0,884
Anilinpunkt °C	+ 112,0	+ 120	+ 120
Stockpunkt °C	- 22	- 18	- 20
Flammpunkt °C	228	259	-
Brennpunkt °C	275	297	-
Kokstest %	0,56	0,17	0,19
n-Asphalte	0	-	
Asche im Ganzen	Spuren	-	
Festes %	0,02		
Elementaranalyse:			
% C	86,22	86,42	
% H	12,86	13,46	
% O	0,67	0,00	
% N	0,038	0,059	
% S	0,21	0,077	
Molgewicht			
Bromzahl	3,6	1,6	
Säurezahl	0,64	0	
Verseifungszahl	1,0	0	
Indiana Oxydations-test mg	6,0	7,0	
Vakuum-Destillation 15 mm:			
Beginn °C	194	270	
% - 225°	2,0	-	
- 275	14,8	-	
- 325	52,8	39,2	
Spez. Gewicht/-225°	0,869/20°	-	
225 -275°	0,872/40°	-	
275 -325°	0,867/60°	0,859/60°	
>325°	0,853/90°	0,857/90°	
Viskositäten °E:			
bei 38°	29,4	34,6	34,5
50°	15,05	17,3	17,64
99°	2,58	2,81	2,80
V.I.	91	92	92

Datum	Temperatur mV	Spez. Gew. d. Anfalls	Siedebeginn °C	%-325°	%-350°	Kokstest
25.1. aI	17	0,866/20°	170	31,3	29,3	0,03
(infolge von Pumpenstörungen nur etwa halber Durchsatz)						
25.1. b	17	0,865/50°	312	0,5	4,4	0,22
26.1. aI	16	0,869/50	295	0,6	4,4	0,34
26.1. c	17,5	0,866/50	285	0,5	3,7	0,2
28.1.- 1.2.	18,5	0,862- 0,864/50°	(206)- 268	1,0- 0,8	4,4- 5,5	0,11- 0,17

Der Vorlauf bis 265°(15 mm Vakuum) = 11,5 Gewichts-% von Anfall (vgl. Tabelle 3) stellt als Ganzes ein Spindelöl dar, er kann aber auch in 10 % Dieselöl mit Siedebeginn 260° (1% bezogen auf Anfall) und 90 % Spindelöl zerlegt werden. Auffallend ist der hohe Stockpunkt des Vorlaufspindelöls von -5°, während der Rückstand über dem Spindelöl einen tieferen Stockpunkt von -18° hat. Über die Herkunft dieses Paraffins können Vermutungen angestellt werden. Es könnte z.B. entweder durch besondere bevorzugte Spaltung paraffinischer Schmierölanteile im Motor oder durch Reduktion geringer Mengen dem Schmieröl ursprünglich zugesetzter fetter Öle während der Hydrierung entstanden sein. Nach der Verseifungszahl des Öles könnten aus Fettsäuren maximal 5 % Paraffin bezogen auf Vorlauf entstehen.

Der dem fertigen Öl in Höhe von 0,02 % zugesetzte Inhibitor "r 50%ig" von Dr. Zorn (Probe Me 96b, Eingang 6. 3. 44) hatte folgende Eigenschaften:

Farbe:	schwarz
Spez. Gewicht	0,942/20°
A.P.	ca. +68°
% C	
% H	(311a)
% S	
Säurezahl	17,9
Verseifungszahl	57,1

Nach Oppau wurde je 1 Probe mit und ohne Inhibitor geschickt. Die Proben an das RLM und für Rechlin sollen erst nach Vorliegen der Oppauer Ergebnisse abgesandt werden.

Aus den Versuchen errechnet sind je t Altöl ein H_2-Verbrauch von 90 m^3 chemisch, außerdem etwa 20 cbm gelöst, zusammen etwa 110 cbm H_2 ohne sonstige Verluste aus dem Kreislauf.

Die Wärmetönung ergibt sich hieraus zu rund 50 WE/kg Altöl.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Schiffmann
" Gesing
" Hirschberger

Tabelle 2.

Produkt-Untersuchungen.

Kontakt Druck atm Durchsatz kg/l/h Temperatur mV		K 8376 T-Pillen (J.Nr. 1559) 250 0,9 16-17 1)	250 0,9 18,5	250 0,9 18,5	250 0,9 18,5
Ofen 307/Datum 1944	Ausgangs- 81 P 1580 23.12.43	25.1.- 26.1.	26.1.- 30.1.	28.1.- 2.2.	Gemischprodukt in Pipestill gearbeitet
Anfallprodukt					
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün	
Spez.Gewicht/50°	0,875	0,867	0,864	0,864	
Koksteat %	0,56	0,24	0,16	0,17	
Gew.Engler:					
Beginn		270	210	315	
% - 325°		0,7	1,5	0,9	
% - 350°		4,8	6,4	5,7	
Vorlauf -265° (15 mm)	-	-	-		11,5 2)
Rückstand > 265° (15 mm)					
Gewichts-%	(~88)	85,8	83,6	83,2	86,5 2)
Farbe		d'grün	d'grün (rotbraun)	d'grün (rotbraun)	d'grün
Spez.Gewicht/20°	(0,894)	0,888	0,885	0,885	0,884
Anilinpunkt °C		+ 117,5	+119,5	+120,0	+120
Flammpunkt °C	(260)	262	258	259	252
Brennpunkt °C		306	-	-	297
Koksteat %	(0,64)	0,30	0,19	0,20	0,17
Stockpunkt °C		-	-20	-21	-18
Viskositäten °E:					
bei 38°		38,0	35,4	34,7	34,6
" 50°		19,12	17,81	17,64	17,30
" 99°		2,93	2,85	2,84	2,81
V.I.		91	92	93	92

1) Während der Fahrperiode variiert.
2) Nach Toppen in der Pipestill, Vorlaufuntersuchung s. Tabelle 3.

Tabelle 3.

Verlauf aus Pipestill = 11,5 %.

Gesamt:		Zerlegt in: -196° = 10,2 % (15 mm)	>196° = 89,8 % (15 mm)
Farbe	gelb	gelblich	rotgelb
Spez.Gewicht/20°	0,871	0,860	0,872
Anilinpunkt °C	+ 84,9	+ 73,8	+ 86
Stockpunkt °C	- 8	- 17	- 5
Flammpunkt °C	162	-	175
Brennpunkt °C	"	-	212
% C			
% H	(306a)		
% S			
Bromzahl	4,9	1,0	
Viskosität/20°C	4,14°E	20°C = 1,78°E	4,95°E
" /50°C	1,78°E	38°C = 1,42°E	1,88°E
Cu-Streifen		schwarz	
Cetanzahl			
Koksrest			0,01 %
Gewichts-Englers:			
261 - 275° %		4,2	
300		32,8	
325		66,3	
350		90,6	
Rückstand		100,0	

HOCHDRUCKVERSUCHE
Rk/Lu 558

28 | 31. Dezember 1938 Sz.

Verteilung der KW-Vergasung bei Versuchen im 100 Ltr.-Ofen.
(Ofen 703)

Gefahrenes Produkt	P 1301[1]	P 1307[2]	P 1307 + P 1329[3] (1:1)	K 1101[4] (auf Bi+Öl)	K 1101 (nur Bi + Heizöl)
Datum der Bilanz	28.12.38	26.8.38	21.9.38	31.10.38	5./6.11.38
In der KW-Vergasung[5] % C als:					
CH_4	19,2	23,0	25,7	25,4	26,4
$C_2H_6 + C_2H_4$	20,1	22,9	21,8	22,5	23,8
$C_3H_8 + C_3H_6$	38,7	32,1	35,6	34,8	35,5
$C_4H_{10} + C_4H_8$	22,0	22,0	16,9	17,3	14,3
In der KW-Vergasung[5] % als:					
CH_4	20,4	24,6	27,4	27,0	28,0
$C_2H_6 + C_2H_4$	20,2	22,9	21,7	22,5	23,7
$C_3H_8 + C_3H_6$	38,0	31,3	34,6	32,8	34,6
$C_4H_{10} + C_4H_8$	21,4	21,2	16,3	16,7	13,7

gez. Rank

1) P 1301: Rohölextrakt EA von der Deutschen Vakuum-Öl A.-G.

2) P 1307: Krackrückstand aus Venezuela-Rohöl

3) P 1329: Krackrückstand aus Gasöl Tar Aruba

4) K 1101: Scholvener Kohle

5) ohne Gasbenzin

1-

73959,-

Hochdruckversuche

Lu 558/U

19.12.1936/O

Disp. H_2/H_2 Verbrauch/Gutschrift u. Produktfaktor je t Benzin

	disp.Hg	ohm H_2Verbrauch je t Bi	Hygas	Faktor
			ohm	
Steinkohlenmittelöl IG I	7,0	ca. 1370 ohm	1400	1,06
Stillmittelöl	9,6	1060 " /t Bi	"	1,09
" IG II 45 -325°	6,8	1600 "	3000	1,25
Urteer Plesa	7,6	ca. 1650	3200	1,45
Kokereiteer	6,6	1850	4200	1,45
Braunkohlenteer	12,3	1000	2700	1,25
Braunkohle	2,5	2700	5400	2,17 TBK$_o$
Steinkohle	4,6	2500	5300	1,7
Gasöl	14,9	525	1700	1,13
Erdöl Elwerather Rü	13,4	950	1420	1,28

Hochdruckversuche
Lu 558.

21. August 1935. Hg/Wr.

Verschiedene Verarbeitung von Steinkohlemittelöl durch Gasphasehydrierung.

(Besprechung: Dr. Simon, Donath, Klinkhardt, Becker, Frl. Dr. Hörin

I. Jetzige Fahrweise: 1000 kg Steink.Mittelöl (mit Rückführung)

5058 Durchsatz 0,85 kg/Ltr./Std.
Leistung 0,4 " " "
Vergasung 10%
Konzentr. 50%

910 kg Benzin — OZ. 66,5 | OFR-Research
- 100° 36%
EP. 165°C

II. Einschaltung von Kat.6104: 1000 kg Steink.Mittelöl (gerader Durchgang)

5058 Durchsatz 0,85 kg/Ltr./Std.
Leistung 0,4 " " "
Vergasung 9%
Konzentr. 50%

475 kg Benzin — OZ. 70 OFR-Research
- 100° 30%
EP. 175°C

+ 480 kg Mittelöl

5058

Kat.6104 mit Rückführung
Durchsatz 1,5 kg/Ltr./Std.
Leistung 0,8 " " "
Konzentr. 60%
Vergasung 12,5%

420 kg Benzin — OZ. 64 OFR-Research
- 100° 40%
EP. 185°C

---

895 kg Benzin — OZ. 67,5 OFR-Research
- 100° 35%
EP. 180°C.

III. Einschaltung von Kracken:

1000 kg Steink.Mittelöl (mit Rückführung des Krackmittelöles 336 kg)

Durchsatz 0,85 kg/Ltr./Std.
Leistung 0,4 " " "
Konzentr. 50%
Vergasung 10%

470 kg Benzin aus a-Mittelöl } OZ. 67 CFR-Research
306 kg Benzin aus Krackmittelöl } - 100° 36%
EP. 165°C

+ 480 kg b-Mittelöl

Kracken bei 70 atm.

106 kg raff.Krackbenzin OZ. 73 CFR+Res.
- 100° 25%
EP. 170°C

+ 336 kg Krackmittelöl
+ 20 kg Krackrückstand

Sumpf- + Gasphase

10 kg Benzin OZ. 67 CFR-Res.
- 100° 36%
EP. 165°C

---

892 kg Benzin OZ. 67,5 CFR+Res.
- 100° 34%
EP. 168°C.

TITLE PAGE

1. Besprechung über Kleinapparaturergebnisse mit OHW in Ludwigshafen am 25 Oktober 1943.
   Conference with OHW at Ludwigshafen on the 25th. of October 1943. Subject: Results obtained with small scale apparatus.

Frame Nos. 410 - 413

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

410-7 Simmrock

25. Oktober 1943 Ke/Fr

Besprechung über Kleinapparaturergebnisse mit OHW in Ludwigshafen am 25. Oktober 1943.

B: Gasphase.

Anwesende: Dr. Krönig OHW
" Richter "
" Sinkel "
Dr. Simon, I.G. Ludwigshafen
" Hupfer "
" Donath "
" Peters "
" Graß "
" Becker "
" Günther "
" Reitz "
" Leonhardt "
D.Chem. Trofimow "

B. Gasphase:

Peters: berichtet über den Stand unserer Versuche: Steinkohlenabstreiferschweröl aus oberschlesischer Kohle konnte störungsfrei bei 600 atm über Kontakt 8376 verarbeitet werden. Jedoch war es notwendig, einmal pro Tag die Ausgangsleitung zu spülen, um das sich dort absetzende Corohen zu entfernen. außerdem wurde das Coronen abgeschleudert, sodaß ein wasserfreies Schweröl zurückgeführt wurde. Bei der Verarbeitung von Abstreiferschweröl wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Versuchsbedingungen:

Druck: 600 atm
Temperatur: 21,5-24,0 mV
Spez.Gewicht/Anfall 20°: 0,950 - 0,956
% - 325°: 23-24
Anilinpunkt -350°: +42 - +45°
Leistung -350°: 0,30-0,33

Durchsatz: 0,6
Rückführung >350°: 1:1
% - 350°: 50-55
Coronengehalt im Anfallprodukt: ca. 0,5.

Krönig: Wie wird die Mittelölleistung durch die Rückführung beeinflußt?

Peters: Durch Zurückführen der Anteile über 350° ist die Mittelölleistung von 0,35 auf 0,30 zurückgegangen. Wir haben außerdem Abstreiferschweröl aus Scholven bei 250 atm und 22-23,5 mV über 8376 verarbeitet. Bei Durchsatz 0,5 wurde Mittelölleistung bis 350° von 0,22 bis 0,24 erhalten. Das Anfallprodukt mit Anilinpunkt +11 wurde über Kontakt 8376 vorhydriert. Im Anfallprodukt waren größere Mengen einer Komplexverbindung von Pyren + Perhydropyren enthalten. Die Aufhydrierung ging jedoch nur von Anilinpunkt +11 auf ca. +26, sodaß sich dieses Produkt über 6434 nicht verarbeiten ließ. Ein Sammelprodukt bis 350° aus der 600 atm-Periode der Verarbeitung von Abstreiferschweröl aus schlesischer Kohle mit Anilinpunkt +40° ließ sich auch nach Waschen mit Schwefelsäure nicht über 6434 benzinieren.

Mit Kat. 8376 wurden bei der Schwerölverarbeitung wesentlich günstigere Ergebnisse erzielt als mit Kat. 5058. Der Kontakt 8376 ist gegen Betriebsstörungen unempfindlicher und der Ausbaubefund günstiger als bei 5058. Von Kat. 5058 wurden prozentual mehr Pillen gespalten als beim 8376.

Krönig: Bei welchen Bedingungen haben Sie Ihre Versuche angefahren?

Peters: Der Versuch wurde mit Gasöl angefahren, danach einige Tage mit Steinkohlemittelöl bei gewöhnlichen Vorhydrierbedingungen bei 250 atm gefahren und dann auf Abstreiferschweröl umgestellt. Dadurch, daß vor Umstellen auf Abstreiferschweröl einige Tage mit Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl gefahren wurde, gelang es, bei 8376 den Kontaktzerfall ganz zu beseitigen und diesen Kontakt für die Schwerölspaltung brauchbar zu machen. Beim Umstellen auf Schweröl wurde der Druck auf 600 atm erhöht und die Temperatur gestaffelt: Eingang 21,5 - 22,5 MV, Ausgang 23,5 - 24,5 MV. Der Kontakt verträgt diese hohen Temperaturen. Die Aktivität für Schwerölspaltung bleibt konstant, es wird nur beim Umstellen auf Steinkohleverflüssigungsmittelöl eine /nachherigen/ Abnahme der Hydrieraktivität festgestellt.

Krönig: Kann durch eine stärkere Temperaturstaffelung einem eventuell eintretenden Kontaktabklingen vorgebeugt werden?

Peters: Eine stärkere Temperaturstaffelung ist nicht möglich, weil die Öfen zu klein sind, die Katalysatorschichtlänge beträgt ca. 1,00 m. Ein Abklingen des Kontaktes ist bei dieser hohen Temperatur nicht beobachtet worden.

Krönig: Ist eine direkte Verarbeitung des Abstreiferschweröles mit einem großen Risiko verbunden?

Peters: Wir empfehlen die Verarbeitung des Vakuumdestillates aus Abstreiferschweröl, weil wir die Verarbeitung des nicht destillierten Schweröles zur Zeit noch nicht übernehmen können.

Ursprünglich wurden für OHW folgende Angaben über Schwerölverarbeitung über Kat. 8376 mitgeteilt:

Vakuumdestillat:	90-91%
Gesamtdruck:	700 atm
Durchsatz:	0,7
Frischdurchsatz:	0,43
Ausbeute:	93 %
Konzentration -325°:	60 %.

Wir haben 85%iges Vakuumdestillat verarbeitet, die Verarbeitung von 90%igem Destillat wird keine Schwierigkeiten bereiten.

In einem älteren zehnwöchigen Versuch konnte das Vakuumdestillat mit Durchsatz 0,6 - 1,0 auf Dieselöl mit tiefem Stockpunkt ohne Kontaktabklingen verarbeitet werden. Bei Durchsatz 0,8 und 22,5 - 24,0 mV betrug die Neuleistung bis 330° ca. 0,50. Durch Rückführung der Anteile > 330° ging die Leistung ein wenig zurück. Erhöhung der Temperatur auf 23,5 bis 24,5 MV und des Durchsatzes auf 1,0 brachte noch Spaltungsverbesserung, jedoch war bei dieser Temperatur das Optimum der Hydrierung bereits überschritten, was sich auch in der beginnender Ausscheidung von Coronen bemerkbar machte.

Krönig: Wie lang ist der längste Versuch, den Sie bisher gefahren haben?

Peters: Bei der Verarbeitung von Abstreiferschweröl aus Steinkohle und von Vakuumdestillat daraus über Kat. 8376 bei 600 atm wurden bisher keine benzinierbaren Mittelöle erhalten. Es wurden daher zwei Versuche durchgefahren:

a) mit niedrigem Durchsatz, um festzustellen, ob ein genügend raffiniertes Mittelöl für die 6434-Stufe zu erhalten ist, und

b) mit hohem Durchsatz, um festzustellen, wie sich die Verarbeitung in zwei Stufen - mit nachgeschalteter Vorhydrierung des Mittelöls - durchführen läßt, wobei in der ersten Stufe auf maximale Leistung gefahren wird.

Die beiden Versuche laufen bis jetzt 1½ Monate, ohne daß es ist keine Leistungsabnahme festzustellen.

Es wurden dabei folgende vorläufige Versuchsergebnisse erhalten:

Druck atm	600			
Durchsatz	0,5	1,0	1,	
Temperatur / mV	22,5 - 23,5	23,0 - 24,0	23,0	24,0
Rückführung	5:1	ohne	9:	
Im Anfall: %-360°	95	93	96	
350	88	86	90	
330	78	80	76	
325	70	70	70	
Gesamtleistung:				
-350°	0,44	0,88	1,[illegible]	
325	0,35	0,70	1,[illegible]	
Anilinpunkt -350°	50	56	57	

Aus den bisherigen Versuchen ist zu entnehmen, daß Durchsatz 0,7 noch nicht an der Grenze der Leistungsfähigkeit des Kontaktes liegt, und daß ein Anfall mit 60 % bis 325° siedenden Anteilen leicht zu erhalten ist. Die Basenzahlen sagen aus, daß das Mittelöl bis 325° sich über 6434 nicht benzinieren lassen wird, jedoch zweifeln wir nicht daran, daß durch nachgeschaltete Vorhydrierung ein benzinierbares Produkt erhalten wird.

Bei den angeführten Versuchen haben wir kein Kontaktabklingen beobachtet.

Krönig: Sind außer den Versuchen in 200-ccm-Öfen Versuche in größeren Einheiten gefahren worden?

Donath: Versuche in 0,5- und 1,0-l-Öfen sind vorgesehen.

Peters: Bei der Vakuumdestillation muß das Produkt sehr sauber abgeschnitten werden, es darf keinen Siedeschwanz haben, sonst tritt Coronen auf.

Krönig: Wir erhalten aus Frankreich eine Destillationsanlage für Erdöl; ist eine solche Anlage für Vakuumdestillation des Schweröles ausreichend ?

Donath: Gewöhnlich werden an solche Anlagen, die für Schmieröldestillation gebraucht werden, hohe Anforderungen gestellt, sodaß sie für die Destillation des Abstreifer-Schweröls ausreichen müßten.

Krönig: Wie sehen das Vakuumdestillat und die Anfallprodukte daraus aus?

Peters: Das Vakuumdestillat ist zuerst hell, mit einem Stich ins Grüne, dunkelt nach. Die bei niedrigem Durchsatz erhaltenen Anfallprodukte sind farblos, bei Durchsatz 1,0 ist der Anfall gelblich.

Krönig: Liegen Versuche über die Vorhydrierung des Anfalles vor?

Peters: Nein.

Krönig: Wie hoch sind die Basenzahlen des Mittelöles bis 325°?

Peters: 20-40 mg NH_3/l. Ob eine Schwefelsäureraffination ausreichend ist, um benzinierbares Mittelöl zu erhalten, muß noch geprüft werden.

Donath: Der hohe Anilinpunkt des Mittelöls (25° (56-60°) ist z.T. auf die hochliegende Siedekurve zurückzuführen. Die bei der Benzinierung eintretenden Schwierigkeiten können zum Teil darauf zurückgeführt werden, daß das Produkt hochsiedende Anteile enthält.

Krönig: Welche Qualität wird das Benzin haben, wenn man das Mittelöl vorhydriert?

Peters: Es ist noch nicht möglich, darüber eine Aussage zu machen.

Krönig: Äußert den Wunsch, einen Bericht über die jetzt laufenden Versuche zu machen.

Donath: Wir haben bei 250 atm Abstreiferschweröl aus schlesischer Kohle über abklingenden Kontakt (Kat. 7360) bei einer Cyclusdauer von 8-14 Tagen verarbeitet. Es wurden

a) das gesamte Abstreiferschweröl,
b) 45 % Vorlauf
c) 45 % Mittellauf } aus Abstreiferschweröl

verarbeitet, wobei folgende Ergebnisse erzielt wurden:

Produkt	Gesamt.Abstr.-schweröl	45% Vorlauf	45% Mittellauf
Temperatur mV	24,5	- 26,5	
Cyclusdauer in Stunden	275	550	200
Durchsatz	0,8	0,8	0,8
Mittelöl -325°:			
Neuleistung	0,35-0,40	0.45	0,35
V/V+Öl %	"	8-12	25-30
Anilinpunkt	"	-73	-20
Phenole	"	0,01	0,05
Basenzahl	"	200	1000
1700 Benzin:Mittelöl -325°	-	20:80	25:75
Benzin -170°: sp.Gew.		0,785	
Anilinpunkt °C		+1	
Aromaten %		40	

Die Regeneration des Kontaktes verursacht keine Schwierigkeiten.

TITLE PAGE

2. Richtlinien für die Bauweise von Hochdruck-hydrierkammern.
Directions for the mode of construction of high pressure hydrogenation chambers.

Frame Nos. 414 - 415

3a

41d

K. F. Linden d/I

Herrn Direktor Dr. Ohnesorge

Berlin NW 7

(2)

Ba/Ab 510 20. Mai 1943 Sy

Richtlinien für die Bemessung von Hochdruckhydrierkammern.

Die verschiedenen Vorschläge für die Aufstellung von allgemeinen Richtlinien dürften etwa in folgende Form gebracht werden:

1.) Solange man bei der Hochdruckhydrierung noch mit Explosionen in den Hydrierkammern rechnen muss, sind diese als geschlossene Wände ohne nennenswerte Durchbrüche anzusehen. Die Mauern müssen mindestens nach einer Seite und nach oben hin offen sein.

2.) In der Richtung der offenen Seite dürfen sich in einem Umkreis bis zu 30 m keine Arbeitsplätze, häufig benutzte Verkehrswege, Apparaturen mit brennbarem Inhalt o.ä. befinden, die nicht unmittelbar zum Kammerbetrieb gehören.

3.) Arbeitsplätze in der Nachbarschaft der Kammern (z.B. auch Bühnen) müssen vor Splitterflammen sicher geschützt sein und ausreichende Fluchtmöglichkeiten haben.

4.) Die Kammern müssen gegen einfachen Innendruck mit üblichen Sicherheitsfaktoren berechnet werden.

5.) Die Kammern müssen gegen einen innren statischen Druck von 300 kg/qcm gleichfalls mit den üblichen Sicherheitsfaktoren berechnet werden.

6.) Die Standfestigkeit der Kammern sowie die Halterung der Köpfe der Hochdruck(ein)- und die bei Bruch eines Verbindungsrohres auftretenden horizontalen beschleunigten Kräfte aufnehmen können.

7.) Es sind im übrigen die unter den gegebenen Verhältnissen bei einer Wasserstoff-Luftgemischexplosion entstehenden kurzzeitig wirkenden Kräfte sinnig berechnen lassen und die Konstruktion der Fliesabteilungen oder der Eisenbetonausgefachten Skelettbauten derart anlegen, werden, dass bei auftretenden Gasexplosionen nur ein Ausbeulen der Wände unter erheblicher Energieabnahme, aber kein Auseinanderbrechen eintritt.

Mit dieser Formulierung ist meine Abteilung und unser Konstruktionsbüro einverstanden. Wir sind der Meinung, dass nach dem heutigen Stand der Entwicklung durch diese sieben Punkte die Massnahmen erfasst sind, die einen genügenden Schutz der Belegschaft sicherstellen.

2

Ltg. v. Direktor Dr.Bauer/Lahn Werke) 20.5.41 2

Zu Punkt 6) hat zu bemerken, dass Herr Obering. Sendler nach Fertigstellung der Berechnung die Stauerendigkeit der Kaskaden, wie sie heute ausgeführt sind, für festgehend angenommen hätte. Die Fy des Klappen Ober Ek. bew. zur Los[illegible]rechten der Kammerwände vom Fundament in Höhe der Drehpunkte erforderlichen Kräfte liegen auf jeden Fall weit über der angenommenen Reaktionskraft von 100 t. Ausschlaggebend für die Verteilung des Punktes 6) ist die Möglichkeit der Lastverteilung auf die Kammerwände. Nach vorläufiger Prüfung scheint jedoch die Lösung dieses Problems bei Anwendung einer geeigneten Hilfskonstruktion, die insbesondere die betrieblichen Erfordernisse beim Aus- und Einbau bezw. Umbau der Klappen erfüllt werden muss, ohne allzu grossen Aufwand möglich zu sein. Herr Oberreg. Bürger verfolgt die Ausarbeitung geeigneter Vorschläge, die wir zu gegebener Zeit mit den Bydrowerken und der Kieser AG. Saargemünd besprechen werden.

Zur Festlegung der bei Grundgrabungen auftretenden Reaktionskraft werden wir einige der Praxis angepasste Versuche durchführen. Nach vorläufigen Rechnungen kann jedoch mit grosser Wahrscheinlichkeit gesagt werden, dass die theoretisch auftretende Reaktionskraft in Höhe des doppelten hydrostatischen Druckes bei Einsetzen der praktischen Werte für den Auflagerexponenten, die Kontraktionszahl und die Reibung etwa auf den einfachen hydrostatischen Druck zurückgeht.

Wir werden Ihnen auch darüber nach Durchführung unserer Versuche berichten.

gez. Reichle
Pies

TITLE PAGE

3. Erfahrungsaustauch: Siebanalyse von Kohle und Kohlebrei.

Exchange of experience: Sieve analysis of coal and coal paste.

Frame Nos. 416 - 417

10/501 3a

H. d. Sinnecker
z. Kenntnisnahme
Locke 6

Abt.Hydr. 15.I.43
Dr.Kl.

Hochdruckversuche 1 Febr.43
F./553 Be./Lr

Erfahrungsaustausch:Siebanalyse v.Kohle u.Kohlebrei

Wir danken Ihnen sehr für die Übersendung der Siebanalysen der Kohle und des Kohlebreies und senden Ihnen im Austausch die von den andern Hydrierwerken erhaltenen Siebanalysen.Wir haben diese auf der Anlage graphisch dargestellt.Es geht daraus hervor, dass die grösste Feinheit im Kohlebrei von Pölitz erreicht wird trotz der Zugabe des Lurgistaubes in Scholven und Gelsenberg, der allerdings mengenmässig nur einen geringen Anteil ausmacht,beläuft sich der Rückstand auf dem 1oocoer Siebboden in Scholven und Gelsenberg auf 45-50% während er in Pölitz nur 22 % beträgt

Heil Hitler

Anlage

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

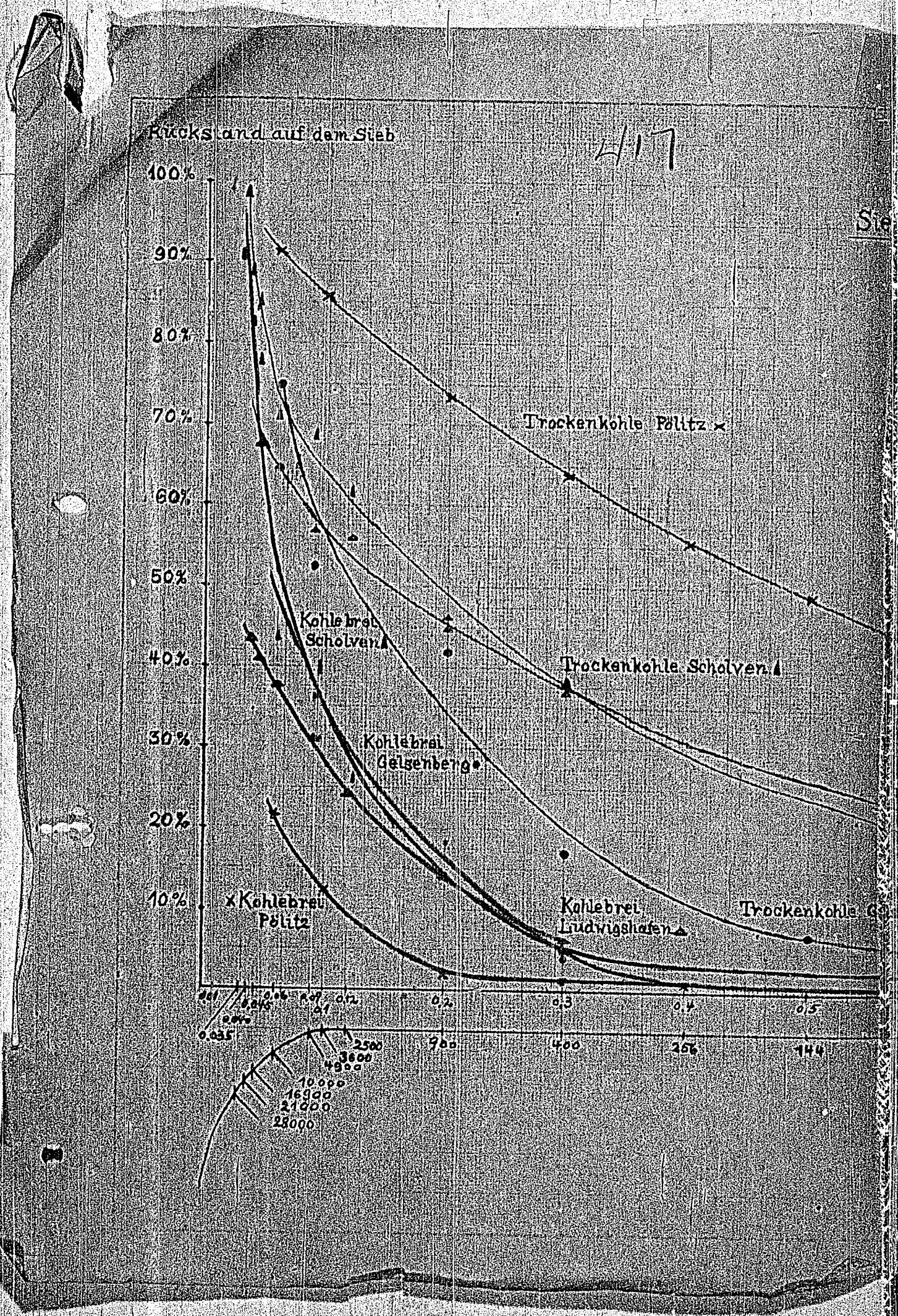
Gelsenberg Benzin A.G.

Gelsenkirchen

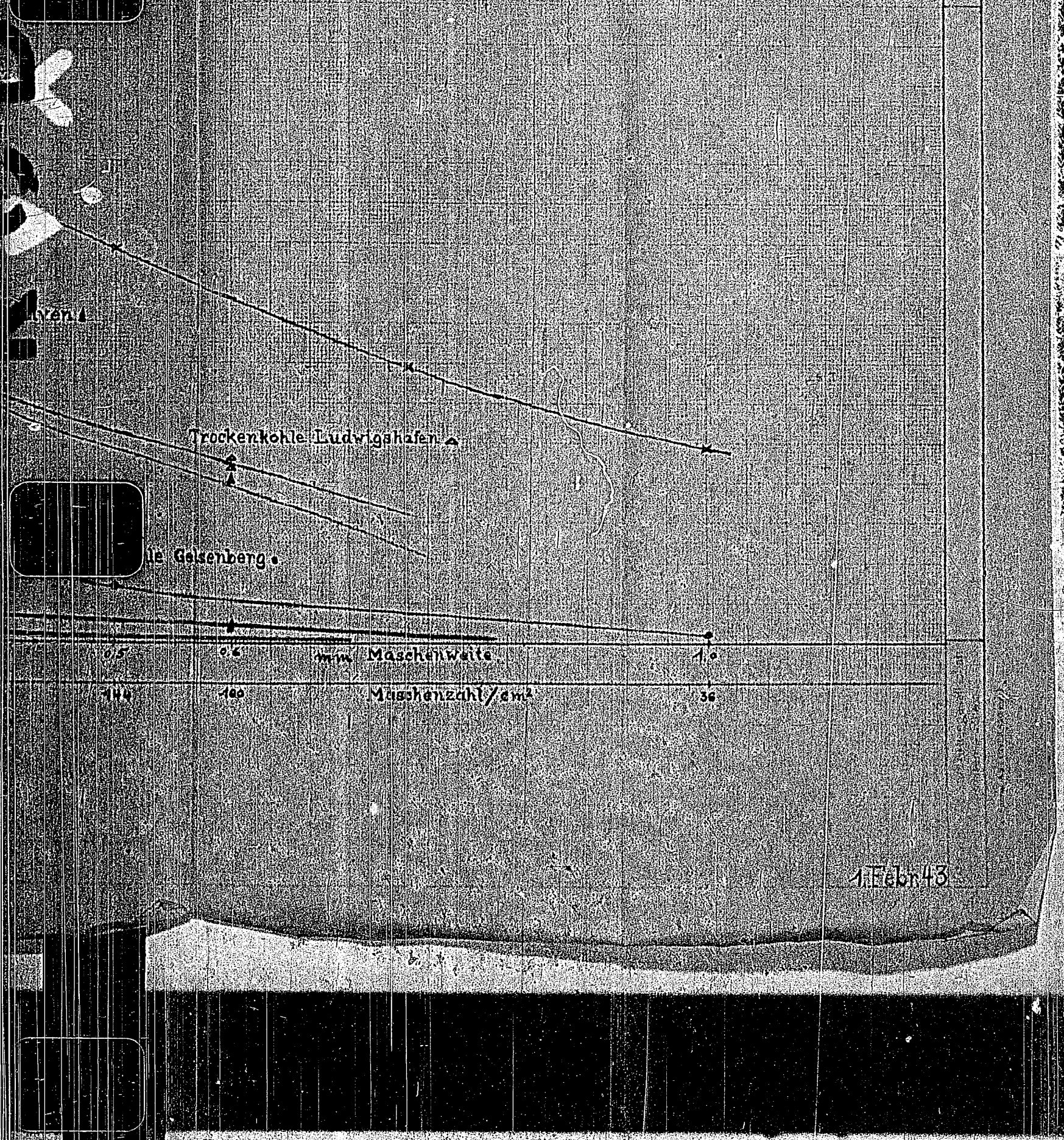
Postfach 15

416

(3)


Rückstand auf dem Sieb
100%
90%
80%
70%
60%
50%
40%
30%
20%
10%
Trockenkohle Pölitz
Kohlebrei Schalven
Trockenkohle Schalven
Kohlebrei Gelsenberg
Kohlebrei Pölitz
Kohlebrei Ludwigshafen
Trockenkohle G
0.2
0.3
0.4
0.5
2500
3600
4900
10000
16900
21000
28000
900
400
256
144

Siebanalyse der Trockenkohle und des Kohlebreies



1. Febr. 43

TITLE PAGE

4. Elektrovorheizer, Kammer 2.
Electric pre-heaters, Chamber 2.

Frame Nos. 418 - 423

Abschrift Le

Cr/Schw. Leuna Werke den 25 September 194[illegible]

A k t e n n o t i z

(4)

Betr.: Elektrovorheizer Kammer 2.

Am 19.8.42 wurde die Kammer 2 nach 439 Betriebstagen u.a. auch zum Ausbohren des Schwefeleisenansatzes im Elektrovorheizer abgestellt. Der Vorheizer wurde bei dieser Kammer zu Beginn der angeführten Betriebszeit erstmalig zwischen Ofen 1 und 2 zur Überbrückung der benötigten Betriebstemperaturen eingebaut, nachdem der Ofen 1 mit 3058 Kontakt und die Öfen 2 und 3 mit 7846 Kontakt gefüllt wurden. Die Kammerschaltung ergibt sich aus beiliegendem Skizzenblatt Nr. 3080

Der Vorheizer selbst besteht aus 5 NS Haarnadelrohren 120 Ø mit 25 m elektrischer Länge je Haarnadelrohr.

Über die genannte Betriebszeit war

die mittlere elektr. Dauerbelastung des Vorheizers rund 790 kW

die elektr. Höchstbelastung des Vorheizers 1 200 kW
pro Haarnadelrohr wurde dabei eine Stromstärke von 6000 Amp. und eine Spannung von 70 V gemessen,

durchschnittlicher Durchsatz 18 m³/h Produkt
rund 36 000 m³/h Gas

mittlere Produkteintrittstemperatur (Element 60) 373 °C = 19 mV
aus- " (Element 144) 390 °C = 20 mV

Die bei den verschiedenen elektrischen Belastungen des Vorheizers aufgetretenen Übertemperaturen der Rohrwand gegenüber dem Produkt sind in Abhängigkeit von der aufgebrachten Energie aus Skizzenblatt Nr. 3081 zu ersehen. Die Rohrwandtemperatur wurde dazu mit aufgebundenen Elementen gemessen, die sich am Vorheizereingang und ausgang befanden. Die Meßstelle selbst lag ungefähr 1 m unterhalb der oberen Stromzuführung angebracht. Die Produkttemperatur wurde mit Elementen gemessen, welche sich in der Zu- und Ableitung zum Vorheizer befanden.

Zur Erlangung eines Überblickes über den Anstieg der Rohrwandtemperatur gegenüber der Produkttemperatur im Laufe der Betriebszeit, wurde diese Übertemperatur, jeweils auf eine durchschnittliche Belastung des Vorheizers von 790 kW umgerechnet, über der Betriebszeit aufgetragen. Wie aus beiliegendem Skizzenblatt Nr. 3082 zu ersehen, ergibt sich hier ein steter Anstieg, der auf der Austrittsseite des Vorheizers etwas größer ist als auf der kälteren Eintrittsseite.

Der Zusammenstellung ist zu entnehmen, dass bei 790 kW Vorheizerleistung bei Versuchsbeginn am Vorheizerein- und Austritt eine Übertemperatur von rund 30° vorhanden ist, während nach Ablauf der Betriebszeit am Eingang des Vorheizers eine Rohrwandübertemperatur von rund 40° und am Vorheizeraustritt von etwa 57°C vorhanden war. Für die erreichte Höchstbelastung von 1200 kW würde sich mithin am Vorheizeraustritt am Ende der Betriebsperiode eine Übertemperatur von schätzungsweise 70° ergeben. Dazu ist noch zu sagen, dass der Anstieg der Rohrwandübertemperatur während der Betriebsperiode absolut dagegen die jeweilige Übertemperatur selbst nur relativ zu werten ist, nachdem für die letztere je nach den Meßbedingungen sich verschieden hohe Werte ergeben.

Der in den einzelnen Haarnadelrohren gemessene Schwefeleisenbelag ist in beiliegenden Skizzenblatt Nr. 3083 eingetragen. Der Belag bewegt sich bei den einzelnen Rohren wenig verschieden zwischen 2 und 1,6 mm. Ein wesentlicher Unterschied zwischen den stromdurchflossenen und nicht stromdurchflossenen Rohrwandflächen zeigte sich entgegen unserer Vermutung nicht. Es ist zu bemerken, dass der Schwefeleisenbelag, der von dem stromdurchflossenen Teil der Haarnadelrohre stammt, wegen der Tiefe der Entnahmestelle im Rohr verhältnismässig schwierig von der Rohrwand zu entfernen war und daher die erhaltenen Werte ungenau sind.

Nach Besichtigung wurden die Rohre in der Kammer mit dem Devoorde Apparat trocken ausgebohrt und nach dem Ausblasen der Vorheizer wieder zusammen gebaut und in Betrieb genommen.

gez. 3 Unterschriften

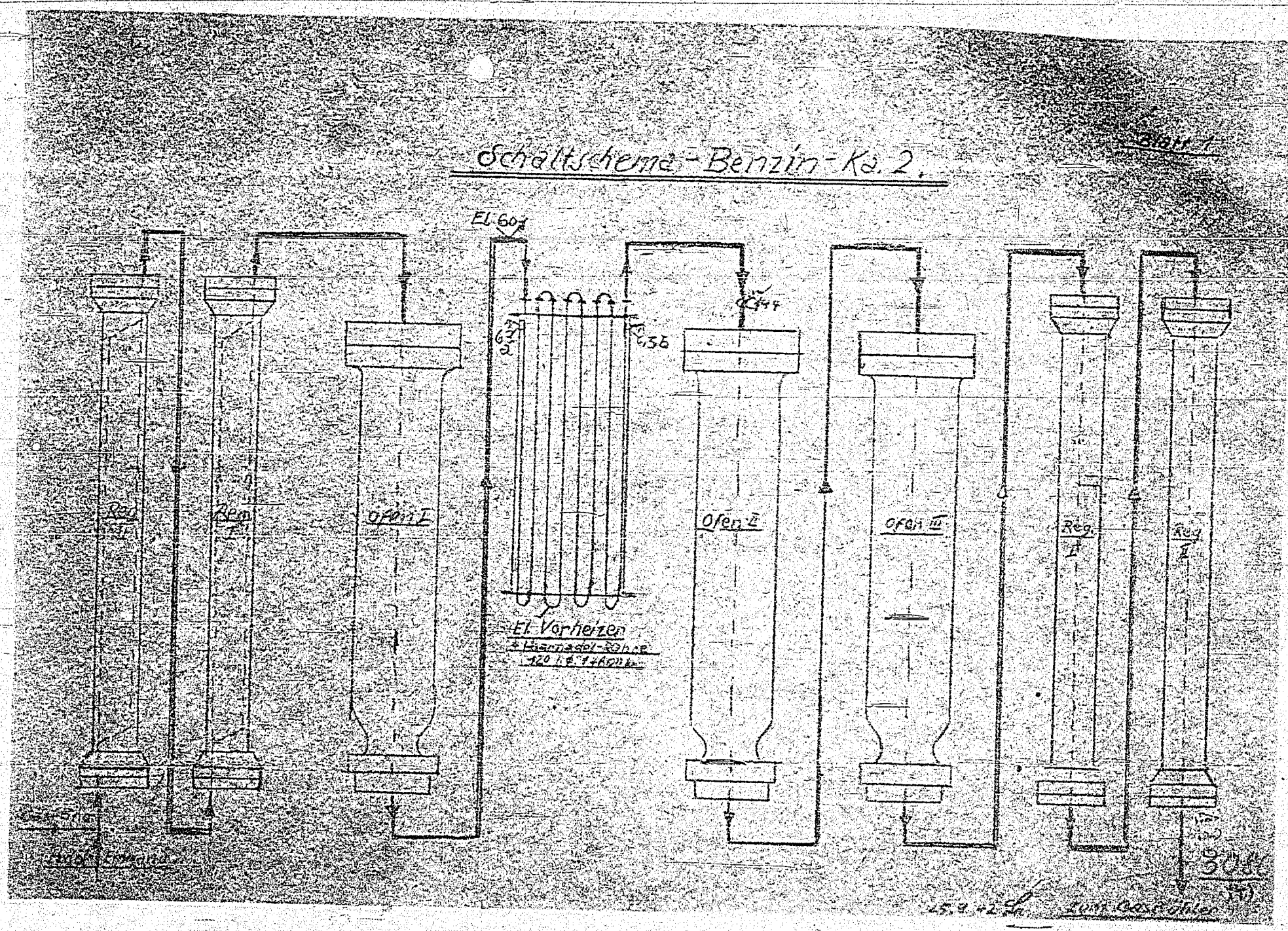
4 Anlagen.

Gez. Herren:

Dir. Dr. Schunck, Dr. Schick
Dr. Becker/Dr. Bernzott - 2 x (1 x f. La.)
Obering. Croz/
DI. Schwab/Gabner
O. Bock 3x Reserve

Schaltschema - Benzin - Ka. 2.

Blatt 1



Blatt 2

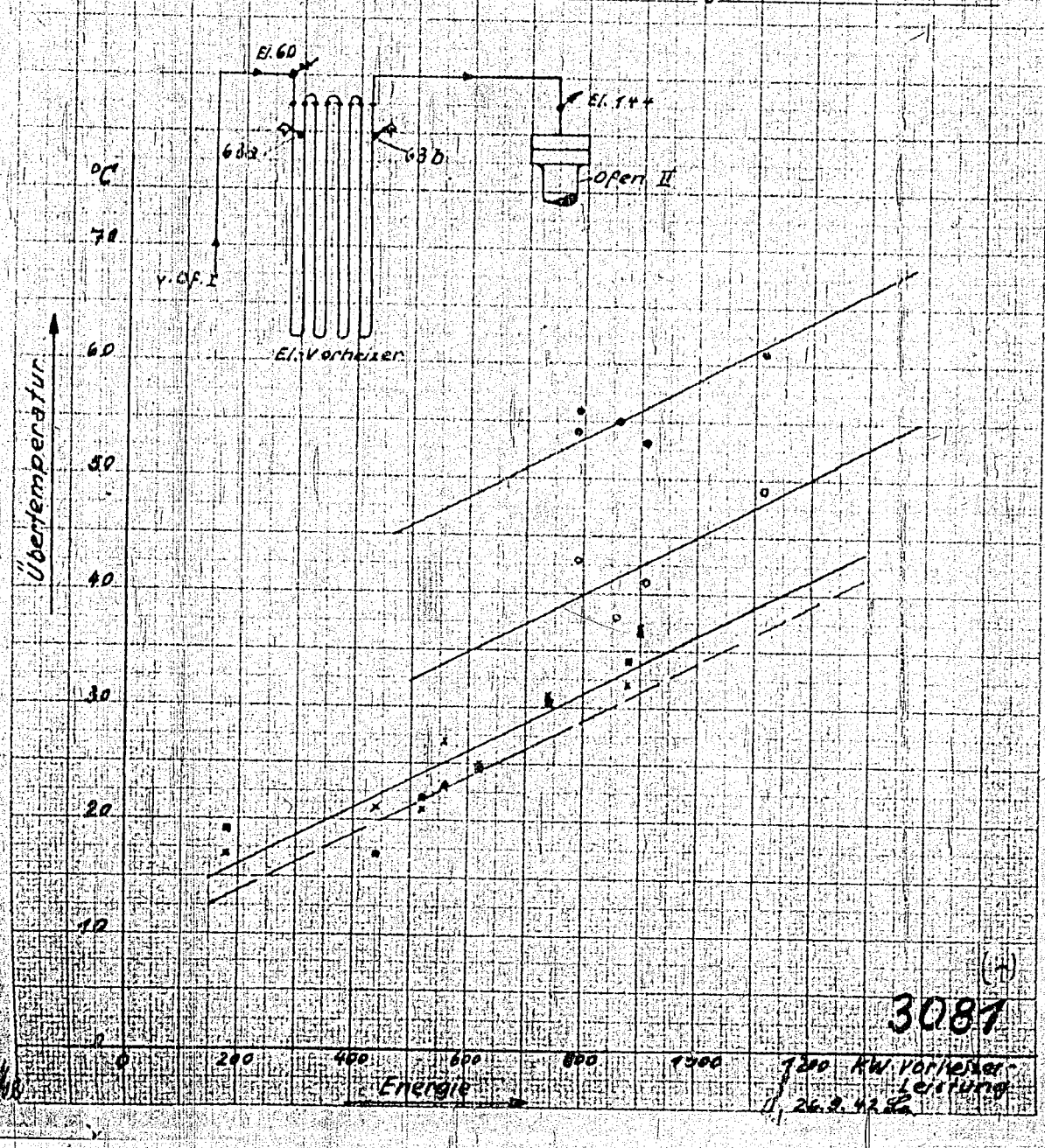
Kg. 2 Übertemperatur der Rohrwand gegenüber Produkttemperatur in Abhängigkeit von der aufgebrachten Energie.

421

Durchschnittlicher Durchsatz: 18 m³/h Produkt
38 000 " Gas

Die Kurven ergeben Steigerung d. Rohrwandübertemperatur von ~ 3 °C je 100 KW. mehr aufgebrachter Energie.

- El. 63a — El. 60 = Übertemp. d. Vorh.-Eing. z. Versuchs-Anfang
- " 63b — " 144 = " " " " - Ausg. z. " "
- " 63a — " 60 = " " " " - Eing. z. " Ende
- " 63b — " 144 = " " " " - Ausg. z. " "



(4)

3087

19610 MB

Fl. 26.2.42

Blatt 3

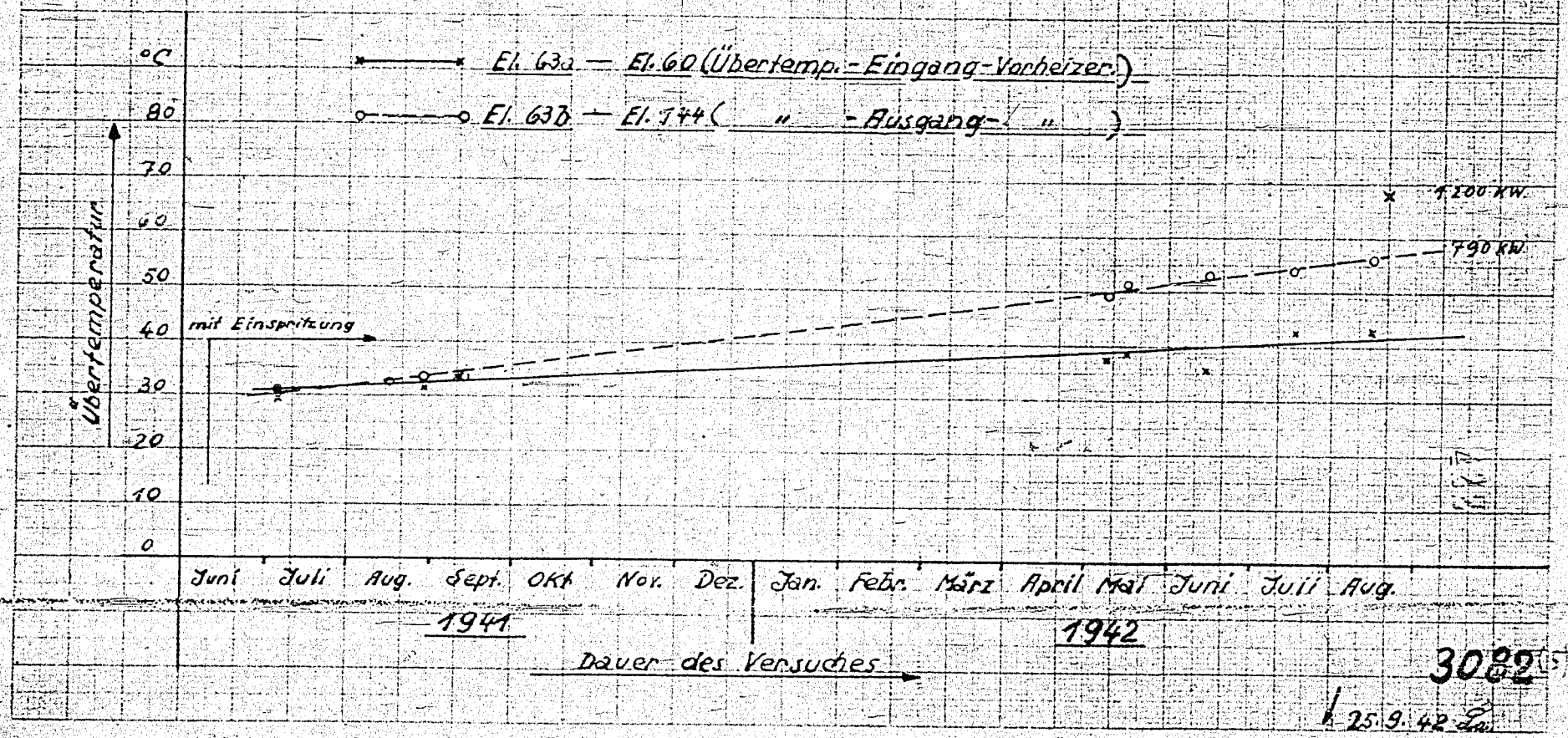
Ka. 2: Übertemperatur der Rohrwand gegenüber Produkt-Temperatur in Abhäng. v. der Betriebszeit d. Vorheizers.

Übertemperatur, v. SK.-Blatt Nr. 308 umgerechnet auf 790 KW.

100 KW = 3° C Temperatursteigerung

×——× El. 63a — El. 60 (Übertemp.-Eingang-Vorheizer.)

o——o El. 63b — El. 144 (" -Ausgang- ")



3082

25.9.42

Schutzgarbsen-Belag 1:1

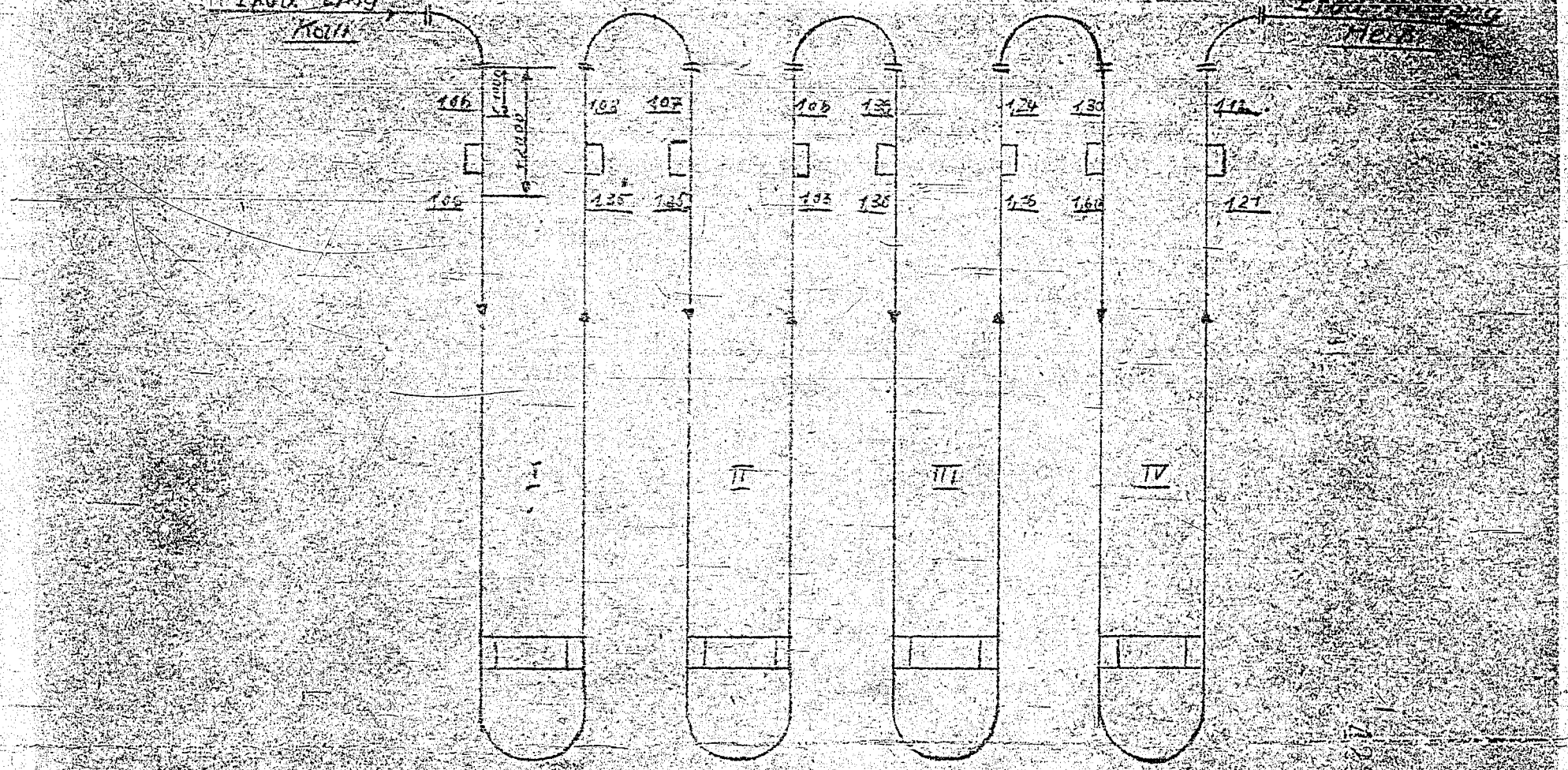
Elektro-Vornetzen - Ka. 2 v. 5.6.41 + 19.8.42

(435 Betr.-Tage)

Bl. 4

Bord-Eing. Kalk

Bord-Eing. Mörtel



3083

2.9.42

TITLE PAGE

3. Erfahrungsaustausch: Elektrovorheizer.
Exchange of experiences: electric pre-heaters.

Frame Nos. 422 - 427

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unser Hausruf	Unsere Zeichen	LUDWIGSHAFEN A. RH.

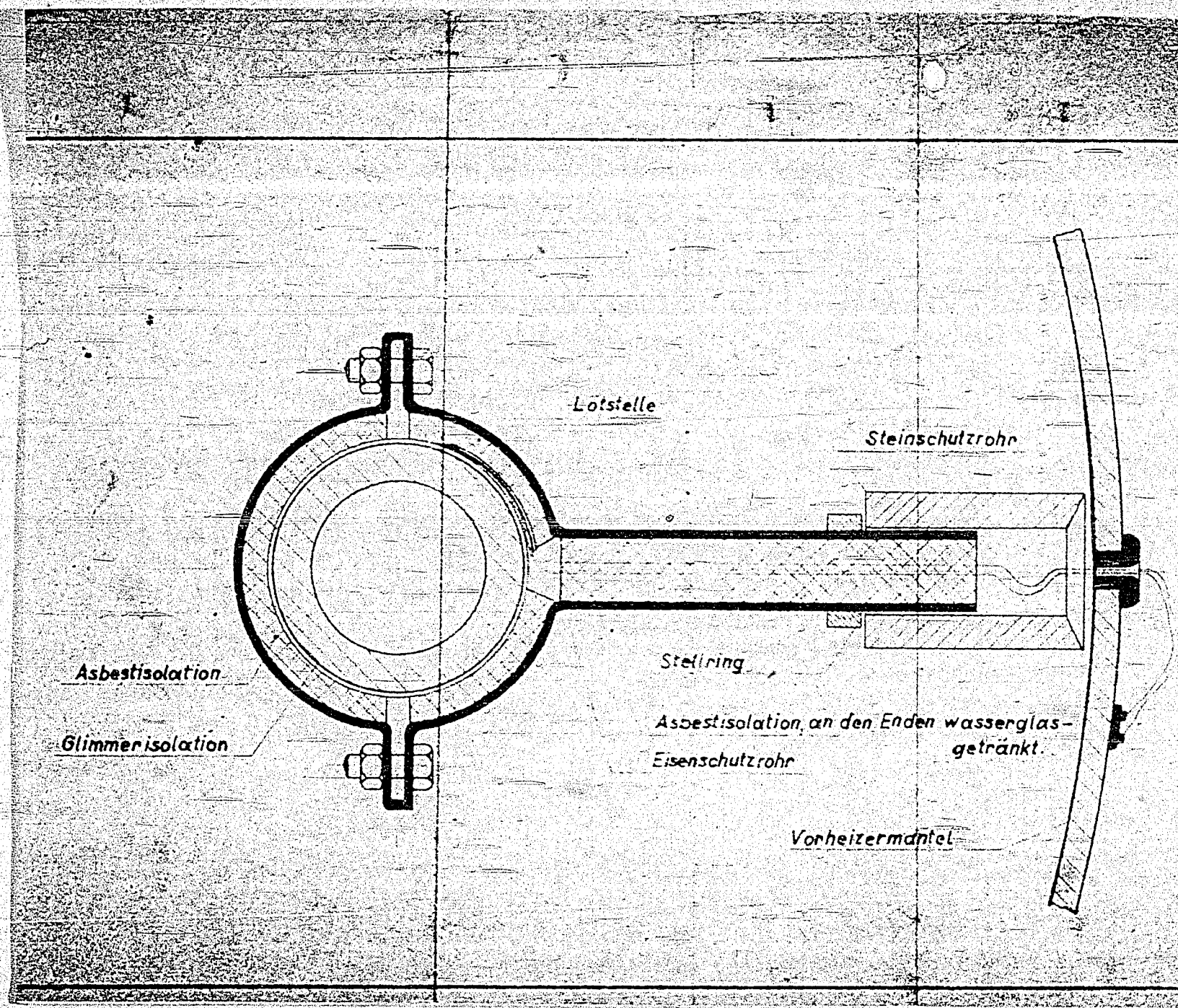
Betreff

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

Leuna	Rheinbraun
Scholven	Lützkendorf
Gelsenberg	Blechhammer
Pölitz	Brüx
Welheim	

DRAHTWORT Anilinfabrik Ludwigshafenrhein
FERNSPRECHER 6496
FERNSCHREIBER 0341 78
EMPFANGSBAHNHOF Ludwigshafen (Rhein) Anilinfabrik
GESCHÄFTSZEIT 8–17 Uhr, Samstags 8–13 Uhr
BESUCHE 9–12 Uhr, außer Montags u. Samstags
KONTEN Reichsbank Ludwigshafen a. Rh. 51 82, Postscheck Ludwigshafen a. Rh. 5816

1353-2064-15M-452/9006011B P0267



Brabag Böhlen

Einbauweise [illegible] auf [illegible]

[illegible] Thermoelemente

SK 2258

A 27

TITLE PAGE

6. Erfahrungsaustausch: Elektrovorheizer.
Exchange of experience: electric pre-heaters.

Frame Nos. 426 - 429

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

423

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

DRAHTWORT
Anilinfabrik
Ludwigshafenrhein

FERNSPRECHER
6496

GESCHÄFTSZEIT
8–17 Uhr,
Samstags 8–13 Uhr

BESUCHE
9–12 Uhr, außer
Montags u. Samstags

Leuna Braubag 4x
Scholven Rheinbraun
Gelsenberg Lützkendorf
Pölitz Oberschlesien 2x
Welheim Brüx.

(b)

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unsere Zeichen	LUDWIGSHAFEN A. RH.
				[illegible] 20 X 1942 Dr/Ba

Betreff [illegible]

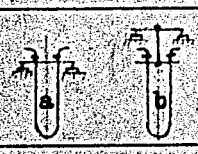
[illegible] die Dauer der Arbeit [illegible]
[illegible] Hundertsatz [illegible]
wie Sie dann ersehen werden besonders bei den Hydrier-
werken mit langer Laufzeit relativ hohe Ausbeuteverluste wäh-
rend eines vollen Jahres gefahren, ohne daß sich irgendwelche
Schwierigkeiten ergeben. Es scheint, daß also beide Aufarbeitungs-
formen der Aufgabe gewachsen sind, zumal inzwischen keine diesbezüg-
lichen Klagen bei den Werken Scholven, Gelsenberg und Pölitz
bekannt wurden, welche die Aufarbeitung der Kammadeln nach a dupol-
führen, die weiter besonders bis auf die in Leuna alljährlich
durchgeführte Reinigung der Kammadeln von Schwefeleisen

Heil Hitler!
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Anlage

4.29

Erfahrungsaustausch über [illegible]

Hydrier-Werk		Leuna	Scholven	Gelsen
Anzahl der Elektro-Vorheizer		4 1	2	2(
Für welche Kontakte		5058 6434	5058	505
Druck	at	200	300	3(
Anzahl der Haarnadeln im Elektro-Vorheizer		4 6	3	4
Beheizte Länge einer Haarnadel	m	19	21,2	21,
Gesamt beheizte Länge einschließlich Ein- und Ausgangsrohr	m	76,0 114,0	84,8	84,
Rohrdimensionen		90/127	90/127	90/1
Material		N 8	N 8	N 1(
Wie sind die Haarnadeln aufgehängt, nach a oder b ? 		b	a	a
Anzahl der Transformatoren pro Vorheizer		4 6	2	2
Max.elektr.Leistungen eines Transformators	KW	330	ca 750	7(
Hierbei gemessene Stromstärke	Amp.	6600	6600	66(
und Spannung am Vorheizer	Volt	66	70	7(
Wie lange wurde ein Elektro-Vorheizer mit Energie ohne Unterbrechung gefahren ?	h	9500	2000	86(
Welches ist die mittlere elektr. Dauerbelastung in dieser Periode ?	KW	1330	400	9(
Welches ist die elektr. Höchstbelastung ?	KW	1940	930	12(
Während der obigen mittleren Belastung gefahrene Austrittstemperatur aus dem elektr. Vorheizer	°C	375	415	3(
Wird die Rohrwandtemperatur gemessen ? und wie ?		nein	nein	auf Kl
Werden besondere Thermofühler verwendet, die alarmieren und evtl. abschalten ?		nein	nein	ei
zeigte der Elektro-Vorheizer bei Dauerlast irgendwelche Störungen, z.B. an Rohren, Aufhängungen usw. ?		nein	ja	
und		Haarnadeln alljährlich von Schwefeleisen befreit durch Ausbohren und Ausblasen	Bei längerer Belastung traten an den Klammerbacken wiederholt Schmorstellen auf	Die K ken tra Klem Über an auf
Bemerkungen:				

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Ke 24.2.42. Name: Eicher.

...una	Soholven	Gelsenberg	Welheim	Böhlen	Brabag. Magdeburg	Zeitz	Pölitz	Wesseling
1	2	2(3)	1	3	2	5	3	2
6434 200	5058 300	5058 300	58/II 700	6434 300	6434 300	5058 300	5058 300	5058 300
6	3	3	6	3 3 5	3	5	5	3
19	21,2	21,2	23	17 19 21	22	21,4 30	20,6	21,2
114,0	84,8	84,8	138	68 76 128	88	129,6 180	123,6	84,8
0/127	90/127	90/127	185/229	90/127	90/127	90/127	90/127	90/127
N 8	N 8	N 10	N 8	N7 N8 N8	N 8	N 8	N 10	N 10
1	a	a	a	a	b	b	a	a
		2	3	2 2 3	2	3	Ka7 Ka6 Ka8 2 3 3	2
		750	ca 600	520	540	690 500	650	750
		6600 70	6000 60	6000 65	6200 62	7800 5500 62,7 65	6600 70	
9500	2000	860	2300	8400	7200	1968 3240	3733	
330	400	900	1000	722	500 - 600	500 700	666	
940	930	1200	1200	1054	1080	790 1150	1400	
75	415	390	485	344	340	290	330	
...in	nein	aufgebundene Elemente	aufgebundene Elemente	angebohrte Winkelstck. u.aufgeb.Elem	angebohrte Winkelstck.u. aufgeb.Elem.	aufgebundene Elemente	aufgebundene aufgeschweißte Elemente	aufgebundene Elemente
...t	nein	nein	nein	nein	nein	wurden verwendet, haben sich aber nicht bewährt	nein	
...r	Ja		nein			nein	nein	
...el ...ch	...r Hänger ...ung	Die Klemmbakken haben sich an den ...gelöst; es ...traten in den Klemmstellen Überhitzung an den Rohren auf		Isolatorenbruch 1936, Kontaktlokkerung 1937 2 x Rohrreisser	Bei früherer Aufhängung "a" öfter Abscherung der Isolatoren u. hierdurch einmal Erdschluß an Vorheizerrohr			

Urheberrechtsschutz nach GWU

N 4762 - 8

N 4762 - d.D.

TITLE PAGE

7. Fragebogen für die Zusammenstellung der Unterlagen zur Berechnung von Gashydraten.
   Questionnaire for collecting the data necessary for calculating gas hydrogenation products.

Frame Nos. 430 - 454

Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff
Aktiengesellschaft

Fernruf: Wesseling (Bz. Köln) Postfach 4

I.G. Farbenindustrie A.-G.

Ludwigshafen/Rhein.

Wesseling (Bz. Köln), den 3. Februar 1942

Ihre Nachricht vom: Hochdruckversuche Lu 558

Unser Zeichen: B/Pt/Zi

Betreff: Fragebogen für die Zusammenstellung der Unterlagen zur Berechnung von Gashydraten.

Wir danken Ihnen für die Übersendung des Besprechungsberichtes der Erfahrungsaustauschbesprechung vom 4.12.1941 und fügen in der Anlage die von Ihnen gewünschten Anlagen und die Schaltbilder unseres 700=und325 atm= Kreislaufes bei.

Heil Hitler !

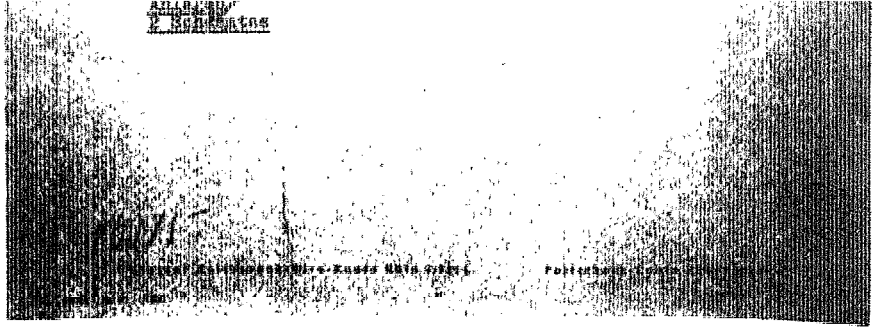
Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff
Aktiengesellschaft

ppa. Zimmermann

i. V. Dr. Pier

Anlage

Anlage 4b
z. Schreiben



Januar 1942 — I.G. Farbenindustrie AG.

Gaserzeugungs-Kreislauf:

	Jetziger Zustand	Zustand bei Beachtung v. Vorschlägen zur Vermeidung der Gashydratbildung
1) Siehe unser beigelegtes Schema.		
2) a) Druck-Umlaufpumpe Saugseite	442 atü	442 atü
b) " " " Druckseite	492 atü	492 atü
c) an der Stelle der Gashydratbildung	-	492 atü
3) a) H_2O Einspritzung vor Regenerator	-	-
b) " " " Kühler	1900 kg/h	1900 kg/h
c) " " im geschl. Kreislauf	-	-
4) a) Abstreifer, wasserfrei	13 to/h	13 to/h
b) Temperatur des Abstreifers	72°	76°
5) Zahl der Kammern:	1	
6) Ausgangsgas sämtl. Kammern	36 000 cbm/h	36 000 cbm/h
7) Analyse des Kreislaufgases		

	CO_2	C_nH_m	O_2	CO	H_2	KW	N_2	H_2S	NH_3	
a) Saugseite	4.8	0.42	0.0	4.29	73.46	1.4	3.25	0.38	6mg/m³	
b) Druckseite	4.0	0.4	0.0	4.1	74.6	1.8	3.1	0.38	5 " "	1.4

c) Ölwäsche nicht in Betrieb.
d) " " " " "
e) nach der Frischgaszugabe siehe b).
f) an der Stelle der Gashydratbildung siehe a).
g) Temperatur des Kreislaufgases: siehe dazu unser Schema.
a) Kühlerein- 72°
b) Kühleraus- 46°
c) Abscheideraus- 45°
d) Umwälzpumpe saugs- 52°
e) " druck- 48°

	Jetziger Zustand	Zustand b.d.Beobachtung v. Gashydraten
9) a) Frischgasmenge	12 000 m^3/h	12 000 m^3/h
b) Zugabe in Kreislauf (siehe Schema)		
10) Zusammensetzung des Frischgases:	H_2 H_2 CH_4 NH_3	
	97,6% 2.% 0,3% 5mg/m^3	
11) a) Ölwäsche vorhanden, jedoch nicht in Betrieb.		
b) Menge des Waschöls:	- - -	
c) Temperatur d. Wascgöls b. Eintritt:-		-

12) Vakuumentspannungsanlage nicht vorhanden.

13) Wir haben kurz nach der Inbetriebnahme unserer ersten Kohlekammer Verstopfungen im Kreislaufgaskühler festgestellt, die aller Wahrscheinlichkeit auf Gashydratbildung zurückzuführen sind.

Herr Dr. Peukert hat auf der Erfahrungsaustauschbesprechung darüber berichtet. Dem Referat Ihres Besprechungsberichtes ist nichts zuzufügen, jedoch zu berichtigen, daß wir zur Beseitigung der Verstopfung den Kühler von außen mit Dampf angewärmt, aber kein Wasser in die Hochdruckleitung eingespritzt haben.

1) Zu dem Gasgase-Vorhydrierungs-Kreislauf:

		Jetziger Zust.
1)	Siehe unser beigelegtes Schema.	
2)	a) Druck-Uml.Pumpe Saugs.	265 atü
	b) " " " Drucks.	295 atü
	c) an d.Stelle d.Gashydratbildung	-
3)	a) H_2O-Einspr.vor Regenerator	2 000 kg/h
	b) " " " Kühler	-
	c) " " " im ges.Kreislauf	-
4)	a) Abstreifer, wasserfrei	5.6 to/h
	b) Temperatur d.Abstreifers	30°
5)	Zahl der Kammern:	4
6)	Ausgangsgas sämtl.Kammern:	45 000 cbm/h
7)	Analyse d.Kreislaufgases:	

	CO_2	C_nH_{2n}	O_2	CO	H_2	C_nH_{2n} + 2	A_2	H_2S	NH_3 mg/m³	OZ
a) Saugs.	0.3	0.1	0.1	0.0	86.1	6.6	6.7	0.1	18.5	1.1
b) Drucks.	0.2	0.0	0.0	0.0	86.2	6.5	6.9	0.1	6.3	1.2

c) Diese Wäsche nicht in Betrieb.
d) " " " "
e) nach der Frischgaszugabe siehe b)
f) an d.Stelle d.Gashydratbildung -
8) Temperatur d.Kreislaufgases:
a) saugseitig 30°
b) druckseitig 46°
c) vor dem Gaskühler -
d) nach dem Gaskühler "
e) [illegible] d.Stelle d.Gashydratbildung "
9) [illegible]
10) [illegible] Stelle im Kreislauf
[illegible]

Jetziger Zustand

10) Zusammensetzung d.Frischgases:

H_2	N_2	CH_4
97.6 %	2.1 %	0.3 %

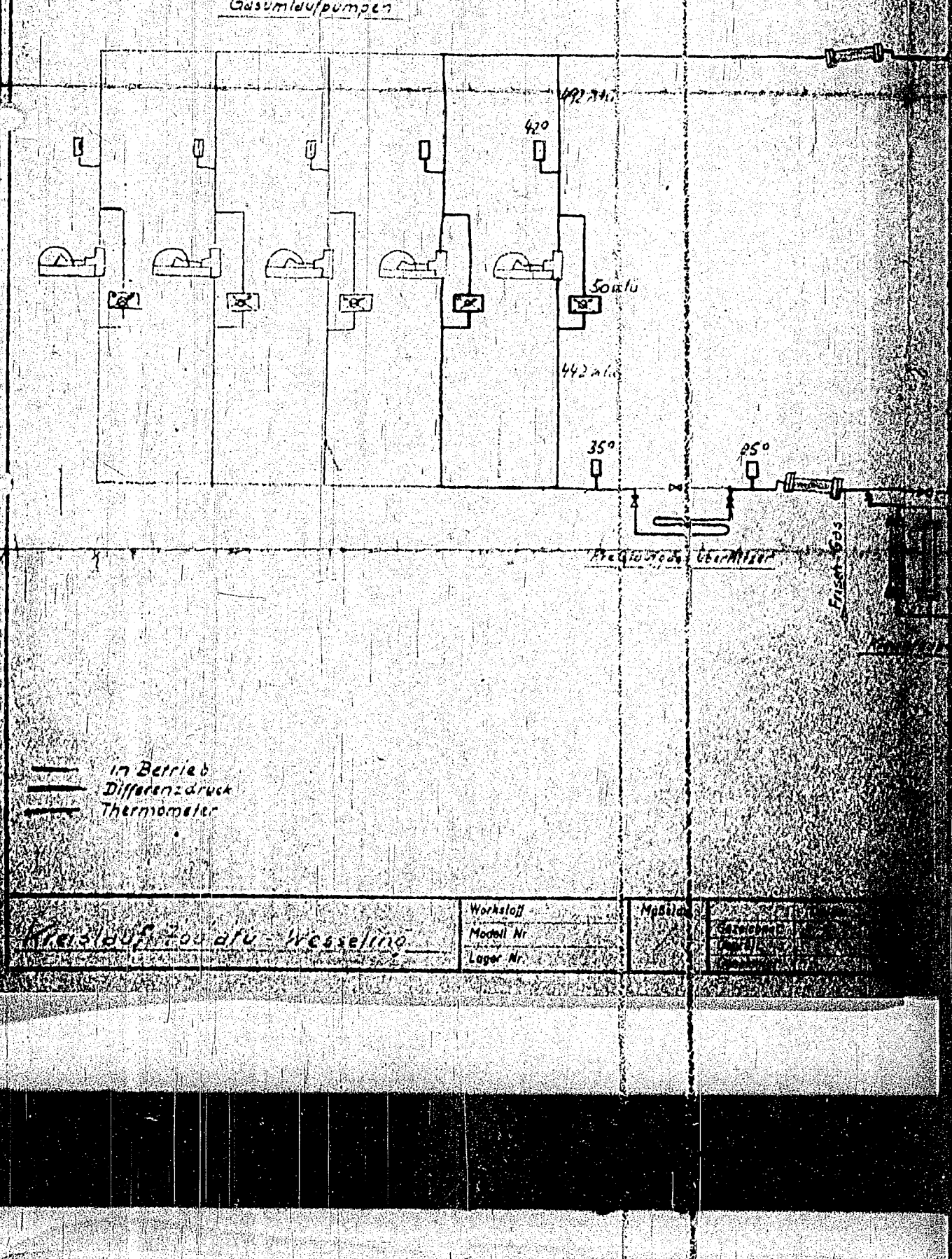
11) a) Ist Ölwäsche vorhanden und in Betrieb ? nicht vorhanden.
b) Menge des Waschöls. -
c) Temperatur des Waschöls beim Eintritt. -

12) Ist Vakuumentspannungsanlage vorhanden und in Betrieb ?

13) Im Gasphase-Kreislauf wurden bisher keine Cashydrate beobachtet.

Temp.=und Druckverhältnisse

435

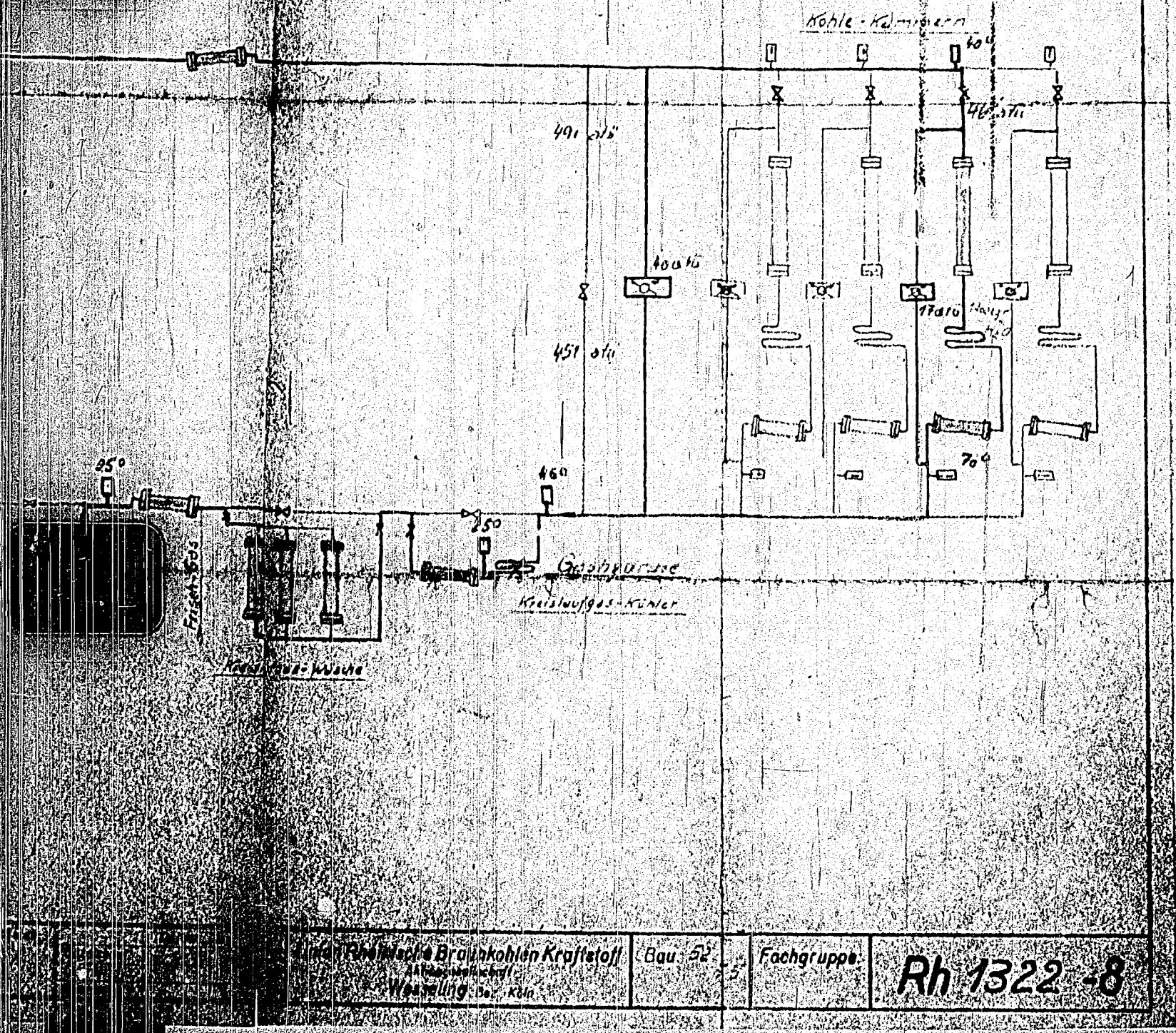


verhältnisse der Gashydratbildung

Ersatz für:

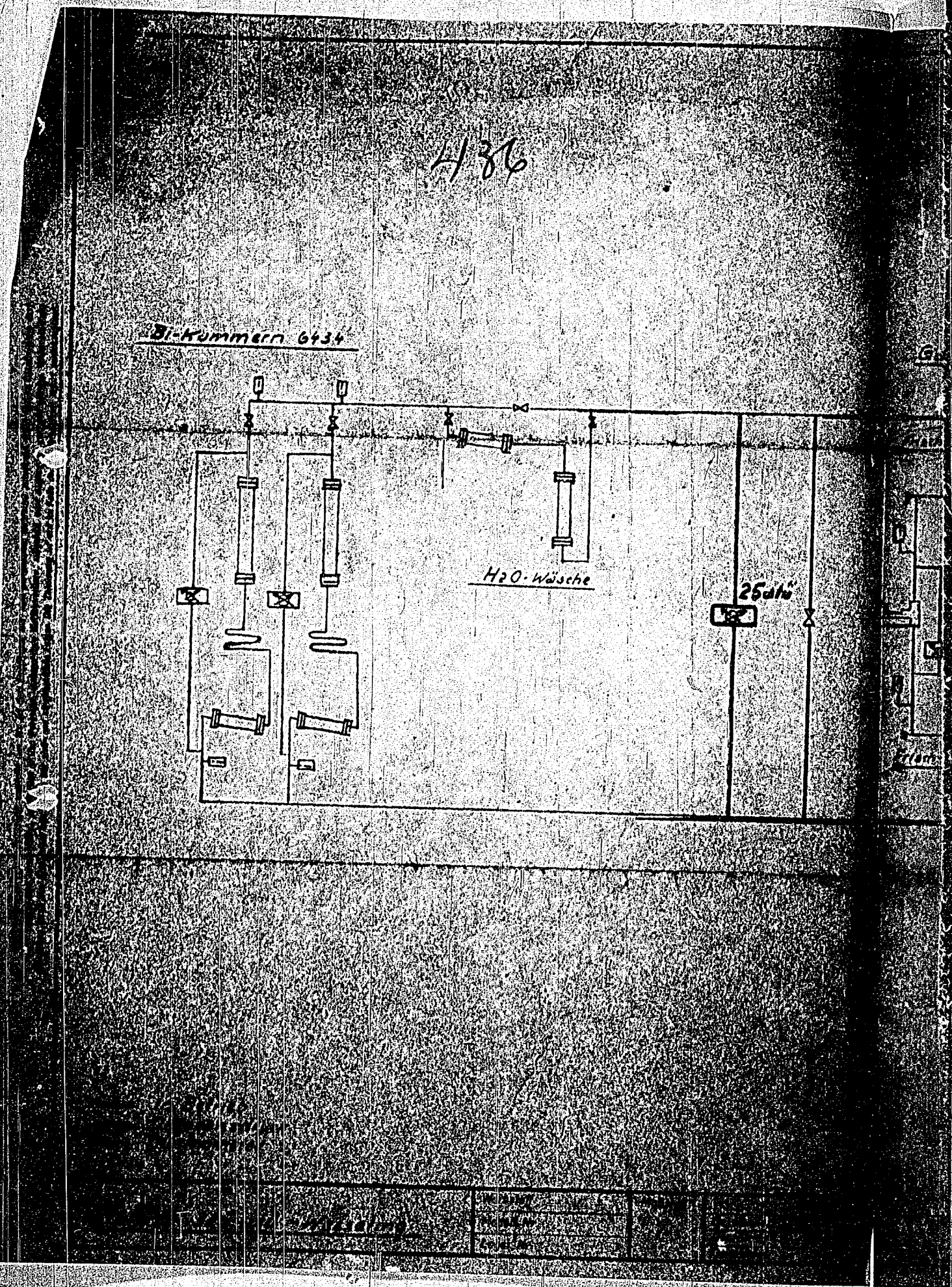
Ersatzt durch:

435



Rheinische Braunkohlen Kraftstoff Aktiengesellschaft Wesseling bei Köln	Bau 52	Fachgruppe	Rh 1322-8

4136

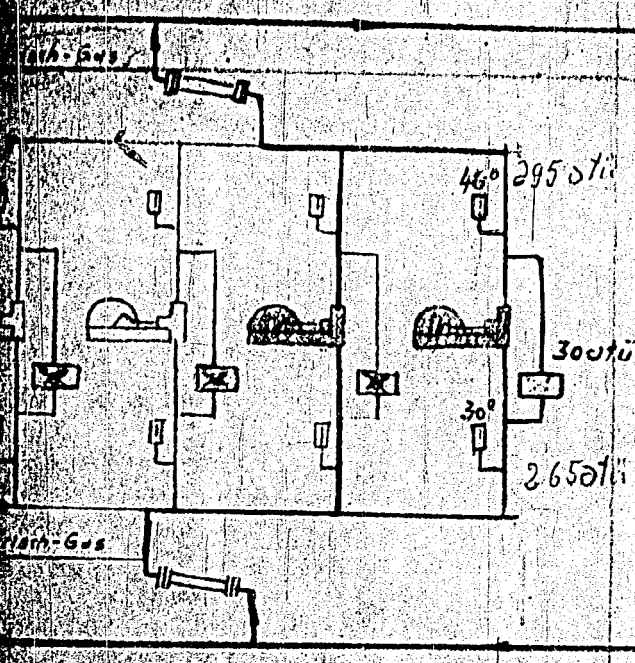


Ersatz für:

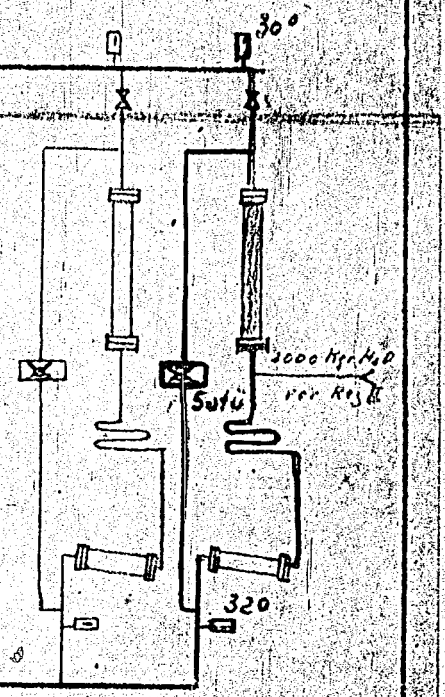
Ersetzt durch:

436

Gasumlaufpumpen



Bi-Kammern 5058



Keine Gashydratebildung

Rheinische Braunkohlen Kraftstoff Aktiengesellschaft Wesseling Bez. Köln	Bau 5 1/60	Fachgruppe: TZ1	Rh 13-45 -8

Gelsenberg Benzin
Aktiengesellschaft

437

Ihr Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unser Zeichen	Unser Fernruf	Gelsenkirchen
Hochdruck-	1.1.43	Wkr./Dr.Jb.	5252	15.1.43 De.
Datum 2/Au 553				

Betrifft: Erfahrungsaustausch Hochdruck

In der Anlage übersenden wir Ihnen die mit Ihrem Telephonat vom 14.1.1943 gewünschten Angaben.

Anlage

[redacted]

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft

Ludwigshafen a.Rh.

80779

0546 Postfach 15 Drahtwort: Gelsenbenzin Fernruf 378 51

1 Anlage zu Nr. 437
Nachprüfung

Bericht [illegible] Gaswerksmeister Herr [illegible] den [illegible]

Gaswerk/Dr.Kl.

Zusammenstellung für Erfahrungsaustausch.

Unterlagen zur Berechnung von Gashydraten.

A) Sumpfphase-Kreislauf:

1.) Vereinfachtes Schema der Kreislaufe liegt bei.

2.) a Druck 645 atm Umlaufpumpe Saugseite
b Druck 700 atm Umlaufpumpe Druckseite.

3.) a Wassereinspritzung vor den Regenerator kg/Std/Kat. [illegible]
b " " vor den Produktkühler kg/Std/Kat. 1000
c " " in den gesamten Kreislauf kg/Std/Kat. 2500
Diese Stellen sind im Schema eingezeichnet.

4.) a Abstreifermenge waserfrei 12 - 16 t/Std.
b Temperatur des Abstreifers 50 - 60 °C.

5.) Zahl der Kammern: z.Z. 5 in Betrieb.

6.) Ausgangsgas sämtlicher Kammern: 300 000 cbm/Std.

7.) Zusammensetzung des Kreislaufgases:
a nach dem Kreislaufkühler = vor der Ölwäsche.
b nach der Ölwäsche = Saug- u. Druckseite der Umlaufpumpe.
c nach der Frischgaszugabe.

Kohlarmes:	a	b	c
Vol.% H_2	79	82,5	85,6
N_2	9	8	4,6
CO	0,8	0,8	
KW	11	8	8
n-C	1,25		
O_2	8		6,2
H_2S	2		0,1
CO_2	0,7		1,1
[illegible]	0,5		
[illegible]	0,5		
[illegible]	0,5		
[illegible]	0,5		
[illegible]	0,5		

8.) Temperatur des Kreislaufgases:

a saugseitig 50 - 70°
b druckseitig 45 - 55°
c vor dem Gaskühler 50 - 60°
d nach dem Gaskühler 30 - 40°
e Gashydrate wurden nicht beobachtet.

9.) a Frischgasmenge 60 - 85 000 cbm/Std.
b Zugabe im Kreislauf im Schema angekreuzt.

10.) Zusammensetzung des Frischgases 97 % H_2
2,5 % N_2
0,1 % CO
0,2 % KW
0,2 % CO_2

11.) a Ölwäsche ist vorhanden und in Betrieb.
b Menge des Waschöles ca. 200 cbm/Std.
c Temperatur des Waschöles beim Eintritt 25 - 30°.

12.) Vakuumentspannungsanlage ist vorhanden und in Betrieb.

B) Gasphase-Kreisläufe:

1.) Vereinfachtes Schema der Kreisläufe liegt bei:

2.) a Druck 285 Umlaufpumpe Saugseite
b Druck 320 Umlaufpumpe Druckseite.

3.) a Wassereinspritzung vor den Regeneratoren kg/Std/Ka: 500-800
b " " vor den Produktkühler kg/Std/Ka: -
c " " in den gesamten Kreislauf kg/Std/Ka: 1000

Diese Stellen sind im Schema eingezeichnet.

4.) a Abstreifermenge wasserfrei 10 - 25 t/Std. u. Kammer
b Temperatur des Abstreifers 15 - 30° C.

5.) Zahl der Kammern: Z.Z. 5 in Betrieb.

6.) Ausgangsgas sämtlicher Kammern: 200 000 cbm/Std.

7.) Zusammensetzung des Kreislaufgases:

a auf der Saugseite
b auf der Druckseite
c nach der Frischgaszugabe.

Gasphase:

		a u. b	c
Vol.%	H_2	80	67 - 88
	N_2	7	13 - 5
	CO	0	0
	KW	10	5 - 8
	m C	1,40	1,3-1,5
	C_1	7	11 - 3,5
	C_2	2	2 - 3
	C_3	0,7	0,9-0,1
	C_4	0,2-0,8	0,2-0,5
	C_5 u.h.	0,5-0,9	0,3-0,4
g/nm^3	H_2S	0,5-1,0	0,1-0,5
	NH_3	0 -0,4	0 -0,06
	CO_2	0,2-0,3	0,2-0,3

8.) Temperatur des Kreislaufgases:

a saugseitig 15 - 30°
b druckseitig 35 - 45°
c vor dem Gaskühler -
d nach dem Gaskühler -
e Gashydrat wurde nicht beobachtet.

9.) a Frischgasmenge 40 - 45 000 cbm/Std.
b Zugabe im Kreislauf im Schema angekreuzt.

10.) Zusammensetzung des Frischgases

11.) a Wasserwäsche in Druckseite vor den 6431-Kammern.
b Menge des Waschwassers: 4 cbm/Std.
c Temperatur des Waschwassers beim Eintritt: 30 - 60°

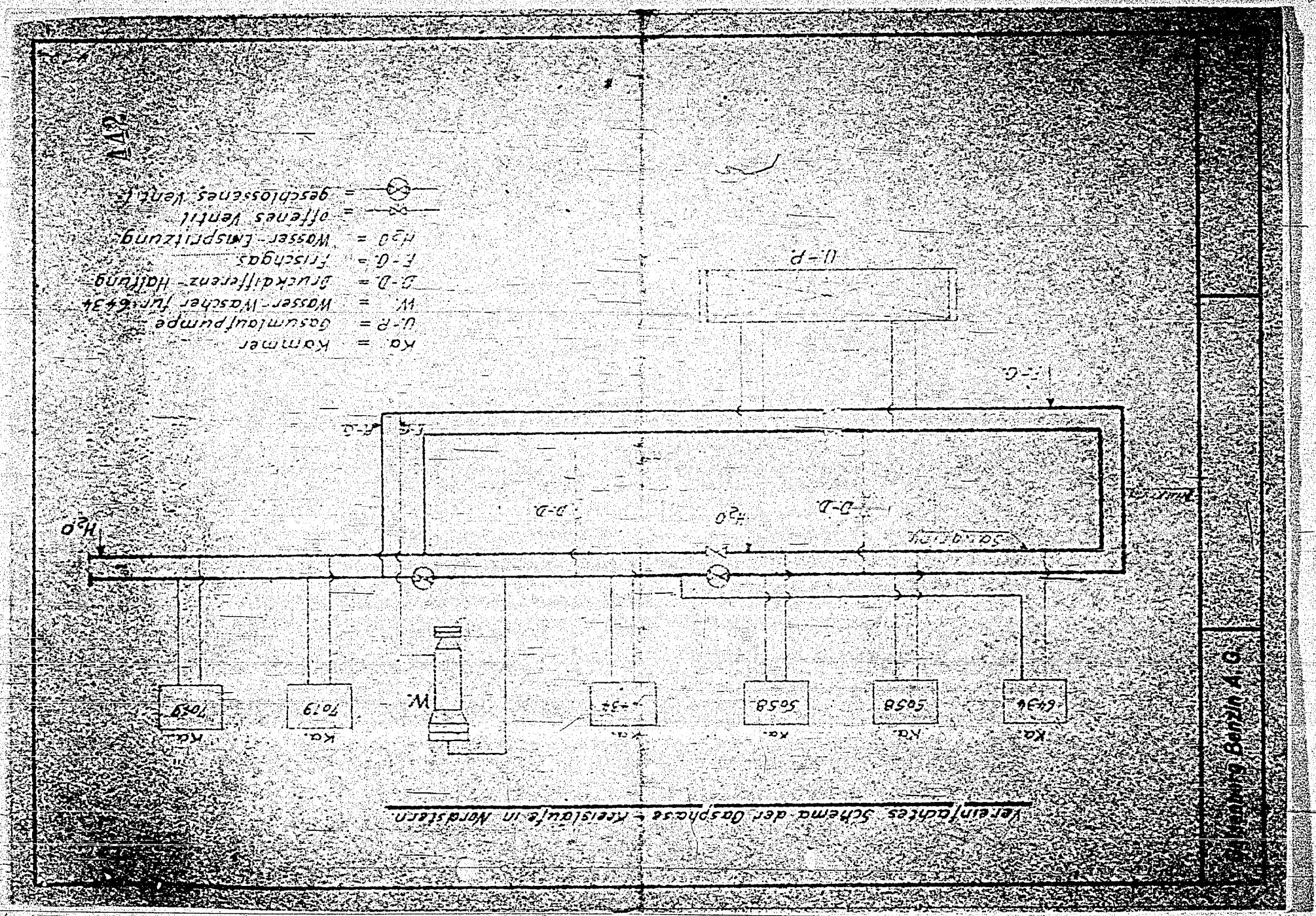
In vorstehender Zusammenstellung sind die Verhältnisse angegeben, wie sie etwa z.Z. in den Kreisläufen der Kohlekammern und Gasphase-Kammern herrschen.

Druckdifferenzen durch Gashydrate wurden bei uns unter diesen Bedingungen nicht beobachtet, auch wenn bei Störungen vorübergehend die Temperaturen in den Kreisläufen auf ca. + 15° abfielen. Hingegen nahmen die Undichtigkeiten der Stopfbüchsen an den Gasumlaufpumpen bei Kälteperioden häufig zu, was vermutlich z.T. auf verstärkte Schmierölverdünnung durch Kohlenwasserstoffe aus dem Kreislaufgas zu erklären ist.

In einem einzigen Fall bald nach der Inbetriebnahme unserer Kohlephase trat eine größere Störung auf, für deren Ursache u.a. auch eine Bildung von Gashydraten in Erwägung gezogen wurde, wenn solche auch nicht festgestellt werden konnten:

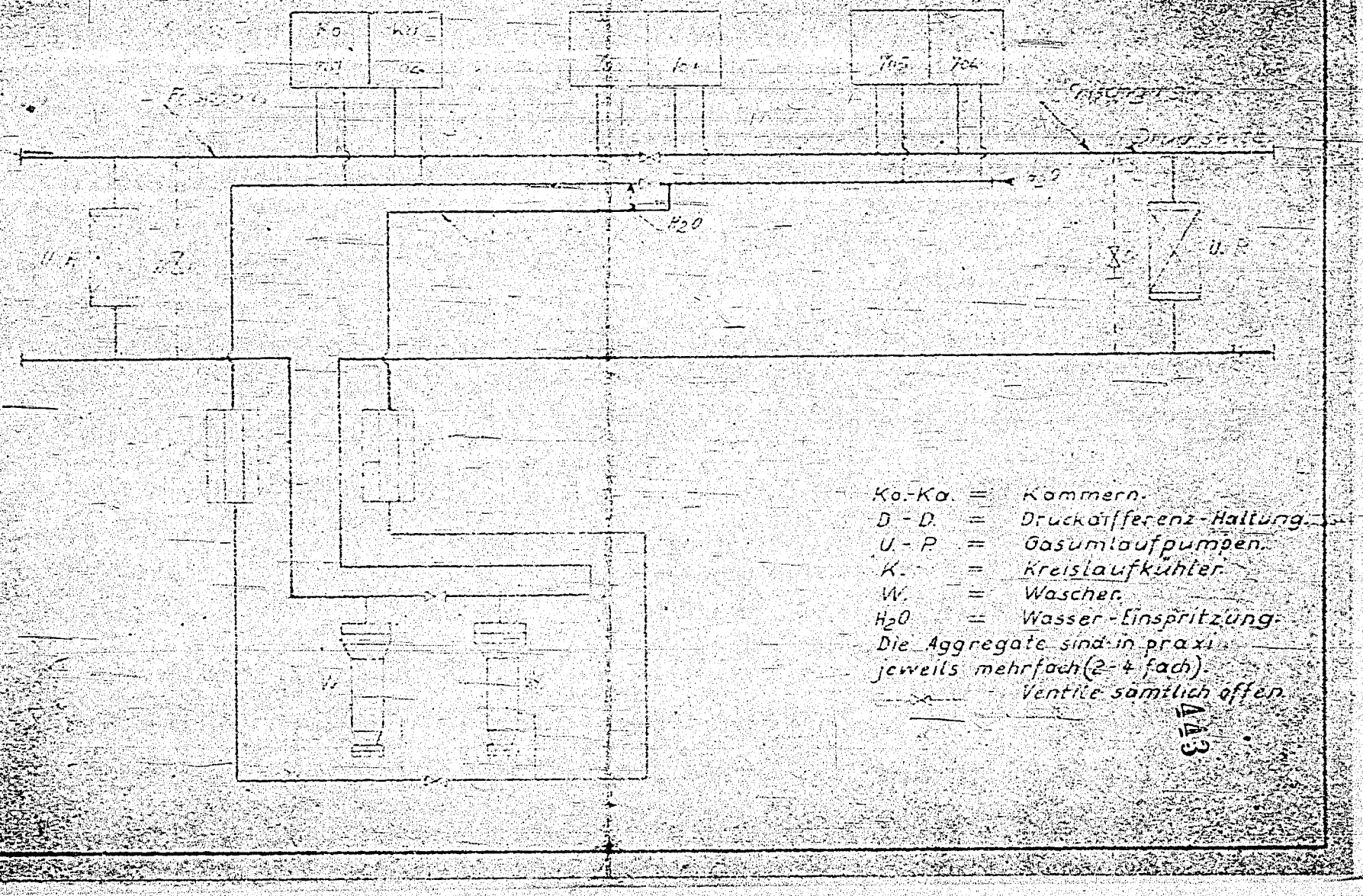
Am 5.11.39 fiel bei einem Betrieb von nur 1 Kohlekammer plötzlich der Gasdurchgang aus, so daß die Kammer notentschlammt werden mußte. Die Ursache dafür konnte damals nicht eindeutig festgestellt werden. Zu dieser Zeit wurde noch der Kreislaufkühler möglichst kalt gefahren, um Ammoncarbonat völlig zu entfernen, das vorher zeitweise Druckdifferenzen im Kreislaufkühler und Wascher gegeben hatte. Seit der Störung wird der Kreislaufkühler normalerweise auf etwa 30 - 40° gehalten, und neuerdings auch eine registrierende Differenz-Messung über den Kreislaufkühler, die Waschanlage und den Kreislauf bis vor den Umlaufpumpen angeschlossen. Diese Differenz liegt (bei 2 parallel geschalteten Kreisläufen) bei etwa 12 atm. Anstiege werden nicht beobachtet.

Bei unseren Gasphase-Kammern haben wir ebenfalls im Winter die Erfahrung, daß 2 - 3 der 6 parallelen Stränge im Frischgaskühler die ganze Kühlleistung übernehmen müssen, während die anderen Stränge kalt werden und also anscheinend keinen Durchgang haben. Dies tritt vor allem bei den 6134-Kammern auf, bei denen keine Düsenkolben zur Regelung der Verteilung eingebaut sind, obwohl bei diesen Kammern wegen praktischer Abwesenheit von Wasser Laden Axgang gespritzt wird. Mit Beginn der warmen Jahreszeit gleichen sich die Durchgänge wieder aus. Da wir dabei trotz des großen Überschusses von Kreislaufgas keine Störungen bekamen, konnten wir noch nicht feststellen,


Ka. = Kammer
U-P = Gasumlaufpumpe
WV = Wasser-Vacuher für 6434
D-D = Druckdifferenz-Haltung
F-G = Frischgas
H2O = Wasser-Einspritzung
= offenes Ventil
= geschlossenes Ventil
Ka. 6434
Ka. 5058
Ka. 5058
Ka. 7019
Ka. 7059
W.
H2O
Vereinfachtes Schema der Gasphase - Kreislaufe in Nordstern.

Gelsenberg Benzin A.G.

Vereinfachtes Schema der Kohlephase-Kreisläufe in Nordstern



Ko.-Ka. = Kammern.
D - D. = Druckdifferenz-Haltung.
U - P. = Gasumlaufpumpen.
K. = Kreislaufkühler.
W. = Waschen.
H_2O = Wasser-Einspritzung.
Die Aggregate sind in praxi jeweils mehrfach (2-4 fach).
Ventile sämtlich offen.

A 23

Pölitz

444

HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft, Stettin-Pölitz

DRAHTWORT Hydro Stettinpölitz | FERNSPRECHER Stettin-Pölitz 871 Stettin 25841 | FERNSCHREIBER K I Berlin 42d Hydro Pölitz | GESCHÄFTSZEIT 8—17 Sonnab. 8—13 | POSTSCHECK Stettin 900

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Abtg. Hochdruckversuche

Ludwigshafen a. Rh.

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unsere Zeichen	
Hochdruckvers. F/Lu 558	14. 1. 42.		Sch/Du.	STETTIN-PÖLITZ 18. 2. 1942

Betrifft: Gashydrat.

Bezugnehmend auf Ihr Schreiben vom 14. 1. 42. übersenden wir Ihnen wunschgemäß die auf Grund Ihres Fragebogens zusammengestellten Betriebsbedingungen der Gasphase und Dampfphase für die verschiedenen Fälle der Bildung bezw. Vermeidung von Gashydraten.

Was die drei Fälle der Gashydratbildung in unserer Anlage anbetrifft ist zu bemerken, daß zur Vermeidung von Gashydraten

1. die Abstreifertemperatur in der Dampfphase auf jeden Fall über 60° gehalten wird,
2. die Dampfphase-Kreisläufe sowohl druck- wie saugseitig beheizt und isoliert worden sind,
3. Umgangskühler in der Gasphase mit einer Warmwasser-Rückführung versehen worden, sodaß in der kälteren Jahreszeit der Kühlwasserzulauf immer auf Temperaturen um 10° gehalten werden kann.

Wir hoffen, Ihnen mit diesen Angaben gedient zu haben und zeichnen mit

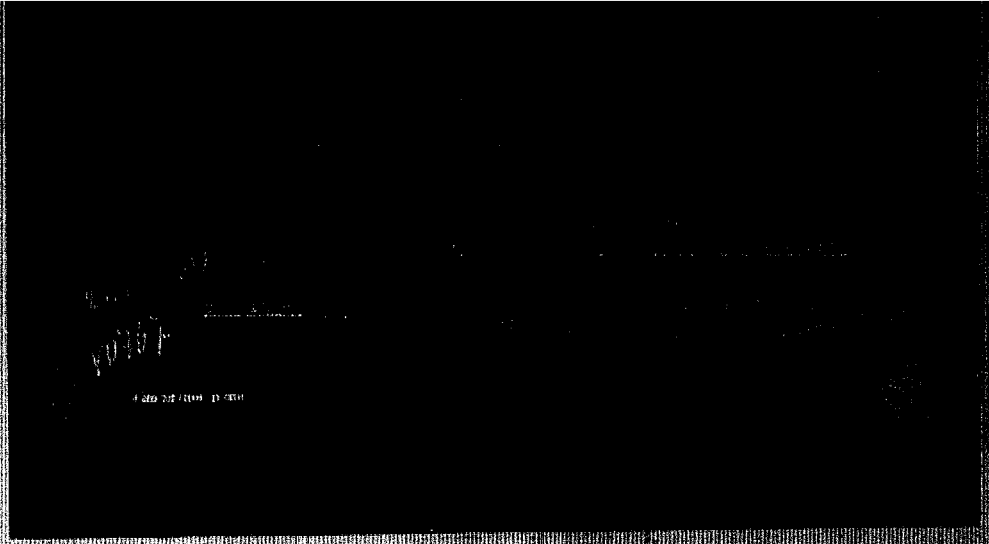
Heil Hitler!

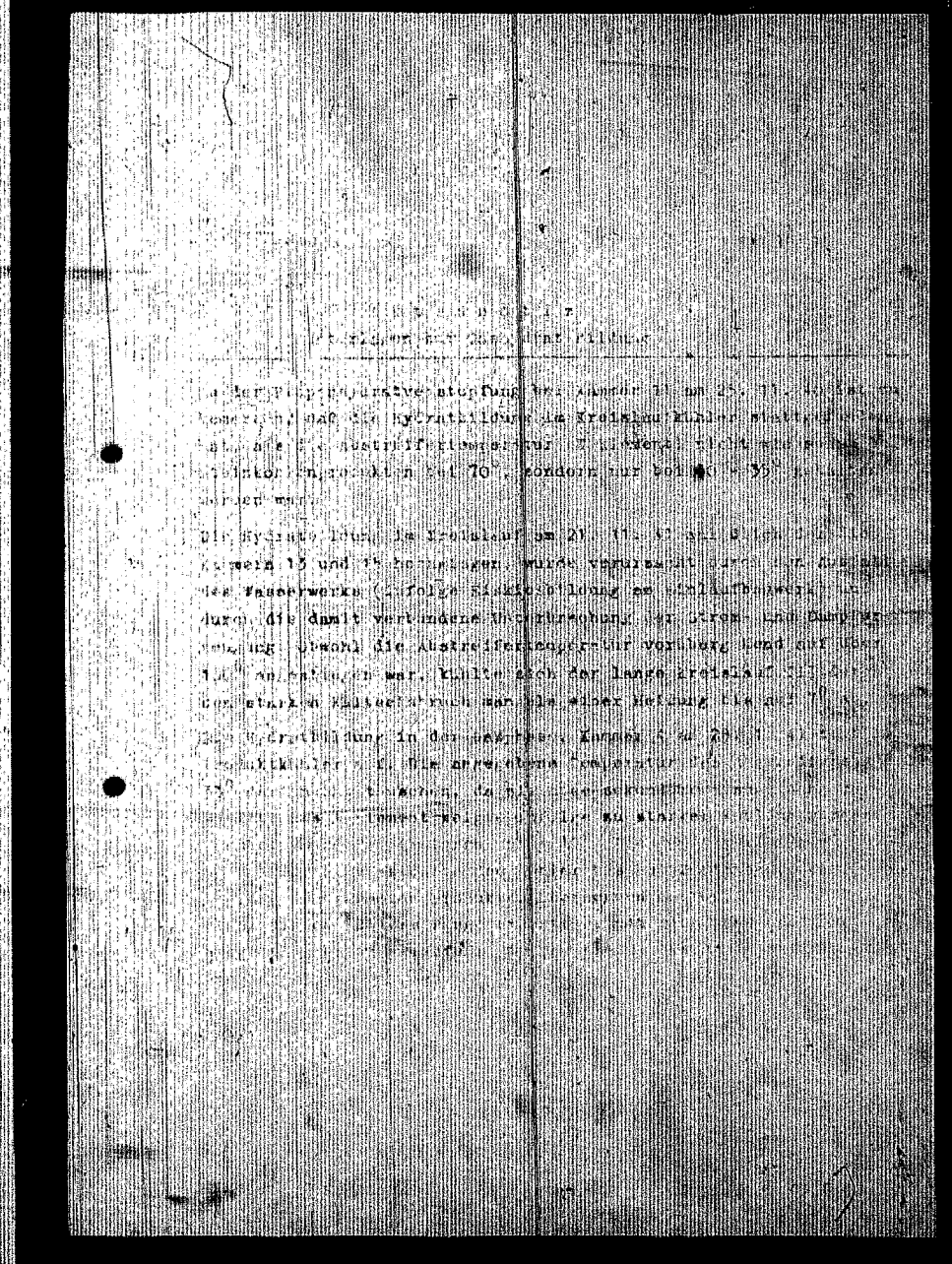
HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

ppa. [illegible]

9. Feb 1942

5 Anlagen





Abschrift. Ki

Hydrierwerke Pölitz
Aktiengesellschaft

Pölitz, den 14. Februar 1942
BH/Kö
M

446

G a s p h a s e

	am 15.1.1942 (ohne Hydratbildung)		am 28.1.41 Hydratbildung bei
K a m m e r n	64 34 (Ka. 3,4,5)	5058 (Ka.6,7,8)	Ka. 4 (6434)
Druck U-Pumpe Druckseite	319	320	321
" " Saugseite	283	285	290
Druck an der Stelle der Hydratbildung	---	---	300
Wasser vor Reg.II l/h	500	500	500
" " Produkt-Kühler	800	1.000	500
" in dem Kreislauf	100	200	400
Abstreifer H_2O frei m^3/h	je 10 - 13	je 16 - 21	15
Temperatur des Abstreifers	15 - 20°	15 - 20°	33° (zeitw. 10°)
Ausgangsgas m^3/h	100.000 (3,4,5)	130.000 (6,7,8)	41.000 (4)
Temp.d.Krsl. Druckseite	34°	39°	27°
" " " Saugseite	19°	21°	19°
Frischgasmenge m^3/h	13.000 (3,4,5)	29.000	ca. 4.000
Ölwäsche	Ölwäsche nicht erforderlich		
	Druckseite / Saugseite	Druckseite / Saugseite	Druckseite / Saugseite

[redacted]		100				200				400	
Abstreifer	/m	je 10 - 15				je 16				15	
Temperatur d. [redacted]fers		15 - 20°				15				33° (zeitw. 10°)	
Ausgangsgas		100.000 (3,4,5)				130.[redacted]				41.000 (4)	
Temp.d.Krsl. [redacted]te		34°				39				27°	
" " " Saugseite		19°				21°				19°	
Frischgasmenge m^3/h		13.000 (3,4,5)				29.000				ca. 4.000	
Ölwäsche		Ölwäsche nicht erforderlich								---	
		Druckseite		Saugseite		Druckseite		Saugseite		Druckseite	Saugseite
Zusammensetzung des Kreislaufgases		CO_2	0,0	0,0		0,9		0,9		CO_2 0,3	0,0
		H_2S	0,0	0,0		0,0		0,0		H_2S 0,0	0,0
		O_2	0,0	0,0		0,0		0,0		O_2 0,0	0,0
		H_2	93,1	91,0		91,0		90,5		H_2 94,6	94,2
		CO	0,4	0,6		0,1		0,2		CO 0,0	0,0
		N_2	3,9	5,0		4,8		4,0		N_2 2,4	3,0
		KW	2,6	2,9		3,0		4,0		KW 2,7	2,8
		C-Zahl	1,66	2,21		1,46		1,52		C-Zahl 2,76	3,0
		NH_3	0,003 g/m³	0,004 g/m³		0,009 g/m³		0,054 g/m³		NH_3 0,003 g/m³	0,007 g/m³
Zusammensetzung des Frischgases		CO_2	0,0							CO_2 0,0	
		H_2S	0,0							H_2S 0,0	
		NH_3	0,0							NH_3 0,0	
		O_2	0,0							O_2 0,0	
		CO	0,0							CO 0,0	
		H_2	97,0							H_2 97,2	
		KW	0,6							KW 0,5	
		C-Zahl	1,0							C-Zahl 1,0	
		N_2	2,4							N_2 2,3	

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Abschrift. Ki

Pölitz, den 14. Februar 1942
BH/Kö

447

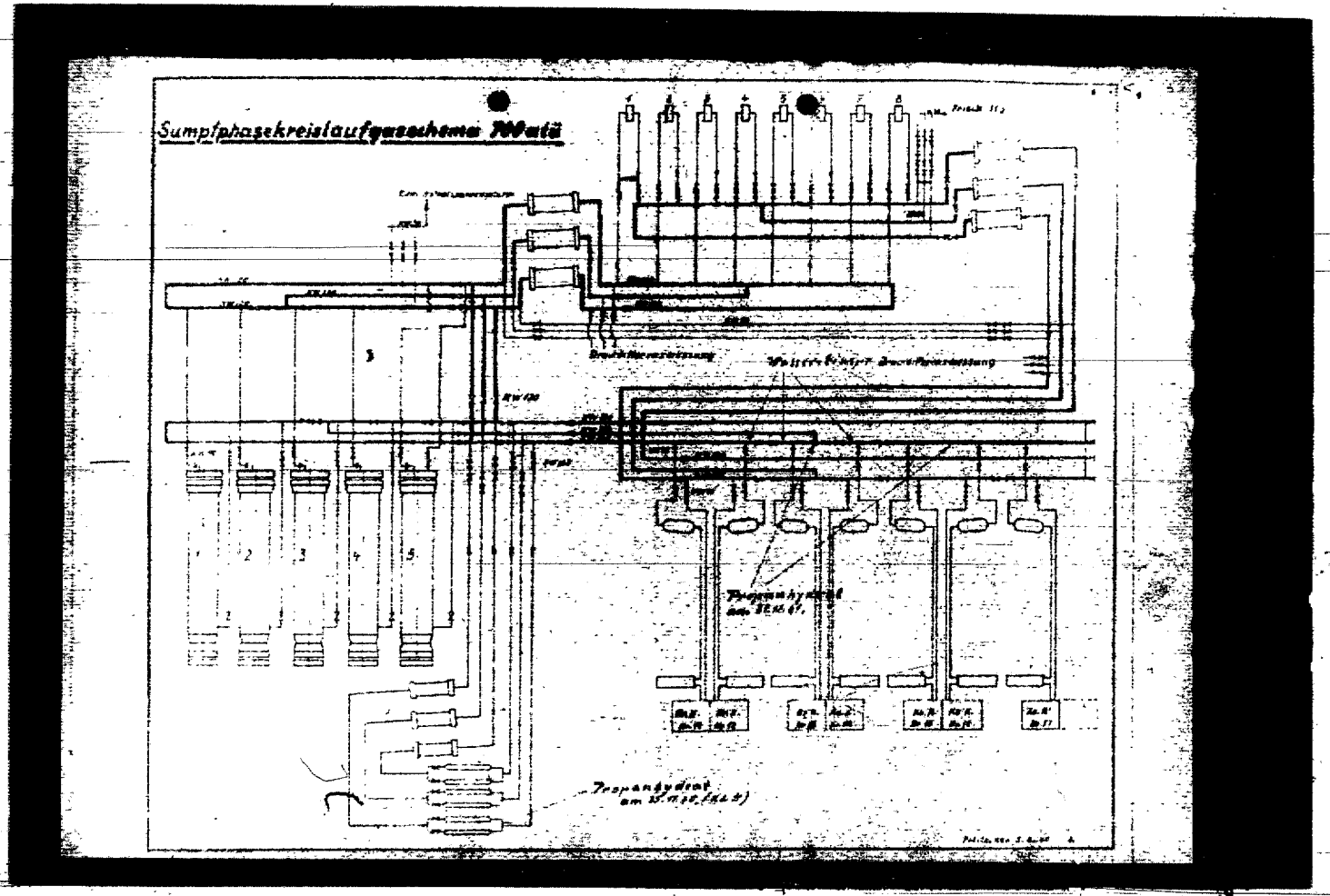
Sumpfphase

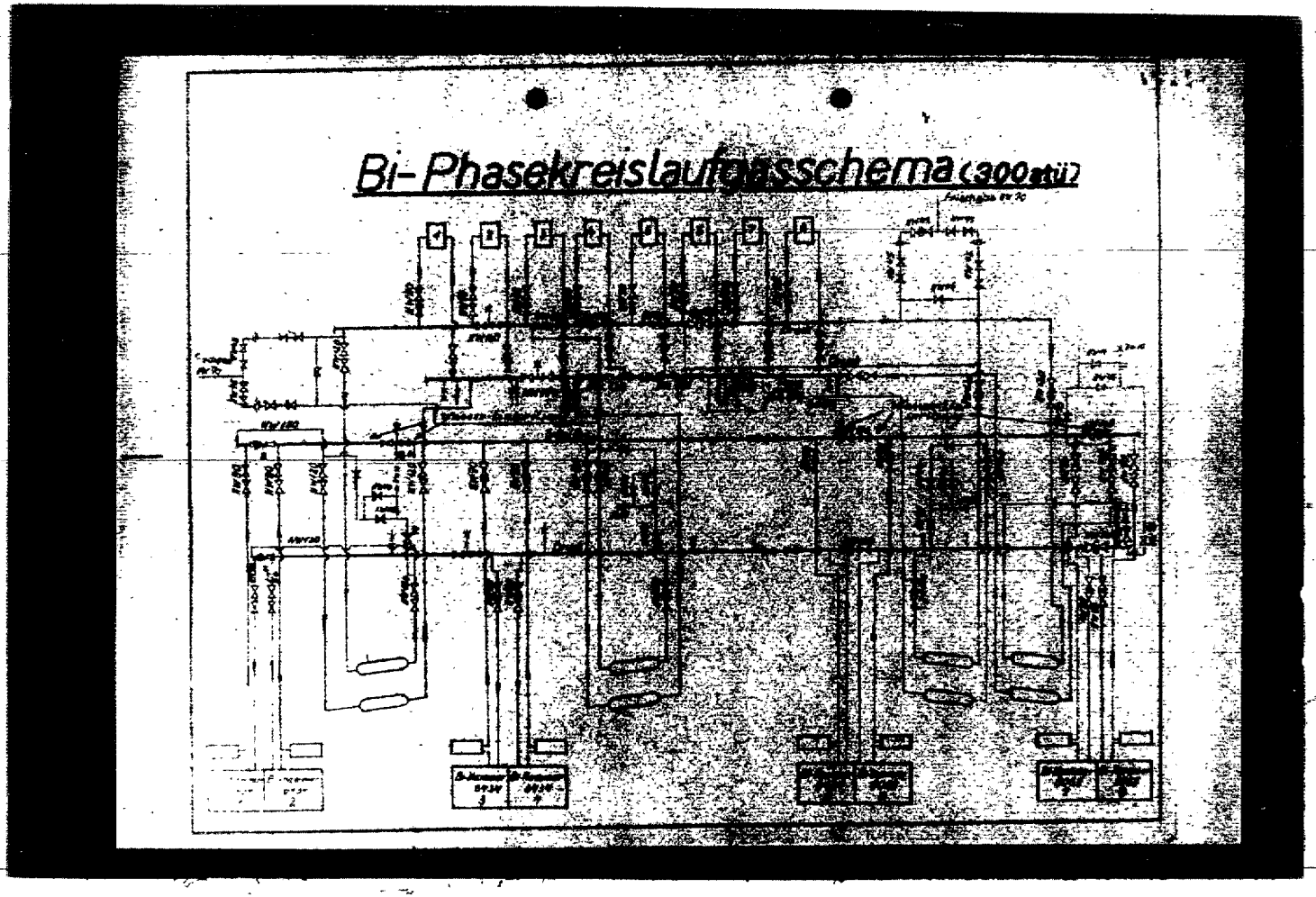
Kammer Nr.	15. 1. 1942 (ohne Hydratbildung) 11	12	13	15	25.11.1940 Hydratbildung bei Kammer 11	21.11.41 Hydratbildung Kreislaufverstopfung Kammer 13 und 15.
Druck U-Pumpe druckseitig	708	708	708	708	707	704) (I) 705 (II) 704 (III)
Druck U-Pumpe saugseitig	649	649	649	649	650	650 645 645
Druck an der Stelle der Hydratbildung					663	ca. 655
Wasser vor Produkt-Kühler l/h	1.300	1,300	1.300	1.300	500	je 1.000
Wasser vor Reg. III l/h	500	500	500	500	500	je 800
Wasser in dem Kreislauf l/h	200	200	300	300	500	je 500
Abstreifer ohne H_2O t/h	12	16	16	16	10	17
Temperatur des Abstreifers	70°	70°	75°	70°	30 - 35°	70°
Ausgangsgas sämtl.Kammern	160.000				35.000 (11)	130.000 (11, 12, 13, 15)
Temp.Kreislaufgas Druckseite	Krslf. I 59°	II 59°	III		56°	56°
Temp.Kreislaufgas Saugseite	48°	48°	z.Zt.		38°	37° (I,II,III)
Temperatur vor Gaskühler	36°	38°	außer		ca.15°	35° (I) 38° (II) 7° (III)
Temperatur nach Gaskühler	32°	33°	Betr.		ca.15°	ca.30°
Frischgasmenge m^3/h	49.000				10.000	60.000 (Ko-Kammer ca. 25.000)
Zugabe im Kreislauf	1. und 2. Druckseite				1.Druckseite	1. und 3. Druckseite

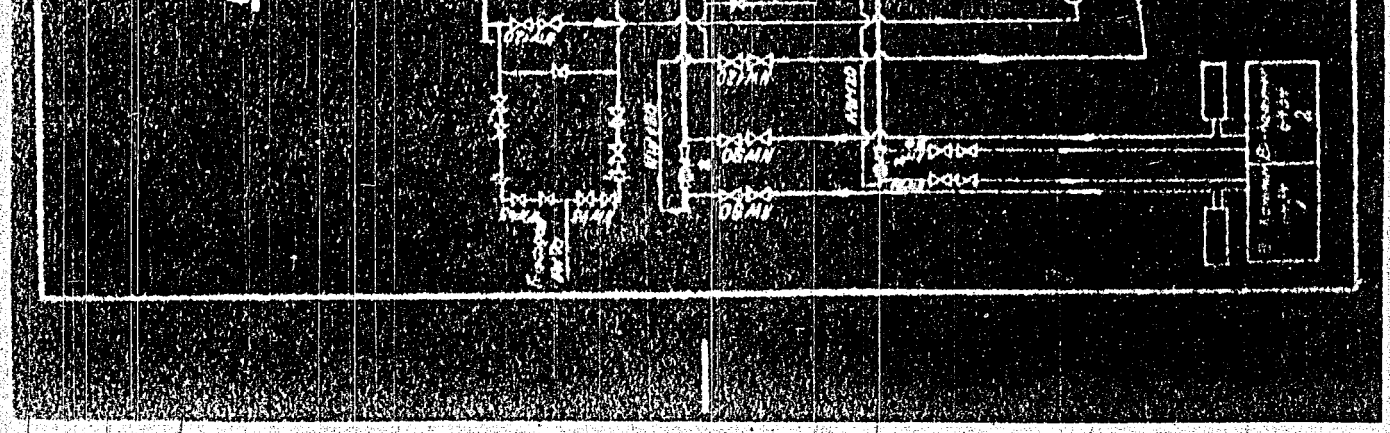
Wasser im Kreislauf	t/h	200	300		0		500		0	
Abstreifer ohne H_2O	t/h		16		16		10			
Temperatur des Abstreifers			75°		70°		30 - 35°			
Ausgangsgas samtl.Kammern			160.000				35.000 (II)	130.000 (II, I		
Temp.Kreislaufgas Druckseite	K	9°	II 59°		III		56°			
Temp.Kreislaufgas Saugseite		48°	48°		z.Zt.		38°		37° (I,II,~~III~~)	
Temperatur vor Gaskühler		36°	38°		außer		ca.15°		35° (I) 38° (II) 7° (III)	
Temperatur nach Gaskühler		32°	33°		Betr.		ca.15°		ca.30°	
Frischgasmenge m^3/h			49.000				10.000		60.000 (Ko-Kammer ca. 25.000)	
Zugabe im Kreislauf			1. und 2. Druckseite				1.Druckseite		1. und 3. Druckseite	
Menge des Waschöls x) m^3/h			70				Ölwäsche noch		100	
Temperatur des Waschöls			35°				nicht i.Betr.		30°	

		Druckseite 1 und 2	Saugseite 1	Saugseite 2	Druck- seite	Saug- seite	Druckseite 1,2 u. 3	Saugseite I	Saugseite III
Zusammensetzung des Kreislaufgases in Vol.%	CO_2	0,1	1,0	1,4	0,0	0,0	0,1	0,2	0,3
	H_2S	0,0	0,2	0,5	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
	O_2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	H_2	87,9	76,0	76,7	86,4	85,6	82,3	75,0	78,1
	CO	1,1	0,5	0,5	0,0	0,0	0,9	1,7	0,9
	N_2	1,2	6,9	7,4	8,4	8,6	6,2	7,0	8,0
	KW	9,7	13,9	13,1	5,2	5,8	7,7	15,3	14,6
	C-Zahl	1,42	1,35	1,44	1,19	1,31	1,37	1,37	1,32
	Cn-Hm	0,0	0,4	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	NH_3	g/m³	0,007	0,007	--	0,078	0,01	0,02	0,025
Frischgasanalysen	H_2	96,8			97,0		97,1		
	KW	0,6			0,6		0,4		
	C-Zahl	1,00			1,00		1,0		
	N_2	2,6			2,4		2,5		

x) Vakuum-Anlage ist nicht vorhanden.


Sumpfphasekreislaufgasschema 700atü


Bi-Phasekreislaufprinzipschema (300 MW)



An die

I.G. Farbenindustrie A.G.
Hochdruckversuche

Ludwigshafen/Rhein

Ihre Zeichen Be/Fy Ihre Nachricht vom 15.12.41. Unsere Zeichen 60/61/Bl. Tag 12.1.1942

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen/Rhein am 4.12.41/ Bildung von Gashydraten.

Unter Bezugnahme auf Ihr Schreiben vom 15.12.41 teilen wir Ihnen wunschgemäß in den Anlagen die bei unseren Werken vorliegenden Betriebsbedingungen im Gaskreislauf der Sumpf- und Gasphase mit.

Wie aus den Aufstellungen zu ersehen ist, sind die für die Bildung von Gashydraten erforderlichen Momente (Wassereinspritzung zum Kreislauf, niedrige Temperatur am Gaskühlerausgang) bei unseren Werken normalerweise nicht gegeben.

Wir können jedoch nach Kenntnis der durch Gashydrate verursachten Störungen wahrscheinlich einige der nachfolgend aufgeführten früher gemachten Beobachtungen hierauf zurückführen.

1.) Bei starkem Frost wurde im Werk Böhlen beobachtet, daß an schwach belasteten Benzinkammern die parallelen Leitungen des Gaskühlers hochdruckseitig erkalteten. Es wurde früher angenommen, daß es sich hierbei um Einfrieren des eingespritzten Hochdruckwassers gehandelt hat. Die Störungen ließen sich leicht beheben, wenn durch die erkalteten Lagen warmes Gas aus der anderen Lagen in Rückwärtsströmung gefahren wurde.

2.) Störung an Benzinkammer 6, Böhlen.
Die Kammer stand bereits längere Zeit unter Kreislaufgas in Betrieb. Der Gasdurchgang war geschlossen, die Kammer [illegible]

saugseitig eingehängt. Beim Anfahren wurde beobachtet, daß die Kammer bereits ohne Einspritzung verhältnismäßig hohe Differenz aufwies; nach kurzer Aufheizzeit verschwand dieser Widerstand vollkommen. Die Außentemperatur lag während dieser Zeit wesentlich über dem Gefrierpunkt, so daß heute angenommen werden muß, daß evtl. Verstopfungen von Gashydraten aufgetreten sind.

3.) Ein weiterer Fall, der sicherlich auf das Entstehen zurückzuführen ist, wurde am 17.12.41 ebenfalls an Kammer 6 (Bühlen) beobachtet.
Die Kammer wurde normal gefüllt und gefahren. Beim Aufheizen bei [illegible] zeigte sich [illegible] Widerstand. [illegible] mit ca. 6 m³ Einspritzung in Betrieb war und das Kühlwasser zum Gaskühler-Eingang geöffnet worden war, wurde festgestellt, daß von 6 Hochdruckleitungen nur 2 Leitungen [illegible] hatten. Eine Erhöhung der Einspritzung brachte keine [illegible] Besserung. [illegible] erwärmen [illegible] rückwärts auf die [illegible], so trat sich bei sämtlichen [illegible] ein. Die [illegible] Störung

Synthese

	Böhlen	Magdeburg	Zeitz TH
Gasmenge am Ausgang der Kammern	je 13000-17000 m³/h	je 17000 m³/h	30-35000 m³/h
Kreislauf-Gasmenge vor Ölwäsche	ca. 37000 m³/h	ca. 35500 m³/h	–
Zusammensetzung d. Kreislaufgases u. den Öfen	ø 1941	ø 1941 Kam. 1 / Kam. 2	
H_2S	0,6 Vol.%	0.4 / 0.4	0.6 Momentprobe
CO_2	0.4	0.1 / 0.1	0.0
H_2	65.3	71.4 / 70.1	83.8
CO	8.9	0.7 / 0.6	0.2
N_2	4.8	5.7 / 6.1	6.4
C_1	21.5	19.31 / 17.36	7.5
C_2	2.7	2.79 / 3.19	0.5
C_3	1.3	1.57 / 1.54	1.0
C_4	0.4	0.35 / 0.35	–
C_5 +	0.1	0.20 / 0.26	–
	–	– / –	2.5 – 3.0 m³/m³cm Kammer-Ausgang
Wasser a.d. Ölwäsche			jeden 3. bezw. 4. Tag 1000 l ½ h lang
Wasser z. Kühler	500 – 750 l/h	1000 l/h je Kammer	1500 l/h je Kammer
Temperaturen im Gang:			
Sommer:	40 – 70°C	45 – 50°C	30 – 35°
Winter:		55 – 60°C	
mittlere Temp. des Kreislaufgases	30 – 40°C	45 – 45°C	35 – 40°
am Ausgang der Kammern	–	50 – 55°C	Temp. wird durch Einspritzen von 10 atü Dampf auf Kreislaufgebläse reguliert
U.P. Saug	–	ca. 43°	
U.P. Druck	–	ca. 50°	
Kühlung	–	ca. 43°	

	Wühlen	Ludendorff
Gasmenge am Ausgang der Kammern	ca. 35000 m³/h je Kammer bei 4 Kammern ca. 140000 m³/h	Ka.3 26000 m³/h Ka.4 34000 m³/h 60000 – 70000 m³/h
Gasanalyse-Gas-Zusammensetzung n.d.Kammern		
H_2S	Ø 1941 0,6 Vol.%	Ø 1941 0,5
CO_2	0,2	0,0
N_2	77,0	78,0
CO	1,6	0,2
H_2	4,8	5,1
O_1	14,4	12,96
O_2	1,5	1,29
O_3	0,9	0,61
O_4	0,3	0,17
C_5 + höhere	0,2	0,17
Wasser z.Absch. der Gase	500 – 700 l/h	1300 l/h
Gas-Eintrittstemp.	20 – 30°	25 – 30°
Gas-Austrittstemp.	30 – 40°	30 – 40°

Hochdruckversuche
Lu 550

2457

Hydrierung von Ruhr- und oberschlesischer

Fahrweise auf:	Mittelöl [1]			
	Gelsenberg	Pölitz	Grosse-Versuch	Gr. Ve
Kohle				
% C	83	82 ?	82	8
H disponibel	4,6			
% Asche	4	7	5	
Anreiböl		alt / neu		
% Festes	12	10-12	8,4	1
Durchsatz kg/Lit.u.Std.				
Dickbrei	} 0,95	0,59	0,63	
Dünnbrei		0,64	0,58	
Gleitöl	0,08	0	0	
Gesamt	1,03	1,23	1,21	
Reinkohle Konz.	40	36	37	3
" Durchsatz	0,41	0,44	0,44	
Gasmengen m^3/kg RK				
Kreislaufgas	2,5	2,5	3,4	
Kaltgas	3,0	2,3	1,7	
H_2-Partialdruck atm	540-580	600-620	585	5
Abstreifermenge t/t RK	1,15	1,4	1,2	
Leistung	0,24-0,25	0,25-0,26	0,26	
Ölgewinnverteilung				
% Benzin -200°		~15	22-24	2
% Mittelöl -325		85	76-78	4
% Schweröl			-	3
Vergasung bez. auf Ölgewinn + Verg. %	23	~40	23	2
Abschlamm-Menge t/t RK	1,15	1,15	1,15	1,
% Asphalt	16-18	9-11	14	16
% Festes	25-26	28-32	22-24	23
Abbau %	96	93-95	96	95

1) s.Zusammenstellung Becker/Süssenguth 194051 vom 16.10.1941
2) s.Zusammenstellung Süssenguth/Rank 192771 vom 25. 9.1941
3) s.Zusammenstellung v.Hochstetter 197741 vom 30.12.1941
4) s.Zusammenstellung v.Hochstetter vom 12. 5.1941
5) s.Zusammenstellung v.Hochstetter vom 27.10.1941
6) ohne die Abschlamm-Kaltrückführung
mit Abschlamm-Kaltrückführung

...lesischer Kohle bei 700 atm.

...tel81 [1]		35 % Schweröl			50 % Schweröl		
...litz	Gross-Versuch	Gross-Versuch [2]	Projekt OS [3] 94 % Kohle +6 % Teer	Projekt Gladbeck [5]	Gross-Versuch [2]	Projekt OS [4] 94 % Kohle +6 % Teer	Projekt Gladbeck [5]
...?	82	82	81	83,5	82	81	83,5
	5	3,97	4,01	4,3	3,97	4,01	4,3
neu		4,9	5	4	4,9	5	4
	8,4	10	10	10	9,5-11	7,5	10
	0,63	0,63	0,46		0,63		
	0,58	1,12	1,41		1,12-1,17		
	0						
	1,21	1,75	1,87	1,62	1,75-1,80	1,63	1,6
	37	33	34	37	35	40	36
	0,44	0,62	0,63	0,6	0,62-0,64	0,64	0,58
	3,4	2,3	4	4,5	2,1	4	4,5
		1,4			1,5		
		575	590		567		
			K K+T			K K+T	
		1,08	1,32 1,24	1,26	1,1	1,29 1,21	1,25
		0,4	0,42 0,45	0,4	0,41-0,42	0,42 0,45	0,4
	22-24	20	20 (-200°)	20	20-23	22	20
	76-78	45	48 (-325°)	45	31-33	28	32
	-	35	32	35	45-49	50	48
	23	20	20,5 (21,5	21	18,2-18,5	21,5	19,5
			K K+T			K K+T	
	1,15	1,35 [6]	1,07 1 [6]	1,09 [6]	1,1 [6]	0,81 0,87 [6]	1,01 [6]
		1,34	1,4 1,31	1,31	1,4	0,87 1,0	1,36
	14	16,2			17		
	22-24	23-24	26	25	21-22	26	25
	96	95,5	95 94	94	96-96,5	95 94	95

10.1941
9.1941
12.1941
5.1941
10.1941