IV. Bemerkungen.

1) Das Anfahren eines Ofens mit P 1214 get. (Anreiböl von Rütgers) und hoher Kontaktkonzentration (5 %) scheint für Versuchszwecke nicht vorteilhaft zu sein, da bei Verwendung des dünnen Teeröls starkes Kontaktabsitzen im Ofen erfolgt und der Ofen besonders lange Zeit zur Erreichung des Kontaktgleichgewichts benötigt. Die zuerst hohe Kontaktkonzentration hat wahrscheinlich auch zu der anfänglichen Unruhe der Ofentemperaturlage beigetragen.

2) Die Versuche wurden durch eine lokale Verstopfung der Breischlange beendet. Sicher ist diese durch die häufigen Störungen und Ausfälle der Breipressen begünstigt worden. Möglicherweise hat auch eine örtliche Überhitzung im Luftbad stattgefunden. Es ist aber auch nicht von der Hand zu weisen, dass die Rückführung von Schweröl, die bereits in einem früheren Versuch[1]) zu einer übernormalen Verkrustung des Vorheizers geführt hat, auch hier mitgewirkt haben kann.

3) Der Abbau vom Festen und vom Asphalt wurde zur Ausschaltung von Analysenstreuungen unter Verwendung der Mittelwerte der Frischölanalysen (s.Tabelle 2) errechnet. Der Einfüllbrei hat bei der Probenahme verschieden lange Zeiten der Erhitzung mit Dampf im Anmaisch- und im Ansauggefäss hinter sich. Infolgedessen streuen die Breianalysen im Feste-, Asphalt- und Mittelölgehalt nicht unerheblich, und diese Schwankungen übertragen sich auf die aus den Breianalysen errechneten Abbauzahlen.

---

1) Zusammenstellung 202251 v.7.4.42 (P 1094 get. auf Bi + Mi)

Tabellenverzeichnis.

Tabelle 1a - c	Bilanzen
" 2	Eigenschaften des Frischöls
" 3a - c	Benzinuntersuchungen
" 4	Mittelöluntersuchungen
" 5	Schweröluntersuchungen
" 6	Heizöluntersuchungen
" 7	Elementaranalysen von Benzin, Mittelöl und Schweröl
" 8	Elementaranalysen von Heizölmischungen, Frischöl und Schwelrückstand
" 9a - b	Elementarbilanzen
" 10	Verteilung des als KW vergasten C
" 11	iso-Butangehalt
" 12	im Abwasser gelöste Stoffe
" 13	Schwelausbeuten
" 14	Schwelgasanalyse
" 15	Siebanalyse
" 16	Phenolzerlegung
Skizze der H_2S - Apparatur	
Diagramm	Temperaturabhängigkeit der Vergasung und des Abbaus vom Festen und vom Asphalt.

Tabelle 1 a

Bilanzen

vom Fahren des Gemisches P 1408 vom 4.12.39 + P 1404 Original vom 14.1.39 + P 1214 get. -325° im Verhältnis 1:1:1 bei 600 atm auf Schweröl-Überschuß in Ofen 411.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Tag 1941 Schicht	25.1. ab	28.1. ab	3.2. ab	8.2. ab	23.2. ab	27.2. ab	4.3. ab	7.3. ab
Kontakt kolloidal i.Abstreifer-schweröl zum Einfüllbrei								
7509 B Ch 12 [1]	2,0	2,0	2,0	2,0	-	-	-	-
7685 [2]	-	-	-	-	-	-	2,0	2,0
8009 [3]	-	-	-	-	2,0	2,0	-	-
6709 [4]	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
H_2S-Teildruck i.Eingangsgas atm	0	0	0	0	0	0	0	6,96
Rückführung								
Frischöl : Abschlamm	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3
Frischöl : Abstreiferschweröl	-	-	70:30	80:20	80:20	80:20	80:20	80:20
Fahrbedingungen								
Temperatur Schlange °C	435	435	452	452	452	448	449	446
Ofen °C	473	471	485	482	479	477	479	476
Abscheider °C	461	459	471	471	468	466	466	464
Durchsatz kg Frischöl/Std. Of.Vol	0,601	0,599	0,485	0,486	0,500	0,492	0,485	0,484
Gas cbm/kg Frischöl	2,75	2,79	3,18	3,06	3,21	3,36	3,26	3,21
Umdrehungszahl d.Ofenrührers	38	-	-	-	-	-	-	-
Aufarbeitung	Neu-Abschlamm geschwelt, Schweröl zusammen mit dem Abstreifer destill. auf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.							

1) Grude-Eisen-Titan
2) Grude-Eisen alkalisiert, in Lu hergestellt
3) Grude-Eisen alkalisiert, in Me hergestellt
4) Na_2S, Sulfigran

Ergebnisse

Tabelle 1 b

Bilanzen[1]

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8
Rohbilanz aus/ein	%	100,5	100,2	99,7	100,0	98,8	100,3	100,1	100,0
Ausbeute aschefrei auf Reinfrischöl + H_2-Verbrauch	%	100,5	98,1	99,1	99,5	97,2	100,1	99,7	99,5
Prakt.Ölgewinn-(Bi+Mi+S'öl)-Leistung		0,487	0,490	0,391	0,395	0,397	0,407	0,383	0,400
Prakt.Ölgewinn auf Reinfrischöl	%	81,5	82,2	80,9	81,2	80,3	83,8	80,2	83,7
darin Benzin -200°	%	12,9	14,6	19,6	18,4	18,4	15,0	16,2	21,0
Mittelöl 200 -325°	%	42,0	40,9	69,6	59,5	59,2	53,9	62,1	54,3
Schweröl über 325°	%	46,0	44,5	10,8	22,1	22,4	31,1	21,7	24,7
Vergasung auf prakt.Ölgewinn + Vergasung	%	11,2	9,2	14,7 ?	16,6	15,6	14,0	16,0	15,4
Vergastes C auf C des Frischöls	%	10,6	8,6	13,6	16,5	14,4	13,9	15,7	15,6
davon als CO	%	3,9	7,6	4,4	9,4	3,2	4,2	3,7	2,9
davon als CO_2	%	0	0	0	0,1	0,2	0,1	0	0
Abbau des organ. Festen	%	83,0	82,5	80,4	83,9	82,2	79,5	81,2	80,0
Asphaltabbau	%	95,9	94,5	96,5	97,4	97,2	96,0	96,9	96,8
Neuabschlamm auf Frischöl	%	23,0	25,9	20,6	15,2	17,4	18,9	18,9	17,3
Wasserneubildung auf Reinfrischöl	%	1,0[2]	0,8	1,0[2]	1,9	1,0[2]	1,3	1,5	1,5[2]
Aschebilanz aus/ein	%	312,8	183,3	115,5	115,7	71,6	76,5	73,7	87,1

1) Benzin butanfrei gerechnet
2) korrigiert.

Tabelle 1 c

Bilanzen

Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8
Abstreifer									
spezif.Gewicht/20°							1,006		
im Öl - 200°	%						11,1		
200 - 325°	%						40,0		
Abstreifer + Schweröl									
spezif.Gewicht/20°		1,014	1,018	1,012	1,008	1,016	1,013	1,010	0,994
von Öl - 200°	%	9,1	10,6	9,3	11,2	11,4	9,1	9,5	12,8
200 - 325°	%	38,5	37,8	42,0	42,0	43,7	38,5	43,5	38,8
Abschlamm									
spezif.Gewicht/50°		1,070	1,072	1,086	1,068	1,068	1,064	1,062	1,060
Benzolfestes	%	33,8	22,6	25,4	30,4	27,6	28,1	27,7	30,7
Asche im Festen	%	58,2	43,1	32,6	31,9	29,9	30,8	34,3	32,5
vom Öl - 325°	%	20,4	18,6	22,6	23,7	26,4	24,3	26,1	26,3
s-Asphalt	%	4,3	4,3	3,6	3,8	3,6	4,7 ?	3,6	4,2

Tabelle 2.

Eigenschaften des Frischöls.

zu Bilanz Nr.	Aus den Komponenten errechn. –	Analysen des Laborgemischs 1	6	Mittel	Aus den Analysen des Einfüllbreies errechnet. 2	3	4	5	6	7	8	Mittel 3–8
spez.Gew/100°	–	1,098	1,102	1,100	–	–	–	–	–	–	–	–
Wasser %	–	Spur	0	0	–	–	–	–	–	–	s	–
Festes %	10,7	11,2	12,7	12,0	21,6?	15,3	14,4	15,7	15,0	16,1	14,7	15,2
Asche i.F.o %	2,7	4,4	2,9	3,7	13,8?	3,3	2,3	6,8	7,8	8,9	6,9	6,0
im Öl -325° %	12,1	12,7	11,6	12,2	–	–	6,7	7,0	10,2	8,2	8,7	8,2
-350° %	–	18,9	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
" s-Asphalt %	13,2	15,2	20,5	17,9	–	–	15,7	16,5	17,7	19,7	18,7	16,7
H disp.		6.41	5,62	6,02	–	–	–	–	–	–	–	–
Cl %		0,027										
UHW cal/kg		8726										

Vakuumkurve bei 12 mm/Hg

		%	spez.Gewicht
100	-225°	28,0	1,044/40°
	-275°	52,7	1,108/60°
	-325°	70,4	1,130/90°
	+ R	99,8	–

Tabelle 3a

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.		2	4	6
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin Siedebereich		83,3:16,7 -200°	91,2:8,8 -180°	88,4:11,6 -200°
Roh: spez. Gewicht /20°		0,810	0,798	0,788
Anilinpunkt	°C	+14,0	+11,0	+ 16
Phenole	%	15,9	5,2	9,5
ASTM-Siedekurve				
Siedebeginn	°C	-	-	59
- 70°	%			2,5
- 80°	%			8,0
- 90°	%			18,0
-100°	%			28,5
-110°	%			39,0
-120°	%			48,0
-130°	%			57,0
-140°	%			65,0
-150°	%			73,5
-160°	%			81,0
-170°	%			87,0
-180°	%			92,5
-190°	%			-
-195°	%			96,5
+ R °	%			98,5
Raffination		3x mit 1% H_2SO_4 96%ig raffiniert, mit 10%iger NaOH ausgewaschen und über Gasöl redestilliert		Mit 10%iger NaOH behandelt.
Raffinationsverlust	Vol.%	4,5	2,5	-
Waschverlust	Vol.%	2,0	1,2	-
Redestillationsverl.	Gew.%	8,6	6,8	-

Tabelle 3b

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	4	6
Benzin raffiniert:				
spez.Gew./20°		0,768	0,784	0,774
Anilinpunkt I	°C	+25,0	+15,0	+16,8
" " Ia	°C	+25,2	+15,5	+17,6
" " II	°C	+53,6	+50,5	+52,4
Teste Cu-Streifen		korrod.	gut	-
Cu-Schale		Anlauffarben	Anlauffarben	-
Dr.-Test		positiv	negativ	-
H_2SO_4-Test		5-10	2-3	-
ASTM-Siedekurve				
Siedebeginn	°C	48	62	64
- 60°	%	2,5	-	-
- 70°	%	8,5	1,5	1,2
-80°	%	18,0	3,5	8,5
-90°	%	27,5	9,5	18,5
-100°	%	37,0	23,5	30,0
-110°	%	45,5	40,0	41,5
-120°	%	54,0	54,0	51,0
-130°	%	60,5	65,0	60,5
-140°	%	67,0	74,5	68,5
-150°	%	73,0	83,5	76,5
-160°	%	78,5	88,5	83,0
-170°	%	84,0	93,5	87,5
-180°	%	88,0	95,5	92,0
-190°	%	91,0	97,5	95,5
-195°	%	-	-	97,5
-200°	%	93,5	-	-
-204°	%	-	-	-
-210°	%	96,0	-	-
-216°	%	97,0	-	-
+ R	%	98,5	98,0	98,5

Tabelle 3c.

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	4	6
Fraktion 80-100°				
spez.Gew./20°		0,710	0,734	0,721
Anilinpunkt	°C	+ 36,8	+ 26,4	+ 32,5
Fraktion 110-140°				
spez.Gew./20°		0,765	0,778	0,782
Anilinpunkt	°C	+ 20,0	+ 11,5	+ 13,2
Fraktion 150-180°				
spez.Gew./20°		0,814	0,812	0,824
Anilinpunkt	°C	+ 6,0	+ 5,0	+ 1,0
Zusammensetzung:				
Paraffine	%	32,5	23,0	27,0
Naphthene	%	39,0	41,5	37,0
Aromaten	%	27,0	34,0	31,5
ungesättigte KW	%	1,5	1,5	4,5
Klopfwert	Ros.	75,7	77,2	77,2

Tabelle 4.

Mitteldruckuntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	4	6
Abstreifer über 200° + Schwefel daraus Mittelöl -325°	%	83:17 41,6	93:8 47,0	89:11 46,0
Roh: spez.Gewicht/20° Phenole	% %	0,978 9,7	0,980 6,8	0,972 7,4
Gew. Engler				
Siedebeginn	°C	222	[illegible]	200
- 225°	%	-	6,0	5,0
-250 °	%	20,8	26,5	33,5
-275 °	%	52,0	47,7	56,6
-300 °	%	76,7	69,9	81,6
-325 °	%	93,7	89,9	96,7
-330 °	%	99,4	-	99,5
-335 °	%	-	97,7	-
+ R	%	100,0	99,9	99,9
Entphenolisiert:				
spez.Gewicht/20°		0,970	0,976	0,962
Anilinpunkt ber.	°C	- 28,0	- 31	- 30
ungesättigte KW	%	10,5	11,0	13,0
Fraktion 240-270°				
spez.Gewicht/20°		0,945	0,946	0,948
Anilinpunkt ber.	°C	- 26,0	- 32	- 29
Fraktion 280-310°				
spez.Gewicht/20°		0,980	0,985	0,982
Anilinpunkt ber.	°C	- 28,0	- 31,4	- 31

Tabelle 5.

Schwerölunterauchungen.

Bilanz Nr.		2	4	6
Schweröl über 325° aus Abstreifer über 200° + Schweröl	%	58,3	52,9	53,8
spez.Gewicht/50°		1,050	1,052	1,048
Vakuumsiedekurve bei mm Hg		14	12	12
Siedebeginn	°C	180	170	175
- 225°	%	53,7	63,0	62,0
spez.Gew./40°		1,038	1,042	1,032
- 275°	%	87,4	88,6	89,2
spez.Gew./60°		1,055	1,066	1,060
- 325°	%	95,8	94,8	95,1
spez.Gew./90°		1,075	1,080	1,085
+ R	%	99,9	100,0	100,0

Tabelle 6.

Heizöluntersuchungen.

Bilanz Nr.	1	2		3	5	6		7	8
Ölart	Schweröl	Schweröl	Schweröl+ Mittelöl	Schweröl	Schweröl	Schweröl	Schweröl+ Mittelöl	Schweröl	Schweröl
Mischungsverhältnis hergestellt von	- techn.Dest.	- Labor	92,5:7,5 Labor	- techn.Dest.	- Labor	- Labor	97,5:2,5 Labor	- Labor	- Labor
spez.Gew./20°	1,087	1,075	1,065	1,081	1,073	1,075	1,072	1,077	1,071
Stockpunkt °C	+ 14	0	- 2	- 2	- 6	- 5	- 9	- 8	- 5
Flammpunkt °C	180	168	148	170	168	163	152	170	168
Brennpunkt °C	242	214	198	227	216	220	208	226	214
Koksrest %	3,2	0,5	0,4	1,9	0,45	0,55	0,50	0,39	0,32
s-Asphalt %	0,9	0,4	0,3	0,7	0,3	0,00	0,8	0,6	0,5
Asche i.Ganzen %	1,4	Spuren	Spuren	0,5	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
Viskosität °E/20°	-	51,7	35,4	-	35,2	42,7	35,6	36,5	35,2
°E/50°	10,43	5,90	3,60	5,90	3,67	4,04	3,72	3,72	3,67
°E/80°	2,51	-	-	1,89	-	1,60	-	-	-
Phenole %	-	0,4	0,8	-	-	0,17	0,26	-	-
Satzfreiheit bei 0°	-	-	satzfrei	-	-	-	satzfrei	-	-
UHeizwert cal/kg	-	9316 1)	9282 1)	-	-	-	9291 1)	-	-

1) Elementaranalysen s. Tabelle 7 und 8.

Tabelle 7.

Elementaranalysen von Benzin, Mittelöl und Schweröl.

Ölart	Benzin -200°		Mittelöl 200-325°		Schweröl über 325°	
Bilanz Nr.	2	4	2	4	2	4
C %	84,10	87,13	87,49	88,20	89,53	90,50
H %	11,95	12,20	9,38	9,11	7,98	7,75
O %	3,40	0,40	2,27	1,88	2,07	1,34
N %	0,53	0,26	0,79	0,76	0,25	0,45
S %	0,02	0,01	0,07	0,054	0,17	0,1

Tabelle 8.

Elementaranalysen von Heizölmischungen, Frischöl und Schwelrückständen.

Bilanz Nr. bzw. Anfallstag	Frischöl		Schweröl + Mittelöl 92,5:7,5		97,5:2,5	Schwelrückstand	
	2	2 2)	2	6	2	4	5.2.41
C %	88,49	88,34	90,06	88,64	68,49	70,89	75,96
H %	6,33	5,70	7,81	7,77	1,86 1)	1,69 1)	1,59 1)
O %	3,91	4,65	1,31	2,89	"	"	"
N %	0,90	0,92	0,67	0,52	0,46	0,43	0,42
S flüchtig %	"	"	"	"	0,48	1,34	1,26
S gesamt %	0,37	0,39	0,15	0,18	3,60	4,23	3,54
Wasser %	"	"	"	"	0,25	0,26	0,35
Asche %	"	"	"	"	31,94	28,81	22,38
HuW cal/kg	8726	"					
H diop.	6,41	5,62					

1) Asche sulfathaltig.

2) von der Fahrweise auf Bi + Mi.

Tabelle 9a.

Elementarbilanz

zu Bilanz 2.

	C	H	O	N	S
Ein: Frischöl	4146,3	281,9	200,5	42,1	17,9
Kontakt 7509	48,6	0,9	2,6	0,5	7,2
" 6709					4,0
Eingangsgas	28,9	286,2	8,8		
Gesamteingang	4223,8	569,0	211,9	42,6	29,1
Aus: Benzin	491,2	69,8	19,8	3,1	0,1
Mittelöl	1 32,0	153,5	37,1	12,9	1,1
Schweröl	1528,8	223,0	37,2	4,5	3,0
Abwasser 1)	0,8	10,3	73,9	3,6	5,3
Ofengas	398,0	80,0	40,2	0	2,9
Produktgas	27,2	8,6	0,3	0,5	1,1
Abschlammgas 1)	22,1	6,5	0,3	0,4	0
im Wasser der Gaswäsche 1)	0,6	3,5	0,2	15,5	3,8
Schwelrückstand	317,8	8,6	-	2,1	11,8
Schwelwasser		0,3	2,2		
Schwelgas	5,3	4,9	0,7		
Gesamtausgang	4223,8	569,0	211,9	42,6	29,1
Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz %	96,5	-	81,5	70,0	124,6

1) Werte entspr. Bilanz A geschätzt, da keine Analysen ausgeführt wurde.

Tabelle 9b.

Elementarbilanz

Fa Bilanz 4

	C	H	O	N	S
Ein: Frischöl	3504,4	238,1	169,6	36,1	15,1
Kontakt 7509	41,1	0,7	2,2	0,4	6,1
" 6709					3,3
Eingangsgas	28,0	221,3	3,2		
Gesamteingang	3 573,5	460,1	175,0	36,5	24,5
Aus: Benzin	514,0	72,0	2,4	1,5	0,1
Mittelöl	1690,8	174,6	36,0	14,5	1,0
Schweröl	648,2	55,4	8,3	3,2	0,9
Abwasser	1,1	13,1	92,7	4,9	1,2
Ofengas	457,6	111,5	30,3	1,2	1,4
Produktgas	75,1	17,3	0,5	0,3	1,1
Abschlammgas	29,8	7,6	0	0,4	0,1
im Wasser der Gaswäsche	0,6	2,2	0,2	9,4	3,8
Schwelrückstand	153,6	3,5		0,9	8,9
Schwelwasser		0,3	4,3		
Schwelgas	2,5	2,4	0,3		
Gesamtausgang	3573,9	460,1	175,0	36,5	24,5
Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz %	100,0		85,5	87,0	95,5

Anhang zu den Tabellen 9.

Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanz wurde bei Bilanz 2 in üblicher Weise durch Änderung sämtlicher Eingangsposten berichtigt, bei Bilanz 4 durch geringfügige Änderung der Frischölzahlen.

Die O-Bilanzen wurden mit Hilfe der Abwasserzahlen korrigiert.

Zur Abstimmung der N-Bilanzen wurde die Annahme gemacht, dass der N-Rest als NH_3 in die Gaswäsche gegangen sei.

Die S-Bilanzen wurden durch Änderung der Werte für den Schwelrückstand bezw. bei Bilanz 2 von diesem und dem anormal hohen Ofengaswert berichtigt.

Tabelle 10.

Verteilung des als KW vorhandenen C_2

Bilanz Nr.		2 [1]	4	6
in C_2-KW	%	22,5	18,8	21,3
" C_2^2-KW	%	25	27,8	25,6
" C_3^2-KW	%	29,3	33,5	34,5
" C_4^3-KW	%	25,0	19,9	18,6
von C_2-KW ungesättigt	%	0,3	2,4	2,0
" C_3^2-KW "	%	0,4	2,2	2,8
" C_4^3-KW "	%	0,6	3,2	4,3
" C_1^4-C_4-KW "	%	0,3	2,0	2,3

Tabelle 11.

iso-Butangehalt.

Bilanz Nr.		2	4	6
von C_4 im Produkt gelöst	%	7	9,5	9
" " " Ofengas	%	19	11	14
" " " Produktgas	%	13,7	10	15
" " " Abschlammgas	%	⇔	⇔	15
von C_4 des Gesamtbutans	%	17,3	10,6	13,9

1) Abschlammgasanalyse geschätzt, da verunglückt.

Tabelle 12.

Im Abwasser gelöste Stoffe.

Bilanz Nr. bzw. Tag u. Schicht	CO_2	NH_3	H_2S	Öl	Phenole
1	2,7			Spuren	
30.1 b	"	"	"	Spuren	"
31.1 a	"	"	"	Spuren	"
3	10,5	"	"	0,03	"
4	11,6	38,6	49,5	Spuren	"
5	6,7	"	"	"	"
6	10,35	31,3	43,2	"	4,7
7	13,5	"	"	"	"
Im Wasser aus dem kleinen Abstreifer gelöst					
4	7,9	43,5	40,1	Spuren	
6	2,1	12,1	13,9		

Tabelle 13

Schwelausbeuten.

Bilanz Nr.	1	2		3	4		5	6	7	8
im Abschl... Öl %	66,2	77,4		74,6	69,6		72,4	71,9	72,3	69,3
a-Asphalt:Festes	1:11,9?	1:6,8		1:9,5	1:11,5		1:10,6	1:6,0	1:10,6	1:1
Schwelausbeute	Betrieb	Labor	Betrieb	=	Labor	Betrieb			=	
Schwelöl %	51,2	65,5	61,3	61,3	62,7	62,3	61,1	66,7	58,0	60,6
Koks	47,1	32,2	36,8	37,1	37,8	35,8	36,1	31,3	40,0	37,5
Wasser		0,2			0,8					
Gas + Verlust %	1,7	1,1	1,9	1,6	0,7	1,9	2,8	2,0	2,0	1,9
Schwelölausbringen vom Öl des Abschlamms %	77,4	86,0	79,2	82,2	90,1	89,5	84,4	92,8	80,2	87,5

Tabelle 14.

Schwelgasanalyse

zu Bilanz 4

Schwelgasanfall je kg Abschlamm		40 Ltr.
davon	CO_2, H_2S, NH_3	0 %
	H_2	88,0 %
	CO	1,9 %
	KW	10,1 %
		100,0 %
mittl.C der KW		1,86

Tabelle 15.

Siebanalyse

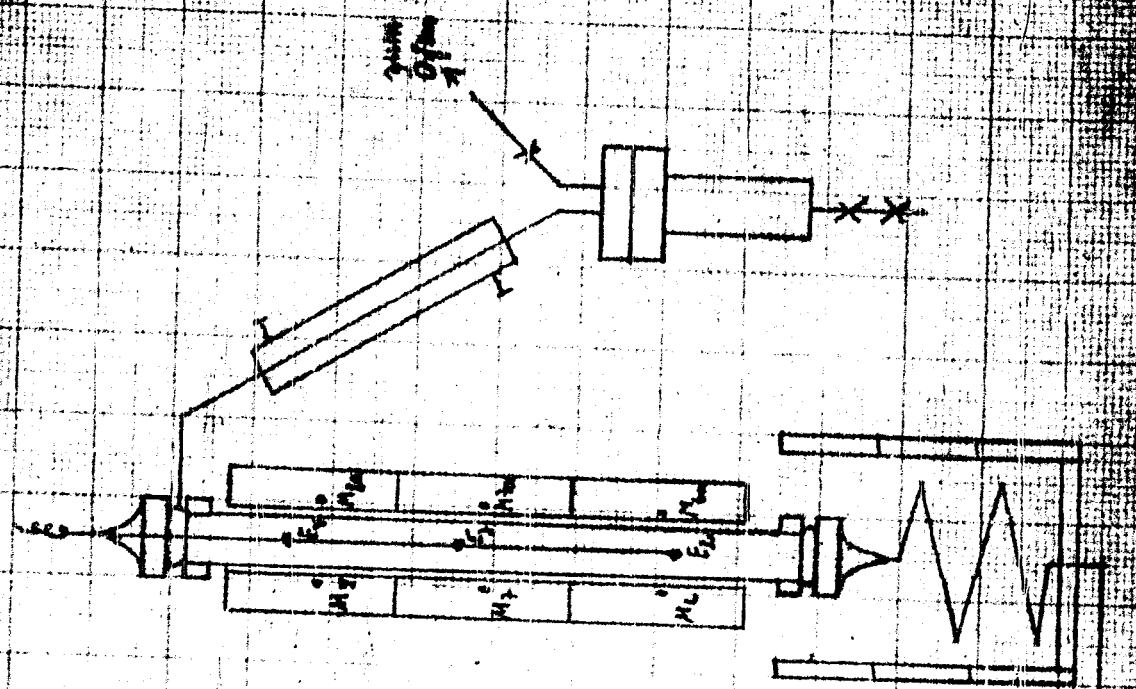
zu Bilanz 2

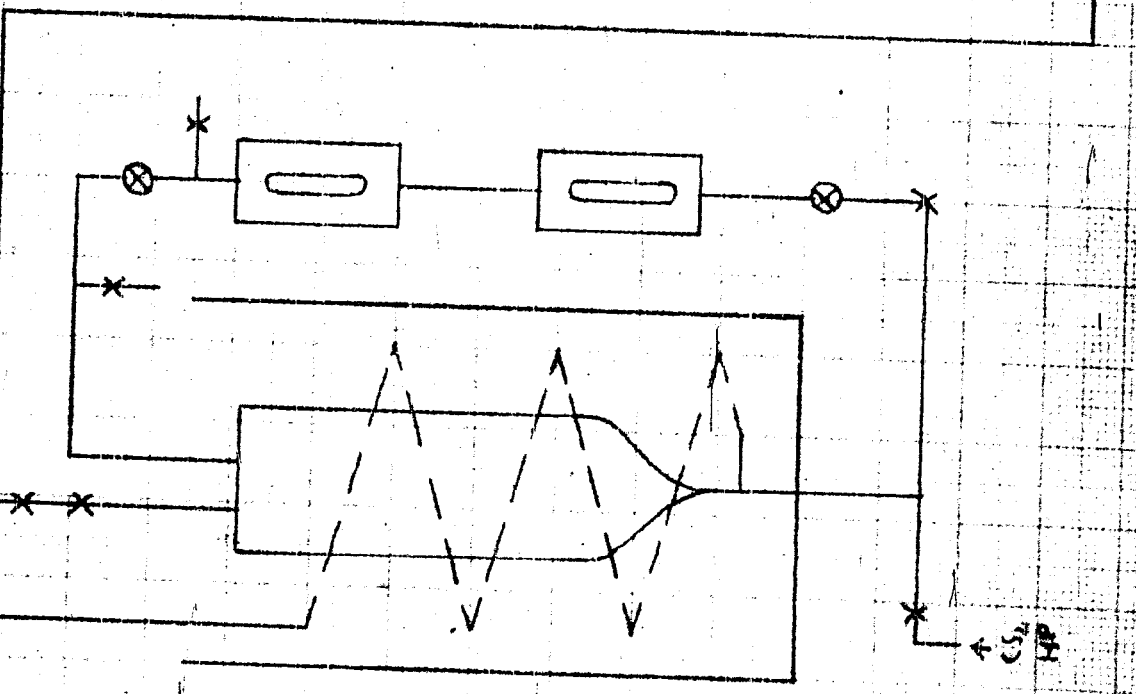
Benzolfestes				%			Kanalbrei 17,4	Kontaktbrei 7509 h 35,9
davon	Rückstand	auf	dem	100	er Sieb	%	0	0
"	"	"	"	400	" "	%	0	Spuren
"	"	"	"	900	" "	%	Spuren	0,3
"	"	"	"	2 500	" "	%	"	0,3
"	"	"	"	4 900	" "	%	0,6	1,7
"	"	"	"	10 000	" "	%	1,1	5,6
"	"	"	"	12 000	" "	%	0,6	3,9
"	"	"	"	16 000	" "	%	0,6	6,7
Durchgang durch das				16 000	" "	%	97,1	81,5
						%	100,0	100,0

Tabelle 15.

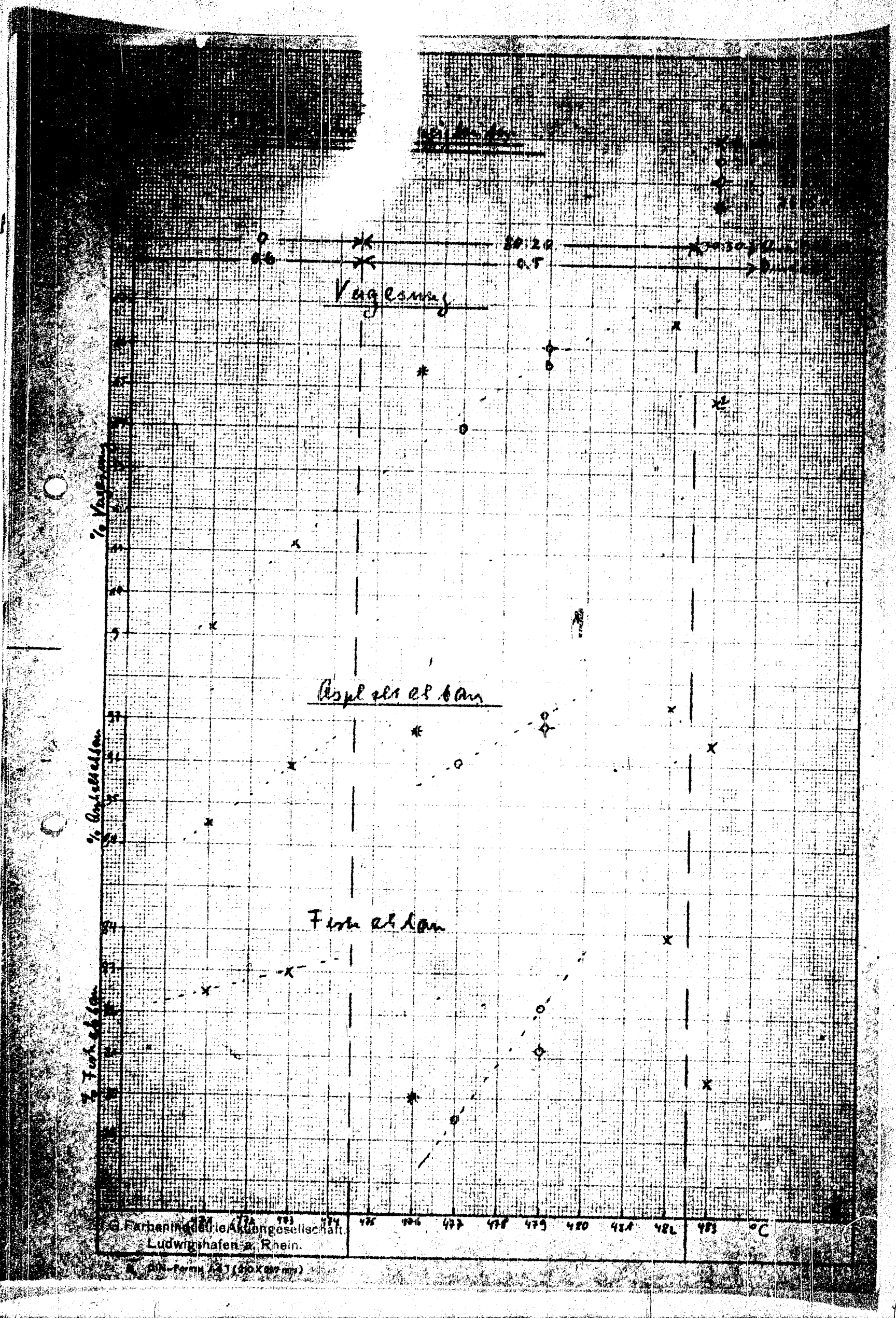
Phenolausbeuten.

Bilanz Nr.	2	4
Phenole 150-250° rückgewonnen im Abtreiber %	6,4	4,2
davon Karbolsäure %	18,4	22,5
o-Kresol %	4,7	7,1
p- + m-Kresol %	13,5	17,9
Xylenol %	7,3	23,1
höhere Xylenole %	10,9	17,4
	Der Grund, warum der Rohphenolausbeute hatte sich teilweise auf gelöst	





CS_2 - Sättigung


Vaseline
Asphalt
Fischöl
% Viskosität
% Asphaltgehalt
% Fischöl
°C

TITLE PAGE

8. Verarbeitung einer Mischung von Kokereiteeren (Ruhr) (P 1416) getoppt bis 325° bei 600 atm auf Schweröl-Überschuss im 10 Ltr.-Ofen.
Processing a mixture of coke oven tar (Ruhr) (P 1416) topped up to 325° at 600 atm, for excess heavy oil in the 10 litre furnace.

Frame Nos. 373 - 406

Hochdruckversuche

Ha 555

6. Mai 1942 Hu/Kn

373

Verarbeitung

einer Mischung von Kokereiteeren (Ruhr)

(P 1416)

gecrackt bis 525°

bis 600 atm auf Schwer-Rückgut

im 10 ltr.-Ofen

(421 vom 4.9. - 19.10.1940)

O.v.Hartmann und H.Hupfer

Gemisch von Kokereiteeren der Ruhr (P 1416) getoppt bis 325° im 10 Ltr. Ofen bei 600 atm auf Schwerölüberschuß gefahren.

Zusammenfassung.

Bei dem Großversuch zur Verarbeitung des Teerrückstandes P 1416 im Ka 904 ergaben sich Schwierigkeiten, wie sie nach dem erfolgreichen Versuch im 10Ltr.-Ofen mit P 1094[1]) getoppt nicht zu erwarten waren. Die Hauptschwierigkeit entstand durch unzureichenden Asphaltabbau, der die Verschwelung des Abschlamms unmöglich machte. Eine gleichzeitig auftretende Abscheiderverkokung hatte dagegen wahrscheinlich apparative Ursachen.

Es sollte beschleunigt ein Versuch im 10 Ltr.-Ofen mit dem Teerrückstand durchgeführt werden, der in der Kammer gefahren worden war, um festzustellen, ob die erwähnten Schwierigkeiten grundsätzlicher Natur sind.

Seinen Eigenschaften nach unterscheidet sich das untersuchte Produkt von P 1094 get. durch höheren Erweichungspunkt, sowie durch einen größeren Gehalt an Benzolfestem und vor allem an a-Asphalt, wie die nachstehende Gegenüberstellung zeigt.

	P 1416 get.	P 1094 get.
Krämer °C	35,7	19,7
Benzolfestes %	9,6	8,4
a-Asphalt im Öl %	26,6	23,5

Es handelt sich somit um ein Produkt, das schwieriger hydrierend zu verarbeiten ist.

Daher gelang es auch im 10 Ltr.-Ofen nicht, mit Eisen-Titan-Kontakt einen einwandfrei verschwelbaren Abschlamm zu erhalten.

Eine störungsfreie Verarbeitung war nur mit Molybdän-Kontakt möglich. Um sie zu erreichen, mußte der Durchsatz gegenüber P 1094 bei gleicher Temperatur (478°), um rd. 16 % niedriger gefahren werden. Wie die Gegenüberstellung zeigt, wurde hierdurch ein gleich hoher Asphaltabbau und erwartungsgemäß eine geringere Leistung und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Der Festabbau war trotz der erhöhten Verweilzeit im Ofen schlechter.

	P 1416 get.	P 1094 get.
Leistung	0,47	0,59
Vergasung %	13,2	12,6
Asphaltabbau %	99,1	99,5
Festabbau %	93,7	100,0

1) Zusammenstellung [redacted], 202401 v. 24.4.42

x) (Kokereiteer "Auguste-Viktoria")

Am P 1416 wurde ein höher aufgearbeitetes, viskoseres Schweröl erhalten.

Eine Erhöhung der Kontaktzugabe über 1 % hinaus brachte keinen Vorteil.

Es wurde dann versucht, den Teerrückstand mit Chlor und Nickel-Titan zu verarbeiten, um ohne Molybdän auszukommen. Nach einem kurzen Versuch, elementares Chlor in den Ofen zu fahren, der aus äußeren Gründen abgebrochen werden mußte, wurden 0,85 % Tetrachlorkohlenstoff im Verdünnung mit Mittelöl in den Ofen unten eingedrückt. Wenn sich auch eine wesentliche Verbesserung sämtlicher Ergebnisse gegenüber der Fahrweise mit Nickel-Titan-Kontakt ohne Chlor zeigte, so reichte sie doch nicht zur Erzielung einer störungsfreien Abschlämmschwelung aus. Wahrscheinlich hätte aber eine Senkung des Durchsatzes auf ungefähr diejenige Höhe, bei der mit Molybdän eine einwandfreie Rückstandsaufarbeitung erreicht worden war, zum Ziele geführt. Dabei wären vermutlich sehr ähnliche Resultate wie mit Molybdän erhalten werden, abgesehen von der Vergasung, die mit Chlor etwas ungünstiger zu sein scheint.

Eine Bestätigung dieser Vermutungen war nicht mehr möglich, da der Ofen an der Chlorein- trittsstelle nach nicht ganz 7 Tagen undicht wurde. Augenscheinlich hatten bis 600 atm in der Nähe der Ofentemperaturen weder NS noch V2A dem Chlorangriff ausreichend stand.

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von:
Dr. v.Hartmann

Gemeinsam mit:
Dr. Hupfer

Rückstandsaufarbeitung:
Dr. Gieg

Untersuchungen:
Dr. Schiffmann
" v.Füner
" Meier
" Hirschberger

Versuchsanordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen[1] ohne Neutralisationsbirne.
Breischlange gelitert zu 1040 ccm.
Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 7.91 Ltr.
Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.
Chlorsättiger ab 7.10.40 (s. anliegende Skizze).

5 Ltr. Flasche im Standschauglas, im Wasserbad stehend, wird wird aus der Bombe bis Mitte Standschauglas mit flüssigem Chlor gefüllt. Dann wird auf 650 atm N_2 aufgeschlossen. Der mit einer Waage gemessene Stickstoff wird durch eine im Bad hängende Schlange vorgewärmt und tritt unten in die Flasche ein, wo er sich mit Cl$_2$ sättigt. Das aus dem Sättiger oben austretende Gemisch geht durch ein in die Ofenabschlammleitung eingeführtes Steigrohr in den Ofen unten. Das Steigrohr war so dünn, (3x6, V2A) daß ein Abschlammen des Ofens am Steigrohr vorbei noch möglich war, da die lichte Weite der Entschlammungsleitung 10 mm betrug.

Ofen 411 vom 4.9. - 19.10. 1940

1) vergl.z.B. Zusammenstellung 198131 v.2.1.42 (K 1180 auf Bi + Mi)

Versuchsverlauf.

4.9.40 Ofen angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr. Umlaufgas über Dach entspannt.
Bei 11 MV[1] mit Einlauf:
P 1416 getoppt ~325° 420 %[2] Kontakt 7509 Cr 12 (Grude-Eisen-Titan). Durchsatz 3 kg Frischöl/Std.

5.9. Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %. Frischöldurchsatz vor auf 4 kg/Std.

Bei 22,6 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,5 %, + 0,1 % 3709 (Na_2S, Sulfigran), + Abschlammrückführung 1:0,5

Endgültige Einfüllmischung, wie sie bei der Verarbeitung von Ruhrtonerrückstand "Auguste-Viktoria" (P 1094) verwendet worden war.

Durchsatz 5,6 kg Frischöl/Std. Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.

Die Temperatur sollte so gefahren werden, daß 7-12 % Neuabschlamm, auf Frischöl bezogen, anfallen. Indessen waren folgende Höchsttemperaturen einzuhalten.: Breischlange 23,0 MV, Ofen 25,0 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer als Ofen.

6.9. Durchsatz zurück auf 5,4 kg Frischöl/Std.

Der Abschlammanfall war zu hoch.

7.9. Frischöldurchsatz weiter zurück auf 5,0 kg/Std.

Es fiel noch zu viel Abschlamm an.

1) Klemmentemperatur 40°
2) Kontaktmengen jeweils auf Frischöl bezogen.

377

9.9. ab **Bilanz Nr. 1**

10.9. Abschlammprozente vor auf 15-25.

Die Festekonzentration des Abschlamms war mit fast 30 % zu hoch geworden.

11.9. Durchsatz zurück auf 4,6 kg Frischöl/Std.

Auch die erhöhten Abschlammprozente waren mit angefahrener Temperatur nicht zu halten.

12.9. Schlangentemperatur vor auf max. 23,5 MV, Ofentemperatur vor auf max. 25,2 MV, Abscheider entsprechend.

Es sollte vor allem die Möglichkeit gegeben werden, den Ofen im unteren Teil etwas höher zu fahren und damit den Abschlamm-Anfall etwas zu drücken.

13.9. Umgestellt auf P 1416 getoppt -325° vom 9.9.40.

Das bisher gefahrene Produkt war der Rest einer Destillationsprobe gewesen, die sich von dem Rohstoff der Kammer, der von nun ab verarbeitet wurde, durch u.a. höheren Festegehalt und niedrigeren Gehalt an Asphalten unterschieden hatte.

14.9. ab **Bilanz Nr. 2.**

Anschließend wurde umgestellt auf Öl (P 1416 get. + Abstreiferschweröl 1:1) und kalt gefahren.

Der Versuch, diesen Teerrückstand mit dem Eisen-Titan-Kontakt zu verarbeiten, wurde beendet, da, wie der Festegehalt des im zu großer Menge anfallenden Kernabschlamms zeigt, der Abbau des organischen Festen nicht ausreichte. Auch bereitete der Abschlamm im Kugelofen ähnliche Schwierigkeiten wie bei der Großapparatur. Ein Vergleichsversuch sollte zeigen, ob ein Teer derart ungünstiger Beschaffenheit mit Molybdän ausreichend zu verarbeiten ist. Zuvor sollte der Ofen durch Leerschlamm gereinigt werden.

15.9. Ofen 3x entschlammt, ging gut. Die Abschlammmengen waren in Ordnung, ebenso die Analysen[1].

Ofen unter Druck 600 atm hochgeheizt. 9000 Ltr. Kreislaufgas über Dach entspannt.

Bis 12 MV mit Einlauf: P 1416 getoppt bis 325°(aus Großapparatetank) + 20 % Kontakt 5475 Ch 12 (Grude-Molybdän) 30 % kolloidal im Abstreiferschweröl,

aus P 1416 gemahlen zur Einfüllmischung. Durchsatz 3,0 kg Frischöl/Std.

Bei 18,0 MV Kontakt 5475 zurück auf 5 %.

1)

	% Festes	% Asche i.F.	% a-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	6,2	21,4	11,4
Kaltfahröl	1,7	5,9	4,1

16.9. Bei 29,5 MV Kontakt 5475 zurück auf 1,0 %, + 0,1 % 6709 Abschlammrückführung 1:0,5.

Durchsatz vor auf 5,6 kg Frischöl/Std., Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.

Abschlammprozente zurück auf 7-12%.

Von dem Molybdänkontakt wurde ein weitergehender Feststoffabbau erwartet.

19.9. Mehrfache Ausfälle der Kohlebreipumpen, die durch Spülen behoben wurden. Im Zusammenhang damit ging der Ofen kurzzeitig hoch auf 27,0 MV.

Es war anzunehmen, daß der Ofen nicht geschädigt wurde.

21.9.ab Bilanz Nr. 4.

24.9. Frischöldurchsatz stufenweise zurück bis auf 5,0 kg/Std.

Die Abschlammprozente waren trotz schärfer ausgefahrener Temperatur nicht zu halten gewesen. Möglicherweise war eine besonders schlechte Probe des Frischöls gefaßt worden.

25.9.ab Bilanz Nr. 4.

Während der Analysenzeit 5 Minuten lang Aussetzen der Breipumpen infolge Stromausfalls. Während der Störung wurde mit der Handpumpe verstärkt in der Teereingang gespült.

26.9. Frischöldurchsatz zurück auf 4,5 kg/Std.

Abgesehen von den ersten Tagen, an denen die Kontaktkonzentration im Ofen vom Anfahren her noch anormal war, hatte bisher keine Maßnahme erreicht, daß die Abschlammprozente innerhalb der vorgesehenen Grenzen von 7-12 % lagen. Als letztes Mittel blieb eine radikale Durchsatzverminderung übrig. Eine Verminderung des Abschlammanfalls war an sich noch möglich, da der Feststoffgehalt des Abschlamms erst in der Höhe von 20 % lag. Schon jetzt war zu erkennen, daß P 1416 als ein ungewöhnlich schlecht zu verarbeitendes Produkt bezeichnet werden muß.

29.9.ab Bilanz Nr. 5.

Anschließend Kontakt 5475 vor auf 1,5 %.

Das bisherige Ergebnis hatte noch nicht recht befriedigt. Es wurde überdies erwogen, ein Verfahren zur Aufarbeitung der Schwelrückstände auf Molybdän für Pölitz zu entwickeln.

4.10.ab Bilanz Nr. 6.

6.10. 700 Ltr. H_2 / Std. durch die Abschlammleitung in den Ofen unten gefahren.

Es war beabsichtigt, zur Verbesserung der Ergebnisse, elementares Chlor in Verdünnung mit Stickstoff unmittelbar in den Ofen zu geben, und es sollte vorbereitend festgestellt werden, ob sich eine Hemmung der Reaktion durch die dabei eintretende Herabsetzung des H_2-Partialdruckes um rd. 28 atm erkennen läßt. Eine Änderung der Fahrergebnisse war nicht zu bemerken.

Anschliessend umgestellt auf Frischöl und Abstreiferschweröl 1:1 und kalt gefahren. Ofen dreimal leergeschlemmt, ging [illegible]

7.10. Dem Mengen und Analysen[1] nach war der Ofen sauber. Der Ofen wurde mit einer Vorrichtung zum Einfahren von mit H_2 verdünntem Chlor versehen (s. Versuchsanordnung).

Ofen unter 600 atm, 6000 Ltr. Nullgas über Dach. Bei 10,5 MV mit Einlauf P 1416 getppt (aus Tank 1) + 20 % Kontakt 7509 b Ch 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 80 %ig in Abstreiferschweröl aus P 1416. Frischöldurchsatz 5 kg/Std.

600 Ltr./Std. H_2 in den Ofen unten durch den Umgang des Chlorsättigers.

Das Zugehen der Chlorleitung sollte vermieden werden.

8.10. 17^{30} Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %, Durchsatz vor auf 4 kg/S Chlorsättiger auf 1,2 MV und angehängt. 600 Ltr. H_2 /Std.

Der Stickstoff sollte bei dieser Temperatur nach den Berechnungen rd. 20g Öl mitführen. ~0,1%

18^{00} Bei 22,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,0 %, Kontakt 6709, 50%ig im Schweröl kolloidal, Frischöl: Abschlammrückführung 1:0,5 Durchsatz 4,5 kg Frischöl/Std, Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.

19^{00} Chlorleitung zugegangen.

20^{00} Verstopfung der Chlorleitung durchgerissen.

20^{15} Chlorleitung endgültig zu. Daher umgestellt auf Frischöl und Abstreiferschweröl 1:1 ohne Kontakt und kaltgefahren. Druck zurück auf 250 atm.

9.10. Ofen dreimal leergeschlemmt, ging zunächst etwas schwierig.

Mengen	I	II	III
Ofen	5900	8650	9770
Abscheider	1300	1050	930

Den zuletzt erhaltenen Mengen nach, konnte der Ofen als sauber angesehen werden.

Analysen	% Fettes	% Asche i.F.	% a-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	X	0,6 i.Gu.	X
Ofenabschlamm III	6,4	8,5	10,8
Kaltfahröl	5,4	14,1	11,5

Der Ofenabschlamm I ließ sich nicht mit Benzol aufarbeiten.

1)

	% Fettes	% Asche i.F.	% a-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	5,1	20,8	11,8
Kaltfahröl	5,7	25,6	9,7

331

Wie der Ausbau zeigte, hatten sich das Steigrohr und das davor liegende Rückschlagventil mit schwarzem vorwiegend organischem Druck angesetzt. (83,6 % Feste, 13,8 % Asche im Benzolkesten). Das Steigrohr war am Ausgang mit einem Pfropfen verklebt.

Die Mikro-Untersuchung des Steigrohrinhalts ließ harte Brocken erkennen, die mit klebasphalthaltigen Stoffen verkittet waren. Der entölte Rückstand zeigte typischen Kokscharakter, und war vermischt und verbacken mit Eisenoxyd und hellfarbiger Kontaktsubstanz.

Dieser Befund in Verbindung mit der Beobachtung über die chemische Veränderung des Ofeninhalts läßt darauf schließen, daß Chlorpolymerisationen die Ursache der Störung gewesen sind. Es besteht die entfernte Möglichkeit, daß ein momentaner Druckabfall am Stickstoffkompressor das Zugehen der Steigleitung begünstigt hat.

Die Chlorleitung wurde gereinigt und wieder eingebaut. Dabei wurde ohne Spülung den Steigrohren mit Mittelöl vorgegangen. Ofen angeheizt, unter 600 atm, 6000 Ltr. Kullgas über Dach entspannt. 600 Ltr. N_2 durch Umgang im Ofen unten. Bei 11,5 MV mit Einlauf: P 1416 getoppt + 20 % 7509 + Ch 12, Durchsatz 3 kg Frischöl/Std.

10.10. Bei 13,5 MV mit 5 % 7509, Frischöldurchsatz 4,0 kg/Std. Mit M.P.4 werden 200 g Mittelöl/Std. in das Steigrohr gedrückt.

Um die Suleitung frei zuhalten.

Bei 230 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,5 %, + 0,1 % 6709, + Abschlamm 1:0,5. Frischöldurchsatz vor auf 4,5 kg/Std. Chlorsättiger auf 1,0 MV geheizt und angehängt.

In der Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß trat eine Druckdifferenz von 180 atm auf. Daher wurde der Chlorsättiger abgehängt und der Ofen kaltgefahren. Die Druckdifferenz, die inzwischen auf 600 atm gestiegen war, fiel plötzlich durch, ohne wieder zu kehren.
Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl 1:1.

11.10. Um den Grund der Störung zu finden, wurde die Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß abgehängt und entspannt. Der Gasdurchgang wurde während dessen am Standschmuglas (Entspannungsventil) eingestellt.
Weder in der Leitung vom 10 Ltr.-Gefäß zum Raschigturm, noch in diesem selbst, noch in der Leitung vom Raschigturm zur Ventilgruppe konnte die Ursache der Störung gefunden werden.

Es bleibt nur die Ablagerung von Ammonsalzen als Erklärungsmöglichkeit.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß von 100 auf 200 g/Std. erhöht. Ausgangsleitung wieder unter Druck. Ofen hochgeheizt. Bei 10,5 MV umgestellt auf P 1416 get. + 5 % 7509, Durchsatz 4,0 kg/Std.
Bei 22,5 MV umgestellt auf Mischung mit 1,5 % 7509, 0,1% 6709 und Abschlamm 1:0,5. Frischöldurchsatz 5,0 kg/Std. Chlorsättiger eingehängt, 1,0 MV, 600 Ltr. N_2.

13.10. Steigrohr verstopft, durch verstärktes Pumpen von Mittelöl bis zu 300 atm Überdruck unter Abriegeln des Sättigers freigemacht.

Sättiger wiedereingehängt.

Die Lösung des H_2 war zeitweise ansoheinend nicht in Ordnung, da erst 12 Std. später der Dichtesohreiber das erwartete dem H_2-Eingang von 600 Ltr./Std. entsprechende Dichteateigerung erkennen lies.

14.10. Chlorsättiger ver von 1,0 auf 2,1 MV, dann zurück auf 0,5 MV.

Es war auf Grund von Berechnungen angenommen worden, das eine Temperatur von 2,1 MV im Sättiger zum Einfahren von 40 g Cl_2/Std. nötig sei. Tatsächlich waren, wie sich inzwischen anhand der Gasanalysen ergab bei 1,0 MV bereits rd. 70g Cl_2/Std. in den Ofen gegangen.

Druckdifferenz von 40 atm im Ausgang hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, die von selbst wieder verschwand. Auch der Produktstand funktionierte zeitweise nicht einwandfrei.

15.10. Elemente L_4 (zwischen Wasserkühler und 10 Ltr.-Gefäß) und L_5 (Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß) vorvon -1,5 bis -0,5V auf -0,5 bis + 0,5 MV

um etwa angesetzte Ammonsalze bei höherer Temperatur leichter fortspülen zu können.

Chlorsättiger abgehängt.

Der H_2-Kompressor mußte abgehängt werden, da sein Ansaugdruck infolge einer Störung in Uppau nur 66 statt 200 atm betrug.

Der Sättiger hatte sich im übrigen insofern nicht recht bewährt, als die Cl_2-Dosierung nicht zuverlässig war, wie anhand der Analysen und auf Grund des Chlorverbrauchs[1] festgestellen war, wurde mehr Chlor eingefahren, als den theoretischen Berechnungen entspricht. Es scheint u.a. möglich, daß der Füllungsgrad mit dem Standschauglas nicht genau genug bestimmt werden kann.

0,3 % P 35 (Tetrachlorkohlenstoff), auf Frischöl bezogen, + Mittelöl 20:80 in den Ofen unten eingefahren.

16.10. 2x kurzzeitig Druckdifferenz bis zu 150 atm in der Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, die jedesmal von selbst wieder verschwand. Die Ausgangsleitung wurde nun beheizt.

ab **Bilanz Nr. 7.**

Die Schwelung des Abschlamms der letzten Tage hatte zur Bildung von Klumpen geführt.

Anschließend P 35 zurück auf 0,5 %, + Mittelöl 12,5:87,5.

Das Abwasser hatte am 15.10. 2,56 g Cl/kg enthalten, sodaß zu starke Korrosion zu befürchten war.

17.10. Abschlamm zurück auf 5-8.

Durch schärferes Fahren sollte versucht werden, den Asphaltabbau zu verbessern und damit die Schwelerei zu entlasten. Die Feststoffkonzentration im Abschlamm (rd. 13%) lies dies zu.

---

1) Der Sättiger enthielt bereits nach einem Tag nur noch rd. 200 ccm Öl,

18.10. Ofen stark undicht, Druck fiel auf 0 atm. Sofort wurde alles ausgeschaltet und auf N$_2$ umgeschlossen. Zum Kaltfahren wurde umgestellt auf P 1410 gft. + Abstreiferschweröl 1:1 und in den Ofen unten reines Mittelöl ohne P 35 eingedrückt. Nach kurzer Zeit mußte der Einlauf abgestellt werden, da die Undichtigkeit, die am Ofeneingang lag, so groß war, daß alles unten herauslief und nichts mehr in den Ofen ging.

19.10. Wie der Ausbau zeigte, war das Schmiedestück (N8), in dem sich die Gas- und Breileitung mit der Entschlammungsleitung vereinigt, durch Korrosion zerstört. Der oberste Teil des Chlorsteigrohres war in einer Länge von rd. 1-2 cm aufgelöst und verschwunden. Etwa 1,5 cm unterhalb des jetzigen Endes war das Steigrohr durchfressen. An dieser Stelle hatte das Chlor die Wand ung des Schmiedestückes angegriffen und, offenbar verdrängt durch anwachsenden Koks, seinen Weg immer weiter in die Nähe der äußeren Wand ung verlegt, bis schließlich die Durchlöcherung eintrat.

Es ist daraus zu erkennen, daß bei 600 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperatur liegen, sowohl N 8 wie V2A dem Angriff des Chlors verhältnismäßig rasch erliegen.

Aus dem Ofen unten wurden 310 g Dreck entfernt, der nicht näher untersucht wurde. Die Vorheizschlange hatte 19,7 % ihres Anfangsvolumens verloren, was nach 42 Tagen Fahrzeit (ohne Abstelltage) einen durchaus normalen Befund darstellt.

Versuchsergebnisse.

A Mit Grude-Eisen-Titan

Die wichtigsten Ergebnisse, die mit dem Grude-Eisen-Titan-Kontakt 7509 b Ch 12 (1,5%), und wie in allen weiteren Versuchen mit 0,1 % Na_2S und Abschlammrückführung 1:0,5 erhalten wurden, sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt und mit den Resultaten verglichen, die mit Eisen-Titan bei der Verarbeitung des Ruhrtoerrückstandes-„Auguste-Viktoria" (P 1094) bei gleicher Fahrweise gewonnen worden sind.

Frischöl		P 1416 get.		P 1094 get.
Benzolfestes	%	12,8	14,5	8,4
im Öl - 325°	%	13,6	2,6	9,0
s-Asphalt	%	21,3	27,2	23,5
Durchsatz		0,63	0,62	0,69
Temperatur	°C	476	476	480
Leistung		0,49	0,47	0,58
Schweröl in prakt-Ölgewinn	%	38,8	45,2	43,4
Vergasung		14,0	14,4	13,7
Asphaltabbau		98,9	95,3	97,9
Festoabbau		82,5	77,8	87,2
Bilanz Nr.		1	2	6

Bilanz Nr 1.

Zunächst wurde eine Probe eines Teerrückstandes aus P 1416 verarbeitet, die in der Kleinapparatur hergestellt worden war. Da diese mehr benzollösliche Anteile enthält als P 1094 get. und überdies der Festoabbau schlechter lag, mußte mit geringerem Durchsatz (0,63 gegen 0,69) gefahren werden, um den Abschlammanfall nicht zu hoch werden zu lassen. Eine Erhöhung der Temperatur über 476° hinaus verbot sich wegen des starken Anteilgens der Vergasung. Die so erhaltenen Werte zeigen die schlechtere Eignung der untersuchten Probe für die Hydrierung.

Bilanz Nr 2.

Der nun geprüfte Originalteerrückstand, wie ihn die Kammer 304 verfahren hatte, war im Festo- und Asphaltgehalt noch ungünstiger. Demgemäß wurden bei gleicher Ofentemperatur und nur geringfügig vermindertem Durchsatz noch viel schlechtere Ergebnisse erhalten. Außerdem ergab der Abschlamm, der in der viel zu großen Menge von nahezu 25 % von Frischöl anfiel, Klumpenbildung im Schwelofen. Die Aktivität des Eisen-Titan-Kontaktes reichte also zur Verarbeitung dieses Rückstandes nicht aus, vor allem nicht bezüglich des Abbaus der hochmolekularen benzolunlöslichen Anteile. Um eine einigermaßen störungsfreie Verarbeitung zu erreichen, hätte mit einem Durchsatz gefahren werden müssen, der weit unter der Grenze des noch Wirtschaftlichen gelegen hätte.

Verglichen mit P 1094 und gleichem Kontakt wurden schwerere weniger aufhydrierte Öle erhalten, was z.T. der niedrigeren Reaktionstemperatur zuzuschreiben ist, sicher aber auch teilweise in der schlechteren Hydrierbarkeit des P 1416 begründet ist. Das Schweröl über 325° wies eine wesentlich höhere Viskosität (rd 200° E/20° gegen 33) und demgemäß einen höheren Stockpunkt (-1° gegen -12°) auf. Die Schwefelausbeute war mit 79,7 % gegen 89,0 % ungenügend.

B-Mit Grude-Molybdän.

Bilanzen 3-5.

Mit 1,0 % Grude-Molybdän anstelle des Eisen-Titan-Kontaktes wurden 3 Bilanzen genommen. Die Hoffnung, mit dem aktiveren Katalysator einen höheren Durchsatz bewältigen zu können, erfüllte sich nicht. Der Durchsatz mußte von 0,71 auf 0,64 und schließlich auf 0,57 zurückgenommen werden, bis den Schwefelausbeuten nach eine leidlich störungsfreie Rückstandsaufarbeitung gewährleistet schien. Da der Abschlammanfall immer wieder anstieg, besteht überdies die Möglichkeit, daß von Bilanz zu Bilanz schlechteres Frischöl verwendet wurde, denn der aus demselben Tank abgezogene Rückstand wechselte in seinen Eigenschaften nicht unerheblich (s. Tabelle 2). Auch hat sich vielleicht die Kontaktkonzentration im Ofen, die beim Anfahren ja besonders hoch war, mit dem im Laufe dieser Versuche noch etwas vermindert. Aus diesen Gründen sind hauptsächlich die Ergebnisse der letzten Bilanz (5) für diese Fahrweise von Interesse. Da die Vergasung mit Molybdän niedriger lag, konnte gegenüber Eisen-Titan mit etwas höherer Temperatur (478 gegen 476°) gefahren werden.

Die Resultate sind nachstehend aufgeführt und diejenigen daneben gestellt, die mit Molybdän bei der Verarbeitung von P 1094 get. erzielt wurden.

Frischöl		P 1416 get.	P 1094 get.
Benzolfestes	%	8,3	8,4
s-Asphalt	%	28,9	28,5
Durchsatz		0,57	0,66
Temperatur	°C	478	478
Leistung		0,47	0,59
Schweröl i.prakt.Ölgewinn		41,4	41,1
Vergasung	%	13,2	12,6
Asphaltabbau	%	99,1	99,3
Festenbbau	%	93,7	100,0
Bilanz Nr.		5	7

Gegenüber Eisen Titan wurde eine niedrigere Vergasung, ein besserer Asphaltabbau und vor allen eine ausreichender Festenabbau erhalten. Die Öle waren etwas leichter und weiter aufhydriert, wozu sowohl die höhere Aktivität des Kontaktes wie die Verringerung des Durchsatzes und die Erhöhung der Reaktionstemperatur beigetragen haben.

Verglichen mit P 1094 getoppt wirken sich die ungünstigen Eigenschaften des hier verarbeiteten Teerrückstandes vor allem darin aus, daß mit um 20 % niedrigeren Durchsatz gefahren werden mußte, um annähernd denselben Asphaltabbau zu erreichen. Demgemäß wurde eine geringere Leistung erzielt und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Trotz des geringen Durchsatzes lag der Abbau des organisch Festen niedriger und der Schwerölanteil im Ölgewinn gleich. Die schlechtere Verarbeitbarkeit des P 1416 zeigte sich auch darin, daß ein Schweröl von höherer Viskosität und gleichem Stockpunkt anfiel. Der geringere Durchsatz bewirkte nur, daß das spezifische Gewicht der Öle niedriger und ihr Anilinpunkt höher lag.

Bilanz Nr. 6.

Mit mehr Molybdänkontakt (1,5%) und um 1 ° höhere Temperatur wurden genau die gleichen Resultate erhalten. Die Kontakterhöhung brachte also keinen Vorteil. Sie wäre auch nur dann vertretbar, wenn es möglich wäre, aus dem Schwelrückstand das Molybdän in angereicherter Ausbeute wieder zu gewinnen. Ein Verfahren hierzu müßte indessen erst entwickelt werden.

C Mit Grude-Eisen-Titan und Chlor.

Um ohne Molybdän auszukommen, wurde nun versucht, die bekannte Hydrieraktivität des Chlors auszunutzen. Dem Teerrückstand wurde 1,5 % Grude-Eisen-Titan zugemischt, und zusätzlich elocontares Chlor verdünnt mit Stickstoff in den Ofen gefahren. Hierbei glug die Chlorzuleitung, die als Steigrohr durch die Ofensohlamzuleitung geführt war bereits nach wenigen Stunden zu, offenbar infolge der Polymerisation vom Ofeninhalt, der in das Steigrohr gelangt war, unter dem Einfluß des Chlors. Es gelang dann, diese Störung durch Spülen des Steigrohres mit Mittelöl zu verhindern. Jedoch mußte nach kurzer Zeit aus äußeren Gründen - Störung der Stickstoffzufuhr - die Verwendung des elementaren Chlors aufgegeben werden, sodaß Bilanzergebnisse von dieser Fahrweise nicht genommen werden konnten. Die eingebrachte Chlormenge betrug zul. 1,4 % auf Frischöl bezogen, d.h. etwas mehr, als ursprünglich beabsichtigt war, da sich die Menge mit Hilfe des Schauglases nicht genügend genau dosieren ließ.

Es wurde dann das elementare Chlor durch Tetrachlorkohlenstoff (0,85 %) ersetzt, das verdünnt mit Mittelöl ebenfalls in den Ofen unten eingefahren wurde. Als wichtigste Ergebnisse wurden erhalten (Bilanz 7):

Durchsatz Temperatur °C	0,63 478
Leistung	0,50
Schweröl im prakt. Ölgewinn	43,7
Vergasung	14,0
Asphaltabbau	98,4
Festeabbau	95,6

Auch wenn man den Einfluß der um 2°C höheren Ofentemperatur berücksichtigt, so erkennt man doch deutlich die erhebliche Verbesserung, die der Chlorzusatz gegenüber der Verarbeitung ohne Chlor (Bilanz 2) bewirkt. Sie ist in allen Punkten sichtbar, besonders im Abbau des hochmolekularen Restanteilen und damit im Asphaltanfall.

der mit 11,6 % nur wenig höher lag als der, der bei Verwendung von Molybdän erhalten worden war. Trotzdem reichte der Asphaltabbau für eine Verschwelung des Absatzklärsumpfes ohne Klumpenbildung noch nicht aus. Es muß aber für wahrscheinlich gehalten werden, daß durch eine geringfügige Verminderung des Durchsatzes auf die gleiche Höhe (0,57), die mit Molybdänkontakt eine einwandfreie Rückstandsaufarbeitung hatte erzielen lassen (Bilanz 5 und 6), auch mit Chlor eine störungslose Rückstandsaufarbeitung hätte erreicht werden können.

Die Schwelergebnisse dieser Versuchsreihe bestätigen erneut den Befund, daß das Verhältnis Asphalt zu Benzolunlöslichem im Schwelgut 1:10 nicht unterschreiten darf, wenn die Schwelung störungsfrei verlaufen soll (s.das anliegende Diagramm).

Gegenüber Molybdän ist bei sonst völlig gleichen Bedingungen mit Chlor + Eisen-Titan ein etwas besserer Abbau der organischen Festen, aber auch eine etwas höhere Vergasung zu erwarten; diese Vermutungen bedürfen indessen noch der Bestätigung durch weitere Versuche.

Der weitere Verlauf des Versuches zeigte die Gefährdung des Ofens durch das Chlor. Obwohl die CCl_4-Menge nach der Bilanz 7 auf 0,5 % zurückgenommen worden war, wurde der Ofen nach einer Fahrzeit mit Cl_2 bzw. CCl_4 von insgesamt nur 167 Stunden undicht, und zwar an der Stelle, an der das Chlor erstmalig auf Temperaturen oberhalb 350° kommt. Es ist daher festzustellen, daß bei 600 atü und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperaturen liegen, weder X5 noch V_2A-Material dem Angriff des Chlors ausreichend stand halten.

Wie die Chlorbilanz zu Bilanz 7 (Tabelle 10c) zeigt, waren die Öle (mit weniger als 0,01 % Cl) praktisch chlorfrei. Nur 12% des eingehenden Chlors wurden im Abwasser und im Schwelrückstand gefunden. Da überdies bei Verwendung von Chlor häufig Druckdifferenzen im Gasausgang durch Ammonsalze auftraten, ist zu vermuten, daß der größte Teil des Chlors als HCl-Nebel das 10-Liter-Gefäß passierte und mit dem Ofengas fortgetragen wurde.

gez. Hupfer

Tabellenverzeichnis.

Tabelle 1a - c	Bilanzen
" 2	Eigenschaften des Frischöls
" 3a - b	Untersuchungen des Benzins -135°
" 4	Untersuchungen des Benzins 135-200°
" 5	Mittelöluntersuchungen
" 6	Schweröluntersuchungen
" 7	Heizöluntersuchungen
" 8	Elementaranalysen und Heizwert von Benzin und Mittelöl
" 9	Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Schweröl und Schwelrückstand.
" 10a - c	Elementarbilanzen
" 11	Verteilung des als KW vergasten C
" 12	iso - Butangehalt
" 13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	Im Abwasser gelöste Stoffe
" 15	Phenolzerlegung
" 16	Schwelausbeuten
" 17	Asphaltzerlegung des Frischöls

Tabelle 1a

Bilanzen.

Vom Fahren von P 1416 getoppt -325° auf Schweröl-Überschuß
bis 600 atm

Ofen 411

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Tag 1940 Schicht	9.9. ab	14.9. ab	21.9. ab	25.9. ab	29.9. ab	4.10. ab	16.10. ab
Kontakt kolloidal i.Abstreiferschweröl z.Einfüllbrei							
7509 b Ch 12[1] %	1,5	1,5	-	-	-	-	1,5
5475 Ch 12[2] %	-	-	1,0	1,0	1,0	1,5	-
6709[3] %	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
P 35[4] i. Ofen unten %	-	-	-	-	-	-	0,05
Rückführung Frischöl:Abschlamm	1 : 0,5						
Fahrbedingungen							
Temperatur Schlange °C	441	451	442	442	442	442	444
Ofen °C	476	476	478	478	478	479	478
Abscheider °C	464	464	465	466	466	468	466
Durchsatz kg Frischöl/Ltr. Of.Vol./Std.	0,626	0,618	0,706	0,638	0,568	0,563	0,625
Gas cbm/kg Frischöl	3,05	2,89	2,96	3,01	2,94	3,09	3,00
Umdrehungszahl d.Ofenrührers/ Min.	38	38	38	38	38	38	38

1) Grude-Eisen-Titan
2) Grude - Molybdän
3) Na_2S, Sulfigran
4) CCl_4 mit 91,7 % Cl

Tabelle 1b

Bilanzen

Ergebnisse [1]

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7
Rohbilanz aus/ein	%	97,9	98,3 [3]	98,8	97,6	99,3	90,1	97,6
Ausbeute aschefrei auf Rein-frischöl + H_2-Verbrauch	%	96,1	96,9	97,9	95,8	98,3	96,7	96,5
Prakt.Ölgewinn (Bi+Mi+S'Öl)-Leistung		0,485	0,468	0,561	0,510	0,472	0,455	0,501
Prakt.Ölgewinn auf Reinfrischöl	%	77,8	76,1	79,8	80,2	83,4	81,2	80,5
darin Benzin -135°	%	4,9	5,1	3,6	7,3	3,9	5,7	5,6
Benzin 135-200°	%	3,0	3,2	2,9		3,5	4,4	4,0
Mittelöl 200-325°	%	53,3	46,5	45,2	43,8	51,2	48,9	44,7
Schweröl über 325°	%	38,8	45,2	48,3	48,9	41,4	41,0	45,7
Vergasung auf prakt.Ölgewinn	Verg%	15,0 [5]	14,4	13,2	12,4	11,4 [6]	13,3	14,0 [4]
Vergastes C auf C des Frischöls	%	12,9	12,0	11,4	10,6	12,5 [6]	11,7	12,3 [4]
davon als CO	%	3,1	3,0	3,8	3,2	1,6	1,8	1,7
" " CO_2	%	0,8	0,4	0	0,2	0,5	0,8	2,0
Asphaltabbau	%	96,9	95,3	99,0	98,7	99,1	99,2	98,4
Abbau d.organ.Festen	%	82,5	77,8	92,3	90,4	93,7	93,7	95,6
Neuabschlamm auf Frischöl	%	16,9	24,7	12,4	14,2	9,5	9,2	11,6
Schweröl auf Frischöl	%	10,6	14,8	7,9	8,6	6,1	5,8	7,2
Wasserneubildung auf Reinfrisch-öl	%	1,0 [2]	1,0 [2]	3,6	1,0 [2]	1,0 [2]	2,5	1,0
Aschebilanz aus/ein	%	81,1	102,0	50,2	66,7	50,0	55,3	33,3

1) Benzin butanfrei
2) korrigiert
3) Abstreifer und Abschlamm korrigiert
4) nach Abzug des aus CCl_4 gebildeten Methans
5) der Gasdichtedifferenz nach zu hoch bestimmt, Geschätzter Wert 14,0
6) der Gasdichtedifferenz nach zu niedrig bestimmt, Geschätzter Wert für die Vergasung 13,2

Tabelle 1c.

Bilanzen (Fortsetzung)

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.			1	2	3	4	5	6	7
Abstreifer	spez.Gew./20°			1,008			1,013		
	- 135°	%		4,7			3,1		
	135-200°	%		5,4			2,8		
	200-325°	%		45,4			46,9		
Abstreifer + Schwelöl									
	spez.Gew./20°		1,018	1,024	1,023	0,983	1,013	1,013	1,014
	- 135°	%	3,1	4,1	2,0	5,3 ?	2,7	3,5	3,7
	135-200°	%	2,3	2,7	2,6		3,1	3,9	4,2
	200-325°	%	48,7	42,4	42,6	41,2	47,4	45,0	44,2
Abschlamm	spez.Gew./25°		1,106	1,135	1,096	1,080	1,084	1,086	1,096
	Benzolfestes	%	24,9	21,8	18,4	18,6	20,9	26,2	14,0
	Asche im Festen	%	22,4	20,2	23,0	22,5	21,1	24,4	23,5
	im Öl -200°	%	0,7	0,8	0,4	1,4	1,2	0,7	1,2
	200-325°	%	22,0	14,5	20,6	20,4	25,2	23,7	17,8
	e-Asphalt	%	5,1	5,7	2,3	2,6	2,9	2,6	3,8
	Note		30-40	30-40	80	70	70	90	20

Tabelle 2.

Eigenschaften des Frischöls.

P 1416 getoppt -325

Untersuchungs Nr.	1	2	3	4	5	2-5	s-Vergl Ka 304
aus Tank Nr.	1)	1	1	1	1	1	1+2
zu Bilanz Nr.	1	2	2	4	7	2-7	--
Erweichungspunkt Krämer-Sarnow °C	16	35,8	+35,5	-	-	35,7	37
Wasser %	Spur	Spur	0	-	0,2	Spur	0,6
Benzolunlösliches %	12,8	14,5	8,7	8,3	8,1	9,6	7,5
Asche im Festen %	4,4	3,3	1,4	2,9	4,5	3,0	3,3
vom Öl spez.Gew./100°	1,152	1,154	1,152	-	1,162	1,156	1,176
- 325° %	13,6	2,6	2,4	-	2,4	2,5	2,3
s-Asphalt %	21,3	27,2	24,3	28,9	26,7	26,8	35,0
H disp.	-	-	5,94	-	-	5,94	5,31

Vakuumsiedekurve
(z.Untersuchung 3)

bei 18 m/m Hg	Gew.%	spez.Gew./100°
165 - 225°	14,7	1,070
- 275°	34,7	1,104
- 325°	57,4	1,142
+ R	99,9	-

Elementaranalyse s. Tabelle 9
Aspheltzerlegung s. Tabelle 17

1) Probe aus der kleinen Destillation

Tabelle 3a.

Untersuchungen des Benzins -135°.

Bilanz Nr.		2	5
Benzin -135° aus Abstreifer+Gasbenzin		93,6:6,4	76,8:23,2
Roh:	spez.Gewicht/20°	0,760	0,734
	Phenole %	0,7	0,2
	Anilinpunkt °C	+ 19,5	+ 27,8
Raffination:		1 x mit 10% H_2SO_4 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH+0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
	Raffinationsverlust Vol.%	1,0	1,0
	Redestillationsverlust Gew.%	11,1	8,3
Raffiniert:	spez.Gewicht/20°	0,748	0,726
	Anilinpunkt I °C	+ 22,8	+ 31,4
	" Ia °C	+ 23,8	+ 31,8
	" II °C	+ 50,4	+ 51,6
Teste:	Cu-Streifen	Anlauffarben	Anlauffarben
	Cu-Schale	" "	" "
	Dr.-Test	negativ	negativ
	H_2SO_4-Test	unter 2	unter 2
	Jodzahl	25,7	26,0
Zusammensetzung:	Paraffine %	24,7	30,5
	Naphtene %	45,4	47,0
	Aromaten %	26,2	19,0
	ungesättigter KW%	3,7	3,5
Klopfwert Motor		70,5	73,5

Tabelle 3b

Untersuchung der Benzine -135°

Bilanz Nr.		2	5
ASTM - Siedekurve			
Siedebeginn	°C	47	38
- 50°	%	-	4,0
- 60°	%	2,0	16,5
- 70°	%	10,5	31,5
- 80°	%	27,5	47,5
- 90°	%	50,0	65,0
-100°	%	70,0	80,0
-110°	%	83,0	88,5
-120°	%	90,0	92,5
-130°	%	94,5	95,0
-135°	%	96,0	96,0
-143°	%	98,0	97,5
+ E	%	99,0	98,5
Fraktion 80-100° spez.Gew./20°		0,743	0,740
Anilinpunkt	°C	+ 23,5	+25,5
" 110-140° spez.Gewicht		0,782	0,790
Anilinpunkt	°C	+ 5,5	+ 6,5

Tabelle 4.

Untersuchungen des Benzins 155-200°

Bilanz Nr.		2	5
Roh:	spez.Gew./20°	0,900	0,896
	Phenole %	24,0	14,5
	Anilinpunkt berechnet °C	-19	-17,5
Raffination [1]		1x mit 10% H_2SO_4 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
	Raffinationsverlust Vol%	1[illegible],0	8,1
	Redestillationsverlust Gew%	14,2	14,3
Raffiniert:	spez.Gew./20°	0,861	0,862
	Anilinpunkt I ber. °C	-20,2	-16,5
	" " Ia " °C	-19,8	-15,7
	" " II °C	+62,4	+61,0
Zusammensetzung:	Paraffine %	11,9	26,0
	Naphthene %	4,0	11,0
	Aromaten %	78,4	58,0
	unges.KW %	5,7	5,0
Klopfwert	Motor	79,0	80,5
ASTM-Siedekurve			
Siedebeginn	°C	136	134
- 140°		-	1,5
- 150°		7,5	16,0
- 160°		20,0	35,0
- 170°		50,5	54,5
- 180°		70,5	70,5
- 190°		85,0	82,5
- 200°		92,5	91,5
- 210°		95,5	95,0
- 218°		97,0	97,0
+ E		98,5	98,5
Fraktion 150-180°	spez.Gew/20°C	0,858	0,858
	Anilinpunkt ber °C	-24,2	-21,5

der Behandlung mit H_2SO_4 war bei dem Benzin der Bilanz 2 starker Aus[illegible] von weißen Kristallen zu beobachten. Die daraus isolierten Basen hatten einen Siedebere[illegible] von (70) -190°.

Tabelle 5.

Mittelölunterauchungen.

Bilanz Nr.		2	5
Abstreifer über 200°+Schweröl darin Mittelöl -325°	%	83,3:16,7 44,5	93,7:6,3 45,8
Roh: spez.Gew./20°		0,992	0,988
Phenole	%	2,0	2,0
Gew.Engler Siedebeginn	°C	220	210
- 225°	%	"	1,5
- 250°	%	11,0	16,3
- 275°	%	38,5	42,5
- 300°	%	70,6	73,5
- 325°	%	93,5	93,0
- 335°	%	-	98,8
- 345°	%	98,9	-
+ R	%	99,9	100,0
Entphenoliert: spez.Gew./20°		0,989	0,994
Anilinpunkt ber.	°C	- 39	- 38
ungesättigte Kw	%	15,0	11,5
Fraktion 240-270° spez.Gew/20°		0,988	0,984
Anilinp. ber		- 38	- 37
" 280-310 spez.Gew/20°		0,998	0,992
Anilinp.ber.		- 38,6	- 38

Tabelle 6.

Schwerölunterssuchungen.

Bilanz Nr.		2	5
Schweröl über 325° aus Abstreifer -200° + Schweröl	%	55,6	45,8
spez.Gew./50°		1,084	1,062
Vakuumsiedekurve bei m/m Hg		18	14
Siedebeginn	°C	165	185
-225°	%	66,4	58,3
spez.Gew./40°		1,060	1,046
-275°	%	92,0	80,8
spez.Gew./60°		1,076	1,064
-325°	%	96,3	97,9
spez.Gew/90°		1,090	1,086
+ R	%	99,9	100,0

Tabelle 7.

Heißluntersuchungen.

Bilanz Nr. / Ölart / Mischungsverhältnis / hergestellt von	2 Schweröl – Labor	Schweröl + Mittelöl 68 : 32 Labor	4 Schweröl – Labor	5 Schweröl – Labor	Schweröl + Mittelöl 90 : 10 Labor	6 Schweröl – techn.Dest.	7 Schweröl techn.Dest.
spez.Gew./20°	1,105	1,066	1,082	1,089	1,078	1,081	1,095
Stockpunkt °	- 1	- 26	- 16	- 13	- 17	- 16	- 9
Flammpunkt °C	183	132	162	176	145	161	160
Brennpunkt °C	237	162	204	226	197	202	210
Koksteat %	0,88	0,65	0,75	0,6	0,55	0,70	1,43
s-Asphalt %	0,4	0,3	0,5	0,5	0,4	0,5	1,0
Asche i.Ganzen %	0,01	Spuren	Spuren	0,002	Spuren	0,03	Spuren
Viskosität °E/20°	rd.200	12,24	-	86,8	35,8	-	-
/30°	46,9	-	-	-	-	-	-
/50°	8,07	2,22	3,72	5,26	3,4	3,93	5,30
/80°	-	-	1,49	1,70	-	1,57	1,74
Paraffine %	-	-	-	0,008	-	-	-
Phenole %	-	-	-	0,5	0,8	-	-
Satzfreiheit	-	-	-	frei	frei	-	-

Tabelle 8.

Elementaranalysen und Heizwert von Benzin und Mittelöl.

Bilanz Nr.	Benzin -135°			Benzin 135-325°			Mittelöl 20o - 325°		
	2	5	7	2	5	7	2	5	7
C %	86,63	86,71	-	85,89	87,08	-	88,81	89,34	-
H %	13,20	13,16	-	9,92	10,24	-	8,88	8,98	-
O %	0	0	-	3,28	1,84	-	1,29	0,82	-
N %	0,36	0,14	-	0,86	0,78	-	0,90	0,78	-
S %	0,027	0,02	-	0,049	0,06	-	0,12	0,084	-
Cl %	-	unter 0,01	unter 0,01	-	unter 0,01	unter 0,01	-	unter 0,01	unter 0,01
U HF cal/kg	-	-	-	-	-	-	-	9553	-

Tabelle 9.

Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Abstreiferschweröl und Schwelrückstand.

Bilanz Nr. bzw. Tag	Frischöl 19.5.40[1]	Frischöl 2	Frischöl 7	Abstreiferschweröl 2	Abstreiferschweröl 5	Abstreiferschweröl 7	Schwelrückst. 5	Schwelrückst. 7	Col. techn.[4]
C %	90,30	91,21	-	90,59	90,51	-	80,92	-	0,30
H %	5,38	5,84	-	7,63	7,64	-	1,75	-	-
O %	2,59	1,31	-	0,78	0,96	-	-[2]	-	-
N %	1,01	1,00	-	0,70	0,60	-	0,21	-	-
S flüchtig %	-	-	-	-	-	-	0,75	-	-
S gesamt %	0,72	0,64	-	0,30	0,29	-	2,90	-	-
Cl %	0,063	-	0,022	-	unter 0,01	unter 0,01	0,60	1,17	91,70
UHW cal/kg	8693	-	-	-	9369	-	-	-	-
H_2O a. Bohpr. %							0,70		
Asche " %							17,16		

1) Aus Tank 1 + 2 der Großapparatur

2) Asche sulfathaltig

Tabelle 10.

Elementarbilanz (korrigiert).

Zu Bilanz Nr. 2.

		C	H	O	N	S
Ein:	P 1214 getoppt	4233,6	271,1	60,8	46,4	29,7
	Kat. 75D9b Ch 12	36,2	0,7	2,0	0,4	5,3
	Kat. 6709	-	-	-	-	2,0
	Eingangsgas	21,4	212,4	9,0	-	-
Gesamteingang:		4291,2	484,2	71,8	46,8	37,0
Aus:	Benzin -135°	162,4	24,8	0	0,7	0,1
	Benzin 135-200°	99,6	11,5	3,8	1,0	0,3
	Mittelöl 200-325°	1532,7	183,1	22,3	15,5	8,1
	Schweröl	1536,5	129,4	15,2	11,9	5,2
	Abwasser[1]	0,7	3,5	10,3	7,8	12,6
	Gas i. Produkt gel.	12,5	2,6	-	-	-
	Ofengas	428,0	110,6	13,2	2,1	-
	Abstreifergas	74,9	16,9	3,3	0,5	4,1
	Abschlußgas	43,1	10,4	3,1	1,0	0,6
	i. Wasser d. Gaswäsche	-	1,1	-	5,0	-
	Schwelrückstand[2]	402,2	6,7	-	1,3	12,3
	Schwelwasser[3]	-	0,3	2,6	-	-
	Schwelgas[3]	4,6	11,3	-	-	-
Gesamtausgang:		4291,2	484,2	71,8	46,8	37,0
Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	%	95,3	-	116,3	66,1	100,3

1) Phenolgehalt zu 0,37 % angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 getoppt auf Schweröl.
2) Analysen der Bilanz 5, da keine Elementaranalyse ausgeführt wurde.
3) geschätzt.

Tabelle 10b

Elementarbilanz (korrigiert)

Zu Bilanz Nr. 5.

		C	H	O	N	S	Cl
Ein:	P 1416 getoppt	4044,2	258,8	56,0	44,3	28,3	0,8
	Kat. 6475	19,3	0,4	5,3	0,3	5,0	"
	Kat. 6709	-	-	-	-	3,7	"
	Eingangsgas	20,2	229,0	6,9	-		
	Gesamteingang	4083,7	488,2	70,2	44,6	37,0	0,8
Aus:	Benzin -135°	139,1	19,7	0	0,2	0	"
	Benzin 135-200°	115,0	13,5	2,4	1,0	0,1	"
	Mittelöl 200-325°	1707,4	171,7	15,7	14,9	1,6	"
	Schweröl über 325°	1404,4	116,6	15,0	9,2	4,5	"
	Abwasser 2)	2,2	3,9	17,1	7,5	12,0	"
	i.Wasser d.Gaswäsche		2,4	-	8,0	11,4	
	Gas i.Produkt gelöst	18,3	3,9	-	-	-	"
	Ofengas	439,6	112,0	16,6	0,7	"	"
	Abstreifergas	107,9	24,8	1,0	1,7	3,4	"
	Abschlammgas	45,8	11,3	1,6	1,1	"	"
	Schwelrückstand 1)	124,4	2,4	-	0,3	4,0	0,8
	Schwelwasser 1)	-	-	0,8	-	"	"
	Schwelgas 1)	1,4	4,0	"	-	"	"
	Gesamtausgang	4083,7	488,2	70,2	44,6	37,0	0,8
Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz		98,7	-	100,3	82,3	69,5	80,0

1) geschätzt.

2) Phenolgehalt zu 0,37% angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 auf Schweröl.

Tabelle 10a.

Chlorbilanz
zu Bilanz Nr. 7

	g Cl
Ein: Frischöl	1,1
CCl_4	38,5
Gesamteingang	39,6
Aus: Abwasser	2,2
Schwelrückstand	2,5
Durch Bestimmungen erfaßter Ausgang	4,7
Aus / Ein	11,9

Anhang zu den Tabellen 10.

Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanzen wurden durch gleichmäßige Verminderung sämtlicher Eingangsposten abgestimmt.

Die O-Bilanzen wurden durch Änderung des Abwassers berichtigt. Zur Korrektur der N-Bilanzen wird angenommen, daß der fehlende Stickstoff als NH_3 im Wasser der Gaswäsche enthalten war.

Der in Bilanz 5 im Ausgang fehlende Schwefel ist vermutlich als H_2S gleichfalls durch die Gaswäsche entfernt worden. Dagegen wurde die recht gut stimmende S-Bilanz 2 durch Änderung des S-Gehaltes im Schwelrückstand, für die keine eigene Analyse vorliegt, berichtigt.

Tabelle 11.

Verteilung der als KW vorhandenen C.

Bilanz Nr.	2	5
als C_1 - KW %	24,1	22,2
" C_2 - " %	24,3	24,5
" C_3 - " %	31,0	30,2
" C_4 - " %	20,6	23,1

Gehalt an Ungesättigten.

Bilanz Nr.	2	5
C_2 - KW %	2,2	1,9
C_3 - " %	1,7	1,8
C_4 - " %	1,27	3,5
C_1 - C_4 - KW %	1,3	1,8

Tabelle 12

iso - Butangehalt.

% v. Gesamtbutan

Bilanz Nr.	2	5
im Ofengas %	14,7	8,4
" Produktgas %	-	8,6
" Abschlammgas %	15,0	7,0
" Produkt gelöst %	8,0	5,0
v. Gesamtbutan %	rd. 14	8,0

Tabelle 13

Organisch gebundener Schwefel im Abgasen.

zu Bilanz Nr. 5

	mg S/cbm
im Ofengas	9,55
" Produktgas	10,55
" Abschlammgas	39,08

Tabelle 14

Im Abwasser gelöste Stoffe.

g/kg

Bilanzen bzw. Tag 1940	CO_2	NH_3	H_2S	Cl
8.9. c	-	-	-	0,585
1	23,7	-	-	0,757
2	18,09	-	-	0,085
17.9.	-	-	-	Spuren
3	7,1	-	-	0,015
4	8,2	-	-	0
5	57,0	74,1	103,9	Spur
6	13,25	-	-	0,041
14.10. a	-	-	-	0,53
15.10. c	-	-	-	2,59
7	60,9	-	-	15,9
17.10. a	-	-	-	3,6

Tabelle 15

Phenolerlaugung.

zu Bilanz Nr. 5

Phenole 150-250° redestilliert vom Abstreifer	1,6 %
davon Karbolsäure	29,2 %
o-Kresol	12,3 %
p-+m-Kresol	21,5 %
Xylenole	20,3 %
höhere Xylenole	3,9 %

Tabelle 16

Schwelausbeuten
im kleinen Kugelofen.

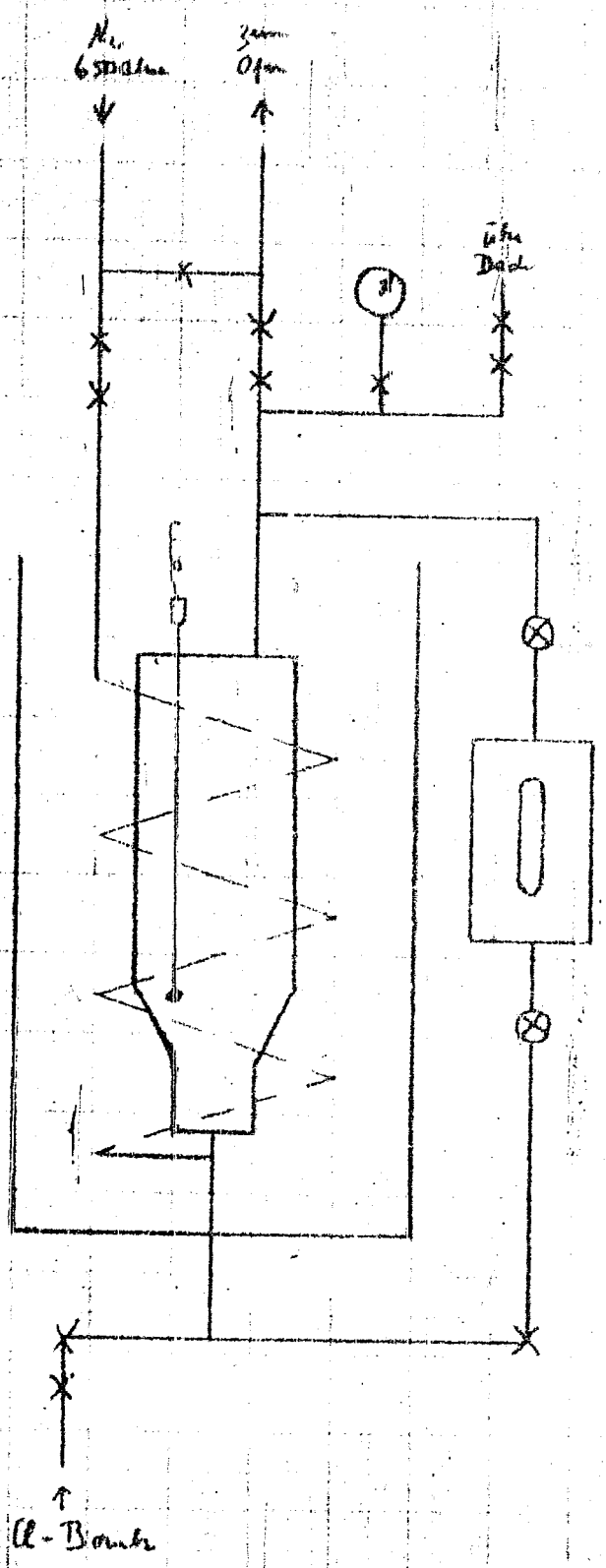
zu Bilanz Nr. Tag d.Anfalls 1940	1 8.u.9.9.	2 13.9.	3 21.9.	4 25.9.	5 29.u.30.9.	6 3.u.4.10.	7 16.u.17.10.
1.Abschlamm % Öl Asphalt:Benzolfestes	72,8 1:7,3	75,3 1:5,8	79,7 1:9,0	81,5 1:8,7	76,2 1.10,6	74,0 1:13,5	78,7 1:7,1
Ausbeute Öl % Koks % Gas+Verlust %	60,6 34,8 4,6	60,0 38,4 1,6	64,5 34,2 1,3	60,7 37,2 2,1	65,0 32,5 2,5	62,5 35,0 2,5	61,9 36,7 1,4
Schwelöl auf Öl des Abschlamms %	83,3	79,7	81,0	74,5	85,3	84,5	78,7

Tabelle 17

Asphaltzerlegung des Frischöls.

Festes vom Löslichen	16,4 %
Öl + Ölharze	91,3 %
Asphaltharze	6,6 %
Hartasphalt	2,1 %

Chlorsäuretrieb 411

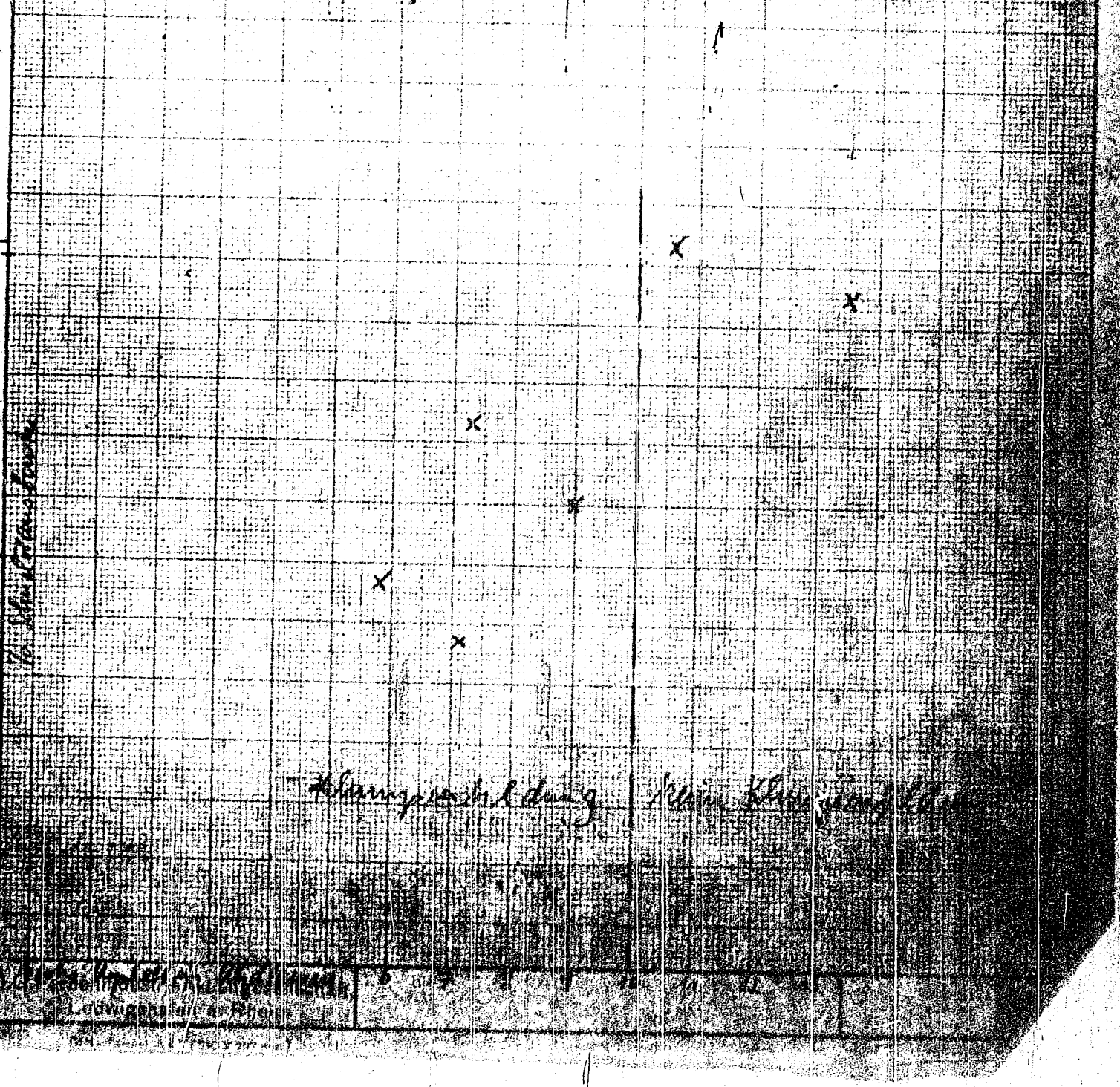


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

DIN-Format A4 (210 x 297 mm)

Schmelzergebnisse

im ABC-Diagramm von der Zusammensetzung des Roheisens



TITEL PAGE

9. Verarbeitung von Kokereiteer "Auguste Viktoria" (Ruhr) getoppt bis 325° F 1094 vom 11. Juli 39 bei 600 atm auf Schwerölüberschuss im 10 Liter-Ofen.

Processing coke oven tar "Auguste Viktoria" (Ruhr) (F 1094 of July 11-39) topped up to 325° at 600 atm, for excess heavy oil in 10 litre furnace.

Frame Nos. 407 - 437

Hochdruckversuche
In 550

4117

24. April 1942. Pa/Pf.

Versuchsbericht

Verarbeitung von

Kokereiteer „Auguste Viktoria" (Hüls)

getoppt bis 325°

P 1094 vom 11.7.39

bei 600 atm auf Schwerölübergang

im 10 Ltr.-Ofen

(Ofen 411 v. 12.12.39 - 8.1.40
und v. 28.1. - 3.2.40)

W. Krönig und H. Kupfer

Steinkohlenhochtemperaturteer „Auguste Viktoria" (Ruhr) (P 1094 vom 11.7.39) getoppt bis 325° im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Schwerölüberschuß gefahren.

Zusammenfassung.

Der Teerrückstand, der als Rohstoff in Pölitz in Betracht gezogen wurde, hatte sich trotz seines verhältnismäßig niedrigen Asphaltgehaltes (23,5 %) und Benzol - Festgehaltes (8,4 %) nicht störungsfrei auf Benzin und Mittelöl verarbeiten lassen. Es sollte deshalb seine Hydrierbarkeit im gerade Durchgang, d.h. auf Schwerölüberschuß, geprüft werden.

Diese Versuche verliefen sowohl mit Molybdänkontakt wie mit einem molybdänfreien Eisen-Titan-Grude-Kontakt (7509) anstandslos. Ihre wichtigsten Ergebnisse enthält die folgende Tabelle:

Kontakt Aufarbeitung	Grude-Molybdän Abschlammschwelung	Grude-Eisen-Titan Abschlammschwelung	Grude-Eisen-Titan Abschlammschleudern	Grude-Eisen- Schleudern
prakt. Ölgewinn auf Reinfrisch-öl	87,1	84,7	79,4	81,2
Leistung	0,58	0,58	0,56	0,46
Schweröl im Ölgewinn	41,1	43,4	49,6	43,3
Vergasung	12,8	13,7	13,3	15,3
Asphaltabbau	99,3	97,9	98,0	98,1
Festoabbau	100,0	87,2	64,7	75,7
Bilanz Nr.	7	6	3-5	1

Bei der üblichen Fahrweise mit Schwelung des Neuabschlamms wurden mit dem Titan-Kontakt gegenüber Molybdän zwar in jeder Beziehung etwas ungünstigere Ziffern aber durchaus noch brauchbare Ergebnisse erhalten. Es muß dabei mit etwas höherer Temperatur (480° gegen 478°) gefahren werden, um auf gleichen Schwerölüberschuß zu kommen. Die Vergasung war infolgedessen etwas höher als mit Molybdän.

Ferner wurde eine neuartige Fahrweise untersucht, bei der zur Entlastung der Schwelerei der gesamte Abschlamm mit dem Schweröl verdünnt geschleudert und sowohl das Schleuderöl wie der größte Teil des Schleuderrückstandes (10 % auf Frischöl) anstelle der normalen Abschlammrückführung in den Ofen zurückgefahren wurde. Ein ausreichender Schleudereffekt ließ sich nur durch Steigerung der Schleudertemperatur auf 180° erzielen. Im Hochdruck wurden recht

ungünstige Ergebnisse erhalten.

Zur Verbesserung der Schleudertrennung wurde dann übergegangen, mit dem neugebildeten Schleuderrückstand 6 % des Abschlamms zu verschwelen, womit auf einen Teil des Vorzuges der neuen Fahrweise verzichtet wurde. Auch hierbei stellten sich im Hochdruck Resultate ein (s. Tabelle), die vornehmlich in der Ölausbeute, der Spaltung und im Abbau des organischen Festen wesentlich ungünstiger lagen, als die mit der normalen Abschlammschwelung erzielten. Nur die Vergasung und der gleichfalls hauptsächlich temperaturabhängige Asphaltabbau schienen sich mit der Fahrweise kaum zu ändern.

Diese Verschlechterung der Ergebnisse ist vermutlich durch mehrere Faktoren bewirkt worden. Abgesehen davon, daß bei dieser Fahrweise der Ofen mit schwerverarbeitbaren Substanzen, die sonst in die Schwelerei gehen, zusätzlich belastet wird, wirkt sich anscheinend die druckl0se Erhitzung des Rückführöls beim Schleudern auf dessen Konstitution ungünstig aus. Außerdem lag wohl der im Schleuderrückstand zurückgeführte Kontakt in weniger guter Verteilung vor als der, der in der normalen Abschlammrückführung erneut in den Ofen gelangt. Die Menge des zurückgeführten Festen war größenordnungsmäßig ebenso hoch wie die in der Abschlammrückführung.

Da alle diese Einflüsse der Richtung ihrer Wirkung nach von der Beschaffenheit des Rohstoffs unabhängig sind, kommt die Verarbeitung mit Schleudern des Gesamtabschlamms für Teere gleich welcher Art nicht in Betracht. Allenfalls wäre daran zu denken, nur den Neuabschlamm zu schleudern. Hierbei wäre die Entlastung der Schwelerei die gleiche, und die chemischen Nachteile würden vielleicht so stark vermindert, daß sie in Kauf genommen werden könnten.

In einem dieser Versuche wurde ein Eisen-Titan-Kontakt geprüft, der mit in H_2SO_4 gelöstem Titandioxyd anstelle des teureren Titanylsulfats hergestellt worden war. Er lieferte fast dieselben Ergebnisse nur in Bezug auf Spaltung und Asphaltabbau war seine Aktivität ein wenig geringer.

Die Wirksamkeit des Grude-Eisen-Kontaktes 6612 Ch. 12 erwies sich als wesentlich schwächer vor allem in der Spaltung, sodaß trotz hoher Temperatur (481°) nur eine verhältnismäßig kleine Leistung erreicht werden konnte. Der Titanzusatz im Kontakt 7509 bewirkt also vor allem eine Verbesserung der hydrierenden Spaltung der schweren Öle. Die Vergasung stieg bei Verwendung des reinen Eisenkontaktes erwartungsgemäß auf hohe Werte.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig

gez. Hupfer

gemeinsam mit

Dr. v. Hartmann
Dr. Schaidner
Dr. Hupfer
Dr. Gieg.

Untersuchungen führten aus

Dr. Schiffmann
Dr. Meier
Dr. Lemme
Dr. v. Füner.

Versuchsanordnung. (11)

Normaler 10 Ltr.-Ofen [1]

Breischlange	gelitert	Anfall/Tag
	1 055 ccm	26.10.39
	1 165 ccm	19. 1.40

Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 7,61 Ltr.
Neutralisationsbirne 45 x 75 x 430, V 8, elektrisch beheizt, zwischen Ofen und Abscheider.
Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke

Ofen 411 vom 12.12.39 - 8.1.40
und vom 26. 1.40 - 3.2.40.

Versuchsverlauf.

12.12.39 Der Teerrückstand war vorher mit mäßigen Ergebnissen auf Benzin und Mittelöl verarbeitet worden. Nach Beendigung dieses Versuches wurde umgestellt auf die Schwerölfahrweise.

P 1094 vom 11.7.39 getoppt - 325° + 1,5 % Kat. 6512 Ch. 12 (Grude-Eisen) 30%ig kolloidal in P 1214 [3] + 0,1 % Kat. 6709 (Na_2S, Sulfigran) 50%ig kolloidal in Abstreiferschweröl aus K 1101 von Ofen 411; beide Kontakte zur Einfüllmischung gegeben.

Rückführung Frischöl : Schleuderöl 75 : 25
Frischöl : Schleuderrückstand (in P 1094 getoppt 1 : 1 verrührt) 1 : 0,1.
Das Anfallverhältnis wurde so geschätzt.

Frischöldurchsatz 3,7 kg/Std., Eingangsgas 3 cbm/kg Frischöl. Die Temperaturen waren so zu fahren, daß 45 - 55 % Neuabschlamm bezogen auf den Frischöleingang anfielen. Hierbei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,8 MV [2], Ofen 25,8 MV, Abscheider 25,1 MV.

Aufarbeitung des Anfalls: Abschlamm verdünnt mit Schweröl und geschleudert, Schleuderöl zurückgeführt, Schleuderrückstand soweit nicht zur Rückführung benötigt, geschwelt. Abstreifer destilliert auf Benzin - 160°, Mittelöl 160/325° und Schweröl über 325°.

Diese Aufarbeitung ermöglicht es, die zu schwelende Menge und damit den Olverlust zu vermindern.

---

1) Vgl. z.B. Zusammenstellung 19 813; v. 2.1.42 (K 1180 auf Mi + Mi).
2) Klemmentemperatur 40°.
3) Hibernia-Anreibeöl von Kütgers.

13.12.39 Kontaktbrei im eigenen Abstreiferschweröl.

14.12.39 Durchsatz vor auf 4,0 kg Frischöl/Std..

Die Temperatur war mit 25,1 KV noch nicht ausgefahren.

Spülungen umgestellt von Abstreiferschweröl auf Schleuderöl. Nur das Standscheauglas wurde weiter mit Abstreiferschweröl + Mittelöl 1:1 gespült.

Es sollte möglichst viel Abstreiferschweröl herausgezogen werden.

60 atm Überdruck an K P 1 (Ofen unten) wurde durch Spülen beseitigt.

Die Ursache der Störung war nicht erkennbar.

15.12.39
abo Bilanz Nr. 1

16.12.39 Frischöldurchsatz vor auf 4,3 kg/Std..

Die Ofentemperatur hatte noch niedrig gelegen.

Rückführung von Schleuderöl zurück auf 85:15.

Der Schleuderölvorrat war zu stark abgesunken.

K P 1 (Ofen unten) und K P 4 (Birne) mit reinem Schleuderöl.

Das asphaltreiche Frischöl, das bisher hier im Kreislauf mit Schleuderöl 75:25 für diese Spülungen verwendet worden war, wurde durch das asphaltärmere Schleuderöl ersetzt, um die Gefahr der Verkokung zu vermindern, nachdem am 14.12. eine Druckdifferenz an K P 1 aufgetreten war.

Mit Kat. 7509 (Grude-Eisen-Titan) anstelle von 5512.

In früheren Drehbomben-Versuchen mit Kohle hatte sich Titansulfat als Zusatzkontakt bewährt. Es sollte nun versucht werden, einen Teil des Eisens aus dem Grude-Eisenkontakt durch Titan zu ersetzen.

17.12.39 Durchsatz vor auf 5,0 kg Frischöl/Std..

Mit dem neuen Kontakt hatte die Temperatur auf 24,6 KV zurückgenommen werden können.

Die Festekonzentration im Schleuderöl wurde mit der Steigerung des Durchsatzes reichlich hoch:

8.	und	9.12.39	3,5 % F
10.	"	11.12.39	3,3 " "
12.	"	13.12.39	3,3 " "
14.	"	15.12.39	5,2 " "
16.	"	17.12.39	6,5 " "

18.12.39 Frischöldurchsatz weiter vor auf 5,5, dann auf 6,0 kg/Std.

Die Temperatur war immer noch nicht ausgefahren.

Schleuderölrückführung vor auf 80:20.

Der Schleuderölvorrat war in Anwachsen.

20.12.39

abo Bilanz Nr. 2.

Während der Bilanzzeit wurde K D P 1 undicht und mußte repariert werden. Es entstand ein Pumpenverlust von rd. 2 kg, der bei der Bilanz berücksichtigt wurde.

Der titonhaltige Kontakt sohien sich auch in der Vorheizung zu bewähren, da die Temperaturdifferenz S_4/M_1 trotz der Erhöhungen des Durchsatzes seit dem 16.12. nicht anstieg.

21.12.39 Schleuderölrückführung weiter vor auf 75 : 25.

Es fiel immer noch zuviel Schleuderöl an.

Mit direkter Schwelung von 5 % des Abschlamms.

Der Schleudereffekt war infolge der Durchsatzsteigerung am 18.12. noch schlechter geworden und nur durch Erhöhung der Schleudertemperatur mittels Umschließen auf Hochdruckdampf zu halten gewesen. Durch die getroffene Maßnahme sollte mehr Schwelöl zur Schleuderverdünnung erhalten werden.

22.12.39 Durchsatz zurück auf 5/7 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprocente hatte die Temperatur so hoch gefahren werden müssen, daß der Gasölsiedediffer. noch die Vergasung zu stark anstieg.

Schleuderölrückführung vor auf 72 : 28.

Eine genaue Berechnung hatte dieses Anfallverhältnis ergeben.

Mit dem mehr Schwelöl enthaltenden Schleuderöl.

23.12.39

abo Bilanz Nr. 3.

24.12.39 Durchsatz zurück auf 5,4 kg/Std.

Aus denselben Gründen wie am 22.12.39.

Umgestellt auf Kat. 7509a Ch. 12 anstelle von 7509 Ch. 12.

7509 war hergestellt worden durch Tränken der Grude mit $FeSO_4$ und dann mit fertig bezogenem $TiOSO_4$. Zur Herstellung von Kat. 7509a wurde anstelle des Titansulfats eine Lösung des billigeren Titandioxyds in Schwefelsäure in entsprechender Menge verwendet. Diese Methode dürfte technisch eher in Frage kommen.

27.12.39 Schleuderölrückführung zurück auf 74 : 26.

Der Vorrat hatte abgenommen.

28.12.39

abo Bilanz Nr. 4.

29.12.39 Mit 7509 Ch. 12 anstelle von 7509a Ch. 12.

Der Unterschied der Wirkung der beiden Kontakte sollte noch einmal festgestellt werden.

Ofen oben kurzzeitig hoch auf 27,7 MV.

Infolge der Kälte hatte die Wasserkühlung vermagt, sodaß nur mit Luft gekühlt werden konnte. Es wurde angenommen, daß der Ofen nicht geschädigt sei.

3.1.40
abs Bilanz Nr. 2

4.1.40 Mit Rückführung von Abschlamm 1 : 0,5. Ohne Rückführung von Schleuderöl. Abschlammprozente 5 - 15.

Die bisherige Fahrweise, die den Nachteil der Umständlichkeit hat, sollte mit der „normalen" Fahrweise verglichen werden.

Mit Abstreiferschweröl anstelle von Schleuderöl bei den Spülungen.

6.1.40 Abschlammprozente zurück auf 4 - 12 %.

Der Abschlamm war noch sehr dünn angefallen.

7.1.40
abs Bilanz Nr. 3.

Da infolge der Kälte das Produktsammelgefäß nur mit Dampf beheizt werden konnte, war das Wasser aus dem Produkt verdampft, sodaß keine Abwasserfassung und - untersuchung möglich war.

8.1.40 Abschlammprozente weiter zurück auf 4 - 10.

Der Abschlamm war immer noch genügend dünn.

Anschließend wurde auf Benzin und Mittelöl gefahren, um die Wirksamkeit des neuen Kontaktes hierbei kennen zu lernen.

28.1.40 Der in der Zwischenzeit gelaufene Versuch zur Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl war beendet. Es wurde umgestellt auf die Bedingungen vom 8.1.40, jedoch mit Kontakt 5475 Ch. 12 anstelle von 7509.

Ein solcher Vergleich erschien wünschenswert als Unterlage für die Planung.

Abstreifer + Schweröl destilliert auf Leichtbenzin - 135°, Schwerbenzin 135 - 200°, Mittelöl 200/325° und Schweröl über 325°.

Die bewährte chemische Raffination des Sumpfphasebenzins sollte auch bei dieser Verarbeitung beibehalten werden. Hierzu ist Abschneiden bei 135° notwendig. Andererseits sollte die Möglichkeit freigehalten werden, das Abstreiferschweröl mit Mittelöl zur Einhaltung bestimmter Heizöleigenschaften zu stellen, und dazu durfte das Mittelöl keine Anteile unter 200° enthalten, weil sonst der Flammpunkt des Heizöls zu niedrig liegen würde. Das Schwerbenzin war zusammen mit dem Rest des Mittelöls für die Benzinierung vorgesehen.

29.1.40 Die Ventile 1, 2 und 3 der Absohlammleitung ins Freie wurden undicht. Daher umgestellt auf P 318 (dicke Anthracenöl) und kaltgefahren.

Für einen längeren Versuch war nicht mehr genügend Sicherheit gegeben. P 318 wurde wegen seiner Asphaltarmut als Kaltfahröl benutzt.

Ofen 3 x leergeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II	III
Ofen	8 370	7 210	9 320
Abscheider	1 390	2 300	1 890

Den Abschlamm-Mengen und den Analysen[1] nach ist der Ofen sauber. Durch das an sich nicht beabsichtigte Abstellen war nun die Sicherheit dafür gegeben, daß der Ofen keinen Eisen-Titan-Kontakt mehr enthält[2].

Die undichten Ventile wurden ausgewechselt.
Ofen angeheizt, unter 600 atm, 10 000 Nm³ Kuligas über Nacht entspannt.

Bei 10 MV mit Einlauf: P 318.

30.1.40 Die Kugeln am Druoklager des Abscheiderrührers waren zerbrochen. Druck und Temperatur zeitweilig zurückgenommen und Drucklager ausgewechselt.

Bei 18,5 MV umgestellt auf Einfüllmischung wie zuvor.

Abschlammprozente zurück auf 4 - 6 %.

Nach den bisherigen Ergebnissen erschien dies möglich.

31.1.40 Durchsatz zurück auf 5,1 kg Frischöl/Std.

Die Temperatur mußte bisher der Abschlammprozente wegen hochgefahren werden, sodaß die Vergasung zu hoch anstieg.

2.2.40 Kurzzeitig Abfallen des Kompressordruckes um 100 atm aus unbekannten Gründen.

Durchsatz wieder vor auf 5,4 kg/Std.

Die Abschlammprozente hatten sich jetzt bei verhältnismäßig tiefer Temperatur (25,1 MV) bequem halten lassen.

---

1)

	% Festes	% Asche im Festen
Ofenabschlamm I	1,7	50,2
Kaltfahröl	0,15	26,7

2)

	Molabdän	% Fe_2O_3
Festes aus Ofenabschlamm I	geringe Mengen	22,65
Festes aus Frischöl + Kat. 750°	0	9,71

Ofen hoch auf 26,0 MV.

Die Temperatur war bei den hohen Durchsatz nicht ausreichend zu beherrschen.

Durchsatz wieder zurück auf 5,1 kg/Std.

Es sollte am folgenden Tage eine einwandfreie Analysenschicht erhalten werden.

3.2.40

abo Bilanz Nr. 7.

4.2.40 Umgestellt auf neuen Versuch (Verarbeitung eines schlesischen Teergemisches auf Schweröl-Überschuß).

(15)

Versuchsergebnisse.

I. Mit Schwelen des Neuabschlammes.

Unter normalen Bedingungen, d.h. beim Fahren auf niedrigen Abschlammanfall und Schwelen des Abschlammes, wurde je ein Versuch mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt (7509) und mit Grude-Molybdän (6709) durchgeführt. Die wesentlichsten Ergebnisse enthält die folgende Tabelle:

Kontakte	1,5 % 7509 0,1 % 6709 1)	1,5 % 5475 0,1 % 6709 1)
Ofentemperatur °C	480	478
Teerdurchsatz	0,69	0,66
Abschlammrückführung	1 : 0,5	1 : 0,5
Leistung	0,58	0,58
im Ölgewinn		
Benzin - 135° %	3,8	2,9
Mittelöl 135-325° %	52,8	56,0
Schweröl über 325° %	41,4	41,1
Vergasung %	11,7	12,5
Asphaltabbau %	97,9	99,3
Festabbau %	81,2	100,0
Bilanz-Nr.	6	

Dabei zeigt sich, wie vorauszusehen, die Überlegenheit des Molybdänkontaktes, der bei fast gleichem Durchsatz und trotz etwas niedrigerer Temperatur einen besseren Asphalt- und Festabbau und einen etwas geringeren Schwerölgewinn ergab. Auch die Vergasung lag mit Molybdän etwas günstiger. Innerhalb Ziolen über der störungsfreie Verlauf des Versuches mit Eisen-Titan und seine Ergebnisse erkennen, daß sich der vorliegende Ferrit-Katalysator auch mit Molybdänfreiem Kontakt sehr wohl auf Schwerölbetrieb umstellen läßt.

Die mit Eisen-Titan erhaltenen Öle waren durchweg etwas leichter und die Anilinpunkte der Fraktionen - 325° höher, was wohl auf die höhere Reaktionstemperatur zurückzuführen ist. Das Schweröl lag im Stockpunkt gleich gut, der Koksrest war ein wenig höher und die Viskosität ein wenig niedriger, sodaß zum Stellen auf 10°E/20° etwas weniger Mittelöl benötigt wurde. Wahrscheinlich würde das festefreie Abschlammöl als Heizölkomponente dem Schweröl im Anfallverhältnis zugemischt werden können und das spezifische Gewicht der Mischung noch verbessern, ohne die Viskosität, den Stockpunkt und den Koksrest wesentlich zu erhöhen. Indessen war der Abschlamm ohne Verdünnung nicht filtrierbar.

1) Na_2S, Sulfigran.

Gegenüber der Fahrweise mit gleichem Molybdänkontakt auf Benzin und Mittelöl wurden bei der Verarbeitung auf Schweröl-überschuß schwerere weniger aufhydrierte Öle gewonnen, wie bei dem größeren Durchsatz zu erwarten war. Für Viskosität (3,72 gegen 2,99°E/50° und Stockpunkt (-12° gegen -17°) wurden ebenfalls etwas höhere Werte gemessen. Die Abweichungen der Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffvergasung und die der iso-Butangehalte lagen innerhalb der Fehlergrenzen.

Bei einem Versuch, mit Molybdänkontakt in Anbetracht der gegenüber dem Fahren mit Eisen-Titan-Grude niedrigen Temperatur den Durchsatz über 0,66 hinaus zu steigern, ließ sich der Ofen nicht mehr recht beherrschen.

II. A. Mit Schleudern des gesamten Abschlammes.

Wie bei der Verarbeitung von P 1094 geb. auf Benzin und Mittelöl wurde auch hier eine neue Fahrweise geprüft, die sich von der normalen dadurch unterscheidet, daß der Abschlamm mit dem Schweröl verdünnt und geschleudert und das Schleuderöl anstelle von Abschlamm zurückgeführt wird. Außerdem wurde Schleuderrück-stand in Mengen von 10 % dem Frischöl zugesetzt, um die Kontakt-konzentration im Ofen auf etwa der gleichen Höhe zu halten. Der Vorteil dieser Fahrweise besteht darin, daß bei Verwendung der Heine-Schleuder, die einen Rückstand mit rd. 60 % Feststoff liefert, die Schwelerei nur 1/3 der normalen Menge durchzusetzen hat. Dafür tritt allerdings ein Schleuderbetrieb neu zur Rückstandsaufarbei-tung hinzu, der rd. 60 - 65 % Abschlamm auf verarbeitetes Frisch-öl bezogen verarbeiten muß.

Der gleiche Effekt würde erreicht werden, wenn nur soviel Abschlamm geschleudert würde, daß in dem Schleuderrückstand die in dem Ofen eingehende Asche entfernt wird. Der Schleuderrückstand wäre dann restlos zu verschwelen, der restliche Teil des Ab-schlamms mit dem Schleuderöl zurückzuführen. Auf diese Weise hätte der Schleuderbetrieb nur schätzungsweise 15 - 20 % Abschlamm be-zogen auf Frischöleingang durchzusetzen.

Das Schleudern des Abschlamms läßt erwarten, daß die Ölver-luste in der Schwelerei sich vermindern, daß aber andererseits der Hochdruck mehr mit schwerverdaulichen Stoffen belastet wird, da bei der Schwelung des Schleuderrückstandes nur rd. ein Sechstel der bei der normalen Abschlammschwelung vernichteten Asphalte in die Schwelerei geht. Die Einspritzmenge und damit die Verweilzeit änderte sich durch die neue Fahrweise bei gleichem Frischöldurch-satz praktisch nicht.

1) Versuch mit Grude-Eisen-Kontakt (Bilanz 1).

Zunächst wurde ein Versuch mit dem Eisen-Grude-Kontakt 6612 Ch. 12 angestellt. Der nicht allzu aktive Kontakt verlangte niedrigen Durchsatz (0,57) und hohe Temperatur (481°). Die Rück-führung von Schleuderöl lag bei 75 : 25, wodurch sich ein Schleu-derölüberschuß von 7,8 % (feststeifrei auf Reinfrischöl gerechnet) einstellte. Der Asphaltabbau war mit 98,1 % befriedigend, die Leistung (0,46) dem Durchsatz entsprechend, die Vergasung mit 15,3 % erwartungsgemäß sehr hoch. Dagegen überrascht angesichts

der Fahrbedingungen der schlechte Festeabbau (75,7 %) und die geringe Spaltung, da sich unter Einrechnung des Rückführölüberschusses ein Schwerölanfall ergab, der mit 43,3 % vom Ölgewinn ebenso hoch lag wie der, der bei etwas niedrigerer Temperatur und wesentlich höherem Durchsatz mit Grude-Eisen-Titan in der normalen Fahrweise erzielt wurde.

2.) Versuche mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt (Bilanz 2).

Mit dem Kontakt 7509 ließ sich der Durchsatz trotz niedrigerer Temperatur (475°) erhöhen, was die aktivierende Wirkung des Titanzusatzes erkennen läßt. Dem Rücklaufölüberschuß nach (16,3 %) war allerdings der Durchsatz mit 0,77 zu hoch bezw. die Schleuderölrückführung mit 80 : 20 zu niedrig gewählt, d.h. der Ofen lag nicht im Gleichgewicht. Dementsprechend stieg die Leistung nur auf 0,54 und der Schwerölanteil im Gesamtölgewinn auf 55 %. Die Verschlechterung des Asphaltabbaues (97,1 %) war nicht allzu erheblich, die des Festeabbaues (62,0 %) dagegen wesentlich. Die Vergasung hatte sich gesenkt (12,5 %), was bei der niedrigeren Temperatur vorauszusehen war. Der Abschlamm enthielt das Feste in feiner homogener Verteilung. Er wies keinen Klebasphalt auf.

Mit der Zunahme des Durchsatzes hatte sich der Schleudereffekt stark verschlechtert. Das Feste im Schleuderöl war von 2 auf 7,3 % gestiegen und ließ sich nur durch Beheizung der Schleuder mit Hochdruckdampf in die Gegend von 3 % herunterdrücken. Wahrscheinlich wäre diese Besserung bei unverändertem Weiterfahren nicht von Dauer gewesen.

II. B Mit Schwelen von 6 % des Abschlammes und Schleudern des Abschlammrestes.

Der Abschlamm, der bisher nur mit dem Schweröl aus dem Neuanfall vom Schleuderrückstand verdünnt worden war, hatte sich nicht gut schleudern lassen. Zur Erzielung eines ausreichenden Schleudereffektes wurde unter Beibehaltung der sonstigen Fahrweise 6 % des Abschlammanfalls geschwelt, wodurch etwa die doppelte Menge Schweröl zur Verdünnung des restlichen Abschlamms zur Verfügung stand. Durch diese Maßnahme wurde der einzige Vorteil der neuen Fahrweise, nämlich die Entlastung der Schwelerei, zu etwa 50 % aufgegeben, ohne den Durchsatz des Schleuderbetriebes erheblich zu verringern.

Die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuchsreihe sind nachstehend zusammengefaßt:

Kontakt	7509	7509 a
Temperatur °C	479	478
Durchsatz	0,72	0,69
Leistung	0,57	0,53
Schweröl zu Gasanteilgewinn	47,6	53,6
Vergasung	15,2 1)	13,4
Asphaltabbau	93,3	97,5
Pechabbau	63,5	67,2
Bilanz-Nr.	3 u. 5	4

1.) Mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt 7509 (Bilanz 3 u. 5).

Die bei 478 und nicht ganz 480° und praktisch gleichem Durchsatz erhaltenen Werte stimmten unter sich weitgehend überein. Der Temperaturunterschied machte sich also bei diesem Teerrückstand kaum bemerkbar. Die Vergasung der Bilanz 5 war mit 15,2 % zu hoch bestimmt, denn der Unterschied der Gasanteile war bei beiden Bilanzen derselbe.

Mit den Resultaten, die völlig ohne Schwelung von Abschlamm mit demselben Kontakt erhalten wurden (Bilanz 2) sind diese Ergebnisse nicht ohne weiteres vergleichbar, denn es läßt sich nicht erkennen, wie weit ihre Verbesserung auf die Schwelung von 6 % Abschlamm und wie weit sie auf die Verminderung des Durchsatzes zurückzuführen ist.

Verglichen mit der Normalfahrweise wurden jedenfalls in Bezug auf Gasausbeute, Spaltung und besonders den Pechabbau ungünstigere Werte bei höherem Aufwand (durch die Schleuderei) erhalten. Nur die Vergasung und der Asphaltabbau scheinen sich auf annähernd gleicher Höhe zu halten. An dieser Verschlechterung der Ergebnisse haben vermutlich mehrere Ursachen teil:

a) Im Schleuderrückstand war der Kontakt zusammengebacken. Er mußte mühselig im Frischöl verrührt werden und es ist zweifelhaft, ob er dadurch seine feine Verteilung wieder erhielt, die er im Abschlamm ursprünglich besaß.

b) Es ist zu vermuten, daß sich die Erhitzung des Abschlammöls beim Schleudern nachteilig im Hochdruck auswirkt, denn im Schleuderöl und im Rückstand vermehrten sich im allgemeinen die benzolunlöslichen Anteile.

c) Wie bereits oben erwähnt, muß der Hochdruck schwerverarbeitbare Substanzen zusätzlich bewältigen, die sonst im Öl des zu verschwelenden Abschlamms abgeführt werden. Die geringere Hydrierwirkung, die mit dieser Fahrweise erzielt wird, ließ sich auch daran erkennen, daß schwerere, N-ärmere Öle erhalten wurden.

---

1) Bilanz Nr. 3.

Die hier gewählte Fahrweise ist also zu „oder" [illegible] unvorteilhafter als die mit Schwelung des [illegible]

Bei der Verarbeitung desselben Teerrückstandes auf Benzin und Mittelöl [1] war keine derartig starke Verschlechterung der Ergebnisse zu bemerken gewesen. Wenn auch diesem Befund nicht allzu großes Gewicht beigemessen werden kann, da er sich nur auf eine einzige Bilanz stützt, so läßt er doch für möglich halten, daß die beim Fahren auf Schweröl mit hohem Durchsatz entstehenden Öle erheblich weniger stabil sind und die druckl[illegible] beim Schleudern schlechter vertragen.

2.) Mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt 7509g (Bilanz 4).

Zur Herstellung des 7509 war Eisensulfat und dann fertig bezogenes Titanylsulfat auf die Grude aufgetränkt worden. Es wurde nun der Kontakt 7509g kurz geprüft, bei dessen Herstellung das Titanylsulfat durch eine Lösung von Titandioxyd in Schwefelsäure ersetzt worden war. Diese Herstellart käme des Preises wegen eher in Betracht. Die Temperatur lag etwas niedriger (478°), der Durchsatz wurde etwas verringert. Wie der Vergleich zeigt, wurden in Spaltung und Asphaltabbau ein wenig ungünstigere und sonst sehr ähnliche Ergebnisse erhalten.

Weitere Bemerkungen.

1) Während der Versuche waren Störungen an den Dreipumpen der Kleinapparatur nicht selten.

2) Das Wasser ließ sich von dem schweren Produkt im allgemeinen schlecht abtrennen. Auch die Verwendung von Diumulgen brachte keine erhebliche Besserung.

3) Zwischen den Zahlen des Feste- und Aschegehaltes, vor allem von Schleuderöl und Schleuderrückstand, die vom Betrieb in den frischen Proben gefunden wurden, und denen des Labors bestanden teilweise erhebliche Unterschiede, die nicht nur auf Unregelmäßigkeiten bei der Probenahme zurückzuführen sind. Die Feste- und Aschebilanzen der Schleuderei stimmten wesentlich besser, wenn die Betriebszahlen zugrunde gelegt wurden. Wie schon erwähnt hat es den Anschein, daß die druckl[illegible] Erhitzung des Abschlamms beim Schleudern auf Temperaturen bis zu 180° Reaktion[illegible] einleitet, die auch noch nachträglich eine Vermehrung des Benzolunlöslichen zur Folge haben. Auch die Schwelausbeuten lagen wesentlich gleichmäßiger, wenn mit den Betriebszahlen und nicht mit denen des Labors gerechnet wurde.

4) In den Bilanzen 1-5 muß zur Errechnung des Abbaues vom organisch Festen und vom Asphalt die Rückstandsaufarbeitung in die Bilanzierung einbezogen werden. Aus den unter 3) angeführten Gründen wurden hierzu die Feststoffzahlen des Betriebes zugrunde gelegt.

Aus den Bilanzzahlen ergab sich nicht genau dieselbe Verdünnung des Abschlamms mit Schweröl, wie sie der Schleudereibetrieb bei der Aufarbeitung des Analysenanfalls durchgeführt hatte. Bei der Bilanzierung wurde die Annahme gemacht, daß durch diese Unterschiede sich die Verteilung des Abschlammfesten auf Schleuderrückstand einerseits und Schleuderöl andererseits nicht nennenswert ändert. Bei der Errechnung des Asphaltabbaues wurde weiter

1) Zusammenstellung 20 2251 v. 7.4.42

angenommen, daß die Asphalte des Schleuderrückstandes bei der Schwelung zerstört wurden. Aus den Asphaltzahlen des Laboratoriums, die innerhalb der Fehlergrenzen streuten, konnte nicht darauf geschlossen werden, daß durch die Behandlung in der Schleuder eine Neubildung von Substanzen eintritt, die im Benzol löslich und durch Benzin fällbar sind.

Tabellenverzeichnis.

Tabelle	1	Bilanzen
"	2	Eigenschaften des Frischöls
"	3	Benzinuntersuchungen
"	4	Untersuchung von Mittelölen aus Abtreiber, Abschlamm, Schleuderöl und Schleuderrückstand
"	5	Untersuchung von Schwerölen aus Abtreiber, Abschlamm, Schleuderöl und Schleuderrückstand
"	6	Gasölunterauchungen
"	7	Elementaranalysen vom Anfall
"	8	Elementarbilanz
"	9	Verteilung des als KW vergasten C
"	10	iso-Butangehalte
"	11	Im Abwasser gelöste Stoffe
"	12	Schwelausbeuten
"	13	Siebanalysen von Abschlammfesten.

Tabelle 1.

Bilanzen.

vom Fahren von P 1094 vom 11.7.39 getopft - 3250

auf Schwerölüberschuß bei 600 atm

Ofen 41

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Tag	15.12.39	20.12.39	23.12.39	28.12.39	3.1.40	7.1.40	3.2.40
Schicht	abo	abo	abo	abo	abo	abo	abo
Kontakt kolloidal im Schweröl zum Einfüllbrei							
6612 Ch.12 [1] % v. Frischöl	1,5	—	—	—	—	—	—
7509 Ch.12 [2] % " "	—	1,5	1,5	—	1,5	1,5	—
7509a " 12 [3] % " "	—	—	—	1,5	—	—	—
5475 " 12 [4] % " "	—	—	—	—	—	—	1,5
6709 [5] % " "	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Rückführung							
Frischöl : Abschlamm	—	—	—	—	—	1:0,5	1:0,5
Frischöl : Schleuderöl	75:25	80:20	72:28	74:26	74:25	—	—
Frischöl : Schleuderrückstand	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	—	—
Fahrbedingungen							
Temperatur Schlange °C	454	451	447	452	444	442	462
Ofen °C	481	478	479	478	480	480	478
Abscheider °C	469	466	466	465	468	468	466
Durchsatz kg Frischöl/ Ltr. Ofen Vol./Std.	0,571	0,769	0,733	0,690	0,706	0,691	0,664
Gas cbm/kg Frischöl	3,40	3,73	3,76	3,73	3,54	3,61	3,55
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	38	38	38	38	38	38
Art der Aufarbeitung	b	b	a	a	a	a	a

a: Neuabschlamm geschwelt, Schweröl zusammen mit dem Abstreifer destilliert.

b: Abschlamm verdünnt mit Schweröl und geschleudert, Schleuderrückstand geschwelt, soweit nicht zurückgeführt, Abstreifer destilliert.

c: Vom Abschlamm 6 % geschwelt, Rest verdünnt mit Schweröl u. geschleudert, Schleuderrückstand geschwelt, soweit nicht zurückgeführt, Abstreifer destilliert.

1) Grude mit aufgetrocknetem Eisensulfat.
2) " " " " und Titanylsulfat.
3) " " " " und Lösung von Titandioxyd in H_2SO_4
4) " " " MoO_3.
5) Na_2S, Sulfigran.

Tabelle 1a.

Bilanzen [1].

Bilanz-Nr.	1	2	3		5	6	7
Rohbilanz aus/ein %	101,3	99,2	[illegible]	[illegible]	100,8	[illegible]	[illegible]
Ausbeute aschefrei auf % Reinfrischöl + H_2-Verbrauch	100,2	97,1	97,9	100,3	99,7	98,9	100,3
Prakt. Ölgewinn (Bi+Mi + S'Öl)-Leistung	0,461	0,542	0,563	0,535	0,554	0,582	0,576
Prakt. Ölgewinn auf Reinfrischöl %	81,2	71,0	80,0	77,3	80,1	84,7	87,1
darin Benzin -135° %	—	—	—	—	—	3,8	2,9
Benzin -160° %	6,0	4,9	4,4	4,0	5,2	—	—
Schwerbenzin 135-200° %	—	—	—	—	—	—	1,8
Mittelöl -325° %	53,7	45,5	49,4	44,3	47,8	52,9	54,2
Schweröl über 325° %	40,3	49,6	46,2	51,7	47,0	43,4	41,1
Gasbenzin im Gesamtbenzin %	23,1	24,1	19,4	20,3	14,7	37,1	21,3
Überschuß an Frischöl festefrei [3] auf Reinfrischöl %	7,8	15,3	1,6	5,0	3,1	—	—
Verteilung des Gesamtölgewinns einschließlich des Öles im festefreien Schleuderölüberschuß [4]							
Benzin - 160° %	5,5	4,0	4,3	3,7	5,0	—	—
Mittelöl 160-325° %	51,2	41,0	48,8	42,7	46,7	—	—
Schweröl über 325° %	43,3	55,0	46,9	53,6	48,3	—	—
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Verg. %	15,3	12,5	13,2	13,4	15,2	13,7	12,8
Vergastes C auf C des Frischöls %	13,8	9,5	11,4	11,5	13,5	12,6	[illegible]
davon als CO %	1,7	2,5	3,4	3,5	2,9	2,6	[illegible]
" " CO_2 %	0	0,1	0	0,1	0,1	0,1	0,1
Asphaltabbau %	98,1	97,1	98,6	97,5	98,0	97,9	99,3
Abbau des organ. Festen %	75,7	62,0	63,5	67,3	63,4	87,2	100,0
Neuaschlamm auf Frischöl %	53,9	63,2	63,6	63,6	62,7	11,6	6,6
Schleuderrückstand neu auf Frischöl %	5,1	7,1	5,5	5,3	7,1	—	—
Schwelöl auf Frischöl %	2,1	2,7	4,3	4,3	5,6	8,0	4,0
Wasserneubildung auf Reinfrischöl %	-2,0	-0,7	0,2	0,6	1,0 [2]	1,0 [2]	1,0 [2]
Aschebilanz aus/ein %	100,0	86,2	86,2	93,6	81,6	70,2	29,0

1) Benzin butanfrei gerechnet.
2) berichtigt.
3) ohne Ölverlust beim Schleudern gerechnet.
4) aufgeteilt entsprechend der Siedeanalyse des Abschlammöls.

Tabelle 1b. 125

Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5	6	7
Abstreifer		ohne Schwelöl					mit Schwelöl	
spez. Gewicht/20°		1,018	--	1,022	1,028	1,027	1,029	1,025
- 135°	%	--	--	--	--	--	2,2	1,6[1]
- 160°	%	4,2	3,4	3,3	2,9	4,1	--	--
- 200°	%	--	--	--	--	--	--	3,1
- 325°	%	55,6	47,1	51,1	52,3	46,2	49,1	51,0
Abschlamm								
spez. Gewicht/50°		1,070	1,093	1,088	1,084	1,084	1,082	1,090
Festes [2]	%	18,1 (19,6)	18,2 (17,8)	17,6 (16,6)	19,1 (17,6)	16,0 (15,7)	23,9	19,9
Asche im Festen [2]	%	33,4 (32,5)	33,7 (31,6)	34,7 (34,5)	31,7 (40,5)	29,7 (32,0)	32,3	28,8
vom Öl - 135°	%	--	--	--	--	--	1,9	0,2[1]
- 160°	%	0,5	0,2	0,5	--	--	--	--
- 200°	%	--	--	--	--	--	--	1,6
- 325°	%	25,7	21,0	19,0	21,9	18,3	20,7	23,1
s-Asphalt	%	4,0	3,5	4,8	5,3	4,7	5,2	3,0
Abschlammnote		50	50	40-50	40-4?	40	40	45-50
Schleuderöl								
spez. Gewicht/50°		1,074	1,088	1,092	1,084	1,092		
Festes [2]	%	5,0 (6,4)	8,6 ? (2,9)	1,5 (2,0)	4,9 (3,9)	6,6 ? (1,2)		
Asche im Festen [2]	%	20,9 (17,2)	32,1 (17,2)	24,4 (20,0)	23,6 (18,4)	21,3 (15,0)		
vom Öl - 160°	%	0,6	0,2	--	--	--		
- 325°	%	14,2	15,9	17,2	16,8	15,3		
s-Asphalt	%	4,5	4,0	4,9	5,2	4,7		
Schleuderrückstand								
spez. Gewicht/50°		1,122	1,078	1,100	1,094	1,089		
Festes [2]	%	33,5 (56,0)	61,5 (58,3)	64,3 (62,1)	66,0 (60,5)	59,1 (61,7)		
Asche im Festen [2]	%	34,2 (40,1)	37,4 (35,9)	36,6 (36,2)	35,5 (45,2)	30,9 (34,4)		
vom Öl - 160°	%	3,3	0,1	--	--	--		
- 325°	%	22,4	13,7	17,8	17,9	17,1		
s-Asphalt	%	3,6	2,6	4,9	4,7	4,9		

1) geschätzt

2) Zahlen des Betriebes in Klammern.

Tabelle 2

Eigenschaften des Frischöls

spez. Gewicht 100°	1,3
Erweichungspunkt Krämer - Sarnow	+ 35,0°
Wasser	0,3 %
Benzollösliches	3,4 %
Asche im Benzolfesten	6,5 %
a-Asphalt im Öl	23,5 %

Gewichts-Engler

215 - 325°	9,0 %
+ R	100,0 %

Vakuumsiedekurve bei 11 mm Hg	%	spez. Gewicht/100°
164 - 225°	23,5	1,073
- 275°	42,1	1,122
- 325°	58,7	1,159
+ R	100,0	--

Elementaranalysen		Frischöl entfestet	Festes aus Frischöl, aschefrei
C	%	91,60	91,68
H	%	5,09	5,36
O	%	1,56	1,88
N	%	1,25	1,20
S flüchtig	%	--	1,88
S gesamt	%	0,50	1,95
diffp. H		3,03	2,90

Tabelle 1.

Benzinuntersuchungen.

Bilanz-Nr.		5	6	7	
Siedebereich	°C	- 160	- 135	- 135	135/200
Benzin aus Abstreifer + Pentan + Butan		158:38:10	114:54:9	165:46:11	100:0:0
Roh: spez. Gewicht/20°		0,752	0,746	0,742	0,858
Anilinpunkt	°C	+ 21,5	+ 21,5	+ 20,5	-18,0 ber.
Phenole	%	1,7	0,3	—	1,7
Raffination:		Entphenoliert; mit 5 % Na.-Lösung und Schwefel behandelt; mit 2 x 1% H_2SO_4 96%ig raffiniert; mit NaOH nachgewaschen und mit Dampf über CaO redestilliert			Entphenoliert
Raffinations-Verlust	Vol.%	2,8	3,5	1,4	--
Nachverlust	Vol.%	1,1	1,3	2,0	--
Redestillations-verlust	Gew.%	4,3	3,4	2,0	--
Raffinat:					
spez. Gewicht/20°		0,750	0,746	0,753	0,854
Anilinpunkt I	°C	+ 22,0	+ 23,0	+ 20,5	+ 17,0ber.
" I a	°C	+ 19,0	+ 21,5	+ 19,0	—
" II	°C	+ 50,0	+ 51,0	+ 47,0	+ 51,5
ASTM-Siedekurve Beginn	°C	36	40	39	135
- 40°	%	1,0	—	—	
- 50°	%	5,0	3,5	3,0	
- 60°	%	10,5	11,0	9,0	
- 70°	%	16,5	25,0	18,0	
- 80°	%	24,0	47,0	30,0	
- 90°	%	36,0	71,0	52,0	
- 100°	%	51,0	82,0	69,0	
- 110°	%	65,0	87,0	80,0	
- 120°	%	73,0	89,5	86,0	
- 130°	%	80,0	91,5	90,0	
- 135°	%	—	92,5	91,5	
- 140°	%	85,5	93,0	92,0	8,0
- 150°	%	88,5	94,0	93,5	41,0
- 160°	%	91,0	95,0	95,5	63,0
- 170°	%	92,0			78,0
- 180°	%	93,0			89,0
- 190°	%	94,5			95,0
- 200°	%	—			98,0
- 205°	%	—			99,0
+ R	%	95,0	95,5	97,0	99,5

Fortsetzung zu Tabelle 3.

Bilanz-Nr.		5	6		
Cu-Streifen		gut	gut	gut	—
Cu-Schale	mg	5,2	3,4; Anlauffarben	24; gut	—
Porzellanschale	mg	2,4	1,4	2; gut	—
Dr.-Test		negativ	negativ	negativ	positiv
Dampfdruck		—	0,745	—	—
Fraktion 80–100°					
spez. Gewicht/20°		0,746	0,763	0,752	—
Anilinpunkt	°C	+ 23,5	+ 11,8 ?	+ 21,0	—
Fraktion 110–140°					
spez. Gewicht/20°		0,790	0,784	0,799	—
Anilinpunkt	°C	+ 4,5	—	+ 3,0 bar.	—
Fraktion 150–180°					
spez. Gewicht/20°		0,814	—	—	—
Zusammensetzung:					
Paraffine	%	24,0	26,0	27,5	13,5
Naphthene	%	45,5	44,5	55,0	rd. 22,0
Aromaten	%	28,0	26,0	24,5	rd. 58,0
ungesättigte KW	%	2,5	3,5	3,0	6,5
Klopfwert	Res.	80,3	81,5	79,5	92,0

Tabelle 4.

Untersuchungen von Mitteldlen aus Abstreifer, Abschlamm, Schleuderöl und Schleuderrückstand.

Bilanz-Nr.		3				6	7	
Mitteldl aus		Abstreifer über 160°	Abschlamm	Schleuderöl	Schleuderrückstand	Abstreifer über 135°	Abstreifer + Schwelöl 1)	Abschlamm
Siedebereich		- 325°	-325°	-325°	-185° 2)	-250°	200/325°	-325°
von Ausgangsöl	%	41,8	14,7	18,1	15,1	42,4	50,0	24,7
Roh: spez.Gew./20°		0,984	0,988	1,015	1,006	0,965	0,990	0,995
Phenole	%	3,8	3,7	0,9	1,6	2,9	1,5	0,5
Ges. Anglerkurve								
Siedebeginn	°C	160	215	235	250	150	202	210
- 1800	%	---	---	---	---	1,5	---	---
- 2000	%	4,6	---	---	---	5,7	---	---
- 2250	%	16,1	4,3	---	---	17,7	9,1	---
- 2500	%	34,0	12,6	1,3	7,0	36,5	21,8	14,0
- 2750	%	56,2	37,0	17,4	32,0	59,4	43,0	38,3
- 3000	%	79,4	65,3	55,5	64,5	81,5	72,2	72,9
- 3250	%	93,8	90,4	85,0	68,1	95,1	93,3	95,5
- 3350	%					98,6		98,6
- 3400	%						95,9	
- 3430	%	96,7						
- 350°	%		97,9	98,5	96,1			
+ E	%	99,9	99,9	99,9	99,8	99,9	99,8	99,9
typhonisiert:								
spez. Gewicht/20°		0,976	0,996	1,012	1,002	0,964	0,988	0,993
Anilinpunkt berechn.	°C	-38	- 39	- 42	- 41	- 21,0	- 43	- 44
ungesättigte KW	%	11,5	17,5	11,0	11,9	10,0	9,0	10,5
Fraktion 180-210°								
spez.Gew./20°		0,900				0,880		
A.P. ber.	°C	- 32				- 17		
Fraktion 210-230°								
spez.Gew./20°		0,925				0,902	0,930	0,935
A.P. ber.	°C	- 37				- 30	- 42	- 39
Fraktion 240-270°								
spez.Gew./20°		0,968	0,960	0,970		0,950	0,972	0,976
A.P. ber.	°C	- 43	- 43	- 43		- 39	- 43	- 37
Fraktion 280-310°								
spez. Gew./20°		1,010	0,995	1,000		0,985	1,014	1,012
A.P. ber.	°C	-44	- 43	- 44		- 35	- 43	- 42

1) 56,5 : 3 = 2

8 zu 84

Tabelle 3.

Untersuchung von Schwerölen aus Abtreiber, Absohlamm, Schlenderöl und Schlenderrückstand.

Bilanz-Nr.	3				6		
Schweröl aus	Abtreiber über 160°	Absohlamm	Schlenderöl	Schlenderrückstand	Abtreiber	Abtreiber + Schwelöl 1)	Absohlamm
Siedebeginn °C	325°	325°	325°	185 b. 18 mm	325	325	325
vom Ausgangsöl %	58,0	65,1	61,7	84,9	57,6	58,0	70,3
spez. Gewicht bei °C	1,078 20	1,116 100	1,100 100	— —	1,080 20	1,062 50	1,112 50
Paraffin nach Holde	—	—	—	—	—	Spuren	—
Vakuumsiedekurve bei mm Hg	17	17	18	18	17	17	17
Siedebeginn °C	165	180	180	189	180	190	185
- 225° %	66,1	20,0	22,1	25,7	49,3	56,5	34,8
spez.Gew./40°	1,044	1,054	1,052	1,045	1,042	1,050	1,058
- 275° %	90,5	46,0	52,3	52,3	86,2	88,0	55,9
spez.Gew./60°	1,072	1,072	1,075	1,075	1,064	1,070	1,075
- 325° %	96,8	58,2	65,6	69,1	93,6	95,3	77,6
spez. Gew./90°	1,100	1,086	1,090	1,090	1,086	1,090	1,094
P	99,8	99,8	99,6	100,0	99,8	99,8	97,8

1) im Anfallverhältnis 96,5 : 3,5

Tabelle 6.

Heißluftuntersuchungen.

Art des Öles		Abstreifervakuumöl über 325°			Schweröl + Mittelöl		
Mischungsverhältnis		--	--	--	85:15	86 5:13,5	79:21
Siedebereich des Mittelöls	°C	--	--	--	200/325	200/325	200/325
Probe hergestellt im Klang-Nr.		Labor 5	Betrieb 6	Labor 7	Labor 5	Betrieb 6	Labor 7
spez. Gewicht/20°		1,075	1,078	1,089	1,056	1,062	1,060
Stockpunkt	°C	- 13	- 12	- 12	- 24	- 32	- 26
Flammpunkt	°C	160	152	163	107	92	116
Brennpunkt	°C	204	202	215	155	147	161
Koksrest	%	0,22	0,7	0,53	0,21	0,53	0,30
Asche im Ganzen	%	Spuren	0,017	Spuren	Spuren	--	Spuren
a-Asphalt	%	0,5	0,7	0,4	0,4	--	0,3
Viskosität							
bei 20°	°E	--	32,97	--	9,97	9,75	10,15
" 50°	°E	3,00	3,22	3,72	2,99	--	3,02
" 80°	°E	1,50	1,52	1,54	--	--	--
Gew. Englerkurve							
Siedsbeginn	°C			240	200		246
- 225	%				0,6		--
- 250	%				1,4		0,6
- 275	%				3,9		4,4
- 300	%						9,0
- 325	%				20,5		20,4
- 350	%			12,9	44,0		40,5
- 360	%			31,1	95,5		51,8
R	%			100,0	100,0		100,0

Tabelle 7.

Elementaranalysen vom Anfall
zu Bilanz Nr. 2.

	Benzin - 160°	Mittelöl 160/325°	Schweröl über 325°	Abschlamm-öl entfestet	Schleuder-öl entfestet	Schleuder-rückstand entfestet	Festes[1] aus Schleu-derrückstand	Schwel-koks-stand [1]
C %	86,15	88,82	90,64	90,59	91,38	91,11	96,21	99,41
H %	13,41	8,99	7,53	6,90	7,21	6,95	2,81	1,72
O %	0,15	1,28	1,30	1,67	0,60	1,07	— 2)	— 2)
N %	0,28	0,84	0,29	0,56	0,62	0,68	0,71	0,54
S flüchtig %	—	—	—	—	—	—	0,50	2,13
S gesamt %	0,010	0,070	0,25	0,18	0,19	0,19	0,07	0,19
Asche o. Tr.P. %	—	—	—	—	—	—	93,49	95,37

1) Wasser- und aschefrei.
2) Asche s. Ziffer 11.

Tabelle 8

Elementarbilanz (korrigiert 1)

zur Bilanz 5.

		C	H	O	N	S
Ein:	Frischöl fettfrei	4 534,1	252,1	77,3	62,0	24,6
	Frischöl festes	390,0	144	8,0	5,1	8,5
	Kontakt 7509	31,8	0,6	9,6	0,6	5,6
	" 6709	—	—	—	—	2,0
	Eingangsgas	35,7	297,0	19,0	—	—
Gesamteingang		4 991,6	564,1	113,9	67,7	40,9
Aus:	Gesamtbenzin	173,9	21,5	0,2	0,4	—
	Mittelöl	1 952,0	197,7	28,2	18,5	1,5
	Schweröl	1 863,8	156,0	26,7	5,9	3,7
	Schleuderölüberschuß Öl	177,7	14,1	1,2	1,2	0,3
	Festes	1,8	0,1	—	—	0,6
	Abwasser	0,8	2,5	11,2	4,9	3,4
	im Wasser aus der Gaswäsche gelöst	—	6,6	—	33,9	20,6
	im Produkt (Festes Gas	11,4	2,4	—	—	—
	Crackgas	493,2	120,2	42,6	—	—
	Produktgas	99,0	22,2	9,1	3,3	0,5
	Abschlammgas	40,0	9,8	1,7	0,6	0,1
	Schwefelwasserstoff	178,0	5,0	—	1,1	10,4
	Schwefelgas	—	—	1,0	—	—
	Schwefelgas (gerechnet)	8,0	8,0	—	—	—
Gesamtausgang		4 991,6	564,1	133,9	67,7	40,9
Aus / Ein	der unkorrigierten Bilanz %	96,0	—	95,7	83,8	61,6

1) Zur Abstimmung der in diesem Falle recht schlecht stimmenden Bilanz wurden schätzliche Eingangsposten im gleichen Verhältnis vermindert, da trotz genauer Beobachtung der Schwadenbrühe, der Elementaranalysen und der Rückstandsaufarbeitungsbilanz ein offensichtliches Fehlen nicht zu erkennen war.

Die C-Bilanz wurde durch Änderung des Abwasserfalls, die S- und die S-Bilanz durch Erhöhung der Alk- und Ag$_2$S-Menge im Wasser der Gaswäsche berichtigt.

Tabelle 9

Verteilung der als KW vorgelegten C_4

Bilanz-Nr.		5	6
als C_1 - KW	%	,2	25,5
" C_2 - KW	%	25,5	23,7
" C_3 - KW	%	32,2	26,1
" C_4 - KW	%	29,3	26,7
		100,0	100,0
Ungesättigte			
der C_2 - KW	%	1,7	2,4
" C_3 - KW	%	3,9	3,9
" C_4 - KW	%	1,2 ?	4,9
" C_1-C_4-KW	%	2,2 ?	2,9

Tabelle 10

Iso-Butangehalte

Bilanz-Nr.	5	6	7
vom C_4-KW im Ofengas %	--	7,6	15,3
" Produktgas %	10,0	8,3	--
" Absohlaugengas %	16,7	14,0	--
" Produkt gelöst %	15,2	8,8	13,2
vom Gesamtbutan	12,0 gemahlen	8,2	14,0 geschätzt

Tabelle 11.

Im Abwasser gelöste Stoffe

g/kg

Bilanz-Nr.	CO_2	H_2S	NH_3	Cl	Phenole
1	Spuren	—	—	0,071	—
2	4,95	—	—	Spuren	—
3	6,6	22,0	35,7	Spuren	3,7
4	4,36	—	—	Spuren	—
7	Spuren	—	—	0,13	—
Wasser aus dem kleinen Abstreifer					
3	Spuren	39,2	34,2	Spuren	—

Tabelle 12.

Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr.		1	3		4			5	6		7
Schwelgut		Schleuderrückstand	Schleuderrückstand + Abschlamm		Schleuderrückstand + Abschlamm			Schleuderrückstand + Abschlamm	Abschlamm		Abschlamm
			52,1: 47,9	57,9: 42,1	36,4: 63,6	47,3: 52,7	100:0	81,9: 18,1			
darin Öl	%	40,8[1]	59,3[1]	55,4	68,2[1]	62,6[1]	39,7 [1]	46,7[1]	77,3[1]	76,1	80,1
Schwelung ausgeführt vom		Betrieb	Labor	Labor	Betrieb	Labor	Labor	Betrieb	Betrieb	Labor	Betrieb
Ausbeute an Öl	%	35,3	52,1	49,8	59,6	52,8	37,4	39,7	68,8	62,4	62,5
" Koks	%	61,8	46,5	47.7	39,1	45,0	61,4	58,5	28,0	34,8	33,3
" Wasser	%	2,9	1,4	0,3	1,3	0,6	0,3	1,8	3,2	0,4	4,2
" Gas + Verl.	%			2,2		1,6	0,9			2,4	
Ölausbringen auf Öl des Schwelgutes	%	86,5	87,8	89,9	87,4	84,4	94,2 ?	85,0	89,0	82,0	78,1

1) lt. Betriebsanalyse.

Tabelle 13.

Siebanalyse vom Abgehlammhalden
zu Bilanz 2.

Rückstand aus dem	100er Sieb	0 %
" " "	400er "	0 %
" " "	900er "	0 %
" " "	2 500er "	0 %
" " "	4 900er "	0 %
" " "	10 000er "	0,6 %
" " "	12 000er "	0,6 %
" " "	16 000er "	1,3 %
Durchgang durch das	16 000 "	97,5 %

TITLE PAGE

10. Verarbeitung von Kokereiteer "Auguste Viktoria" (Ruhr) getoppt bis 325° (P 1094 v.11.Juli 1939) bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl.
Processing coke oven tar "Auguste Viktoria" (Ruhr) topped up to 325° (P 1094 of July 11-1939) at 600 atm, to gasoline and middle oil.

Frame Nos. 438 - 476

Hochdruckversuche
Lu 558

7. 4. 1942. Hu/Pr.

Versuchsbericht

W. Krönig und H. Hupfer

Verarbeitung von
Kokereiteer „Auguste Viktoria" (Ruhr)
getoppt bis 325°
(p 1094 v. 11.7.39)
bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl
(Ofen 411 v. 26.10. - 12.12.39 und v. 8.1. - 28.1.40)

2022

Hochdruckversuche
Lu 558

7.4.1942. Hu/Pf.

139

W. Krönig und H. Hupfer

Steinkohlenhochtemperaturteer „Auguste Viktoria" (Ruhr) (P 1094 vom 11.7.39) gespalten bis 322° im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Das zu prüfende Produkt, das für Pölitz als Rohstoff in Betracht kam, war seinem Asphaltgehalt (23,5 %) und Gehalt an Benzolunlöslichen nach (s. Tabelle 2) als Teerrückstand mit recht günstigen Eigenschaften anzusprechen.

Es ließ sich indessen nur mit Molybdän-Kontakt auf Benzin und Mittelöl hydrierend verarbeiten, und auch damit verlief die normale Verarbeitung mit Schwelung des Abschlammes nicht störungsfrei. Der Abschlamm fiel gallertig an, und es besteht hinreichender Grund, anzunehmen, daß sich sowohl der Abscheider, der dauernd überkotete, wie der Ofen, dessen Leistung sich mehrmals rasch verschlechterte, zum Teil mit ähnlichen Massen anreicherte. Eine Reihe von Beobachtungen läßt mit großer Wahrscheinlichkeit vermuten, daß Ausflockungen von Asphalt durch das aufhydrierte zurückgeführte Abtreiberschweröl die Ursache dieser Erscheinungen waren. Es erscheint auch nicht unmöglich, daß diese Asphaltfällungen und nicht so sehr die Pumpenstörungen Grund für eine übernormale Verkrustung der Vorheizschlange gewesen sind. Diese Fahrweise dürfte z. Zt. wohl nur dann ohne besondere Gefahren durchzuführen sein, wenn der Durchsatz so hoch gewählt wird, daß verhältnismäßig viel Neuabschlamm, jedenfalls mehr als 20 % bezogen auf Frischöleingang, anfällt, was allerdings den Nachteil hoher Ölverluste in der Schwelerei mit sich bringt. Auch mit dem weniger hydrieraktiven Grude-Eisen-Titankontakt 7509 anstelle von Grude-Molybdän fiel der Abschlamm gallertig an. Die Hauptergebnisse mit Molybdän sind in der folgenden Tabelle aufgeführt (Werte von Bilanz 5):

Ofentemperatur	483°C
Frischöldurchsatz	0,42
Kontakt 5475 Gh. 12	1,5 %
Schweröl-Rückführung	65 : 35
Abschlamm-Rückführung	1 : 0,5
Gas cbm/kg Frischöl	3,7
Neuleistung (Bi + Mi)	0,29
Vergasung auf Neuleistung + Vergasung	22,6 %
Asphaltabbau	98,4 %
Festabbau	85,3 %

Die direkte Verarbeitung des Kokereiteerrückstandes auf Benzin und Mittelöl lieferte Ergebnisse, die etwas besser waren, als vorausgesehen. Wie nicht anders zu erwarten, liegen sie aber nur wenig günstiger, als diejenigen, die man bei der Verarbeitung einer Steinkohle erzielt.

Im Hinblick auf die oben erwähnten Betriebsstörungen, und da sich das Abstreiferschweröl im Vergleich zu Teeröl in der Sumpfphase mit feinverteiltem Kontakt schwer spalten läßt, erscheint es z. Zt. richtiger, den Teerrückstand in der Sumpfphase im geraden Durchgang auf Schwerölüberschuß zu fahren und das Abstreiferschweröl gegebenenfalls über fest angeordneten Kontakt zu spalten. Das in den vorliegenden Versuchen erhaltene Schweröl war dem spezifischen Gewicht, der Viskosität und den Stockpunkt nach ein ausgezeichnetes Heizöl. Das gleiche wäre nach Zumischung des im Labor entfesteten Abschlammöls zu erwarten, das für sich allein einen zu hohen Koksrest aufwies.

In einem weiteren Versuch wurde eine Fahrweise mit abgeänderter Rückstandsaufarbeitung geprüft. Hier wurde der in Menge von 50-60% vom Frischölzulauf anfallende Gesamtabschlamm geschleudert, der Schleuderrückstand teils zur Erhaltung einer ausreichenden Kontaktkonzentration zurückgeführt, teils geschwelt und das Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und dem Schweröl destilliert. Der Versuch ist mit den übrigen Versuchen deshalb nicht ohne weiteres vergleichbar, weil mit so hohem Durchsatz (0,50) gefahren wurde, daß ein Schwerölüberschuß von über 20 % vom Frischöl anfiel. Die Leistung (0,27 neu) war daher für den hohen Durchsatz zu niedrig. In Vergasung sowie Koks- und Asphaltabbau war kein wesentlicher Unterschied zu den mit Abschlammschwelung erhaltenen Ergebnissen bemerkbar. Allerdings liegt nur eine Bilanz von dieser Fahrweise vor. Somit läßt sich als ihr Vorteil nur die Entlastung der Schwelerei erkennen, die durch den Aufwand des Schleuderns erkauft werden muß. Es ist anzunehmen, daß bei Annäherung an das Rückführgleichgewicht, d.h. bei Verringerung des Durchsatzes, auch hier das Sallertigwerden des Abschlammes eingetreten wäre und das Schleudern unmöglich gemacht hätte.

Später wurden mehrere Versuche zur Verarbeitung des gleichen Teerrückstandes auf Schwerölüberschuß mit derselben Art der Verarbeitung durchgeführt [1]. Dabei hat sich gezeigt, daß das Schleudern des Gesamtabschlammes chemisch nur Nachteile mit sich bringt.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig

gemeinsam mit

Dr. v. Hartmann
" Scheiner
" Hupfer
" Gieg

gez. Hupfer

Untersuchungen führten aus

Dr. Schiffmann
" Meier
" Lemme
" v. Füner.

1) Zusammenstellung in Arbeit.

Versuchsanordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen 1)

Breiaufgabe

	gelitert	Anfahrtag
	1055 ccm	26.10.39
	1165 ccm	19. 1.40

Ofen gelittetes Reaktionsvolumen 7,61 Ltr.

Neutralisationsbirne zwischen Ofen und Abscheider, 45 x 75 x 430, V 6, elektrisch beheizt

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke

Ofen 411 vom 26.10. - 12.12.39
und vom 8.1. - 28. 1.40

Versuchsverlauf.

26.10. Ofen angeheizt; unter 600 atm, 8 000 Ltr. Gas über Dach entspannt.

Bei 10 MV mit Einlauf: P 1094 (Steinkohlen-Hochtemperaturteer Auguste Viktoria) getoppt - 325° v. 11.7.39 + P 1214 (Hibernia-Anreibeöl von Rütgers) 70 : 30.

Das Teeröl sollte später durch Abstreiferschweröl ersetzt werden. + 5% berechnet auf Frischöl 6612 Ch. 12 (Leuna-Grude neutralisiert mit 10 % $FeSO_4$ wasserfrei), kolloidal 30%ig in P 1214 zum Einfüllbrei.

Dieser Kontakt wurde damals in erster Linie für Pölitz in Betracht gezogen. Es wurde mit relativ hoher Kontaktzugabe angefahren, um rasch eine genügende Konzentration im Ofen zu erreichen.

Frischöl: Abschlammrückführung 1 : 0,5. Gas 2,5 cbm/kg Frischöl. Frischöldurchsatz 5,0 kg/Std.

Die Temperatur sollte so gefahren werden, daß 5-15 % Neuabschlamm, berechnet auf Frischöl, anfallen. Dabei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,0 MV 2), Ofen 24,6 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer.

Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt, Schwelöl + Abstreifer destilliert auf Benzin - 160°, Mittelöl 160 - 325° und Schweröl über 325°. Während der Versuche wurde kein Sodabrei in die Neutralisationsbirne gefahren.

27.10. Kontakt 6612 Ch. 12 zurück auf 2,0 %.

28.10. Ofenhöchsttemperatur vor auf 24,8, 25,0 und dann 25,2 MV, Abscheidertemperatur entsprechend.

Der Abschlamm sah sehr schlecht aus und fiel in großen Mengen an (90 - 100 % vom Frischöl).

---

1) vgl. z.B. Zusammenstellung 19 8131 v. 2.1.42 (K 1180 aus B1 + M1)

2) Klemmentemperatur 40°.

Durchsatz zurück auf 4,5, dann 4,0 kg Frischöl/Std.
Höchsttemperaturen weiter vor auf Ofen 25,4 MV, Abscheider 24.7 MV.

Die bisherigen Temperaturerhöhungen hatten noch nicht genügt.

30.10. Kontakt 6512 Ch. 12 zurück auf 1 %, dann 1 % (auf Frischöl) 6512 Ch. 16 (aktivierte Grude), 25%ig kolloidal in eigenem Abstreiferschweröl.

Der Kontakt 6512 Ch. 12 hatte sich für sich allein als nicht genügend aktiv erwiesen.

Höchsttemperaturen zurück auf Ofen 25,2 MV, Abscheider 24,5 MV.

Die Erhöhung der Temperatur von 25,2 auf 25,4 MV hatte keine Verbesserung der Abschlammfarbe und der Abschlammprozente erbracht, sondern nur der Gasdichtedifferenz nach zu einem ruckartigen Anstieg der Vergasung geführt.

Abschlammrückführung zurück auf 1 : 0,3.

Die ruhige Ofenlage ließ dies zu.

Mit eigenem Abstreiferschweröl.

31.10. Gasmenge vor auf 3 cbm/kg Frischöl.

Hiermit sollte ein stärkeres Überdestillieren von Abstreifer erreicht werden.

Umgestellt auf 1 % Kontakt 5475 Ch. 16 (aktivierte Grude mit 2 % Molybdänoxyd) kolloidal 25 %ig im Abstreiferschweröl anstelle von 6512.

Die Eisen-Grude-Kontakte waren nicht genügend aktiv gewesen.

1.11. Schwerölrückführung vor auf 65 : 35.

Es war zuviel Schweröl angefallen.

Durchsatz zurück auf 3,5 kg Frischöl/Std.

Die Abschlammprozente lagen immer noch zu hoch.

2.11. Kat. 5475 vor auf 2 %.

Mit den bisherigen Maßnahmen konnten Abschlammprozente unter 20 nicht erreicht werden.

Durchsatz zurück auf 3,2 kg/Std.

3.11. Durchsatz zurück auf 3,0 kg/Std.

Der Abschlammanfall war unverändert hoch.

Schwerölrückführung vor auf 60 : 40.

Es fiel zuviel Abstreiferschweröl an.

4.11. Höchsttemperaturen vor auf Ofen 25,4 MV, Abscheider 24,7 MV.

Die Abschlammprozente lagen zwischen 45 und 50.

5.11. Kat. 5475 vor auf 3 %.

Die Temperaturerhöhung des Vortages hatte den Abschlammanfall nur auf rd. 33 % gedrückt.

6.11.
abo **Bilanz Nr. 1.**

9.11. Stopfbuchse an Abscheiderzuhrer undicht. Daher umgestellt auf Öl (P 1094 + P 1214) 60 : 40 ohne Kontakt und kaltgefahren. Ofen 3 mal leergeschlammt, ging gut.

Abschlamm-Mengen	I	II	III
Ofen	9 500	8 910	9 300
Abscheider	1 300	1 560	1 420

Den Mengen und den Analysen [1] nach war der Ofen sauber.

10.11. Nach Beendigung der Reparatur Ofen angeheizt. Unter 600 atm, 8 000 Ltr. Kullgas über Dach.

Bei 13,5 MV mit Einlauf: Mischung und Bedingung wie vor dem Abstellen.

11.11. Schweröl rückführung zurück auf 70 : 30.

Der Schweröl vorrat war zurückgegangen.

12.11. Durchsatz vor auf 3,5, dann auf 4,0 kg Frischöl/Std.

Nach dem Wiederanfahren wurden nach Erreichen der vorgeschriebenen Ofentemperatur die Abschlammprozente negativ. Es wird angenommen, daß sich in der Fahrzeit mit dem Eisenkontakt der Ofen mit inaktiven Massen gefüllt hatte, die durch das Spülen und Leerschlammen beseitigt worden sind.

Höchsttemperaturen zurück auf Ofen 25,2 MV, Abscheider entsprechend.

Die Abschlammprozente waren immer noch negativ gewesen.

Schweröl rückführung zurück auf 80 : 20.

Entsprechend dem Anfall.

Kat. 5475 zurück auf 2 %.

Um mehr Abschlamm zu erhalten.

Durchsatz wieder zurück auf 3,5 kg/Std.

In der letzten Schicht war wieder sehr viel (40 %) Abschlamm angefallen, möglicherweise z. Teil infolge einer vorangegangenen Verstopfung des Schwanenhalses, die durch Durchblasen beseitigt wurde.

13.11. Schweröl rückführung vor auf 70 : 30.

Der Schweröl vorrat stieg wieder.

1)

Analysen		Festes %	Asche im Festen %	a-Asphalt im Öl %
Ofenabschlamm	I	7,7	53,8	15,5
Kaltfahröl	I	6,1	5,7	15,3
Ofenschlamm	III	3,1	11,7	9,1
Kaltfahröl	III	4,2	4,7	9,5

14.11. Schwerölrückführung weiter vor auf 60 : 40.
Kat. 5475 zurück auf 1 %.

Die gute Farbe des Abschlammes schien dies nahezulegen.

Schwanenhals entfernt.

Plötzlich fielen wieder große Abschlamm-Mengen an. Bei dem geringen Anfall schien sich der Schwanenhals langsam vollzustellen, um dann spontan auf einmal abzulaufen. Die schlechtere Lage des Ofens wurde wohl mehr durch die Verringerung der Kontaktzugabe durch die Erhöhung der Schwerölrückführung verschleiert. Während der Asphaltabbau der Abschlammfarbe nach gut war, war die Spaltung des Hochtemperaturteeres schlecht. Es dürfte daher zweckmäßiger sein, ihn auf Schwerölüberschuß zu fahren.

Durchsatz zurück auf 3,0 kg Frischöl/Std., Kat. 5475 wieder vor auf 2 %.

Die Abschlammprozente hatten über 30 gelegen.

15.11. Kurzzeitig Druckdifferenz von 130 atm zwischen Ofeneingang und Ofen, die von selbst wieder verschwand.

Ein Grund für diese Störung wurde nicht gefunden.

16.11. abe Filans Nr. 2.

17.11. Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,5 MV, Abscheider entsprechend.
Durchsatz vor auf 4 kg/Std.

Es sollte geprüft werden, ob sich bei höherer Temperatur ein höherer Durchsatz fahren läßt.

Schwerölrückführung zurück auf 65 : 35.

Der Schwerölvorrat nahm ab.

Druckdifferenz von 60 atm hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, wurde durch verstärkte Wasserspülung beseitigt.

Ursache waren offenbar Ammonsalze.

18.11. Die Druckdiffrenz wiederholte sich, wurde wieder mit H_2O behoben.

19.11. Wiederauftreten der Druckdiffrenz mit 30 atm. Die Spülung in der Ausgangsleitung hinter dem Abscheider wurde auf 2 x 50 g Wasser je Schicht verdoppelt.

Die Verstopfung lag vermutlich schon vor dem Abstreifer.

Trotzdem wiederholte sich die Druckdiffrenz noch einmal mit 40 atm.

20.11. Höchsttemperaturen vor auf Schlange 24,8 MV, Ofen 25,8 MV, Abscheider 25,1 MV.

Diese Verarbeitungstemperatur erschien für das hocharomatische Produkt möglich. In Wolheim wurde es ebenso gefahren.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider erhöht auf 1 x 50 g/Std.

Zur Vermeidung der häufigen Druckdifferenzen und wegen des hohen N-Gehaltes des Frischöls.

21.11. Mit filtriertem Abstreiferschweröl.

Unfiltriertes Schweröl hatte in früheren Versuchen Verstopfungen der Pumpenleitungen, möglicherweise durch feste Aromaten, ergeben.

Gas zurück auf 2 cbm/kg Frischöl.

Die in die Kalkulation eingesetzte Gasmenge sollte eingestellt werden.

Durchsatz zurück auf 3,7 und 3,4 kg/Std.

Die verminderte Destillationswirkung des Abscheiders infolge der Zurücknahme des Gases hatte Abschlammanfall zum Steigen gebracht. Möglicherweise wurde auch die Spaltwirkung mit vermindertem H_2-Teildruck geringer.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider vor auf 1 x 100 g/Std..

Am Vortage hatte das Abwasser große Mengen Öl (52 g/kg) enthalten.

22.11. Gas vor auf 2,5 cbm/kg Frischöl.

Mit der niedrigen Gasmenge waren die Abschlammprozente nicht zu halten.

Mit Kat. 5475 Ch. 12. anstelle von Ch. 16. Kontaktmenge zurück auf 1,5 %.

Die bisherige Kontaktsorte und -menge war zu teuer.

Abschlammprozente zurück auf 6-12.

Die Herausnahme von Hexabschlamm sollte entsprechend der Zurücknahme der Kontaktzugabe vermindert werden.

Gasmenge vor auf 3,0 cbm/kg Frischöl.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Ofentemperatur kurzzeitig hoch auf 26,8 MV.

23.11. Standstörung am Abscheider. Das Produkt wurde dunkel. Vorstärkten Spülen des Druckausgleichs nach oben und unten, sowie Entschlammen auf Gas bei geschlossenem Druckausgleich brachten zunächst keinen Erfolg. Erst nach Zurücknahme von Temperatur und Druck wurde durch diese Maßnahmen die Störung beseitigt. Nach Erhöhen des Druckes auf 600 atm trat sie zwar nochmals auf, ließ sich aber durch Spülen beheben.

Durch das Hochgehen der Temperatur am 22.11. war der Ofeninhalt stark eingedickt. Der dicke Abschlamm, der nicht mehr sämig floß, sondern gallertartige Konsistenz angenommen hatte, konnte von der Förderschnecke des Abscheiders nicht mehr richtig bewältigt werden, sodaß der Stand nicht mehr funktionierte.

Wasserspülung in dem Druckausgleich verdoppelt auf 4 x 50 g/Schicht.

Es bestand die Möglichkeit, daß auch Ammoniumsalzablagerungen an der Standstörung mitgewirkt haben könnten.

24.11. Durchsatz zurück auf 3,1 kg Frischöl/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Abschlammprozente vor auf 8-14.

Der Abschlamm war so dickflüssig, daß neue Standstörungen zu befürchten waren, obwohl die Festekonzentration nicht sehr hoch war. Der Abschlamm schien schon bei 15 % Festem gallertartig zu werden.

Abschlammrückführung vor auf 1 : 0,5.

Der Abschlammanfall war sehr ungleichmäßig, auch lag der Ofen etwas unruhig.

25.11. Mit P 318 (dickes Anthracenöl) anstelle von Abstreiferschweröl-rückführung.

Durch das Kotzen des Ofens bei den Standstörungen war zuviel Produkt verloren gegangen, sodaß das Abstreifer-schweröl nicht ausreichte. Nach Einsatz des P 318 konnte die Temperatur von 25,8 auf 25,3 KV zurückgenommen werden, ohne daß der Abschlammanfall stieg. Dies zeigt deutlich, daß sich das Teeröl besser spalten läßt als das rückgeführte Abstreiferschweröl, obwohl das letztere wasserstoffreicher ist.

26.11. Wieder mit Abstreiferschwerölrückführung.

Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen behoben.

27.11. Abschlammprozente vor auf 9-15.

Der Abschlamm wurde dickflüssig, sobald die Menge unter 9% sank.

28.11.

abe Bilanz Nr. 1.

29.11. Abschlammprozente vor auf 45-55.

Neue Aufarbeitung: Abschlamm geschleudert. Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und Schweröl destilliert auf Benzin -160°, Mittelöl 160 - 325° und Gesamtschweröl über 325°. Der Schleuderrückstand wird teilweise in den Ofen zurückgeführt, der Rest geschwelt.

Die Rückführung von Schleuderrückstand sollte die Kontaktkonzentration im Ofen erhöhen, wobei vorausgesetzt wurde, daß der einmal durch den Ofen gegangene Kontakt noch eine gewisse Aktivität aufweist.

Durchsatz vor auf 4,0 kg Frischöl/Std.

Während der Umstellung auf die neue Fahrweise durch Senken der Temperatur zur Einstellung der hohen Abschlammprozente sollte die Leistung nicht zu sehr absinken.

Mit 0,1 % Kat. 6709 (Na_2S, Sulfigran).

Es sollte versucht werden, hierdurch das Chlor zu neutralisieren und so vielleicht die Zugabe des an sich wegen der starken Korrosion notwendigen Kat. 2182 (Soda) einzusparen. Dabei wurde erwartet, daß das Natriumsulfid den Grude-Molybdän-Kontakt nicht nur nicht schädigt, sondern vielleicht sogar wie bei der Kohlehydrierung günstig wirkt

30.11. Mit Rückführung Frischöl : Schleuderrückstand 1 : 0,1.
Abschlammrückführung zurück auf 1 : 0,4.

Die Zugabe von Schleuderrückstand ermöglichte die Zurücknahme.

Mit P 318 zum Schweröl.

Durch die Umstellung auf die neue Aufarbeitung war der Vorrat an Schweröl zu knapp geworden.

1.12. Rückführung von Schleuderrückstand zurück auf 1 : 0,05.
Rückführung von Abschlamm vor auf 1 : 0,45.

Es fiel noch zu wenig Schleuderrückstand an, da sich das Gleichgewicht sehr langsam einstellte.

2.12. Da sich das Wasser aus dem Produkt nicht ohne weiteres abtrennen ließ, wurde die Abtrennung nun mit „Spalter II" vorgenommen.

Die Wasserabtrennung wurde schwierig, als das spezifische Gewicht des Anfallproduktes infolge der Durchsatzerhöhung von 0,986 auf 0,996 stieg. Im Laborversuch ließ sich der Abstreifer durch Behandlung mit 1,5 ‰ Spalter II (Dismulgan) in 2 Stunden vollkommen vom Wasser (7,4 %) befreien. Hier konnte dieser Effekt durch Zugabe von 2 % einer 5%igen wässerigen Lösung zum Produkt bestätigt werden. Das Wasser setzte sich recht gut ab.

Mit reinem Gesamtschweröl ohne P 318.

Es war nur genügend Schweröl vorhanden.

Mit kolloidal gemahlenem Schleuderrückstand.

Der nicht gemahlene Rückstand verteilte sich nur schwer im Frischöl.

3.12. Rückführung von Schleuderrückstand vor auf 1 : 0,07, von Abschlamm zurück auf 1 : 0,43.

Der Vorrat an Schleuderrückstand war angestiegen. Es wurde jeweils der neueste Rückstand zurückgeführt und der ältere geschwelt.

4.12. Rückführung von Schleuderrückstand weiter vor auf 1 : 0,09, von Abschlamm zurück auf 1 : 0,2.

Letzteres erschien zulässig, da mit dem Gesamtschweröl nun weniger verdampfende Anteile in den Ofen gingen.

5.12. Ohne Abschlammrückführung.

Der Ofen hatte sich inzwischen mehr dem Gleichgewicht gehärtet, d.h. das Gesamtschweröl enthielt immer mehr schwerflüchtige Anteile.

Rückführung von Schleuderrückstand, der nicht mehr kolloidal gemahlen wurde, vor auf 1 : 0,1.

Der Vorrat an Rückstand war nur genügend groß. Da das kolloidale Mahlen schlecht ging, wurde nun der Schleuderrückstand mechanisch mit Frischöl 1:1 verrührt und dann zur Einfüllmischung gegeben.

6.12. Rückführung von Schleuderrückstand vor auf 1 : 0,12.

Mit nicht filtriertem Schweröl.

Das Gesamtschweröl konnte infolge seiner Dickflüssigkeit nicht mehr filtriert werden.

Die Wasserabtrennung mit dem „Spalter II" ging nicht mehr, auch nicht bei Zusatz des Spalters am Ende der Schicht statt wie bisher stündlich.

Die Laborversuche gaben keinen Hinweis auf derartige Schwierigkeiten.

7.12. Druckdifferenz hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, durch Wasserspülung beseitigt.

Offensichtlich handelte es sich wieder um Ammonsalze.

Ofen (E5 und E6) vorübergehend hoch auf 26,7 MV infolge Unachtsamkeit der Bedienung.

Rückführung von Schleuderrückstand zurück auf 1 : 0,10.

Das Verhalten des Dichteschreibers ließ darauf schließen, daß mit höherer Rückführung die Vergasung zu stark ansteigt.

Der untere Teil und der Ablauf des Produktsammelgefäßes wurden beheizt. Der Ablaufhahn wurde direkt an das untere Ende des Trichters gesetzt (bisher saß er an einem Krümmer) und der Rührer bis in den Hahn hinein verlängert. Dadurch verbesserte sich die Wasserabtrennung etwas.

8.12. Frischöldurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std.

Die Abschlammprozente sollten eingehalten werden, ohne die Temperatur (z. Zt. 25,4 MV) ausfahren zu müssen.

Der Abschlamm wurde während dieser Versuchszeit trotz der Rückführung von Schleuderrückstand nie gallertig.

9.12. Schwerölrückführung vor auf 60 : 40.

Der Schwerölanfall war entsprechend gestiegen.

10.12. abo

Filmus Nr. 4.

Produktsammelgefäßheizung auf Dampf umgestellt.

Die Wasserabtrennung besserte sich dadurch auch nicht. Bisher war mit Mischwasser beheizt worden.

11.12. Mit 1,5 % Kat. 6612 Ch. 12 30%ig kolloidal in P 1214 anstelle des Kat. 5475.

Da nicht genügend Kolybdän zur großbetrieblichen Verarbeitung von Pech zur Verfügung steht, sollte geprüft werden, ob bei der neuen Fahrweise mit Grude-Eisen-Kontakt befriedigende Ergebnisse erhalten werden können.

12.12. Versuche abgebrochen, da auf Anordnung von Dr. Pier auf Schwerölüberschuß gefahren werden sollte.

8.1.40 Nachdem vorher P 1094 auf Schwerölüberschuß mit einem titanhaltigen Kontakt gefahren worden war, sollte dieser Kontakt auch für die normale Fahrweise auf Benzin + Mittelöl, d.h. mit Schwelung einer geringen Menge Abschlamm, erprobt werden.

Frischöldurchsatz 4,5 kg/Std.

Es wurde erhofft, daß der neue Kontakt diesen hohen Durchsatz zulassen würde.

1,5 % Kat. 7509 Ch. 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 30%ig im Abstreiferschweröl zum Frischöl gegeben. Abschlammrückführung 1 : 0,5, Schwerölrückführung 65 : 35. Hiervon einmaliger Einsatz von Abstreiferschweröl aus dem vorhergegangenen Versuch 150 kg. Gas 3 cbm/kg Frischöl.

Die Temperaturen waren so zu fahren, daß 4-10 % Neuabschlamm, berechnet auf Frischöl, anfielen. Hierbei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,8 MV, Ofen 25,0 MV, Abscheider 25,1 MV. Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 135°, Mittelöl 135/325° und Schweröl über 325°.

9.1. Durchsatz zurück auf 4,2, dann auf 3,9 kg Frischöl/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Abschlammprozente vor auf 6-12.

Der Abschlamm fing an, zu dick zu werden.

10.1. Frischöldurchsatz zurück auf 3,6, dann 3,3 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Schwerölrückführung zurück auf 67 : 33.

Der Schwerölvorrat nahm ab.

11.1. Durchsatz weiter zurück auf 3,1 kg/Std.

Der Abschlammanfall war zu hoch.

Abschlammprozente vor auf 8-14.

Der Abschlamm war wieder gallertig geworden wie immer dann, wenn Abstreiferschweröl zurückgeführt wurde, während zu Beginn des Versuches, solange noch in geradem Durchgang gefahren wurde, der Abschlamm gut dünnflüssig war.

Mit filtriertem Abstreiferschweröl.

Gründe s. 21.11.39.

Schwanenhals abmontiert.

Der gallertige Abschlamm floß schwer ab, sodaß nur diskontinuierlichen Abschlammentnahme übergegangen werden mußte.

12.1. Durchsatz zurück auf 2,9 kg/Std.

Die Abschlammprozente lagen an der oberen Grenze.

Kurzzeitauftretende Druckdifferenz von 20 atm zwischen Gasleitung und Ofen, die von selbst zurückging. Infolge der Differenz wurde das Produkt dunkel, und bei der gallertigen Beschaffenheit des Abschlammes war der Stand nur schwer wieder in Ordnung zu bringen.

Grund der Druckdifferenz war vermutlich eine Verstopfung der Nullgasleitung vor dem Ofen mit Eis.

Erneute Standstörung am Abscheider.

13.1. Temperatur und Druck zurückgenommen und Standschauglas vom 10 Ltr.-Gefäß ausgewechselt.

Das Schauglas, das durch das Kotzen des Abscheiders verschmutzt war, konnte während des Betriebes nicht mehr geputzt werden.

Druck wieder erhöht auf 600 atm, Temperatur vorgefahren. Zeitweilig traten erneute Druckschwankungen in der 600 atm-Leitung auf.

14.1. Durchsatz zurück auf 2,7, dann auf 2,5 kg.

Es fiel zuviel Abschlamm an, und die Temperatur sollte der Vergasung wegen niedrig gehalten werden.

Erneute mehrfache Standstörungen am Abscheider mit Überkotzen des Ofens.

15.1. Abschlammprozente vor auf 10-15.

Der Abschlamm fiel immer noch gallertig an und führte zu Standstörungen.

Wieder kleine Druckschwankungen in der 600 atm-Leitung. Frischöldurchsatz zurück auf 2,0 kg/Std.

Die Abschlammprozente hatten sich nicht einhalten lassen.

16.1. Obwohl der Stand einwandfrei funktionierte, wurde das Produkt dauernd dunkel.

Es war danach anzunehmen, daß der Abscheider durch das häufige Kotzen vollgeklebt, d.h. verengt war. Da außerdem die Leistung des Ofens auf ein untragbares Maß abgesunken war, bestand der Verdacht, daß auch der Ofen bezw. der Ofenrührer Ansätze hätte.

Umgestellt auf Öl: Schleuderöl von Fahren auf hohe Abschlammprozente und kaltgefahren. Ofen 5 mal leergeschlammt, ging gut.

Abschlamm-Mengen	I	II	III
Ofen	9 050	7 980	3 630
Abscheider	1 060	1 050	2 410

Von Mengen und den Analysen [1] noch hatte keine Asche-Absetzen im Ofen stattgefunden.

1)

	Pasten %	Asche % v. Pasten	a-Asphalt % v. Öl
Kaltfahröl	6,4	23,5	6,0
Ofenabschlamm I	7,6	41,4	4,5

17.-19.1. Abscheiderrührer und Förderschnecke waren sauber. Nur in dem oberen Raum, wo sich Abscheiderrührer und Förderschnecke treffen, fand sich etwas Druck.

Es bleibt somit nur die Erklärung, daß der Inhalt des Ofens und des Abscheiders sich mit Asphalten angereichert hatte, das einerseits dem Frischöl nur unzureichender Reaktionsraum zur Verfügung stand und andererseits der Abscheider aus Mangel an Raum leicht zum Überlaufen kam.

Die Preßschlange wurde ausgebaut und zu 575 ccm gegen 1055 ccm beim Einbau geliefert, die neue Schlange zu 1165 ccm.

20.1. Ofen angeheizt, unter 600 atm, 5000 Ltr. Gas über Dach entspannt. Bei 12 MV mit Einlauf F 518 (Anthracenöl dick).

21.1. Bei 19 MV umgestellt auf Einfüllmischung wie vor dem Abstellen.

Zum Hochfahren wurden die noch vorhandenen fertig angeriebenen Mischungen verwendet, um Frischöl zu sparen.

Frischöldurchsatz 3,0 kg/Std., Abschlammprozente 8-14, übrige Bedingungen wie vor dem Abstellen.

Es wurden gleich der Durchsatz und die Abschlammprozente so festgelegt, wie sie mit dem vorgesehenen Grude-Molybdän-Kontakt erwartet wurden.

22.1. Mit 1,5 % Kat. 5475 Ch. 12 anstelle des 7509.

23.1. Höchsttemperatur der Schlange zurück auf 24,5 MV.

Die Volumenabnahme der am 17.1. ausgebauten Schlange war anormal hoch gewesen, und es wurde vermutet, daß dies auf zu hohe Beheizung zurückgeführt werden müsse.

Durchsatz zurück auf 2,7 kg Frischöl/Std.

Bei ausgefahrener Temperatur hatten sich die Abschlammprozente nicht einhalten lassen. Außerdem lag hierbei der Gasdichtedifferenz nach die Vergasung zu hoch.

24.1. Durchsatz erneut zurück auf 2,4 kg/Std.

Aus den gleichen Gründen wie am Vortage.

Abschlammprozente vor auf 10-16.

Der Abschlamm fing an, dick und gallertig anzufallen.

25.1. Standstörung des Abscheiders mit Überkotzen, durch Spülen behoben.

Ursache war offensichtlich wieder der gallertige Abschlamm.

Zeitweise Druckdifferenz von 150 atm zwischen Schlangeneingang und Ofenkopf. Die Motorpumpe am Ofen unten hatte 200 atm Überdruck.

Deshalb wurde angenommen, daß die Verstopfung am unteren Ofendeckel lag.

Nach Ausschalten des Ofens verschwand die Differenz von selbst.

452

ob die Druckdifferenz mit dem gallertartigen Zustand des Ofeninhaltes zusammenhing, ist nicht mit Sicherheit festzustellen. Es wurde angenommen, daß der Ofen und die Schlange durch die Störung nicht geschädigt wurden.

26.1. Schweröldurchführung vor auf 63 : 37.

Es fiel mehr Schweröl an, als eingefahren wurde.

Abschlammprozente vo. auf 12-10.

Der Abschlamm war immer noch gallertig angefallen. Dies trat stets ein, wenn der Abschlammanfall unter 15 % sank.

27.1.
abe Bilanz Nr. 5.

28.1. Da die Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl recht mäßige Ergebnisse gezeitigt hatte, selbst unter Verwendung des Molybdänkontaktes, wurde die Versuchsreihe abgeschlossen und auf Schwerölüberschuß weitergefahren.

Versuchsergebnisse.

A. Fahrweise mit Rohwelung des Neuabschlammes.

Bilanz Nr. 1.

Es wurde Molybdän auf aktivierter Grude, der z.Zt. wirksamste Sumpfphasekontakt, in der sehr hohen Menge von 3 % auf Frischöl verwendet. Der Durchsatz lag bei 0,42, die Temperatur bei 483°. Hierbei wurde eine Neuleistung von 0,30 erzielt. Da mehr Schweröl gespalten wurde, als anfiel, hätte der Durchsatz noch etwas erhöht werden können. Die Vergasung lag mit 23,7 % verhältnismäßig hoch. Asphaltabbau (99,3 %) und Abbau des organischen Festen (95,6 %) waren sehr befriedigend.

Bilanz Nr. 2.

Die Kontaktmenge wurde auf 2 % vermindert. Auch die Temperatur (480°) und der Durchsatz (0,40) lagen etwas niedriger. Die Ergebnisse blieben praktisch unverändert, was darauf schließen läßt, daß der Teerrückstand gegen Temperaturänderungen in diesem Bereich nicht sehr empfindlich ist, und daß eine Steigerung der Kontaktmenge über 2 % hinaus keinen Nutzen bringt. Die Vergasung sank mit der Temperatur auf 21,8 %.

Bilanz Nr. 3.

Anstelle der aktivierten Grude Ch. 16 diente jetzt Grude Ch. 12 als Kontaktträger. Die Kontaktmenge wurde auf 1,5 % gesenkt die Schwerölrückführung auf 65 : 35. Die Abschlammrückführung war auf 1 : 0,5 gegen bisher 1 : 0,3 erhöht worden. Die Reaktionstemperatur betrug wieder 483° wie bei Bilanz 1. Auf etwas geringere Aktivität der nicht neutralisierten Grude deuten hin das Sinken des Asphaltabbaues (98,4 %), des Festabbaues (95,3 %), sowie des Schwerölunterschusses. Die Neuleistung blieb nahezu gleich. Die Vergasung war mit 22,6 % zwar, wie zu erwarten, höher als die von Bilanz 2, jedoch deutlich niedriger als die von Bilanz 1; vermutlich ist hierin ein Unterschied der Kontaktwirkung zu sehen.

Bilanz Nr. 5.

Die Bilanz 5 sollte die Werte der Bilanz 3 bestätigen, wobei als einzige Änderung die Zugabe von 0,1 % Na_2S zur Neutralisation des Chlors vorgesehen war. Es gelang jedoch nicht, die früher erhaltenen Ergebnisse wieder einzustellen. Vielmehr mußte zur Einhaltung der Abschlammprozente der Durchsatz schrittweise bis auf 0,31 heruntergesetzt werden. Die Ofentemperatur betrug 481°. Wie bei der Durchsatzzurücknahme vorauszusehen war, sank die Leistung auf 0,24, und der Schwerölunterschuß stieg. Asphalt- und Festabbau lagen in der Nähe der Resultate von Bilanz 1 und 2. Die Vergasung nahm mit 25,8 % einen sehr ungünstigen Wert an, die übrigens mit der Änderung der Gasdichtedifferenz in Einklang steht. Wie die vorhergegangenen häufigen Standstörungen und die gallertige Beschaffenheit des Abschlamms vermuten lassen, haben im Ofen irreguläre Zustände vorgelegen. Daß in Bilanz 3 bei gleichfalls gallertigem Abschlammanfall bessere Ergebnisse erhalten wurden, ist vielleicht darauf zurückzuführen, daß 2 Tage vorher aus Mangel an Abstreiferschwerölrückführung mit Anthracenöl gefahren worden war, das möglicherweise den Ofen vor der Bilanz reinigte.

Beschaffenheit des Abschlammes.

Wie die Erwähnung der zahlreichen Abscheiderstandstörungen im Versuchsbericht und überdies die Auswertung der Bilanz 5 erkennen läßt, war eine einwandfreie Verarbeitung des Teerrückstandes zeitweise infolge der gallertigen Konsistenz des Abschlammes nicht möglich. Zur Klärung der Ursache dieser Erscheinung sind folgende Beobachtungen heranzuziehen:

1.) Das Gallertwerden trat dann auf, wenn die Anfallmenge des neugebildeten Abschlamms weniger als 15-20 % auf den Frischölzugang bezogen ausmachte. Eine bestimmte Eindickung des Abschlamms war also Voraussetzung.

2.) Der Abschlamm wurde nur dann gallertig, wenn mit Rückführung von Abstreiferschweröl gefahren wurde. Wenn zu Beginn eines Versuches oder im Verlauf eines solchen aus Mangel an Abstreiferschweröl mit schwerem Teeröl verdünnt wurde, fiel der Abschlamm dünnflüssig an.

3.) Wie die Betrachtung unter dem Mikroskop zeigte, enthielt der gallertige Abschlamm feinst verästelte Teilchen, während ein normaler Abschlamm grobflockige bezw. grobkörnige Pechteilchen aufweist. Das mit heißem Benzol isolierte Pech aus gallertigem Abschlamm hatte gleichfalls das normale körnige Aussehen.

4.) Obwohl das Verhalten der Apparatur darauf schließen ließ, daß der Ofen und der Abscheider an Volumen verloren hätten, wurden beide nach dem Abstellen und Spülen am 16.1.40 sauber gefunden.

Diese Erscheinungen lassen sich am zwanglosesten durch die Annahme erklären, daß unter den hier eingestellten Bedingungen Ausflockungen von Asphalt durch das aufhydrierte Schweröl eintraten, die zu der gallertigen Konsistenz des Abschlamms führten.

Dieser Befund überrascht insofern, als der Asphaltabbau mit 98-99 % sehr gut war. Es muß sich daher wohl um den letzten Rest an höchstmolekularen Asphaltenhandeln, die der Hydrierung den größten Widerstand entgegensetzen. Außerdem spielen vielleicht beim Aufbau des Gels auch harzartige Körper eine Rolle, die bei der n-Asphaltbestimmung nicht erfaßt werden. Weiter ist zu vermuten, daß eine Anreicherung von ausgeflockten Asphalten sowohl im Abscheider möglich war und dort Standstörungen verursachte, wie auch im Ofen, dessen Ergebnisse hierdurch auch dann in irregulärer Weise verschlechtert wurden, wenn der inaktive Ofeninhalt noch nicht verkokt war, sondern sich durch Spülen mit Teeröl noch entfernen ließ. Diese Asphaltausflockungen haben vielleicht auch an dem übermäßigen Verkrusten der Verhoilschlange (17.1.40) und an den gelegentlich auftretenden Druckdifferenzen zwischen Schlange und Ofen Schuld.

B. Fahrweise mit Schleudern der Abschlämme (Bilanz 4).

Weiterhin wurde eine neuartige Fahrweise geprüft. Hierbei wurde der gesamte Abschlamm geschleudert, der Schleuderrückstand geschwelt und das Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und dem Schwelöl destilliert. Außer dem Gesamtschweröl wurde Schleuderrückstand 1 : 0,1 zurückgeführt. Hierdurch gingen soviel schwere Anteile in den Ofen, daß auf die Abschlammrückführung verzichtet werden konnte. Die neue Fahrweise ließ als Vorteile ohne Verminderung der zu schwelenden Mengen und damit geringen Ölverluste erwarten. Als nachteilig waren anzusehen:

Die stärkere Belastung des Hochdruckes mit schwervergaslichen Bestandteilen, die bei der normalen Aufarbeitung der Schwelung anheimfallen; das zusätzliche Schleudern einer großen Menge Abschlamm; die Destillation eines asphalt- und feststoffhaltigen Ölgemisches anstelle des sauberen Abstreifers.

Leider sind die erhaltenen Ergebnisse der Bilanz 4 mit denen der anderen Bilanzen insofern nicht ohne weiteres vergleichbar, als mit wesentlich höherem Durchsatz (0,50) gefahren wurde. Es ist infolgedessen nicht möglich, festzustellen, wieweit eine Verschlechterung auf die Erhöhung des Durchsatzes und wieweit sie auf die Änderung der Rückstandsaufarbeitung zurückzuführen ist.

Die Leistung war mit 0,27 neu für den hohen Durchsatz zu niedrig. Für Vergasung, Feststoffabbau und Asphaltabbau wurden trotz des hohen Durchsatzes annähernd gleiche Werte wie in Bilanz 3 gefunden.

Der Abschlamm fiel nicht gallertig an, obwohl der Neuanfall an Abschlamm nur rd. 15 % auf Frischöl bezogen erreichte. Indessen lagen insofern grundlegend andere Verhältnisse als bei den früheren Versuchen vor als hier, wenn auch nicht absichtlich, auf 27,5 % Schweröl im Gesamtölgewinn gearbeitet wurde, d.h. das Rückführgleichgewicht war nicht erreicht. Außerdem war das bei dem hohen Durchsatz erhaltene Abstreiferschweröl möglicherweise noch genügend aromatisch, um die Asphalte in Lösung zu halten.

Der Wasserstoffverbrauch nahm der Elementarbilanz nach von 7,7 % (auf Reinfrischöl) auf 5,2 %, d.h. um rd. 30 % ab.und lag damit in der Nähe des Verbrauches von Welheim. Dementsprechend waren die Öle weniger weit raffiniert und schwerer und enthielten mehr O, N und S. Das Benzin -160° lag im Aromatengehalt und im Klopfwert ein wenig höher.

Insgesamt gesehen hat die Fahrweise auf Benzin und Mittelöl mit Schleudern des Abschlammes keine vielversprechenden Resultate geliefert. Vermutlich würde sie das Gallertigwerden des Abschlamms bei Einstellung des Rückführgleichgewichtes auch nicht verhindern. Damit würde aber das Schleudern unmöglich. Ob sich die Fahrweise mit molybdänfreien Kontakten realisieren ließe, die bereits bei Schwelung des Abschlamms, d.h. bei weitergehender Entlastung des Hochdruckes in ihrer Aktivität nicht zu genügen scheinen, ist überdies fraglich.

1. Kaiser: Beobachtungen:

Eigenschaften des Anfalls.

Das Abstreiferschweröl wäre dem spezifischen Gewicht, der Viskosität und dem Stock'punkt nach ein ausgezeichnetes Heizöl, ebenso das mit Benzol entfestete Abschlammöl. Letzteres hat indessen für sich allein infolge seines Asphaltgehaltes einen zu hohen Koksrest.

Wie bei gelegentlichem Einsatz wieder einmal bestätigt wurde, spaltet ein schweres Teeröl besser als Abstreiferschweröl, obwohl es wasserstoffärmer ist.

Verarbeitungsbedingungen.

Infolge des verhältnismäßig hohen Stickstoffgehaltes des Teerrückstandes traten verschiedentlich Druckdifferenzen in der Ofengasableitung durch Ammonsalzablagerungen auf. Die Wasserspülung war deshalb zu erhöhen.

Wegen der Zähe der anfallenden Öle ist zur Erzielung einer ausreichenden Destillationswirkung im Abscheider eine verhältnismäßig hohe Menge an Trägergas nötig. Die untere Grenze des Eingangsgases lag hier bei 3 cbm/kg Frischöl; mit 2 und 2,5 cbm fiel zuviel Abschlamm an. Möglicherweise hat hierzu auch beigetragen, daß sich die Spaltwirkung mit sinkendem Hg-Teildruck etwas verminderte.

Da das spezifische Gewicht des Abstreifers in der Nähe von 1,0 lag, ließ sich das Wasser schwer abtrennen. Es wurde zeitweise versucht, die Emulsion mit „Spaltor II" (Dismulgan II) zu zerstören. Diese Maßnahme brachte einen gewissen Erfolg, wenn auch der im Labor erzielte Effekt sich nicht voll reproduzieren ließ.

Die Rückführung von Schleuderrückstand schien sich ungünstig auf die Vergasung auszuwirken, wenn eine bestimmte Grenze (1: 0,1 überschritten wurde.

Kontakte.

Mit dem Grude-Eisen-Kontakt 6612 Ch. 12 wurde nur wenige Tage zu Beginn der Versuchsreihe gefahren. Er erwies sich als nicht genügend wirksam bei allerdings verhältnismäßig hohem Durchsatz (0,5).

Auch der Grude-Eisen-Titan-Kontakt bewährte sich nicht recht. Der Durchsatz mußte stufenweise bis auf 0,25 zur Einhaltung der Abschlammprozente (10-16) zurückgenommen werden, was wohl auf die Füllung des Ofens mit asphaltigen Stoffen zurückzuführen ist. Spätere Versuche zur Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß haben ergeben, daß in dem Grad der Aufhydrierung der Schweröle zwischen Molybdän und Eisen-Titan keine großen Unterschiede bestehen.

Apparativen.

Versuchsweise wurde ein B.K.W.-Ventil in umgekehrter Richtung eingebaut, d.h. mit Druck auf die Stopfbuchse, da man sich hierdurch großtechnisch eine Verringerung der Erosion am Ventilgehäuse hätte versprechen können. Bereits nach wenigen Stunden mußte dieser Versuch aufgegeben werden, da das Ventil sich ständig verstopfte und überdies undicht wurde. BK - Ventile lassen sich demnach nur mit Druck auf die Platte fahren.

Tabellenverzeichnis:

Tabelle 1 : Bilanzen.

" 2 : Eigenschaften des Frischöls.

" 3 : Benzinuntersuchungen.

" 4 : Mittelöluntersuchungen.

" 5 : Schweröluntersuchungen.

" 6 : Heizöluntersuchungen.

" 7 : Elementaranalysen und Heizwerte der anfallenden Öle.

" 8 : Elementaranalysen von Abschlammfesten, von Festen aus Schleuderrückstand und von Sc[illegible]rückstand.

" 9 : Elementarbilanzen.

" 10 : Verteilung des als CH_4 vergasten C.

" 11 : iso-Butangehalte.

" 12 : Im Abwasser gelöste Stoffe.

" 13 : Schwefelausbeuten.

" 14 : Abschlammuntersuchungen.

" 15 : Siebanalysen.

Tabelle 1.

Bilanzen

vom Fahren von P 1094 v. 11.7.39 getoppt - 325°
auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm
Ofen 411

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5
Tag Schicht	6.11.39 abo	16.11.39 abo	28.11.39 abo	10.12.39 abo	27.1.40 abo
Kontakt kolloidal im Schweröl zum Einfüllbrei					
5475 Oh. 16 [1] % a.Frischöl	3,0	2,0	—	—	—
5475 Oh. 12 [2] " " "	—	—	1,5	1,5	1,5
6709 [3] " " "	—	—	—	0,1	0,1
Rückführung					
Frischöl : Schweröl	60:40	60:40	65:35	60:40[4]	63:37
Frischöl : Abschlamm	1:0,3	1:0,3	1:0,5	—	1:0,5
Frischöl : Schleuderrückstand	—	—	—	1:0,1	—
Fahrbedingungen:					
Temperatur Schlange °C	468	468	464	458	461
Ofen "	483	480	483	481	481
Abscheider"	471	468	471	469	469
Durchsatz kg Frischöl/ Ltr. Of.-Vol./Std.	0,417	0,396	0,408	0,504	0,314
Gas cbm/kg Frischöl	3,62	3,74	3,71	3,78	3,66
Umdrehungszahl des Ofenrührers/Min.	38	38	38	38	36
Art der Aufarbeitung	a	a	a	b	a

a: Rohabschlamm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert

b: Abschlamm geschleudert, Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und dem Schwelöl destilliert, Schleuderrückstand geschwelt, soweit nicht zurückgeführt.

1) Grude aktiviert + 2 % MoO_3
2) Grude + 2 % MoO_3
3) Na_2S, Sulfigran
4) Gesamtschweröl.

Tabelle 1a.

Bilanzen [2].

Ergebnisse:

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5
Rohbilanz aus/ein	%	98,7	99,1	99,5	99,8	100,8 [1]
Ausbeute aschefrei auf wasser- und aschefreies Frischöl + H_2-Verbrauch	%	96,7	97,3	100,0	99,4	101,3
Prakt. Ölgewinn-(Bi+Mi)-Leistung		0,333	0,323	0,318	0,311	0,267
" Neuleistung		0,299	0,290	0,285	0,269	0,241
" Ölgewinn auf Rein-frischöl	%	80,1	82,0	78,5	62,0	85,7
darin Benzin - 135°	%	---	---	---	---	6,8
Benzin - 160°	%	9,6	9,4	10,3	9,7	---
Gasbenzin im Gesamtbenzin	%	20,0	17,2	28,0	27,5	22,5
Schwerölüberschuß (festefrei) auf Reinfrischöl	%	-6,0	-7,1	-0,8	+21,5	-12,6
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Vergasung	%	21,8	20,1	20,7	20,8	23,9
Vergasung auf Bi + Mi neu + Verg.	%	23,7	21,8	22,6	23,3	25,8
Vergasten C auf C des Frischöls	%	20,9	19,3	19,2	15,3	25,3
davon als CO	%	2,0	2,4	1,1	2,8	1,3
" " CO_2	%	0,3	0,3	0,3	0,1	1,0
Asphaltabbau	%	99,3	99,4	98,4	98,7	99,3
Abbau des org. Festen	%	95,6	95,4	85,3	84,8	95,2
Neuabbelamm auf Frischöl	%	25,7	23,1	17,7	59,7	15,5
Schleuderrückstand neu auf Frischöl	%	---	---	---	2,3	---
Schweröl auf Frischöl	%	19,0	17,0	13,0	0,7	11,5
Wasserneubildung auf Reinfrischöl	%	0	0,6	0,6	1,0 [1]	1,0 [1]
Aschebilanz aus/ein	%	56,3	51,3	78,8	92,2	48,3

1) Wasserneubildung korrigiert auf 1 % v. Frischöl.
2) Benzin butanfrei gerechnet.

Tabelle 1 b.

Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz-Nr.			1	2	3	4	5
Abstreifer + Schwelöl bzw. (bei Bilanz 4) Abstreifer + Schleuderöl (aus Abschlamm + Schwelöl)							
	Festes	%	---	---	---	2,1	---
	Asche im Ganzen	%	---	---	---	0,4	---
	vom Öl - 135°	%	---	---	---	---	0,8
	- 160°	%	4,2	4,1	4,0	2,8	---
	- 325°	%	53,4	53,6	54,4	40,6	54,9
	spez. Gew./20°		1,022	1,020	1,016	1,050	1,01[illegible]
Abschlamm	spez. Gew./20°		1,074	1,090	1,095	1,076	1,069
	Festes	%	11,3	12,4	16,0	15,1	11,9
	Asche i. Festen	%	29,1	29,2	29,3	34,0	32,6
	vom Öl - 325°	%	26,0	32,5	27,7	26,3	35,1
	s-Asphalt	%	0,8	0,7	2,4	2,2	1,3
	Abschlammnote		120	100	85	85	20

Schleuderrückstand von Bilanz 4		Labor	Betrieb
spez. Gewicht/50°		1,084	---
Festes	%	53,4 1)	64,1
Asche im Festen	%	34,5	36,9
vom Öl - 325°	%	21,4	---
s-Asphalt	%	2,8	---

1) Den Analysen des Betriebes und der Schleuderbilanz nach wahrscheinlich zu niedrig.

Tabelle 2.

Eigenschaften des Frischöls.

spez. Gewicht/100°	1,146
Erweichungspunkt Kramer-Sarnow	+ 29,7°C
Wasser	0,3 %
Benzolunlösliches	8,4 %
Asche im Benzolfesten	6,5 %
a-Asphalt im Öl	23,5 %
C im wasserfreien Frischöl (anhand der Elementaranalysen errechnet)	91,1 %

Gewichts-Englex

215 - 325°	9,0 %
+ R	100,0 %

Vakuumsiedekurve bei 11 mm Hg

	%	spez.Gew./100°
164 - 225°	23,5	1,073
- 275°	42,1	1,122
- 325°	58,7	1,159
+ R	100,0	—

Elementaranalysen

		Frischöl entfestet	Destat aus Frischöl aschefrei
C	%	91,60	91,69
H	%	5,09	3,56
O	%	1,56	1,85
N	%	1,25	1,20
S flüchtig	%	—	1,89
S gesamt	%	0,50	1,95
disp. H		5,03	2,99

Tabelle 3.

Benzinuntersuchungen.

Zu Bilanz-Nr.		3	4
Benzin - 160° aus Abstreifer + Pentan + Butan		180 : 70 : 13	164 : 63 : 12
Roh: spez. Gew. / 20°		0,762	0,768
Anilinpunkt	°C	+ 20,6	+ 16,2
Phenol	%	2,0	2,0
Raffination:		Entphenolisiert, mit 5 % Dr.-Lösung und Schwefel behandelt, mit 2 x 1% H_2SO_4 96%ig raffiniert, mit NaOH nachgewaschen und über NaOH mit Dampf redestilliert.	
Raffinationsverlust	Vol.%	1,7	2,2
Waschverlust	" "	1,3	0,9
Redestillationsverlust	Gew.%	1,8	3,7
Raffiniert:			
spez. Gew. / 20°		0,753	0,761
Anilinpunkt I	°C	21,5	17,5
" I a	°C	20,2	16,5
" II	°C	50,8	50,2
Dampfdruck		0,722	0,642
Cu-Streifen		gut	korrod.
Cu-Schale	mg	9, Harz	34, angelaufen
Porzellanschale	mg	11, braun	2
Dr.-Test		negativ	negativ
H_2SO_4-Test		unter 2	unter 2
Fraktion 80 - 100°	spez. Gew.	0,774	0,746
	Anilinpunkt °C	+ 25,0	+ 21,5
" 110 - 140°	spez. Gew.	0,795	0,796
	Anilinpunkt °C	+ 1,0	0
" 150 - 180°	spez. Gew.	0,825	0,823
	Anilinpunkt ber. °C	- 9,4	--

Tabelle 3a. 463

Benzinuntersuchungen (Fortsetzung)

Zu Bilanz-Nr.		3	4
ASTM-Siedekurve			
Siedebeginn	°C	58	44
- 500	%	4,0	1,0
- 60	%	10,0	6,0
- 70	%	17,0	13,0
- 80	%	27,5	23,0
- 90	%	42,0	37,0
- 100	%	57,0	56,0
- 110	%	79,0	68,0
- 120	%	,0	76,0
- 130	%	81,5	81,0
- 140	%	88,0	85,0
- 150	%	89,0	88,0
- 160	%	91,5	92,0
- 170	%	92,0	93,0
- 180	%	94,0	94,0
- 190	%	---	95,0
R		95,0	95,5
Zusammensetzung			
Paraffine	%	26	25
Naphthene	%	45	45
Aromaten	%	28	31,5
unges. KW.	%	1	0,5
Klopfwert	Res.	81,0	81,5

Tabelle 4.

Mittelöluntersuchungen.

Bilanz-Nr.			3	4
Abstreifer über 160° + Schweröl			93,1 : 6,9	--
" " " + Schlenderöl			--	70 30
spez. Gew. / 20°			1,023	
darin Mittelöl - 325°		%	53,5	42,-
Roh:	spez. Gew. / 20°		0,975	0,990
	Phenole	%	2,9	2,1
	Gew. - Englerkurve			
	Siedebeginn	°C	164	190
	- 200°	%	8,2	--
	- 225°	%	22,0	5,4
	- 250°	%	38,9	20,3
	- 275°	%	57,2	39,7
	- 300°	%	80,3	67,9
	- 325°	%	93,6	90,3
	- 340°	%	97,8	--
	- 345°	%	--	97,6
	R	%	100,0	99,9
Entphenolisiert:	spez. Gew. / 20°		0,960	0,988
	Anilinpunkt berechn.	°C	- 31,5	- 39
	Ungesättigte KW	%	7,4	10,0
Fraktion 180-210°	spez. Gew./20°		0,887	--
	A.P. berechn.	°C	22,9	--
" 210-230°	spez. Gew./20°		0,920	0,925
	A.P. berechn.	°C	29,7	-30,0
" 240-270°	spez. Gew./20°		0,959	0,958
	A.P. berechn.	°C	-33,7	-36,0
" 280-310°	spez. Gew. /20°		0,998	0,998
	A.P. berechn.	°C	-35,9	-37,0

Tabelle 5.

Schwerölunterauchungen.

Bilanz-Nr.			3 Abstreifer-Schweröl	4 Gesamtschweröl	4 Öl aus Schleuderrückstand
Schweröl über 325° im Abstreifer über 160° + Schweröl %			46,5	---	---
Gesamtschweröl über 325° im Abstreifer über 160° + Schleuderöl aus Abschlamm %			---	57,2	---
spez. Gewicht / 50°			1,061	1,098	1,075
Vakuumsiedekurve bei mm Hg			14	17	17
Siedebeginn		°C	174	180	110
- 225°		%	52,0	37,7	44,8
	spez. Gew./40°		1,045	1,048	1,019
- 275°		%	84,8	70,6	67,3
	spez. Gew./60°		1,063	1,064	1,071
- 325°		%	93,4	81,8	77,8
	spez. Gew./90°		1,074	1,082	1,090
R		%	100,0	99,9	99,8

Tabelle 6.

Heizölunterssuchungen.

Bilanz-Nr.		2	2	3
Abstreifer zerlegt in				
Benzin - 180°	%	9,5		
Mittelöl 180/325°	%	45,0		
Rückstand über 325°	%	45,4		
Untersuchtes Öl		Schweröl	Schweröl + Mittelöl 85:15	Abschlammöl
spez. Gewicht / 20°		1,074	1,060	1,081
Stockpunkt	°C	- 17	- 27	- 18
Flammpunkt	"	---	---	80
Brennpunkt	"	---	---	132
Koksrest	%	---	---	8,2
Viskosität °E/20°		27,0	9,72	---
°E/50°		2,99	1,99	2,75
°E/80°		---	---	1,38
Gew.-Englerkurve				
Siedebeginn	°C	338		
- 350°	%	27,3		
--- 360°	%	40,4		
+ E	%	100,0		

Tabelle 7.

Elementaranalysen und Heizwerte der anfallenden Öle.

Bilanz-Nr.	Benzin - 160° 3	Benzin - 160° 4	Mittelöl 160/325° 3	Mittelöl 160/325° 4	Schweröl über 325° a.Abstreifer 3	Schweröl über 325° gesamt 4	Abschlamm-öl 3	aus Schleuderrückstand 4	Schwel-öl 3
C %	86,71	85,61	89,45	90,90	91,07	89,44	90,26	90,33	91,09
H %	13,06	12,91	9,04	6,90	7,68	8,95	7,49	7,44	7,50
O %	0,11	1,21	0,89	1,32	0,65	0,82	1,54	1,35	0,83
N %	0,10	0,24	0,55	0,34	0,40	0,68	0,49	0,57	0,37
S %	0,018	0,035	0,067	0,34 ?	0,20	0,11	0,22	0,31	0,21
V Heizwert cal/kg	—	--	—	9123	—	9484	--	—	—

Tabelle 8.

Elementaranalysen von Abschlammfesten, vom Festen aus Schleuderrückstand und vom Schwelrückstand.

Bilanz-Nr.		Abschlammfesten[2] 3	Festes aus Schleuder-rückstand[2] 4	Schwelrückstand 3	Schwelrückstand 4
C	%	93,86	93,50	73,22	54,07
H	%	2,30	2,21	1,54	0,98
O	%	— [1]	— [1]	— [1]	— [1]
N	%	0,47	1,47	0,42	0,72
S flüchtig	%	5,26	9,92	1,95	4,57
S gesamt	%	9,32	11,47	3,67	6,39
Asche a. Tr.-Produkt	%	29,30	37,21	27,29	44,96

1) Asche sulfathaltig

2) wasser- und aschefrei.

Tabelle 9:

Elementarbilanz [1]

zu Bilanz Nr. 3

		C	H	O	N	S
Ein:	Frischöl entfestet	2 987,5	143,9	44,1	55,3	14,1
	Fettes vom Frischöl	822,3	8,2	4,6	2,9	4,8
	Kontakt 3475 Gh. 12	27,3	0,3	5,2	0,3	4,5
	Schwerölunterschuß	13,5	1,2	0,1	0,1	0,1
	Eingangsgas	22,4	236,4	10,7	—	—
Gesamteingang		4 883,6	390,0	64,7	58,6	23,5
Aus:	Gesamtbenzin - 160°	816,7	98,7	0,3	0,3	0
	Mittelöl	1 941,6	196,1	19,3	11,9	1,4
	Abwasser	3,8	4,6	23,6	7,9	3,0
	im Wasser der Gaswäsche	—	3,3	—	14,3	7,4
	im Produkt gelöstes Gas	11,7	2,4	—	—	—
	Ofengas	417,2	107,0	16,5	—	1,3
	Abtreibergas	139,9	31,6	3,2	0,4	5,4
	Abschlammgas	32,0	0,4	0,8	3,2	0,2
	Schwelrückstand	96,7	2,0	—	0,6	4,8
	Schwelwasser	—	0,1	1,0	—	—
	Schwelgas (gepuffert) [2]	3,4	1,8	—	—	—
Gesamtausgang		4 823,6	390,0	64,7	38,6	23,5
% Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz		99,6	—	90,2	77,1	87,1

1) korrigiert; s. Anhang zu Tabelle 9.
2) nach dem Anfall bei der Schwelung von Abschlamm aus Schwelteerpech.

Anhang zu Tabelle 9.

Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanzen wurden durch gleichmäßige Änderung sämtlicher Eingangsposten ausgeglichen, die O-Bilanzen durch Änderung der Abwassermenge. Zur Abstimmung der N-Bilanzen diente die Annahme, daß NH_3 sich im Wasser der Gaswäsche der Bestimmung entzogen hat, wie auch bei Bilanz 3 H_2S.

Der Mehrausgang an Schwefel in der Bilanz 4 scheint dadurch entstanden zu sein, daß der H_2S-Gehalt des Abwassers und der S-Gehalt des Mittelöls zu hoch bestimmt wurden. Der Letztere liegt höher als der Schwefelgehalt des Schweröls, was recht unwahrscheinlich ist. Der S-Saldo wurde deshalb je zur Hälfte von diesen beiden Posten abgezogen.

Tabelle 9a.

Elementarbilanz [1]

zu Bilanz Nr.4

		C	H	O	N	S
Ein:	Frischöl entgast	} 217,9	178,8	54,8	43,9	17,6
	Festes vom Frischöl	275,7	10,1	5,7	3,6	5,9
	Kontakt 5475 Gh.12	21,4	0,4	6,4	0,4	5,6
	" 6709	—	—	—	—	1,3
	Eingangsgas	31,3	195,8	15,5	—	—
Gesamteingang		} 546,3	385,1	82,4	47,9	30,4
Aus:	Gesamtbenzin - 160°	195,9	29,6	2,8	0,6	0,1
	Mittelöl	} 942,6	147,4	28,2	11,6	4,0
	Schwerölüberschuß	696,0	68,9	6,2	5,4	2,8
	Abwasser	2,9	3,0	16,0	8,5	7,1
	im Wasser der Gaswäsche	—	3,4	—	23,0	3,9
	im Produkt gelöstes Gas	8,2	1,7	—	—	—
	Ofengas	53 9,9	100,2	27,5	0,7	—
	Abstreifergas	96,7	15,1	0,9	2,9	9,4
	Abschlammgas	37,1	7,3	0,4	0,8	0,7
	Schwefelrückstand	27,0	0,5	—	0,4	3,2
	Schwefelwasser	—	—	0,4	—	—
Gesamtausgang		3 546,3	385,1	82,4	47,9	37,0
% Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz		100,1	—	102,3	67,1	112,2

---

1) korrigiert; s. Anhang zu Tabelle 9.

Tabelle 10.

Verteilung des als KW vergasten C.

Bilanz-Nr.		3	4
Alle C_1 - KW	%	20,3	20,7
" C_2 - KW	%	28,0	24,0
" C_3 - KW	%	31,8	27,6
" C_4 - KW	%	19,9	26,7
Bilanz-Nr.		**3**	**4**
Ungesättigte von C_2	%	2,2	1,8
" " C_3	%	2,5	2,7
" " C_4	%	2,3 ?	7,6
" von C_1-C_4	%	1,9	3,2

Tabelle 11.

Iso-Butangehalt.

Bilanz-Nr.		3	4
v. C_4 im Ofengas	%	10,6	13,2
" " " Produktgas	%	20,4	11,9
" " " Abschlammgas	%	16,7	15,5
" " " Produkt gelöst	%	10,2	19,2
vom Gesamtbutan	%	13,3	13,2

Tabelle 12.

In Abwasser gelöste Stoffe.

g/kg

Tag u. Schicht	Bilanz-Nr.	CO_2	H_2S	NH_3	Öl	Phenole
3.11.39 b	—	—	—	—	80,16	—
6.11.39 abc	1	16,1	—	—	35,65	—
7.11.39 a	—	—	—	—	15,9	—
16.11.39 abc	2	49,0	—	—	21,25	—
20.11.39 c	—	—	—	—	52,5	—
21.11.39 c	—	—	—	—	24,85	—
23.11.39 c	—	—	—	—	31,6	—
24.11.39 c	—	—	—	—	25,5	—
28.11.39 abc	3	19,9	18,08	57,8	11,08	3,8
29.11.39 c	—	—	—	—	2,82	—
10.12.39 abc	4	Spuren	51,0	13,92	Spuren	—
27.1.40 abc	5	Spuren	—	—	0,13	—
Wasser aus dem kleinen Abstreifer						
28.11.39	3	Spuren	27,54	29,4	Spuren	—

Tabelle 13.

Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr. bzw. Tag	1	2	21.11.39	3		4		5
Schwelgut	Abschlamm	Abschlamm	Abschlamm	Abschlamm		Schleuderrücketand		Abschlamm
darin Öl %	68,7	87,6	—	84,0		46,6		88,1
s-Asphalt : Pestem	1 : 16	1 : 21	—	1 : 8		1 : 41		1 : 10
Schwelung ausgeführt vom	Betrieb 1)	Betrieb	Labor 2)	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb
Ausbeute								
Öl %	73,7	73,9	72,0	73,3	76,1	40,9	40,2	74,3
Koks %	23,7	25,0	26,0	24,0	22,2	55,0	55,4	24,0
Wasser %	} 2,6	} 1,1	0,2	} 2,7	0,2	} 4,1	0,5	} 1,7
Schwelgas + Verlust %			1,8		1,5		3,9	
Ölausbringen % v. Öl des Schwelgutes	83,2	84,3	—	87,3	90,5	87,6	86,2	84,4

1) Kleiner Kugelofen.
2) Aluminiumretorte, Einwage 100 g, Anheizzeit 3/4 Std., 1/2 Std. auf 550° gehalten.

A 74

Tabelle 14.

Spezifische Abschlammuntersuchungen.

zu Bilanz-Nr.		3	4
Abschlamm		gallertig	dünnflüssig
Festes mit kaltem Benzol isoliert, bis praktisch keine löslichen Bestandteile mehr vorhanden waren	%	21,1	15,7
	spez. Gewicht	1,525	1,860
Festes über Nacht im kaltem Benzol eingeweicht und filtriert	%	--	15,6
	spez. Gewicht	1,727	1,795
Festes mit heißem Benzol isoliert	%	20,4	15,7
	spez. Gewicht	1,689	1,846

Mikroskopischer Befund:

Bilanz Nr. 3 feinst verästelte Teilchen

Bilanz Nr. 4 Festes gleichmäßig verteilt, in grobflockiger Form.

Tabelle 18.

Siebanalysen.

zu Diana Nr. 5

	Nutze aus Abschlamm	Kut. 5475 Ch. 12 aus Kontaktbrei
Rückstand aus dem 100er Sieb %	0	0
" " " 400er " %	0	0
" " " 900er " %	0	0
" " " 2 900er " %	0	1,2
" " " 4 900er " %	0,29	3,4
" " " 10 000er " %	0,8	3,7
" " " 12 100er " %	0,9	4,9
" " " 16 900er " %	1,5	5,1
Durchgang durch das 16900er Sieb %	96,6	77,5

TITLE PAGE

11. Zur Frage der Verarbeitung Rheinischer Braunkohle.
Problems in processing "Rheinische Braunkohle" (soft coal).

Frame Nos. 477 - 478

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 3. 1942. v.Rtm/Pl

Zur Frage der Verarbeitung Rheinischer Braunkohle.

Die Störungen in Wesseling lassen darauf schliessen, daß unter den dort gewählten Verarbeitungsbedingungen - niedriger Durchsatz und niedrige Temperatur - die Hydrierung bei 600 atm zu schnell fortschreitet, wodurch ein Absetzen der asphaltigen Bestandteile gefördert wird, die dann mit den Asphalten zusammen zu der sogenannten Kaviarbildung führen. Diese Verarbeitungsbedingungen erwiesen sich auch in 10 Ltr.-Ofen als besonders ungünstig (vgl. Versuchsbericht Dr. Krönig). Bei 23,5 - 24,0 MV und Kohledurchsatz 0,3 - 0,4 - dies entspricht etwa den jetzigen Verarbeitungsbedingungen in Wesseling - lief sich die Rheinische Braunkohle im 10 Ltr.-Ofen bei 250 atm (H_2) gut verarbeiten. Wendet man nun auf diese gleichen Verarbeitungsbedingungen einen wesentlich höheren Druck an, so erscheint es durchaus wahrscheinlich, daß die erheblich schneller fortschreitende Aufhydrierung der leichter abzubauenden Bestandteile zu einem weniger tragenden flüssigen Medium führt und außerdem die entstehenden stärker paraffinischen Öle zur Ausflockung der Asphalte beitragen. Im 10 Ltr.-Ofen wurden erst bei einem Reinkohledurchsatz von $> 0,5$ und Temperaturen von 24,5 - 24,8 MV praktisch einwandfreie Ergebnisse erzielt, wobei außerdem noch die Abschlammrückführung bis auf 75 % bezogen auf Trockenkohle gesteigert wurde.

Wenn in Wesseling Temperatur und Durchsatz nicht noch gesteigert werden können, weil die Temperatur nicht zu beherrschen ist, so müßte vor allem zunächst eine erhebliche Erhöhung der Abschlammrückführung durchgeführt werden. Damit würden zwei Dinge erreicht: erstens würde die Reaktionszone gestreckt und damit eine Temperatursteigerung ermöglicht, zweitens würde dem Ofen mehr hochmolekulare (tragende) Bestandteile zugeführt und die Strömungsgeschwindigkeit erhöht.

Da aber bei dem Umfang der Kaviarbildung in Wesseling diese Maßnahme und die geplante Einrichtung der Ofenentschlammung möglicherweise nicht ausreichen, um die Kaviarbildung zu verhindern, wäre die Verarbeitung auf teilweisen Schwerölzusatz mit einer Mischung der Kohle Mittelöl + Schweröl 1:1 in Betracht zu ziehen, wenn Einpressen und Vorheizung eine entsprechende hohe Belastung vertragen. Diese Verarbeitungsweise wurde im 10 Ltr.-Ofen bei 300 atm (H_2) durchgeführt, ohne daß allerdings die Vorteile dieser Verarbeitungsweise

wegen des niedrigen Druckes voll ausgenutzt werden konnten.
Es ist durchaus möglich, daß die Anwendung dieser Fahrweise mit den entsprechend hohen Durchsätzen und Gasmengen sowie einer auswirkenden Abschlammrückführung die Kavierbildung nicht auftritt. Hierzu wäre umgehend zu prüfen, wie sich das Schweröl am besten über fest angeordneten Kontakt weiterverarbeiten läßt.

Gez. v. Hartmann

TITLE PAGE

12. Verkrustung der Vorheizschlange an 10 Ltr.-Ofen.
Preheater coils of 10 litre furnace becoming incrusted.

Frame Nos. 479 - 485

Hochdruckversuche
Lu 558

27. 2. 1942. Bu/Pr.

Verkrustung der Verbrennschlange am 10-Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Die Überprüfung der Versuche der letzten Zeit ließ ein Bild über den zeitlichen Normalablauf der Schlangenverkrustung gewinnen (s. anl. Zeichnung).

Die Fälle unregelmäßig hoher Volumenabnahmen stellten sich zum größten Teil als Folgen plötzlichen Abstellens wegen Betriebsstörungen heraus oder waren - besonders bei Hochtemperaturteeren - durch Pumpenstörungen verursacht.

480

Einzelergebnisse.

Um ein Bild über d.. ..rmale" Verkrustung der Schlange als Bezugsmaßstab zu erhalten, wurden die -ersuche der letzten drei Jahre in dieser Hinsicht überprüft und die Volumenabnahme in Abhängigkeit von der Versuchsdauer [1] in das beiliegende Diagramm eingetragen. Hierbei zeigte sich folgendes:

1.) Einfluß der Versuchsdauer.

Betrachtet man die Versuche zur Hydrierung von Steinkohle [2] zunächst für sich und hiervon die störungsfreien Fälle, so läßt sich folgender Normalablauf der Schlangenverkrustung erkennen:

In den meisten Versuchen, die nur 7--15 Tage lang liefen zeigte die Schlange keine oder nur geringe Volumenabnahme, wenn sie nach normalem Abstellen, d.h. nach stundenlanger Spülung mit Schweröl, geliefert wurde. Aus anderweitigen Erfahrungen ist die Anschauung entstanden, daß sich bereits in den ersten Stunden eines Versuches ein den Wärmeübergang verringender Asphaltbelag auf der Innenwandung des Vorheizers ansetzt. Es ist demnach weiter zu vermuten, daß dieser Belag seine Löslichkeit in schwerem Teeröl bezw. Anreiböl durch verkokungsähnliche Reaktionen erst nach 7 - 15 Tagen verliert. Denn in den Versuchen von etwas längerer Dauer nahm das Volumen der gespülten Schlange sprungartig um rd. 15 % ab, um sich dann den weiteren Versuchen nach zu schließen in wesentlich langsamerem Zeitmaß annähernd linear um rd. 1,5 % je 10 Tage weiter zu verringern. Daraus ergibt sich, daß Versuche zur Prüfung des Aufheizverhaltens im 10-Ltr.-Ofen allermin de-

---

1) nach Abzug der Reparaturzeiten.
2) für diese liegen am meisten Unterlagen vor.

stens 3 Wochen lang [illegible] werden müssen, zumal für die beginnende Verkrustung vielleicht auch geringe Betriebsstörungen wie z.B. Pumpenausfälle von größerem Einfluß sind, da in der Prallschlange des 10-Ltr.-Ofens an der unteren Grenze des Möglichen bezüglich der Strömungsgeschwindigkeit gefahren wird. Eine Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit auf die Größenordnung des im Großbetriebsvorheizer Üblichen wird mit Sicherheit günstige Auswirkungen auf die Vorheizerverkrusturg haben. Nach sehr langer Versuchszeit, z.B. nach über 100 Tagen, hat der Kleinapparaturofen bereits derart viele Störungen hinter sich, daß die Wahrscheinlichkeit einer nachträglich nur zu vermutenden anormalen Schädigung der Schlange immer größer wird. Es ist daher trotz der noch langer Fahrzeit erhaltenen Werte nicht anzunehmen, daß sich das Zuwachsen der Schlange nach einiger Zeit wieder beschleunigt.

2.) Einfluß von Betriebsstörungen.

Plötzliches Abstellen des Ofens als Folge von Betriebsstörungen ist die häufigste Ursache für abnormale Schädigungen der Schlange. In der betrachteten Versuchszeit wurden folgende derartige Fälle festgestellt (die laufende Nr. stimmt mit der auf der Zeichnung überein):

Lfd.Nr.	Ofen	Tag	Abstellgrund
1	421	30.10.40	Ofen undicht
2	421	22. 5.41	" "
3	451	11. 3.40	Gasausgang verstopft
4	451	19.10.40	Ofen undicht
5 1)	451	4. 5.41	" "
6	451	9. 9.41	Rührer defekt; Abschlammventil verstopft.

1) Die Schlange war zu 96 % verstopft.

Bei unvorhergesehenem plötzlichen A... ...en, wobei nicht Zeit bleibt, die Schlange genügend lange mit Schweröl zu spülen, und außerdem bei noch hoher Temperatur und niedrigem Druck Stauungen im Durchfluß eintreten können, sind Reaktionen, die letzten Endes nur Verkokung führen, demnach die Regel. Es erscheint jedoch prüfungswert, ob es gelingt, in solchen Fällen durch noch sorgfältigeres Spülen mit besonders geeigneten Lösungsmitteln den beim Abstellen entstandenen Teil der Schlangenkrusten wieder zu entfern... ...lls es noch nicht zu Koks ge- ...und dadurch in einer Reihe von Fällen über den Zustand der Schlange, wie er unmittelbar vor dem Abstellen bestand, ...sse Anhaltspunkte zu gewinnen. Die Schlange soll deshalb in Zukunft nach dem ersten Litern mehrere Stunden mit heißem Kresol gespült und danach erneut gelitert werden. Nach den bei der Druckdestillation gemachten Erfahrungen liefert die Behandlung mit Kresol vergleichbare Resultate.

Es werden auch Vorrichtungen zur raschen Abkühlung de... ...eisschlangen bei plötzlicher Abstellung des Ofens erwogen.

Vorwiegend Pumpenstör... ...en Anlaß vermutlich in den folgenden 3 Fällen bei der Verarbeitung von Hochtemperaturteer zur Schädigung der Eisschlange geführt.

Lfd.Nr.	Ofen	Tag	Abstellgrund und Ursache
7	411	16.1.40	Normal abgestellt. Neben Pumpenstörungen zeitweise hohe Temperaturbelastung der Schlange (S. 24,5 MF), sowie Rückführung von Schleuderrückstand aus Abschlamm.
8 1)	411	8.3.41	Schlange verstopft, wohl nur örtlich, da Eingang und Ausgang sauber waren. Fast jeden Tag haben Pumpenausfälle stattgefunden.
9 1)	411	9.5.41	Schlange verstopft; Volumenabnahme 53 % nach 58 Tagen. Ursache vermutlich einige Pumpenstörungen. Bereits am 20.3.41 war die Druckdifferenz in der Schlange aufgetreten.

1) nicht auf der Zeichnung enthalten.

Steinkohlenhochtemperaturteer sowie Mischungen mit Steinkohlenteerpech lassen sich erfahrungsgemäß in den Preßpressen der Kleinapparatur häufig sehr schlecht pumpen, da die Packungen infolge der Zähigkeit des Einspritzproduktes oft undicht werden.

Verstopfungen der Aufheizschlange können auch durch örtliche Überhitzung im Luftbad verursacht werden, z.B. bei Störung der Luftumwälzung oder bei Erzschluß durch vor kommendes Eisen. Derartige Fälle, die bei den Verkrustungen Nr. 8 und 9 auch in Erwägung gezogen wurden, sind schwer mit Sicherheit festzustellen.

3.) Einfluß des Rohstoffes.

Hochtemperaturteer aus Steinkohle ergab bei störungsfreier Verarbeitung etwa die gleiche Normalverkrustung der Vorheizschlange wie Steinkohle. Auch Mischungen aus solchen Teeren mit Steinkohle scheinen sich ebenso zu verhalten.

Unterlagen von der Verarbeitung anderer Rohstoffe reichen z. Zt. noch nicht zur Beurteilung der Vorheizerverkrustung aus. Die Entwicklung der Temperaturdifferenz S./M. weist auf die an sich zu erwartende Temperaturempfindlichkeit des Steinkohlenschwelteeres hin, die sich durch Zufahren des Teeres zu Steinkohle anscheinend mildern läßt.

484

4.) Einfluß der Fahrweise auf den Kontakten.

Durch ungünstige Fahrweise wurden Vorheizschlangen in folgenden Fällen geschädigt:

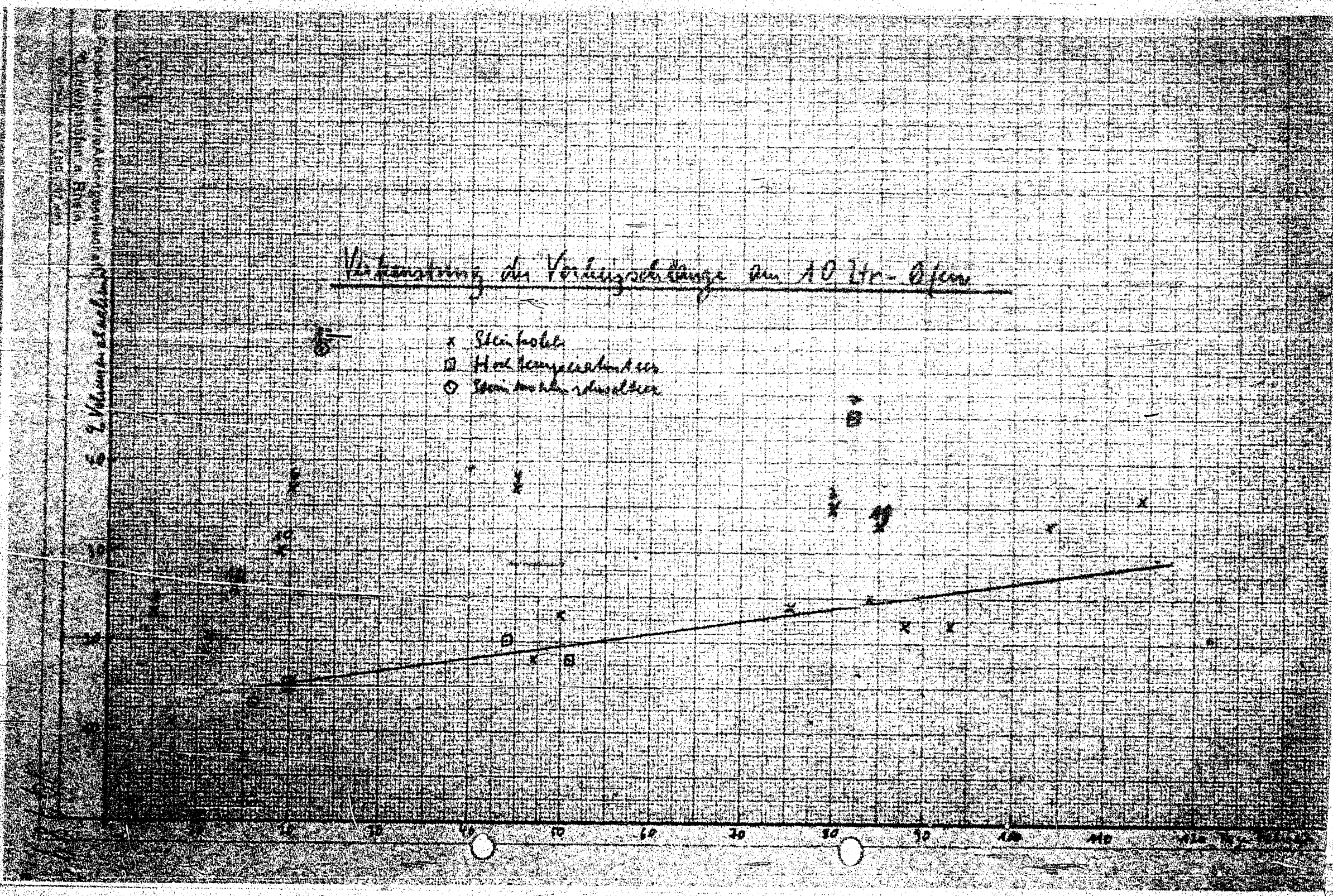
Lfd.Nr.	Ofen	Tag	Abstellgrund und Ursache
10	411	1.5.39	Normal abgestellt. Beim Fahren von Steinkohle wurde das Anreiböl getoppt und dabei offenbar zu stark eingedickt.
11	451	15.9.41	Normal abgestellt. Bei der extrahierenden Hydrierung von Steinkohle war bei hohen Temperaturen bei 600 und 300 atm mit wenig Gas (x 0,2) gefahren worden. Es wird vermutet, worauf auch das Zugehen des Vorheizers von Ka 804 hinweist, daß diese Fahrweise Überhitzungen bei der Aufheizung besonders wenig verträgt. Gelegentliche Ausfälle der Breipressen mögen die Verkrustung der Schlange noch beschleunigt haben.
12	411	23.10.39	Normal abgestellt. Steinkohle wurde mit offenbar ungeeignetem Kontakt ($ZnS + MoO_3$) hydrierend verarbeitet. Im Anfang des Versuches ereigneten sich überdies viele Pumpenstörungen.
13	411	10.8.40	Abgestellt wegen Druckdifferenz in der Schlange. Der Kontakt (Al_2O_3 + 6 % MoO_3) hatte sich aus dem Steinkohlenschwelteer abgesetzt.

Zwischen dem Fahren von Steinkohle auf Benzin + Mittelöl und dem auf Schwerölüberschuß ist kein Unterschied zu erkennen.

Da bisher auf den Vorheizerumbau zur Beurteilung eines Rohstoffes oder einer Fahrweise kein so großes Gewicht gelegt wurde, sind häufig S. langen zu zahlreichen verschiedenartigsten Versuchen benutzt worden, ohne zwischendurch auf ihre Volumenabnahme geprüft worden zu sein. In diesen Fällen ist es nicht möglich, aus dem Endzustand einwandfreie Erkenntnisse zu ziehen. In Zukunft soll nach jeder in sich abgeschlossenen Versuchsreihe die Vorheizschlange geliftet werden.

gez. Hupfer

Veränderung der Verbrennungsräume im 40 Ltr.-Ofen



TITLE PAGE

13. Nachtrag: Verarbeitung von Scholvener Abschlamm in Sumpfphase bei 600 atm im 1, 5 Ltr.-Ofen.
Supplement: Processing of "Scholven" sludge in "Sumpf" phase at 600 atm in 1.5 liter furnace.

Frame Nos. 486 - 489

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 2. 1942. Ru/Pf

486

Nachtrag zum Bericht 19 946 1 v. 25.11.41 :

Verarbeitung von Scholvener Abschlamm in Sumpfphase bei 600 atm im 2,5 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Es werden Daten über die Vorhydrierung und Benzinierung des bei obiger Verarbeitung erhaltenen wasserstoff- und phenolarmen S-Mittelöles mitgeteilt. Bei 250 atm wird über Kontakt 8375/6434 ein Benzin von praktisch gleichem Naphthen- und unwesentlich höherem Aromagehalt verglichen mit Mischbenzin aus Vorhydrierungs- und Benzinierungsstufe (8376/6434) der Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl erhalten, das in der Oktanzahl um 1,5 Einheiten besser ist. Der Unterschied würde sich bei Hinzumischen der zugehörigen Sumpfbenzine noch erhöhen.

Die Verarbeitung des bei 600 atm, 25 MV und Durchsatz Frischprodukt : Schwerölrückführung : Abschlammrückführung wie 0,3 : 0,3 : 0,6 kg/Ltr. Ofenvol. u. Std. aus Scholvener Abschlamm (P 1495) erhaltenen Mittelöles durch Vorhydrierung und Benzinierung bei 250 atm ist in der angehängten Tabelle der gleichen Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl gegenübergestellt. Fahrbedingungen und Produkteigenschaften sind der Tabelle zu entnehmen. Die Versuche wurden von Dr. Peters in einem 200 ccm-Vorhydrierungs- bezw. 50 ccm-Benzinierungsofen durchgeführt.

Vorhydrierung mit K 8376 (akt. Tonerde, W, Ni): Bei 20 MV wurde zunächst ein Anilinpunkt von etwa + 10° im Anfall erhalten. Die Temperatur wurde daraufhin mehrfach bis auf 21,3 MV erhöht, wobei sich bei stärker schwankenden Einzelwerten folgende Werte ergaben:

Ofentemperatur	MV	20	20,5	21	21,3
Anilinpunkt des Anfalls	°C	10	19	?	30
Spez. Gew.	bei 20°C	0,904	0,906	0,894	0,892

Der Vorhydrierungsanfall enthielt entsprechend dem äußerst niedrigen Phenolgehalt des S-Mittelöles nur 4 % - 150°, die nicht abgetrennt wurden. Die Vergasung in der Vorhydrierungsstufe wurde nicht bestimmt;

19 946/1

nach der am Ofen anfallenden Produktmenge liegt sie jedenfalls unter 2 %; vermutlich ist sie sogar etwas niedriger als bei der Verarbeitung von normalem Scholvener S-Mittelöl. Der gesamte Vorhydrierungsanfall einschließlich der schwächer aufhydrierten Anteile der 20 MV-Periode wurde gemischt und nach Wäsche mit 10%iger H_2SO_4 zur Entfernung von eventuell gelöstem NH_3 benzinisiert.

Die in der Tabelle aufgeführten Vergleichsdaten zur Vorhydrierung wurden mit einer Probe der gleichen Kontaktcharge im 1 Ltr.-Ofen gewonnen und sind wie die Vergleichsdaten zur Benzinierung dem Bericht 19 867 i von Dr. Reitz vom 20.1.42 entnommen.

Benzinierung mit K 6434: Die Benzinierung wurde bei 20 MV zunächst im geraden Durchgang angefahren. Die Benzinkonzentration im Abstreifer war mit 54 % - 150° geringer als bei der Benzinierung von normal vorhydriertem Steinkohleverflüssigungsmittelöl, stimmt aber überraschend gut überein mit dem Wert, der aus Kurvenblatt 3 von Ber. 19 867 i zu entnehmen ist, auf welchem die % - 150° im 6434-Abstreifer in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des 6376-Vorhydrierungsmittelöls für verschiedene Temperaturen des 6434 gezeichnet wurden. Eine überschlägige Rechnung zeigt, daß trotz der geringeren Benzinleistung der Wasserstoffverbrauch pro Kontakt- und Zeiteinheit bei dem hier verarbeiteten wasserstoffarmen Mittelöl eher noch größer ist als bei normal vorhydrierten wasserstoffreichen Mittelölen und daß der Kontakt daher eine mindestens ebensogroße „Arbeit" geleistet hat wie bei der Benzinierung wasserstoffreicher Öle. Es liegt nahe, den Leistungsabfall bei der Benzinierung H_2-ärmerer Öle mit dem höheren spezifischen Wasserstoffverbrauch bei diesem in Verbindung zu bringen.

Da die % - 100° im 6434-Benzin noch etwas knapp waren, wurde die Temperatur später auf 20,3 MV erhöht bei gleichzeitigem Einsatz von Mittelölrückführung (zunächst 33, später 50 %). Das C-Mittelöl hatte bei 20 MV Anilinpunkt + 35° und spez. Gewicht 0,864, bei 20,3 MV+Rückführung Anilinpunkt + 39° und spez. Gewicht 0,844. Die Benzinuntersuchung in Tabelle 1 bezieht sich auf das Sammelbenzin der Gesamtfahrperiode. Die Teste dieses Benzins (H_2SO_4, Doktor, Cu-Streifen) waren einwandfrei.

Vergleich der Qualitäten des erhaltenen Benzins und von 7946/6434-Benzin aus Scholvener S-Mittelöl: Das hier aus P 1495-S-Mittelöl erhaltene Benzin hat eine sehr ähnliche Zusammensetzung wie das Mischbenzin aus Vorhydrierungs- und Benzinierungsstufe der Verarbeitung von Scholvener Mittelöl (gleicher Naphthengehalt, 4 % mehr Aromaten und entsprechend weniger Paraffine) und eine um 1 Einheit bessere Oktanzahl. Unter Berücksichtigung der geringen Verschiedenheit der Siedekurven der hier gegenübergestellten Benzine ergibt sich, daß das Benzin aus P 1495 bei gleicher Siedekurve sogar 1,5 O.Z.-Einheit besser und wahrscheinlich auch noch von besserer Qualität als das reine 6434-Benzin aus P 1271 ist. Ob die Vergasung bei dem Benzin aus P 1495 tatsächlich niedriger ist, wie es nach den hier mitgeteilten Zahlen den Anschein hat, ist nicht sicher, da Kontrollbestimmungen fehlen. Zu dem Wert von 15,2 % wäre noch die Vergasung der Vorhydrierungsstufe hinzuzufügen.

Gemeinsam mit

Dr. Peters
" Donath
" Günther
" Dehn.

gez. Reitz

Verarbeitung von P 1495-S-Mittelöl				Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl zum Vergleich			
		Vorhydrier	Benzinier.		Vorhydrier	Benzinier	
Kontakt		8376 Fall 4-8	6434		8376 Fall 4-1	6434	
Ofen / Blatt		17(4464a)	12(4479)		315	6/4289	
Volumen ccm		200	50		1000	50	
Datum 1942		9.-13.1.	21.-31.1.		29.9.41	3./4.10.41	
Betr.-Stunden		52-172	0-260		312	240	
Druck atm	Ausg.-material P 1495-S-Mittelöl v. Ofen 424 v. 9.11.41	250	250	Ausg.-material P 1271 red. v. 28.7.41	250	250	Mischbenzin aus Vorh. + Benz. (3:4:85)
Temp. MV		20-21,3	20-20,3		22	19,5	
Durchsatz kg/l/Std.		0,8	1,5		0,8	1,5	
% Frischöl		100	100/67/50		100	100	
Ohm Gas/kg Öl		3	2,7		3,1	2,7	
% P 471		0,4	0,75		0,4	0,75	
Benzinkonzentr. % - 150°		4	52-60		11,6	62	—
Leistung		0,03	0,65-0,7		0,09	0,84	—
Verg./Bl + V.			15,2			21	20
Benzin: Cl-frei							
Spez.Gew. 20°C			0,741		0,770	0,729	0,735
A.P. I/II °C			+43,8/51		+ 38	+ 50/53	+48/52
Siedebeginn			55		89	45	45
% - 70			3		—	10	8
% - 100			52		19	60	54
% - 150			96,5		96	—	98
Endpunkt °C			157/98,5		155/98,5	145/98	150
Gasverlust %			0,5		—	1,0	—
Anal.: Paraffine			33,5			42	38
Naphthene			56,5			53	56
Aromaten			9			4	5
Ungesätt.			1			1	1
Jodzahl			0,7			0,6	—
O.Z. M.M.			75,2			75,5	74
M.M.+0,12 Pb			92,3			93	91,5
B-M-Öl: Spez.Gew.	0,979	0,890		0,972	0,866		
A.P. °C	-43	+ 27		-11,5	+46,5		
Siedebeginn °C	224	122		185	164		
% - 200	—	15		3	16		
% - 250	20	42		42	61		
% -300	83	91		84	97		
Endpunkt °C	335/98	325/99		322/99	305/98,5		
Phenole	1,6	—			0,02		
Stickstoff	0,58	0,009			0,008		

TITLE PAGE

14. Prüfung von Brüxer Grude als Kontaktträger.
Testing Brüx embers as catalyst carriers.

Frame Nos. 490 - 491

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 2. 1942. Hu/Sf. 490

Prüfung von Brüxer Grude als Kontaktträger.

Alkalisierte Eisen-Grude-Kontakte auf Basis von Grude Charge 12 aus Leuna und von „aktivem Generator-Flugstaub" aus Brüx wurden bei der hydrierenden Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl von Brüxer Teer (P 1397 v. 6.11.41), der - 350° getoppt worden war, im 10-Ltr.-Ofen miteinander verglichen. Die Fahrbedingungen waren fast genau die gleichen.

Wie die anliegende Tabelle zeigt, wurden mit dem Kontakt aus Brüxer Grude etwas ungünstigere Ergebnisse erhalten. Die Ausbeute an Benzin + Mittelöl in % vom Frischöl beträgt 83,2 gegen 84,5 bei Verwendung des Schwelkokses aus Leuna. Auch die Vergasung liegt etwas schlechter, ebenso trotz des ein wenig niedrigeren Durchsatzes der Abbau von organischen Festen und Asphalt. Demzufolge ist die Menge des zu schwelenden Abschlamm- etwas höher, was etwas größere Ölverluste mit sich bringt.

Die Nachteile der Brüxer Grude gegenüber der Grude aus Leuna sind indessen nicht allzu groß. Es sollte möglich sein, durch geeignete Auswahl oder Behandlung der Grude die Unterschiede der Kontaktwirkung zum Verschwinden zu bringen.

gez. Hupfer

1992

Prüfung von Brüxer Grude als Kontaktträger bei der Verarbeitung von getopptem Brüxer Teer auf Benzin + Mittelöl im 10-Ltr.Ofen.

Bedingungen:			
Kontakt		25 % 7685	1,5 % 8661
Träger		Leuna-Grude	Brüxer Grude
Frischöldurchsatz	kg/Ltr.Ofenvol/Std.	0,765	0,764
Temperatur	°C	476	476
Druck	atm	600	600
Gas cbm/kg Frischöl		2,5	2,5
Rückführung	Frischöl : Abschlamm	1 : 0,5	1 : 0,5
	Frischöl : Abstreifer-schweröl	70 : 30	70 : 30
Ergebnisse:			
(Bi + Mi)-Leistung	kg/St.Of.Vol./Std.	0,663	0,635
Benzin - 200° im prakt. Ölgewinn - 350°	%	23,6	21,6
Vergasung a. Bi + Mi + Verg.	%	11,6	12,8
Abbau des org. Festen	%	100	94,3
Asphaltabbau	%	98,8	97,7
Neuabschlamm a. Frischöl	%	10,6	14,0
Ofen		451	451
Tag 1942		10.u.14.1.	19.1.

TITLE PAGE

15. C-H-Analysen verschiedener Produkte aus Kammer 804 Lu, gefahren mit Oberschlesischer Kohle auf Benzin und Mittelöl (August 1941).
C-H-analyses of various products from chamber 804 Ludwigshafen charged with Upper Silesian coal for gasoline and middle oil (August 1941).

Frame No. 492

Hochdruckversuche
Lu 558

24.Februar 1942 Sta/Sv

492

C-H-Analysen verschiedener Produkte aus Kammer 604 Lu. **gefahren** mit Oberschlesischer Kohle **auf Benzin und Mittelöl** (August 1941).

	% C	% H	g H/100 g C
Abschlammöl (entfestet)	89,83	7,01	7,80
Abstreiferschweröl	89,57	8,12	9,07
Schleuderöl (entfestet)	90,45	7,45	8,24
Öl aus Schleuderrückstand (entfestet)	90,46	7,42	8,20
Schwelöl	90,25	5,86	6,49
Anreiböl (entfestet)	91,05	7,36	8,08
Abstreifermittelöl	87,06	9,68	11,14

Reihenfolge nach steigendem g H/100 g C:

Schwelöl	6,49
Abschlammöl	7,80
Anreiböl	8,08
Öl aus Schleuderrückstand	8,20
Schleuderöl	8,24
Abstreiferschweröl	9,07
" mittelöl	11,14.

gez. Schiffmann

TITLE PAGE

16. Über die Verarbeitung von Scholvener Kohle (Zweckel-Kohle) mit Eisenkontakten und Chlor.
Processing Scholven coal (Zweckel coal) with iron catalysts and chlorine.

Frame Nos. 493 - 495

Hochdruckversuche
Zm 559

11. 2. 1942. v.Stm/Pr.

(10) 1 Durchschlag
für
R
15

Über die Verarbeitung von Scholvener Kohle (Zwackel-Kohle) mit Eisenkontakten und Chlor.

Im Anschluß an die Versuche zur Verarbeitung von Scholvener Kohle der Zwackelgrube bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl und auf Benzin und Heizöl wurde ein kurzer Versuch durchgeführt, diese Kohle bei 250 atm mit Eisenkontakten (Eisensulfat und Bayermasse) und Chlor (Ammonchlorid) auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten. Es sollte sich nur um einen kurzen orientierenden Versuch handeln, der unmittelbar an den Heizölversuch angeschlossen werden sollte, und der deshalb in der Versuchsdauer schon auf maximal 8 Tage begrenzt war, da keine Neutralisationsmöglichkeit vorhanden war.

Um nun in der kurzen Zeit von etwa 8 Tagen (der Verarbeitung mit Chlor) ein möglichst einwandfreies Ergebnis zu erzielen, wurde der Ofen zunächst bei 600 atm ohne Chlor auf Benzin und Mittelöl gefahren, nach 3 Tagen, als der Ofen also wenigstens hinsichtlich der Siedekurve des Rücklauföls einigermaßen im Gleichgewicht war, wurde auf 250 atm umgeschlossen, die Temperatur etwas zurückgenommen und zu den Eisenkontakten 1,15 % Ammonchlorid zugegeben. Zwei Tage wurde mit ziemlich hohem Durchsatz (0,47) gefahren, um den Ofen künstlich schlecht zu machen, und versucht mit vermindertem Durchsatz den Ofen ins Gleichgewicht besonders hinsichtlich der Asphalte zu bringen. Auf diese Weise wurde erreicht, daß die erhaltenen Ergebnisse bestimmt nicht günstiger waren, als sie bei gleichbleibenden Fahrbedingungen und längerer Versuchsdauer erhalten worden wären. Der Versuch zeigt also mit großer Sicherheit, daß sich Steinkohle bei 250 atm mit Eisenkontakten und Chlor verarbeiten läßt, ohne daß eine Gefährdung des Ofens oder eine anwachsende Verschlechterung der Rückstandsaufarbeitung zu erwarten ist.

In der nachfolgenden Tabelle sind die wichtigsten Zahlen dieses Versuches früheren Versuchen mit einer anderen Scholvener Kohle gegenübergestellt. Ein Vergleich dieser Zahlen, der die geringen Unterschiede der Verarbeitungsbedingungen berücksichtigt, zeigt, daß hinsichtlich Leistung und Vergasung die Eisenkontakte den Teeren nicht nachstehen. Zwar ist die Leistung in dem vorliegenden

1990

Fall mit Eisen etwas niedriger, aber der Durchsatz könnte sicher noch um etwa 10 % gesteigert werden. Auffallend ist der Unterschied des mit Benzol bestimmten Abbaues. Während bei beiden Versuchen mit Zinn der mit Benzol bestimmte Abbau über 95 % beträgt, liegt er bei dem Versuch mit Eisen nur bei 91 %. Dagegen liegen die Asphalte bezogen auf Reinkohle bei den Zinnversuchen bei 14 % und 17 %, bei dem Eisenversuch nur bei 8 %. Hieraus muß geschlossen werden, daß bei der Verwendung von Eisenkontakten und Chlor eine andere Art des Kohle-Abbaues stattfindet, bei der durch Benzol ein Teil der asphaltartigen Bestandteile als Festes bestimmt wird. Hierfür gibt die Tatsache einen Hinweis, daß hier die Differenz der Festebestimmung im Abschlamm mit Benzol gegenüber der mit Tetralin-Kresol besonders hoch ist. (Es wurden mit Tetralin-Kresol nur 70 % von dem Festen mit Benzol gefunden.) Die Frage konnte bei der Kürze des Versuches nicht genauer verfolgt werden. Die Rückstandsaufarbeitung hat jedenfalls trotz des hohen Benzolfesten im Abschlamm von über 30 % keinerlei Schwierigkeiten gemacht.

gez. v. Hartmann

Tabelle.

Tabelle 1

Kohle	1101 v. 30.9.38		1216 v. 8.9.41
Asche	4,60		4,25
bez. a. Reinkohle			
% C	82,8		83,2
% H	5,2		5,3
% O	10,5		8,9
% N	0,5		1,5
% S fl.	1,02		0,96
% S ges.	0,96		1,13
Cl	—		0,2
Flüchtiges	37,4		36,6
Urteer	13,8		14,1
Verarbeitungsbedingungen:			
Druck (Nullgas)	250	250	250
Temperatur °C	460	462	462
Kontakt	0,06 % Snox	0,06 % Snox	1,2 % $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ aufgetränkt
	1,15% NH_4Cl	coll. z. Brei	1,5% Bayermasse
	coll. z. Brei	1,15% NH_4Cl	1,15% NH_4Cl
		i. Ofen unten	coll. z. Brei
Durchsatz (RK)	0,441	0,39	0,24
m³ Gas/kg RK.	4,05	3,7	4,2
Anreiböl			
% A	6,5	12,5	9,2
% - 325	10,9	8,5	5,6
% Asphalt	9,8	10,2	8,3
Anreibung	1:1	1:1	1:1
Kohle : Abschlamm	1 : 0,3	1 : 0,3	1 : 0,4
Ergebnisse:			
Abbau (Benzol)	96	97	91
% Anreibeölüberschuß	29,6	32,0	- 5,2
% Leistung	0,21	0,19	0,16
% Vergasung	26,4	23,9	24,7
% Asphalt a. RK.	14,1	17,8	8,3
Im Ölgewinn % - 135	12,5	—	—
- 200	—	32,4	30,9

TITLE PAGE

17. Uber die Anwendung sehr hoher Durchsätze bei der Verarbeitung von schlesischer Kohle auf maximalen Schweröl-Überschuss.

Applying very high thru puts in processing Silesian coal for maximal excess of heavy oil.

Frame Nos. 496 - 499

Hochdruckversuche
v.Rtz/Lu 558

16. Januar 1941/Fr. 496

Über die Anwendung sehr hoher Durchsätze bei der Verarbeitung von schlesischer Kohle auf maximalen Schwerölüberschuss.

In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse gegenübergestellt, die bei der Verarbeitung von schlesischer Kohle der Heinitzgrube [1]) mit verschiedenen Durchsätzen erhalten wurden. Die wichtigsten Verarbeitungsdaten sind auf nachfolgender Kurventafel graphisch als Funktion des Durchsatzes aufgetragen. Aus dieser Gegenüberstellung ergibt sich, dass - wie die Kurven besonders deutlich veranschaulichen - eine Erhöhung des Durchsatzes über ca. 0,85 kg/Ltr./Std. hinaus nicht günstig ist. Zwar nimmt die Vergasung mit zunehmendem Durchsatz trotz der höheren Temperatur mehr als linear ab, jedoch nimmt die Leistung auf Grund des schlechteren Abbaues nicht mehr entsprechend zu und die höhere Temperatur reicht nicht aus, um die durch die Durchsatzerhöhung hervorgerufene Verschlechterung des Asphaltabbaues auszugleichen. Dazu kommt, dass sich das Benzin : Mittelölverhältnis mit zunehmender Temperatur zum Benzin - also in der unerwünschten Richtung - verschiebt (bis zum extremen Verhältnis 2 Teile Benzin -200°C zu 1 Teil Mittelöl 200-325°C). Auch der Schweröleberschuss steigt, verursacht durch die hohe Mittelölkonzentration des Anreibeöls.

[1]) K 1197

auf über 55 % an. Zieht man in Betracht, dass der Festgehalt des Anreibeöles im 10 Ltr.-Ofen beim Durchsatz 1 bereits bei 9 % liegt und der Abbau auf 93 % sinkt, so muss man schliessen, dass dieser Durchsatz, ganz abgesehen von den technischen Schwierigkeiten der Strömungswiderstände etc. im Grossen nicht durchführbar sein wird.

Bei dieser Art der Verarbeitung dieser Kohle ist die Verschwelung des Schleuderrückstandes im Kugelofen nicht möglich. Dies ist, wie bereits früher ausgeführt [1]), weniger in der Quantität als in der Qualität der Asphalte begründet. Auch die hohe Temperatur reicht bei entsprechend erhöhtem Durchsatz - entgegen der seinerzeit geäusserten Vermutung (Anmerkung am Schluß des genannten Berichtes) - nicht aus, um die Verwendung des Kugelofens zu ermöglichen.

Es wird zur Zeit ein Versuch durchgeführt, die Kohle bei hoher Temperatur (ca. 476°C = 25 MV) und vermindertem Durchsatz (0,85) zu verarbeiten (vgl. Zusammenstellung vom 16.12.40, S. 3). Dieser Versuch scheint bei zwar etwas höherer Vergasung zu guten Ergebnissen zu führen und gestattet die Verwendung des Kugelofens in der Rückstandsaufarbeitung.

Es bedarf der Prüfung, ob andere Kohlen bei ihrer Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuss Ähnliches Verhalten zeigen oder ob dieses in diesem Falle durch den besonderen Charakter dieser schlesischen Kohle (vgl. gen. Zusammenstellung Seite 3 unten) bedingt ist.

gez. v.Hartmann.

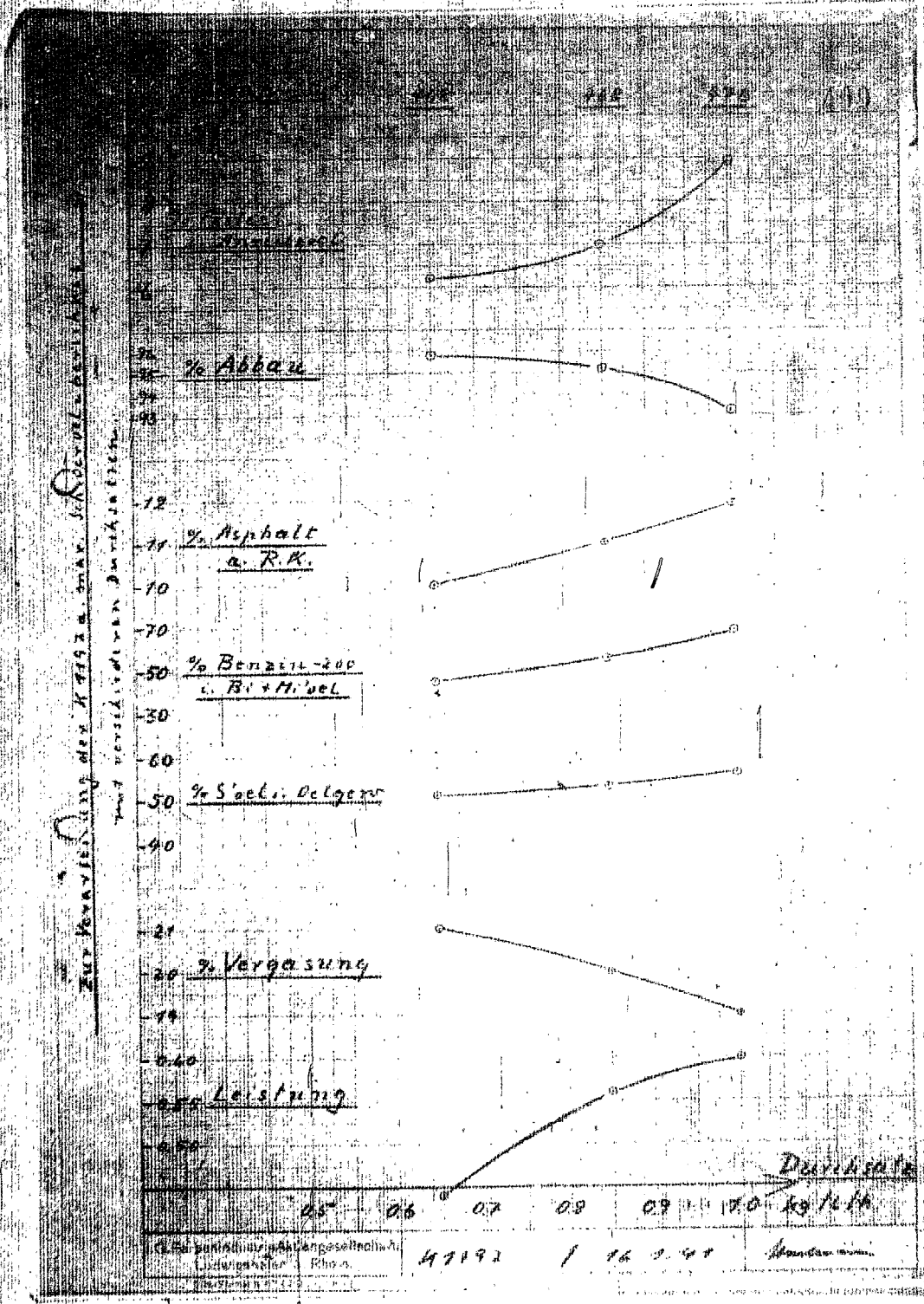
---

1) vgl. Zusammenstellung vom 16.12.40 (178921)

Anlagen:
1 Tabelle
1 Kurvenblatt

Tabelle.

Kohle Nr., Datum	K 1197 vom 25.6.1940 (Heinitzgrube)		
% C		81,3	
% Wasser in Rohkohle			2,0
% Asche in Trocken-Kohle			2,8
Anreiböl: Art	Schleuderöl aus Abschlamm + Mittelöl		
Anreiböl:	65 : 35	60 : 40	60 : 40
% Festes	6,2	7,0	8,9
% a-Asphalt	7,7	6,9	8,2
% -325°C	49	52	56,0
Anreibung		1 : 1	
Kohle zu Abschlamm		1 : 0,5	
Kontakt	1,2 % $FeSO_4$, 1,5 % geschwefelte Bayermaasse, 0,5 % Natriumsulfid		
m^3 Gas/kg RK	3,9	3,9	3,8
Temperatur °C	468	468	476
Durchsatz (RK)	0,65	0,85	0,97
Abbau %	95,8	95,2	93,2
im prakt. Ölgewinn % -200°C	22	26	30
% 200-325°C	27	21	14
% >325°C	51	53	56
% Anreiböl-Überschuss	8,0	8,0	8,0
% Festes i. Abschlamm	18,7	22,0	25,2
% Asche a. RK	10,0	11,0	11,9
% Asphalt im festefreien Rückauföl	8,3	8,6	9,7
Leistung (prakt. Ölgewinn)	0,44	0,56	0,60
Vergasung/pr. Ölgew. + Verg.	21	20	19
Ofen	451	451	451
Datum	1./4. 12.40	9./14./18. 11.40	15./24./28. 12.40


% Asphalt a. R.K.
% Benzin-Lös. i. Bit + Hi. bel.
% Verg asung
Druck at
0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1,0 kg/cm²
41192

TITLE PAGE

18. Verarbeitung von Schlesischer Kohle "K 1174." "Castellengo-Abwehr" auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm in 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian coal "K 1174" "Castellengo - Abwehr" to gasoline and middle oil at 600 atm in 10 litre furnace.

Frame Nos. 500 - 534

500

1 Gruppe A.

(13)

W. Kaenig, G.D. v.Hartmann und H. Hupfer

Verarbeitung von

Schlesischer Kohle „K 1174"

„Castellengo - Abwehr"

auf Benzin und Mittelöl bei 600 at

im 10 Ltr.-Ofen.

10. Januar 1941/Pr.

Schlesische Kohle „K 1174"

vom 2.10.1939.

Mischung 1 : 1 von Nusskohlen der Gruben „Castellengo" (25/10 mm) und „Abwehr" (20/10 mm) der Gewerkschaft Castellengo-Abwehr, Gleiwitz, in Schlesien mit $CaCl_2$ entascht.

Zusammenfassung:

Die Kohle - deren Hydrierverhalten untersucht werden sollte, da sie für das Werk Blechhammer in Betracht gezogen wurde - wurde zunächst ohne besondere Vorbehandlung - wie Gelsenbergkohle - verarbeitet. Wegen der unbefriedigenden Resultate wurde im Hinblick auf die hohe Alkalität der Kohle zur Vorbehandlung durch 90 %ige Neutralisation mit Schwefelsäure übergegangen. Mit neutralisierter Kohle wurden einige kurze Versuche über den Einfluss

1. der Temperatur
2. der Abschlammrückführung
3. der Rückführung von Schleuderrückstand

durchgeführt.

Die Analyse der Kohle (vgl. Tabelle 2) lässt bereits erwarten, dass sie sich trotz gleichen C-Gehalten bei der Hydrierung ungünstiger verhalten würde als Gelsenbergkohle. Der

Gehalt an disponiblem Wasserstoff ist geringer und der Sauerstoffgehalt ist merklich höher. Auch der geringere Chlor- und Schwefelgehalt kann etwas von nachteiligem Einfluss sein. Darüber hinaus sind Flüchtigengehalt und Urteerausbeute bei dieser Kohle kleiner als bei Gelsenbergkohle und auch die Aschezusammensetzung - die Kohle hat, wie bereits erwähnt, eine höhere Alkalität - ist mit weniger Eisen und erheblich höherem Calciumanteil als ungünstig anzusehen.

Erwartungsgemäss lieferte die Kohle dementsprechend keine befriedigenden Hydrierergebnisse. In der nachfolgenden kleinen Tabelle sind die wichtigsten Ergebnisse, wie sie mit nicht-neutralisierter Kohle erhalten wurden, denen der Gelsenbergkohle gegenübergestellt. [1])

Kohle	Heinitzgrube Oberschlesien	Gelsenberg
Temperatur °C	470	468
Abbau %	95,4	96,1
Leistung	0,26	0,27
Vergasung %	28,9	24,7
% Asphalt a.RK	10,0	7,4

[1]) Für diesen Vergleich wurde Bilanz 2 (vgl. Tabelle 1) herangezogen. Der Versuch kann hier, wie die Daten des Anreibeöls zeigen, als weitgehend im Gleichgewicht betrachtet werden. Leider kann keine bestimmte Aussage darüber gemacht werden, ob die Verschlechterung bei den nächsten beiden Versuchsauswertungen - Bilanz 3 und 4 - durch eine weitere Verschlechterung in der Qualität des Anreiböls, die mit der Quantität des Festen und der Asphalte nicht erfasst wird, hervorgerufen ist oder durch die Erhöhung der Rührer-Tourenzahl. Beide Einflüsse wurden bei anderen Versuchen als zu einer Verschlechterung (besonders in der Vergasung) führend beobachtet.- Jedenfalls können unter diesen mit Verarbeitung von Gelsenbergkohle vergleichbaren Bedingungen gar keine günstigeren Ergebnisse erwartet werden.-

Der Vergleich dieser Zahlen zeigt, dass diese Kohle in ihren Hydrierergebnissen hinsichtlich Vergasung und Asphaltabbau wesentlich schlechter ist als Gelsenbergkohle. Dieser Unterschied ist erheblich grösser als sich auf Grund des Unterschiedes der Kohle-Analysen erwarten liess. Es scheint sich bei schlesischen Kohlen [1]) doch darum zu handeln, dass eine andere Art der Inkohlung als im Ruhrgebiet dazu führt, dass Kohlen mit einem gleichen C-Gehalt wie Ruhrkohlen einen Lettenartigen Charakter haben [2]) und daher zu schwerer spaltbaren Abbauprodukten führen.

Der Versuch, diese schlechten Ergebnisse durch Neutralisation der Kohle zu verbessern, führte zwar zu einer geringen Verbesserung in der Leistung, ergab jedoch noch keinen merklichen Unterschied gegenüber der Verarbeitung nicht neutralisierter Kohle. Dieser Versuch gibt jedenfalls keinen eindeutigen Anhaltspunkt dafür, dass die Neutralisation der Kohle einen ausreichenden Vorteil bringt.

Ein kurzer Versuch hinsichtlich des Temperatureinflusses, mit dem durch Senkung der Temperatur unter Verzicht auf Leistung eine Erniedrigung der Vergasung erzielt werden sollte, zeigte, dass - wenn bei sonst gleichen Fahrbedingungen das

---

1) Vergl. Zusammenstellung vom 15.Novbr. 1940 Nr. 17 8011 (Oberschlesische Kohle der „Gräfin Johanna-Grube").

2) Der Inkohlungsgrad (nach Wiebach) dieser Kohle ist 0,586, ist also höher als der der Gelsenbergkohle mit 0,566 - doch zeigt dieses Maß des Inkohlungsgrades nicht immer einen klaren Zusammenhang mit der Hydrierbarkeit.

[illegible] Ausnahme [illegible], so kann man in Übereinstimmung mit den [illegible] Verallgemeinerungen [illegible] Verbindungen [illegible] Beziehungen [illegible] Äpfel [illegible] Tatsache [illegible] Verwendung [illegible] werden, daß diese auf verschiedene Änderungen der Temperatur unempfindlich sind. Es wurde dies darauf zurückgeführt, daß man sich bei diesen Ketten [illegible] einer gewissen Endlichkeit der Anzahl der in einem Lösungsmolekül befindlichen Atome [illegible] [illegible] [illegible]

Versuchsanordnung:

Gasvorwärmer: Abwärtsschlange 6 x 13 x 5000, N 8 (190 ccm) in elektrisch beheiztem Luftbad.

Gas- und Dreiaufheizung: Auf- und abwärts-Dreischlange 10 x 23 x 12 800, N 8, (975 ccm gefüllt) in elektrisch beheiztem Luftbad mit Luftumwälzung. Von hier durch elektrisch beheizte 10er Leitung aufwärts zum Ofen.

Ofen: 70 x 140 x 3 500, N 8, elektrisch beheizt, mit auf- und abgehendem Ringschaufelrührer, Strömung aufwärts, gefüllter Reaktionsraum 7,36 Ltr. Vom Ofen durch elektrisch beheizte 10er Leitung abwärts zum Abscheider.

Abscheider: 70 x 140 x 2 700, N 8, elektrisch beheizt, ohne Förderschnecke, Strömung aufwärts, mit drehendem Schmetterrührer, Standmessung mit Standschauglas.

Abschlämmen abwärts durch 2K-Ventile.

Gas und Produkt durch 10er Leitung abwärts zum Kühler.

Kühler: Abwärtsschlange 10 x 23 x 6 000, V2A; weiter abwärts- und aufwärts zum Abstreifer.

Abstreifer: 85 x 192 x 1 570, V2A, Strömung aufwärts, Standhaltung mit Standschauglas.

Gasgang: zum Rasenigturm (650 ccm) mit Glasringen, Kleinem Wasserabstreifer (5 000 ccm), dann über Dach entspannt.

Ofen 451 vom 24.10. - 6.12.39.

Versuchsverlauf [3]).

24.10.39 Nach Abschluss des Versuches, die Kohle 1113 auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten, wird 6 Stunden lang auf Öl umgestellt und während dieser Zeit die Umdrehungszahlen des Ofenrührers von 52 auf 35/Min., des Abscheiderrührers von 26 auf 15/Min. vermindert.

Die Kohle 1174 enthält weniger Asche als die vorher gefahrene K 1113, sodass keine Absitzgefahr besteht.

Umgestellt auf Kohleöl: Kohle 1174 vom 2.10.39 geschroten, getränkt mit 1,2 % [1]) 1181 ($FeSO_4 \cdot 7$ aqu), getrocknet und gemahlen, + 1,5 % [1]) 8531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,5% [1]) 6709 (Na_2S, Sulfidrun), beide Kontakte 50 Mig in Schweröl aus Ofen 451 (Versuch mit Kohle 1113) kolloidal gemahlen zum Brei zugegeben, + Anreiböl aus K 1113 von Ofen 451 1 : 1, + Abschlamm 1 : 0,1.

Kohledurchsatz 5,0 kg/st., Gas 3 cbm/kg Kohle. Die Temperatur wird so gefahren, dass 92-102 % Neuabschlamm auf Kohle berechnet anfallen. Jedoch wurden folgende Höchsttemperaturen [2]) eingehalten: Vorheizer 24 MV, Ofen 26,5 MV, Abscheider 25,5 MV.

Aufarbeitung: Von Neuabschlamm 70 % unverdünnt geschleudert, Schleuderöl + Schweröl > 325°C aus Abstreifer = Schweröl = Anreiböl. Schleuderrückstand + Abschlammrest geschwelt, Schweröl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin -155°C, Mittelöl 155-325°C, Schweröl > 325°C.

Die neuartige Rückstandsaufarbeitung soll einige Tage lang nach einem Vorschlag von Dr. Bähr durchgeführt werden, der eine Mischung von Schleuderrückstand und Abschlamm auf ihre Eignung zur Brikettierung von Schwelkohle untersuchen will.

25.10.39 Mit eigenem Anreiböl.

26.10.39 Normale Rückstandsaufarbeitung, d.h. Gesamtneuabschlamm vorgewärmt mit Schweröl über 325°C aus Abstreifer + Schweröl geschleudert, Schleuderöl = Anreiböl, Schleuderrückstand geschwelt, Schweröl + Abstreifer zusammen destilliert wie bisher.

Die bisherige Aufarbeitung kann zwar auf Grund der kurzen Versuchszeit nicht endgültig beurteilt werden, indessen lässt das rasche Ansteigen der Gasölbeifrequenz und des Festgehaltes im Anreiböl nicht auf günstige Ergebnisse bei längerem Fahren schliessen.

---

[1]) Auf Kohle berechnet

[2]) Kiez entemperatur 440°C

[3]) siehe auch Schaubild zum Versuchsverlauf.

27.10.39 Mit dem neuen Antriebsöl, Abschlammrückführung vor auf 1:0,2, da der Ofen in der Temperatur recht unruhig liegt. Eigenes Schmieröl zur Kontaktanreitung.

Bilanz Nr. 1

28.10.39 Ab 3-Schicht Kohledurchsatz zurück auf 4,5 kg/Std., da die Abschlammprozente die obere Grenze erreicht haben.

29.10.39 Unverändert.

30.10.39 Abschlammprozente zurück auf 38-96 und, um diese einhalten zu können, Durchsatz weiter zurück auf 4,5 kg/Std., da zuviel Anreibeöl entfällt.

31.10.39 Kohledurchsatz weiter zurück auf 4,5 kg/Std. und dann auf 4,0 kg/Std., da die Abschlammprozente nicht zu halten sind.

Bilanz Nr. 2

1.11.39 Unverändert.

2.11.39 Probemahlung vom Ofenabschlamm geht normal, der Abschlamm enthält sand- bis Körner.

Der Ofen hat sich in Leistung, Abschlammfarbe und Schlackeneffekt seit 7 Tagen allmählich langsam aber stetig unter Erhöhung des Energieverbrauches verschlechtert, sodass abgestellt im Ofen vermutet wird. Der Bichanalyse vom Ofenabschlamm nach ist indessen kein Abstich eingetreten. Auch zeigt der Mikrobefund keinen Klebasphalt.

Umdrehungszahl des Ofenrührers vor auf 52/Min., des Abschlammrührers vor auf 25/Min.

Hierdurch wird versucht, das Weiterfahren zu erleichtern, da für möglich gehalten wird, dass sich der Ofen mit dicken reaktionsträgen Massen füllt.

3.11.39 Unverändert.

4.11.39 Unverändert.

5.11.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 3.

6.11.39 Unverändert.

7.11.39 Unverändert.

8.11.39 Unverändert.

9.11.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 4.

10.11.39 Unverändert.

11.11.39 Umgestellt auf 99 %ig technisch neutralisierte Kohle. [1]

Nach B-Bomben-Versuchen sind mit neutralisierter Kohle bessere Ergebnisse in Vergasung und Asphaltabbau zu erwarten.

12.11.39 Unverändert.

13.11.39 Unverändert.

14.11.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 5.

15.11.39 Unverändert.

16.11.39 Unverändert.

17.11.39 Umgestellt auf Öl-, Kaltgefahren und Ofen zweimal leergeschlämmt.

Die Ergebnisse auch der letzten Fahrzeit mit neutralisierter Kohle waren nicht befriedigend. Zwar hatte sich den Ofenabnahmedaten nach die Leistung und der Schleudereffekt zeitweilig etwas verbessert, doch hat die Vergasung, nach der Anzeige des Dichteschreibers zu schliessen, zugenommen. Es wird vermutet, dass sich der Ofen mit nichtaktiven Bestandteilen angefüllt hat. Den Abschlamm-Mengen nach ist der Ofen sauber. Wie die Siebanalyse (s.Tabelle XIV) und die chemische Untersuchung [3] des Ofenabschlammes zeigen, hat der Ofeninhalt praktisch aus Kaltfahröl bestanden, d.h. Absitzen irgendwelcher Stoffe war nicht eingetreten. Es bleibt somit nur die Möglichkeit, das Absinken der Ergebnisse mit einer allmählichen Verschlechterung des Rückführöles zu erklären. Tatsächlich erweist sich, dass das Rückführöl in der B-Bombe [2] als Anreiböl wesentlich ungünstigere Resultate gibt als Steinkohlenteeröl.

18.11.39 Wieder angefahren. Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor ohne Abschlammrückführung. Kohledurchsatz vor auf 4,5 kg/Std.

Da der Ofen in der letzten Fahrzeit in der Temperatur ruhig gelegen hat, kann auf die Rückführung verzichtet werden. Es wird erhofft, mit dieser Massnahme einen höheren Kohledurchsatz halten zu können.

19.11.39 Unverändert.

20.11.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 6.

21.11.39 Unverändert.

---

[1]) Die Neutralisation wird mit ca. 66 %iger Schwefelsäure durchgeführt.

[2]) Bl. 15 648i vom 27.12.39

[3])

	Benzolunlösl.	Öl	Asche	Ferten's-Asph.	Öl
Kaltfahröl	7,5	92,5	36,0	5,3	
Ofenabschlamm I	9,4	90,6	36,5	5,4	

510

22.11.39 Umgestellt auf nicht neutralisierte Kohle.

Es soll durch einen Vergleichsversuch eindeutig festgestellt werden, ob die für die Grosstechnik unerfreuliche Neutralisation der Kohle tatsächlich einen greifbaren Vorteil bringt. Die vor dem 17.11.39 durchgeführten Versuche mit nicht neutralisierter Kohle sollen nicht ohne weiteres als Vergleichsbasis verwendet werden, da es für nicht unmöglich gehalten wird, dass die Zuverlässigkeit ihrer Ergebnisse durch Reste des Kontaktes 7356 (ZnS) beeinträchtigt sein könnten, die vom Vorversuch mit Kohle 1118 her vielleicht im Ofen zurückgeblieben sind.

Kohledurchsatz zurück auf 4,2 kg/Std., dann auf 4,0 kg/Std., da die Abschlammprozente nicht zu halten sind, möglicherweise in Auswirkung der Umstellung auf nicht neutralisierte Kohle. Abschlammprozente zurück auf 89-95 wegen zu hohen Anfalles an Rücklauföl.

23.11.39 Durchsatz weiter zurück auf 3,7 kg/Std., um die Abschlammprozente halten zu können.

24.11.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 7.

25.11.39 Unverändert.

26.11.39 Umgestellt auf neutralisierte Kohle.

Aus dem letzten Versuch wird geschlossen, dass die Neutralisation wohl doch eine solche Verbesserung der Leistung bewirkt, dass die Grosstechnik beim Fahren dieser Kohle nicht auf dieses Hilfsmittel verzichten wird.

Ofenschachttemperatur zurück auf 24,0 MV, übrige Temperaturen entsprechend.

Bei der Verarbeitung des Mittelöles der vorher gefahrenen schlesischen Kohle 1118 in der Gasphase hat sich gezeigt, dass man sowohl bei der Aromatisierung wie bei der Dehydrierung um ungefähr 20°C niedrigere Temperatur einhalten muss als bei anderen Steinkohlen mittelölen, wenn man nicht in der Vergasung ersticken will. Da auch hier die Vergasung auffällig hoch ist, soll geprüft werden, ob sich diese Beobachtung auf den Kohleofen übertragen lässt. Ein solcher Versuch ist allerdings mehr von theoretischem Interesse, da schon bisher, bei 24,6 MV, die Leistung niedriger als erwünscht ist.

Durchsatz zurück auf 3,4 kg/Std., dann 3,0 kg/Std., dann schliesslich auf 2,7 kg/Std., um die Abschlammprozente einhalten zu können. Die Durchsatzverminderung hat einen Rückgang der Druckdifferenz [1]) des Hochdrucksystems von 1,6 auf 0,2 atm zur Folge.

---

[1]) gemessen Gaseingang/Gasausgang mit dem Kolbendifferenzmanometer

27.11.39 Durchsatz weiter zurück auf 2,5, 2,3 und endlich 2,0 kg/Std., da zuviel Abschlamm anfällt.

28.11.39 Durchsatz weiter zurück auf 1,8 kg/Std. zur Einhaltung der Abschlammprozente.

29.11.39 Mit Abschlammrückführung 1 : 0,2.

Es wird aus den bisher vorliegenden Bilanzen geschlossen, dass der Ofen mit Abschlammrückführung in den Anfahrten besser liegt.

Bilanz Nr. 8.

30.11.39 Unverändert.

1.12.39 Kohledurchsatz wieder vor auf 3,7 kg/Std., Ofenhöchsttemperatur wieder vor auf 24,6 MV, übrige Temperaturen entsprechend.

2.12.39 Rückführung von Schleuderrückstand in Anreibeöl (1 : 1) Kohleöldel gemahlen 1 : 01. Der Rest des Schleuderrückstandes wird wie bisher geschmelzt.

Es soll versucht werden, die Kontaktkonzentration im Ofen auf diese Weise zu erhöhen in der Hoffnung, dass der im Schleuderrückstand zusammen mit der nicht abgebauten Kohle vorhandene Kontakt noch eine gewisse Aktivität aufweist.

3.12.39 Abschlammrückführung zurück auf 1 : 0,1.

Es sollen nicht unnötige Ölmengen durch den Ofen geschickt werden.

Die Konzentrationserhöhung des Breies erhöht die Temperaturdifferenz Luftbad/Breischlangenausgang.

4.12.39 Rückführung des Schleuderrückstandes vor auf 1 : 0,2, um den erwähnten Effekt zu erhöhen. Der Schleuderrückstand ist in seiner Konsistenz dem Kohlebrei ähnlich. Um den Gesamtbrei die nötige Flüssigkeit zu erhalten, Abschlammrückführung wieder vor auf 1 : 0,2.

5.12.39 Der zurückzuführende Schleuderrückstand wird mit der Abschlammrückführung im Verhältnis 1 : 1 im Rührgefäss bei 130-140°C gemischt, da die bisherige Mahlung in Anreibeöl in der Kolloidmühle zu umständlich ist.

Bilanz Nr. 9.

6.12.39 Unverändert.

Umgestellt auf neuen Versuch.

Versuchsergebnisse:

Bilanz Nr. 1.

Der Ofen ist mit 17,2 % praktischem Anreibeölüberschuß noch weit vom Rücklaufgleichgewicht entfernt. Daher ist den nicht sehr befriedigenden Werten im Abbau, Schleudereffekt und Asphaltspiegel noch keine besondere Bedeutung beizumessen. Dagegen überrascht die trotzdem und noch dazu bei einer Anfahrbilanz sehr hohe Vergasung von 28,7 %, die es nicht erlaubt, dem Anreibeölüberschuß durch Temperatursteigerung zu begegnen. Der hohe Durchsatz ist also nicht zu halten.

Bilanz Nr. 2.

Mit verringertem Durchsatz ist der Anreibeölüberschuß zurückgegangen. Die Leistung hat sich bei praktisch gleichbleibender Vergasung auf den noch befriedigenden Wert 0,25 verringert, der Abbau ist mit 95,4% ebenfalls ausreichend. Jedoch hat sich der Asphaltspiegel und damit auch der Schleudereffekt weiterhin verschlechtert. Die verstärkte Spaltung findet in der Zunahme des Gasbenzinanteils im Gesamtbenzin von 23,3 auf 28,9 % ihren Ausdruck.

Bilanz Nr. 3.

Die Erhöhung der Umdrehungszahl des Ofenrührers, die das Absitzen reaktionsträger Massen im Ofen verhindern sollte, hat keine Besserung gebracht. Die Leistung ist auf 0,25 geblieben, die Vergasung auf über 30 % gestiegen. Dieser Befund scheint in Einklang mit früheren Versuchen zu stehen, in denen sich zeigte, daß intensivere Gasverteilung in der Zone des Reakti-

(Harnisen, so daß vermehrt leichtere Ölanteile gespalten werden, d.h. im oberen Teil des Ofens, erhöhte Gasbildung zur Folge hat.

Bilanz Nr. 4.

Bei unveränderter Fahrweise wurden die bisherigen unbefriedigenden Ergebnisse erhalten. Hochdruckölgewinn und Leistung haben noch etwas abgenommen.

Bilanz Nr. 5.

90 %ige Neutralisation der Kohle verbessert deutlich den Asphaltabbau. Der bessere Abbau der Hochmolekularen ist auch in einem Rückgang des Anreibeölüberschusses bei gleichbleibender Temperatur und gleichem Durchsatz zu erkennen.

Bilanz Nr. 6.

Steigerung des Durchsatzes lässt nur wenig mehr Öl -325°C entstehen. Dafür nimmt der Schwerölanteil am Ölgewinn stark zu, d.h. der Anreibeölanfall wird zu gross, sodass der hohe Durchsatz bei gleicher Temperatur also auch mit neutralisierter Kohle nicht gehalten werden kann. Zudem haben sich Asphaltwerte und Schleudereffekt stark verschlechtert und die Ölverluste der Rückstandsaufarbeitung etwas erhöht. Die Vergasung hat sich auf 29,2 % gesenkt, liegt also immer noch relativ hoch. Folgen des Verlassens der Abscheidertiefführung sind aus den Werten nicht zu erkennen.

Bilanz Nr. 7.

Nicht neutralisierte Kohle kann jetzt nur noch mit

gegen früher (Bilanzen 2-4) stark verlängertem Durchsatz gefahren werden, was auf eine erhebliche Verschlechterung des Rückführgutes wohl durch allenfallsige Abscheidung inaktiver Stoffe hinweist. In der gleichen Richtung hat vielleicht auch das vorhergehende Fahren mit so hohem Durchsatz gewirkt. Damit sinkt die Leistung auf den bei 600 atm kaum noch befriedigenden Wert 0,25 ab. Die Asphaltzahlen liegen im Gasraum etwas ungünstiger als bei Bilanz 5 mit neutralisierter Kohle. Der Bilanz nach ist die Vergasung mit 20,5 % niedriger als die Anfangswerte der nicht neutralisierten Kohle bei höherem Durchsatz. Der Einzelwert genügt jedoch nicht, um den Rückschluss ziehen zu können, dass die mit 1 : 0,2 an sich nicht hohe Abschlammrückführung einen ungünstigen Einfluss auf die Vergasung gehabt hätte.

Bilanz Nr. 6.

Bei der niedrigen Temperatur von 459°C (und wieder mit Abschlammrückführung) muss der Durchsatz der neutralisierten Kohle soweit gesenkt werden, dass die Leistung auf den grosstechnisch nicht mehr interessierenden Wert von 0,14 heruntergeht. Der Asphaltabbau wird etwas aber nicht wesentlich verbessert, die Vergasung bleibt mit 28,1 % praktisch gleich.

Bilanz Nr. 7.

Rückführung von Schleuderrückstand, um die Kontaktkonzentration im Ofen auf billige Weise zu erhöhen, ist nicht vorteilhaft, da Asphaltabbau und Schleudereffekt nicht mehr genügen. Leistung und Vergasung entsprechen den mit nicht neutra-

isolierter Kohle erhaltenen Werten. Die Wirksamkeit des im Schleuderrückstand enthaltenen Kontaktes wird vermutlich durch den ungünstigen Einfluss der mit ihm in den Ofen geführten schwer spaltbaren Hoch- und Höchstmolekularen, die zum mindesten als reaktionsraumfüllenden Ballast wirken, mehr als ausgeglichen.

Die mit nicht neutralisierter Kohle (Bilanz Nr. 4) erhaltenen Öle wurden untersucht. Sie haben folgende Eigenschaften:

Das raffinierte Benzin -155°C weist den für Sumpfphasebenzine normalen Klopfwert 71, Research-Methode, auf und enthält gegenüber dem Benzin aus der schlesischen Kohle 1118 mehr Paraffine und weniger Naphthene. Wie bei K 1118 haben die Mitteldlfraktionen -230°C niedrigeres spezifisches Gewicht und höheren Anilinpunkt, sind also weniger aromatisch als die aus Gelsenbergkohle. Das Gesamtschweröl aus Abstreifer + Abschlamm ist wasserstoffreicher und daher in den einzelnen Vakuumfraktionen leichter. Es enthält entsprechend dem höheren Asphaltspiegel mehr Vakuumrückstand.

Das Schweröl über 325°C aus Abstreifer + Schweröl wurde auf seine Heizöleigenschaften untersucht. Gegenüber Ölen, die beim Fahren auf Schwerdlüberschuss (Heizölfahrweise) erhalten werden, zeichnet es sich durch niedrigere Viskosität und niedrigeren Koketest aus. Dagegen liegt der Stockpunkt auch hier zu hoch.

Die beim Fahren der Kohle anfallenden Abgase sind verhältnismässig butanarm.

Besondere Beobachtung:

Als besonders auffällig muss bei der Verarbeitung dieser Kohle die beträchtliche Schwankung des Asphaltspiegels betrachtet werden. Es deutet dieses auf eine spezifische Empfindlichkeit des Asphaltabbaues hinsichtlich der Verarbeitungsbedingungen hin (Temperatur und Durchsatz). Möglicherweise liegt man mit den hier angewandten Temperaturen und Durchsätzen in einem Labilitätsgebiet, in dem geringe Schwankungen der Verarbeitungsbedingungen den Abbau der Asphalte erheblich beeinflussen. Damit würde sich auch die Ungleichmässigkeit der Differenzen zwischen dem errechneten Asphaltgehalt des festefreien Rücklauföles und dem durch Analyse bestimmten des Anreiböles erklären.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig

gemeinsam mit

Dr. v.Hartmann

Dr. Rank

Dr. Schiffmann

Dr. Scheiner

gez. v. Hartmann

gez. Hupfer.

Anlagen:

16 Tabellen
1 Kurvenblatt

Tabellenverzeichnis

Tabelle I Bilanzen

" I a " (Ergebnisse)

" I b " (Analysen des Anfalls)

" II Eigenschaften der Rohkohle

" III Benzinuntersuchung

" IV Mittelöluntersuchung

" V Schweröluntersuchung

" VI Anreibeöluntersuchung

" VII Heizöluntersuchungen

" VIII Elementaranalysen und Heizwerte

" IX Elementarbilanz

" X Gasanalysen und Verteilung des als Kohlenwasserstoff vergasten C

" XI Iso-Butangehalte

" XII Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

" XIII Gelöste Stoffe im Abwasser

" XIV Siebanalysen und Mikrountersuchungen.

Tabelle I.

Bilanzen [4].

Vom Fahren der Kohle 1174 v. 2.10.39 auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm. C in Reinkohle 83,5.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Tag 1939	28.10.	1.11.	6.11.	10.11.	15.11.	21.11.	25.11.	30.11.	6.12.
Schicht	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc
Betriebsstunden	115	211	331	427	547	691	787	907	1051
Kohle									
Aschegehalt d.TK[5])	5,0%	4,9%	4,5%	4,7%	4,6%	5,1%	5,0%	5,0%	4,7%
Kohlevorbehandlg.		gesch	roten		gesch.r.und 90% neutralisiert		ge-schro-ten	gesch.r.und 90% neutralisiert	
Kontakt	getränkt mit 1,2 % Kat.1181 [1]), getrockn.u.gemahlen + 1,5 % Kat.6531 [2]) 50%ig kolloidal im Abstreifer- + 0,3 % " 6709 [3]) schweröl aus K 1174 gemahlen auf Kohle zum Drei								
Anreibung	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Art des Anreibeöles	Schleuderöl aus mit Schweröl von Abstreifer + Schweröl verdünntem Abschlamm								
spez.Gew./100°C	1,035	1,047	1,042	1,050	1,042	1,044	1,042	1,039	1,037
% Festes	6,7	8,2	8,1	8,5	8,5	9,2	9,4	8,7	9,9
% Asche i.Festen	43,8	39,7	40,1	36,8	36,4	30,9	31,6	29,1	31,2
im Öl %-325°C	7,0	7,0	8,4	6,8	6,8	7,7	7,1	11,0	9,5
% a-Asphalt	7,1	9,5	9,2	7,8	9,8	9,6	8,1	8,7	7,3
Rückführung									
Kohle : Abschlamm	1:0,2	1:0,2	1:0,2	1:0,2	1:0,2	-	-	1:0,2	1:0,2
Kohle : Schleuderrückstand	-	-	-	-	-	-	-	-	1:0,2
Fahrbedingungen									
Temperaturen									
Breischlange °C	440	440	439	437	440	437	439	436	439
Ofen °C	470	470	470	470	470	470	470	459	470
Abscheider °C	458	458	458	458	458	458	458	448	458
Reinkohledurchsatz kg/Ltr.Ofenvol./Std	0,562	0,465	0,471	0,465	0,464	0,510	0,422	0,208	0,422
Eingangsgas cbm/kg Reinkohle	4,25	4,28	4,15	4,18	4,16	4,09	4,44	4,05	4,45
Umdrehungszahl des Ofenrührers U/Min.	36	36	52	52	52	52	52	52	52

1) $FeSO_4 \cdot 7$ aqua
2) geschwefelte Bayermasse
3) Na_2S
4) gerechnet auf butanfreies Benzin
5) mit aufgetränktem Kontakt 1181.

Tabelle I a.

Bilanzen (Fortsetzung).

Ergebnisse.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Rohbilanz %	98,6	99,5	98,5	98,7	99,8	98,1	98,6	97,0	98,9
Prakt./theoret. Verflüssigung %	97,0	100,4	97,1	94,9	98,6	96,6	95,9	93,3	95,0
% Abbau	94,5	95,4	95,2	95,2	93,2	95,7	95,7	95,8	96,0
Theoret. Ölgewinn % a.R.K.	76,1	75,0	73,9	74,5	72,0	75,6	75,6	71,5	75,6
Hochdruckölgewinn % a.R.K.	69,1	70,8	66,5	65,2	65,4	69,1	67,4	59,9	66,5
darin % -135°C	8,9	10,3	11,6	11,6	11,6	9,9	9,4	14,5	13,0
% 135-325°C	62,4	67,0	68,8	68,9	72,2	65,8	71,0	99,7	70,8
% s-Asphalt	+3,9	+0,3	+0,4	+5,2	-2,6	+4,4	+1,2	-2,7	+6,7
Prakt. (Bi + Mi)-Ölgewinn-Leistung kg/Ltr.Of.Vol./Std.	0,277	0,254	0,252	0,243	0,254	0,267	0,229	0,142	0,237
% -135°C im prakt. Ölgewinn	12,5	13,3	14,5	14,5	13,8	13,0	11,7	12,7	15,5
Gasbenzin % vom Gesamtbenzin	23,3	28,9	27,2	32,7	28,3	27,4	30,7	23,6	28,7
Anreibölüberschuß praktisch	17,2	11,7	8,6	8,5	5,2	11,5	8,1	-12,3	6,4
gerechnet	28,7	22,7	19,6	19,8	16,2	24,3	19,6	-14,2	16,2
Vergasung % a.prakt.Ölgewinn + Vergasung	28,7	28,9	30,4	30,1	30,4	28,2	28,5	28,1	28,3
Vergastes C % a.RK	17,1	19,1	20,0	19,4	20,5	17,7	18,6	23,1	18,9
davon % als CO	5,7	4,6	4,1	6,4	4,2	4,6	4,1	3,8	4,1
% als CO_2	0,6	0,9	0,8	0,7	0,8	1,2	1,0	0,7	1,3
Abwasser % a.R.K.	6,9	7,0	8,0	8,0	8,7	7,2	9,1	7,6	9,6
Neuabschlamm % a.R.K.	115,5	106,8	103,0	104,9	104,9	107,6	102,1	101,8	123,8
darin s-Asphalt % a. R.K.	10,1	10,0	9,6	11,4	8,4	12,8	9,0	7,	11,9
darin s-Asphalt % a.festefreies Rücklauföl	7,7	7,9	7,9	9,3	6,8	10,2	7,4	7,1	10,1
Aschebilanz % aus/ein	98,3	94,5	89,5	103,1	103,0	95,5	94,3	95,2	96,8

Tabelle I b.

Bilanzen (Fortsetzung).

Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Abstreifer + Schwelöl									
spez.Gew./20°C	0,988	0,984	0,980	0,985	0,982	0,980	0,974	0,965	0,976
% -135°C	5,0	5,2	5,8	5,1	5,3	5,1	4,3	5,9	6,1
% 135-325°C	48,0	50,3	49,8	48,7	49,0	49,3	50,0	58,4	52,0
Abschlamm									
spez.Gewicht	1,066 /100°	1,068 /100°	1,044 /100°	1,060 /100°	1,090 /50°	1,068 /100°	1,060 /100°	1,078 /50°	1,086 /50°
% Benzolun-löliches	18,0	18,3	18,7	20,6	22,3	19,9	20,9	20,9	26,9
% Asche i.Festen	50,9	49,6	47,2	49,2	44,6	46,5	45,9	45,1	47,5
im Öl % -325°	11,9	13,2	11,8	13,1	15,2	11,1	12,3	18,2	14,1
% s-As-phalt	11,1	11,5	11,5	13,7	10,3	14,9	11,1	9,8	13,9

Tabelle II

Eigenschaften der Kohle.

	K 1174 v.2.10.39	K 1090 v.29.7.37
Elementaranalyse		
% C	83,48	83,94
% H	5,19	5,53
% O	9,85	6,98
% N	1,03	2,30
% S flüchtig	0,45	1,12
% S gesamt	0,58	1,20
Flüchtige Bestandteile %	32,12	37,92
Urteer %	12,69	14,97
Bitumen (Benzol-Methode) % a.RK.	0,44	-
H disp. %	4,44	4,87
Cl % a.R.K.	0,061	0,12
Alkalität g H_2SO_4/bez.Tr.K.	10,9	4,64
Asche % a.T.K.	4,8	3,2
Ascheanalyse	% a.R.K.	% a.R.K.
SiO_2	1,63	1,17
Fe_2O_3	0,69	0,92
Al_2O_3	1,19	0,83
CaO	0,54	0,06
MgO	0,25	0,04
$K_2O + Na_2O$	0,08	0,07
SO_3	0,61	0,04
P_2O_5	0,04	0,01
TiO_2	0,04	0,03

Tabelle III.

Benzinuntersuchung

zu Bilanz Nr. 4.

Benzin -135°C aus Abstreifer + Pentan + Butan (185:72:14)

Rohbenzin:

spezifisches Gewicht	0,730/20°C
Anilinpunkt °C	+ 39,5
Phenole %	1,1

Raffination: Entphenoliert, mit 5 % Doktor-Lösung + Schwefel behandelt, mit 2 x 1 % 96 %ige Schwefelsäure raffiniert, mit NaOH nachgewaschen und über NaOH mit Wasserdampf redestilliert.

Raffinationsverlust	2,1 Vol.%
Waschverlust	1,2 Vol.%
Redestillationsverlust	2,4 Gew.%

Raffiniertes Benzin:

Farbe	hell
spezifisches Gewicht	0,722/20°C
Anilinpunkt I °C	+ 38,5
" I a °C	+ 42,0
" II °C	+ 53,0
Dampfdruck	0,645
Cu-Streifen	schwach korrodierend
Cu-Schale	2 mg
Porzellanschale	4 mg
Doktortest	negativ
H_2SO_4-Test	unter 2

Fraktion	spez.Gewicht	Anilinpunkt
80-100°C	0,726/20°C	+ 39,5°C
110-140°C	0,762/20°C	+ 34,8°C

b.w.

Fortsetzung von Tabelle III (Benzinuntersuchung)

ASTM-Siedekurve

°C	%
42-50	1,8
60	11,0
70	23,0
80	38,0
90	59,5
100	76,5
110	85,0
120	89,5
130	93,0
135	94,0
140	94,5
Rückstand	95,5

Zusammensetzung:

Paraffine	38 %
Naphthene	48 %
Aromaten	10 %
ungesättigte KW	4 %

Klopfwert 71,0 Research-Methode

Benzin -200°C (Abstreiferbenzin + Gasbenzin + Butan 462:97:17)

Fraktionen	I	II	III	IV	V
Gewichtsanteil %	19,9	20,0	20,2	19,7	20,0
Siedegrenzen °C	-73	73-105	105-146	146-177	177-200
spez. Gewicht	0,648/10°	0,745/20°	0,782/20°	0,815/20°	0,845/20°
Anilinpunkt I °C	-	+ 31,7	+ 22,4	+ 19,3	+ 20,7
" II °C	-	+ 48,4	+ 54,0	+ 57,0	+ 59,5
Ungesättigte %	-	3,5	3,5	3,0	2,5
Klopfwerte					
Research-Meth.	86,0	74,4	68,0	64,2	60,0
Motor-Methode	81,5	68,4	61,5	58,5	54,0
Mot.-Meth.+ Pb	94,0	82,0	76,5	71,5	67,5

Tabelle IV.

Mittelöluntersuchung

zu Bilanz Nr. 4.

Abstreifer >135°C + Schweröl (92,7:7,3) enthalten Mittelöl 135-325°	57,2 %
Rohes Mittelöl	
spezifisches Gewicht/20°C	0,946
Phenole	15,0 %
Gew. Engler:	
130-200°C	12,6 %
-225°C	33,8 %
-250°C	52,1 %
-275°C	65,4 %
-300°C	81,9 %
-325°C	92,1 %
-340°C	96,2 %
Rückstand	99,8 %
entphenoliertes Mittelöl	
spezifisches Gewicht/20°C	0,925
Anilinpunkt berechnet °C	-13,0
ungesättigte Kohlenwasserstoffe	10,0 %

Fraktion °C	spez. Gewicht/20°C	Anilinpunkt berechnet °C
180-210	0,854	+ 1,0
210-230	0,880	-5,0
240-270	0,926	-15,0
280-310	0,958	-20,0

Tabelle V.

Schweröluntersuchung

zu Bilanz Nr. 4.

Schweröl im Abstreifer >135°C + Schwelöl (92,7:7,3) 42,6 %

spezifisches Gewicht/50°C 1,036

Gesamtschweröl : Schweröl aus Abstreifer und Schwelöl + Abschlammöl (38 : 62):

spezifisches Gewicht/50°C 1,080

Vacuumfraktion (21 mm)	Gew.%	Aussehen	spez. Gew.
125-225°C	22,1	rotgelb, flüssig	0,992/40°C
225-275°C	5,2	dunkelrotgelb, dickflüssig	1,028/60°C
275-325°C	72,4	gelb, fest	1,050/90°C
Rückstand	99,8	schwarzbraun, fest	-

Tabelle VI.

Anreibeöluntersuchung

zu Bilanz Nr. 4.

spezifisches Gewicht, 1,050/100°C

Gew. Engler
290-325°C 6,8 %
Rückstand 100,0 %

Vakuumfraktion (20 mm)	Gew.%	Aussehen	spez.Gewicht
150-225°C	17,2	rotgelb, flüssig	0,988/40°C
225-275°C	57,2	gelb, dickflüssig	1,028/60°C
275-325°C	71,3	dunkelgelb, fest	1,068/90°C
Rückstand	99,9	schwarzbraun, fest	-

Tabelle VII.

Heizöluntersuchungen,

zur Bilanz Nr. 4.

		Schweröl >325°C aus Abstreifer + Schweröl	Schweröl + Mittelöl 135-325°C 90 : 10
Farbe		dunkelgrün	dunkelgrün
spezifisches Gewicht		1,031/50°C	1,021/50°C
Stockpunkt	°C	+ 7	-1
Flammpunkt	°C	162	109
Brennpunkt	°C	210	166
Koksteat	%	0,87	0,77
Viskosität			
bei 20°C		-	36,6°E
" 50°C		6,07°E	3,74°E
" 80°C		1,93°E	-

Tabelle VIII.

Elementaranalysen und Heizwerte

zu Bilanz Nr. 4.

	Kohle 1174 gefahren 3)	Anreiböl Öl	Anreiböl Festes 1)	Benzin -135°C	Mittelöl 135-325°C	Gesamtschweröl a.Abstreifer + Abschlamm >325°C	Abschlammfesten
% C	82,55	89,86	95,24	85,14	86,08	89,63	93,70
% H	5,21	7,66	3,71	14,11	9,94	7,92	3,70
% O	10,40	1,73	- 2)	0,51	3,12	1,51	- 2)
% N	1,29	0,69	1,41	0,22	0,84	0,88	0,99
% S flüchtig	0,54	-	598	-	-	-	7,13
% S gesamt	0,74	0,060	8,25	0,017	0,022	0,056	10,57
U Heizwert cal	7773	9144	8816	10216	9356	9161	8657

1) berechnet auf wasser- und aschefrei
2) Asche sulfathaltig
3) mit aufgetränktem $FeSO_4$

Tabelle IX.

Elementarbilanz (korrigiert)

zu Bilanz Nr. 4.

		g bzw. Liter	g C	g H	g O	g N	g C ...
Reinkohle (getränkt mit 1,2 % Kat.1181)		1000,0	825,5	52,1	104,0	11,8	,4
Kontakt 6531		15,9	0	0	0	0	3,8
Kontakt 6709		3,0	0	0	0	0	1,8
Anreiböl	Öl	1031,0	927,2	79,1	17,8	7,0	0,5
"	Festes	60,5	57,5	2,2	-	0,8	4,9
Spülungen	Mittelöl	27,0	23,2	2,7	0,8	0,3	0
	Schweröl	55,6	49,9	4,3	0,8	0,5	0
	Wasser	8,1	0	0,8	7,3	0	
Eingangsgas (H gerechnet)		4180	8,1	82,4	2,2	0	
Gesamteingang			1891,4	223,6	132,9	20,4	18
Gesamtbenzin -135°C		74,0	62,9	10,5	0,3	0,3	0
Mittelöl		458,7	395,0	45,6	14,3	3,8	0
Gesamtschweröl a.Abstreifer + Abschlamm		1238,5	1110,1	98,2	18,6	10,8	0,8
Abschlammfestes		105,8	98,0	3,8	-	1,8	14,9
Abwasser		99,6	1,6	10,8	83,0	3,5	0,8
Ofengas		3185	179,0	44,5	16,2	0	0
Abstreifergas		61	38,1	8,6	0,5	0	0
Abschlammgas		41	6,7	1,6	0	0,2	
Gesamtausgang			1891,4	223,6	132,9	20,	18,4
% Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz			103,8	100,0	97,5	96,	86,2

Tabelle X.

Gasanalysen
und
Verteilung des als Kohlenwasserstoff vergasten C
zu Bilanz Nr. 4.

Gasart	Ofen-gas	Produkt-gas	Ab-schlamm-gas	Verteilung des als KW vergasten C
CO_2	0	0,32	0,05	
H_2S	0	2,38	0,10	
NH_3	0	0,04	1,21	
CO	0,76	0,39	0,40	
H_2	90,94	44,85	78,65	
N_2	2,04	1,56	1,80	
CH_4	3,32	6,21	6,21	27,5
C_2H_6	1,14	9,44	3,38	20,8
C_2H_4	0,03	Spuren	0,05	0,5
C_3H_8	0,98	17,26	4,07	31,7
C_3H_6	0,03	0,78	0,10	1,1
C_4H_{10}	0,31	10,37	1,84	17,6
C_4H_8	0,01	0,68	0,03	0,8
C_5H_{12}	0,26	3,13	1,64	
C_5H_{10}	0,04	0,39	0,05	
höhere Paraffine	0,21	1,96	0,40	
höhere Unge-sättigte	0,03	0,24	Spuren	
				100,0

Tabelle XI.

Iso-Butangehalte

zu Bilanz Nr.4.

	% vom Gesamtbutan
im Ofengas	10,6
" Produktgas	11,0
" Abschlammgas	26,6
im Abstreifer gelöst	5,3
% vom gesamten Butan	11,0

Tabelle XII.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

zu Bilanz Nr. 4.

	mg S/cbm
im Ofengas	16,42
" Produktgas	31,1
" Abschlammgas	15,75

Tabelle XIII.

Gelöste Stoffe im Reihabwasser.

g/kg

Tag 1939	Bilanz Nr.	Cl	NH_3	H_2S	CO_2	Phenole
28.10.	1	0,01	-	-	47,6	-
1.11.	2	Spuren	-	-	40,1	-
6.11.	3	Spuren	-	-	53,7	-
10.11.	4	Spuren	49,0	8,9	45,5	5,82
15.11.	5	0,135	-	-	57,45	-
20.11.	-	Spuren	-	-	-	-
21.11.	6	0,24	-	-	61,1	-
23.11.	-	Spuren	-	-	-	-
25.11.	7	Spuren	-	-	52,7	-
30.11.	8	0,05	-	-	57,1	-
6.12.	9	0,15	-	-	61,5	-

Tabelle XIV.

Siebanalysen und Mikrountersuchungen.

	Ofenab-schlamm	Ab-schlamm	Anrei-beöl	Kohle	Ofenab-schlamm I	Kalt-fahröl
Tag	2.11. 39	10.11. 39	10.11. 39	10.11. 39	17.11. 39	
% Rückstand auf dem						
100er Sieb	0	0	0	0	0	0
400er "	0	0	0	0	0	0
900er "	1,3	0	0	0	0	0
2 500er "	3,3	0	0	4,8	0	0
4 900er "	2,0	0	0	2,1	0	0
10 000er "	5,9	0	0	23,5	0	0
12 100er "	3,3	0	0	8,9	0	0
16 900er "	2,6	0,5	0	6,4	0	0
% Durchgang durch das 16 900er Sieb	81,0	99,5	100,0	54,3	100,0	100,0
Mikro-Befund	Festes homogen verteilt, kein Kleb-asphalt	-	-	-	Festes vorwiegend fein, etwas Kleb-asphalt	Äußerst feines Fest.. gleichmäßig verteilt, etwas Kleb-asphalt

TITLE PAGE

19. Die zur Zeit im 10 Ltr-Ofen behandelten Sumpfphase-Probleme.
Experiments in 10 litre furnace on Sumpfphase problems.

Frame Nos. 535

Hochdruckversuche
Lu 558

6. 1. 1942. v.Ktw/Pf.

535

1 Durchs
Str
Ry
Rö

Die zur Zeit im 10 Ltr.-Ofen behandelten Sumpfphase-Probleme.

Von den 3 10 Ltr.-Öfen (411, 451, 455) sind 2 in Betrieb; der dritte ist in Umbau begriffen (411).

Im Ofen 451 wird Brüxer Teer verarbeitet. Ein erster Versuch mit dem neuen von Brüx zur Verfügung gestellten Originalteer wurde bereits abgeschlossen (vgl. vorläufige Mitteilung vom 6.1.42). Zur Zeit läuft ein Versuch mit getopptem Brüxer Teer, um die Frage zu prüfen, ob eine entsprechende Kondensation, die eine Teerfraktion mit geringem Mittelölgehalt in der Schwelerei unmittelbar anfallen ließe, eine Verarbeitung des Teeres im Hochdruck ohne Schwierigkeiten in der Vorheizung ermöglicht.

Im Ofen 455 wird Kohle gemeinsam mit Schwelteer im geraden Durchgang auf Brikettiermittel verarbeitet. Ein erster orientierender Versuch mit einem derzeit zur Verfügung stehenden Schwelteer soll hier jetzt mit einem aus Hydrier-Bitumen mit Briketts gewonnenen Original-Schwelteer in seinen Ergebnissen bestätigt werden. Vgl. Zusammenstellung v. 19.12.41 - 19 7051.

gez. v. Hartmann
Hüpfer

19734

TITLE PAGE

20. Verarbeitung von Schlesischer Kohle "K 1180" Beuthengrube auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm im 10 Ltr. -Ofen.
Processing Silesian coal "K 1180" from "Beuthengrube" for gasoline and middle oil at 600 atm in 10 litre furnace.

Frame Nos. 536 - 582

[illegible]

[illegible]

[illegible]

Verordnung [illegible] [illegible]
[illegible] auf Bonds und Schuld- [illegible]
[illegible] (VI und VII)
[illegible]

Schlesische Steinkohle 1180
(vom 5.3.1940)

Durchschnittsprobe der Förderkohle der Bonthengrube O/S.
in Is mit CaCl$_2$ entascht
im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Die bisherigen Versuche haben gezeigt, daß schlesische Kohlen mit gleichem C-Gehalt wie Gelsenbergkohle sich wesentlich ungünstiger als diese - vor allem bei dem Fahren auf Benzin und Mittelöl [1] - hydrieren lassen. Es wurde daher beschlossen, für Blechhammer jüngere Kohlen zu prüfen.

In Tabelle II sind die Eigenschaften der K 1180 und der K 1090 (Gelsenberg) aufgeführt. Die schlesische Kohle ist danach um über 2 % ärmer im C-Gehalt, dafür erheblich sauerstoffreicher. Der Gehalt an Schwefel, Chlor und disp. Wasserstoff liegt bei der schlesischer Kohle beträchtlich niedriger. Die Asche enthält weniger Eisen und mehr Calcium. Die Kohle liefert etwas mehr Flüchtiges, jedoch weniger Schwelteer, neigt also etwas mehr zur Vergasung. Zusammengefaßt muß vermutet werden, daß der Vorteil der größeren Jugend der schlesischen Kohle durch ihre sonstigen Eigenschaften weitgehend aufgehoben wird.

Die Kohle ließ sich gut hydrierend verarbeiten. Eine geringe Abschlammrückführung, auf die bei der Gelsenbergkohle verzichtet werden konnte, erwies sich hier als zweckmäßig, da die Kohle sich in der Vorheizung etwas ungünstiger zu verhalten schien. Es wurde bei 469°, 474° und 477° mit Eisenkontakten und nicht sehr unterschiedlichen Durchsätzen gefahren. Die Hauptergebnisse sind in der folgenden kleinen Tabelle enthalten.

---

1) I.G. 2331 v. 10.1.41
I.G. 7091 v. 21.5.41

Kohle	1180					1090
Ofentemperatur °C	469		474		477	468
R.K.-Durchsatz	0,565	0,545	0,57	0,59	0,605	0,44
Abbau %	96,4	95,9	96,3	95,6	95,5	96,1
Bi + M.- Leistung	0,321	0,312	0,325	0,328	0,324	0,266
Vergasung %	24,4 1)	25,6	25,2	26,5 3)	26,9	24,7
a-Asphalt % a.R.K.	7,6	7,0 2)	7,3	8,2	8,2	7,4
" % a.feste-freies Rück-lauföl	6,1	5,8 2)	6,0	6,7	6,8	6,0
" % im Anreiböl	6,5	6,3	6,8	6,9	7,1	6,7
Bilanz Nr.	2-3	6	4-5	7	8-9	---

Es läßt sich daraus erkennen:

1.) Der Einfluß der Reaktionstemperatur innerhalb 469-477° auf Abbau, Leistung und Asphaltabbau ist verhältnismäßig gering. Die Vergasung reagiert dagegen auf Temperaturerhöhung mit starkem Ansteigen. Danach bringt also ein Verfahren der Temperatur über 470° hinaus keinen Vorteil.

2.) Im untersuchten Bereich führten geringe Durchsatzerhöhungen zu merklichem Anstieg des Asphaltspiegels trotz Erhöhung der Temperatur. Die obere Grenze des Durchsatzes dürfte demnach für das Fahren dieser Kohle auf Benzin und Mittelöl bei 0,6, einem an sich sehr hohen Wert, gegeben sein.

---

1) Der Wert von Bilanz Nr. 3 wurde entsprechend der Gasdichtedifferenz auf 24,5 berichtigt.

2) Geschätzt.

3) Die Vergasung ist überhöht durch Überheizung des Abscheiders im oberen Teil und durch die hohe Drehzahl des Ofenrührers.