Tabelle.

Böhlener Braunkohle (K 143)
73,4 % C.

717

Versuch	1	2	3	4
verarbeitet auf	Benzin + Mittelöl		Benzin + Mittelöl + Schweröl	
Druck atm	250	600	250	600
Anreiböl	Schl'öl aus Abschlamm + Abstr.S'öl >350°C	Schl'öl aus Abschlamm + Abstr.S'öl >350°C (entparaffiniert)	geschätzt:	Schl'öl aus Abschlamm + Mittelöl (215-325°) 70 : 30 2 x geschl.
Anreibung	1 : 1	48 : 52	1 : 1	1 : 1
Kohle : Abschlamm	1 : 0,3	1 : 0,3	1 : 1	1 : 1
Katalysator	3 % Luxmasse	1,5 % Luxmasse	3 % Luxmasse	1,5 % Luxmasse
Temperatur °C	459	471	460	462
% Abbau	97,7	99,7	95-96	97,2
% Anreiböl-überschuß	13	9	-	-
% Asphalt a.Gesamtschweröl (entpar.)	6	4	7-8	6
Leistung (Bi + M'öl + Paraffin)	0,30	0,43	0,40-0,45	0,58
Vergasung a.Ölgew. + Vergasung	19,0	17,4	12-13	10,8
% Paraffin über 300°C i.Ölgewinn	nicht bestimmt	9,6	-	nicht bestimmt
% Paraffin a.Reinkohle	"	6,8	ca. 8 (gesch.)	ca. 8 (gesch.)
v.verg. C % C als CO	21	21,9	21	21,5
" " " % C " CO_2	9	6,4	11	10,1
Versuch: Ofen	451	451	-	411
Datum	Okt.1938	Juni-Juli 193.	-	Aug.1938

TITLE PAGE

38. Versuche mit Steinkohlenteeren im 10 Ltr.-Ofen.
Experiments with mineral coal tar in the
10 litre furnace.

Frame Nos. 718 - 719

Hoondruckversuche
v.Htm/Lu 558

22. Januar 1941/Pr.

Versuche mit Steinkohlenteeren im 10 Ltr.-Ofen.

In der nachfolgenden Tabelle sind die wichtigsten Ergebnisse der in letzter Zeit mit verschiedenen Steinkohlenteeren und Grude-Molybdän sowie Grude-Eisen-Titan durchgeführten Versuche einander gegenübergestellt.

Der Vergleich dieser Versuchsergebnisse zeigt, dass der Grude-Eisen-Titan-Kontakt bei der Verarbeitung von Steinkohlenteeren auf Schweröldurchsatz dem Grude-Molybdänkontakt nur hinsichtlich des Abbaues vom organ. Festen erheblich nachsteht. Wie die mit zwei verschiedenen Hochtemperaturteeren unter gleichen Bedingungen mit Grude-Molybdän und Grude-Eisen-Titan durchgeführten Versuche (vgl. Tabelle, 1 und 2; 6 und 7) zeigen, ist der Unterschied in Leistung und Vergasung unerheblich. Die erheblich schlechtere Abbauwirkung des Grude-Eisen-Titan-Kontaktes führt dazu, dass ein höherer Prozentsatz Abschlamm herausgezogen werden muss, dessen normale Verschwelung im Kugelofen auf Grund eines relativ hohen Asphaltgehaltes erhebliche Schwierigkeiten bereitet bzw. nicht durchführbar ist.

Chlorzusatz zum Grude-Eisen-Titan-Kontakt (Vers. 3) verbessert den Abbau des org. Festen beträchtlich und führt zu den gleichen Ergebnissen wie Grude-Molybdän. -

Mit etwas schlechterer Leistung und höherer Vergasung ließe sich wahrscheinlich auch ein schlechter Teer (wie P 1416, Vers. 1 und 3 oder die Teermischung, Vers. 8) mit Grude-Eisen-Titan verarbeiten, indem bei gleicher oder noch etwas höherer Temperatur der Durchsatz vermindert und die Temperaturlage des Ofens durch teilweise Schwerölrückführung gesichert wird.

Ein weiterer Ausweg wäre der Verzicht, das org. Feste im Hochdruck abzubauen und die Verarbeitung dieser Bestandteile sowie eines Teiles der Asphalte in die Rückstandsaufarbeitung zu verlegen. Alle in dieser Richtung einschlagbaren Wege sind jedoch mit nicht unwesentlichen Ölverlusten verbunden.

1 Tabelle

gez. v.Hartmann

Versuche mit Steinkohlen-Teeren im 10 Ltr.-Ofen.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Versuch	Steinkohlen-Hoch-Temp. Teer (Ruhr) P 1416				Kokereiteer Augusta Victoria P 1094			Teermischg. Pech + Gen. Teer + Schwelteer	Schwelteer Schlesien P 1376
% Festes	8-11				8,4			18,0	1,0
% Asche im Festen	ca.4				6,5			6,0	i.G.0,5
% -325°C	ca.3				9,0			8,0	9
% Asphalt	26,7				23,5			25,2	21
verarbeitet auf	Schwerölüberschuss			100 % Bi+M'öl	Schwerölüberschuss			S'öl-überschuß	Schweröl-überschuß
Kontakt	Grude-Mo	Grude-Fe-Ti	Grude-Fe-Ti+Cl	Grude-Mo	Grude-Fe-Ti	Grude-Fe-Ti	Grude-Mo	Grude-Fe-Ti	Grude-Fe-Ti
% v.Frischöl	1,0	1,5	1,5+0,8	2,5	1,5	1,5	1,5	1,0	1,0
Fr.öl:Absch.S'öl (Schl'öl=Abschl.)	1 : 0	1 : 0	1 : 0	60:40	Schl'öl 74 : 26	1 : 0	1 : 0	1 : 0	1 : 0
Fr'öl : Abschl.	1:0,5	1:0,5	1;0,5	1:0,3	Schl.Rü 1:0,1	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Temperatur °C	478	476	478	482	475	479	477	474	474
% Abbau v.Festen	92	78	95	95	88	87	100	84	50
% Abbau v.Asphalt	99	95	98	99	98	98	99	97	99
Leistung (prakt.Ölgew.)	0,48	0,45	0,49	0,32	0,54	0,58	0,59	0,48	0,62
Vergasung/prakt. Ölgew. + Verg.	14	15	14	20	13	13,5	12,4	15	10
Abschl.Z.Schwelg. % v.Frischöl	10	24	12	24	Schl.Rü+ Abschl. 9	12	7	13	7
Im Abschl.%-325°C	25	15	18	30	20	23	23	16	20
% Asphalt	3	6	4	1	5	5	3	7	3
Verschwelung im Kugelofen	gut	nicht möglich	gut	gut	mäßig	mäßig	gut	nicht möglich	gut

TITLE PAGE

39. Heizöle aus verschiedenen Steinkohlen.
Heating fuels from various mineral coals.

Frame Nos. 720 - 724

Hochdruckversuche
v.Htm/Lu 558

17. Januar 1941/Pr.

Heizöle aus verschiedenen Steinkohlen.

720

In der nachfolgenden Tabelle sind verschiedene Schweröle aus Versuchen mit einigen Steinkohlen bezüglich ihrer Heizölqualitäten miteinander verglichen. Es zeigt sich, dass diese Öle in ihren Qualitäten sehr unterschiedlich sind. Einigermaßen einheitlich liegen die spezifischen Gewichte, im wesentlichen zwischen 1,045 und 1,055 bei 50°C, doch finden sich teilweise sehr starke Verschiedenheiten im Stockpunkt und in der Viskosität. Im allgemeinen liegen die Stockpunkte dieser Hydrierheizöle zwischen -4 und + 9°C und die Viskositäten zwischen 7 und 12°E bei 50°C. Doch finden sich auch Öle mit + 20°C Stockpunkt und 20°E bei 50°C.

Äusserst gleichmässig bei allen Hydrierheizölen scheint die Temperaturabhängigkeit der Viskosität zu sein, wie das Kurvenblatt II zeigt.

Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Art der Kohle oder der Art der Verarbeitung und der Qualität des Heizöls konnte bisher nicht gefunden werden. Sicher ist, dass geringe Unterschiede in dem Verarbeitungsprozess, wie insbesondere wohl die Art der Trennung im Abscheider, einen erheblichen Einfluss haben können.

Ein Hinweis ergibt sich aus den hier aufgeführten Zahlen, wenn man für die aus der Verarbeitung von Kohlen unter ähnlichen Bedingungen der Rückstandsaufarbeitung entstandenen Heizöle die Viskosität als Funktion des Durchsatzes auftr... (vgl. Kurvenblatt I). Hier ist ein deutlicher Zusammenhang

zwischen dem Durchsatz und der Viskosität des Heizöles festzustellen. Doch ist dieser Zusammenhang sicher nicht so eindeutig wie hieraus hervorzugehen scheint, da sich sicher diesem Effekt andere, entgegenwirkende überlagern können. Auch lässt sich vorläufig nicht sagen, ob diesem Zusammenhang ein chemischer Effekt (Einfluss der Verweilzeit) oder ein physikalischer (Trennung im Abscheider) zu Grunde liegt.

Gewiss scheint zu sein, dass hohe Durchsätze für die Qualität des Heizöles nicht günstig sind bezw. dass der ungünstige Einfluss durch andere entgegenwirkende Massnahmen ausgeglichen werden muss. Für jede Kohle werden sich solche Verarbeitungsbedingungen auffinden lassen, die die Gewinnung eines den derzeitigen Anforderungen entsprechenden Heizöles sichern.

gez. v.Hartmann

gez. Hupfer.

Anlagen:
1 Tabelle
2 Kurvenblätter.

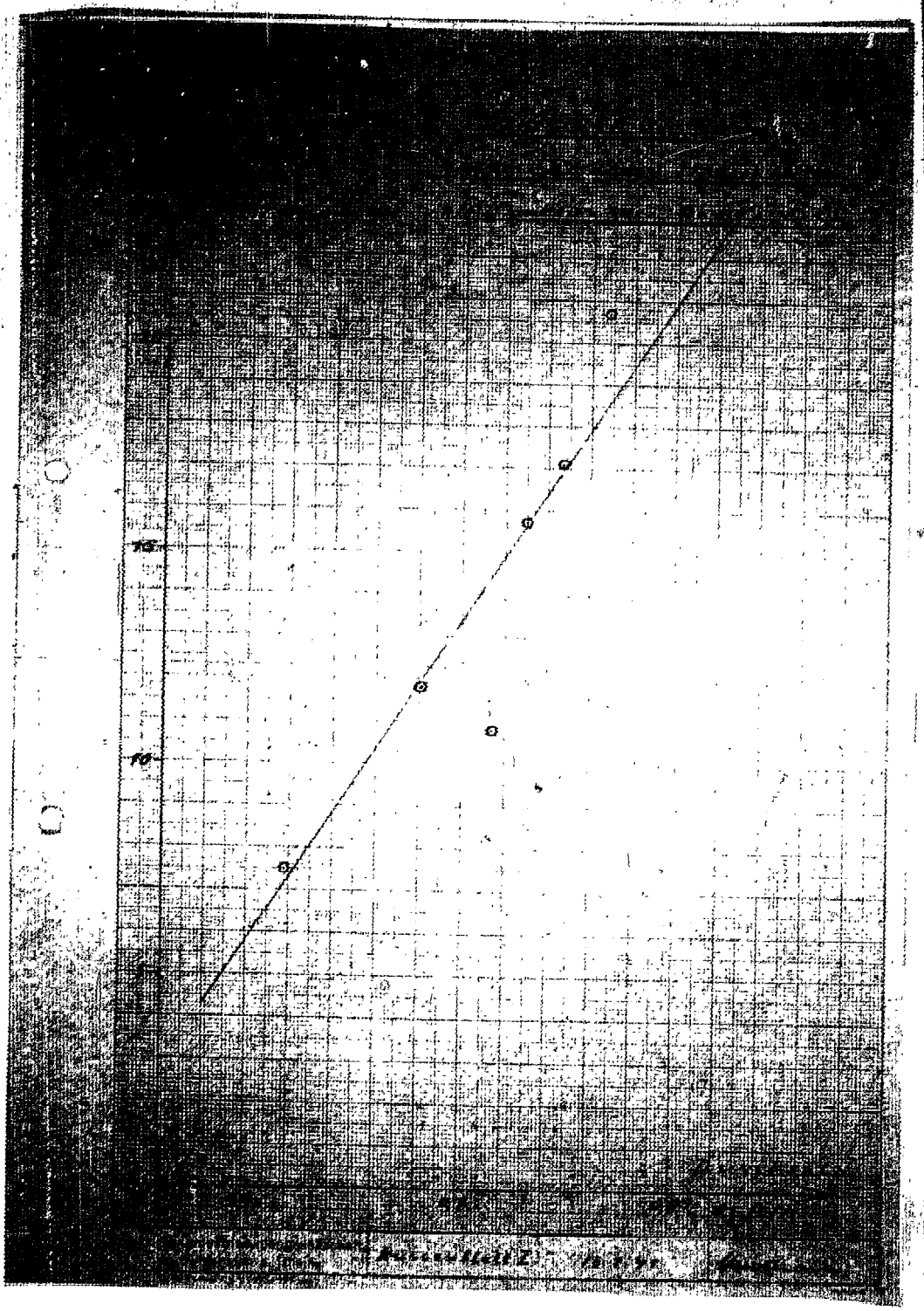
Abdruckversuche
Lo 5%8

16.1.41. Ru/Pf.

Heizöleigenschaften verschiedener Steinkohlenschweröle

Kohle	Ruhr	Oberschlesien					Saar		
% C im R.K.	1090 84,73	1197 81,3			1197 +Teer-mischung	1132 83,38	1152 84,33		1156 83,8%
Bilanztag	3.12.38	2%.11.40	13.10.40	1.10.40	18.9.40	26.6.38	10.8.39	25.8.39	19.6.39
Durchsatz	0,747	0,681	0,618	0,714	0,552	0,730	0,799	0,803	0,768
Ofentemperatur ° C	469	464	471	476	474	478	471	471	481
Gasmenge	4,0	3,94	4,18	4,00	3,20	4,0	3,2	3,1	4,2
Aufarbeitung Abschlammverdünnung	70 : 30	70 : 30	60 : 40	60 : 40	mit S'öl	60 : 40	65,0% Abschlamm mit Schwelöl geschleudert, Rest mit Schl.rückst. verschwelt		
spez. Gew. /50°	1,050	1,044	1,047	1,050	1,054	1,046	1,043	1,032	1,057
Stockpunkt	+ 20	- 3	- 4	0	+ 5	+ 9	+ 14	+ 7	+ 6
Viskosität									
°E/20°	—	—	—	—	rd.275	—	—	—	—
°E/80°	17,1	11,80	7,50	10,77	10,07	15,6	6,52	6,99	20,7
°E/80°	—	2,40	2,00	2,34	2,30	—	1,91	1,97	—
% S	8,30	—	—	7,92	8,19	—	8,39	8,53	—

22-1



Volsenberg
O.S. Hemmbergr.
" Teer.
Saar Luisenk
O.S. Aewehr
Saar Velsen

4000
3000
2000
1500
1000
800
700
600
500
400
300
200
150
100
90
80
70
60
50
40
30
25
20
17
15
10
8.0
7.0
6.0
5.0
4.0
3.0
2.5
2.0
1.7
1.5
1.0
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.15
0.1

10 20 30 40 50 60 70 80

TITLE PAGE

40. Vergleich der Heizöleigenschaften von Schwerölen aus verschiedenen Fahrweisen.
Comparing the qualities of heating fuels obtained from heavy oils by various procedures.

Frame Nos. 725 - 727

Hydrierversuche
Lu 558

16.1.1941. Hu/Pf.

Vergleich der Heizöleigenschaften von Schwerölen aus verschiedenen Fahrweisen.

Untersuchungen über die Heizöleigenschaften von Schwerölen, die aus derselben Kohle bei verschiedenen Fahrweisen (Fahren auf Benzin und Mittelöl, sowie Fahren auf Schweröl) gewonnen worden sind, liegen bisher nur vereinzelt vor.

Die Gegenüberstellung der Öle aus K 1174 (Castellengo Abwehr) läßt vermuten, daß mit dem Übergang zum Fahren auf Schwerölüberschuß, d.h. mit höherem Durchsatz die Viskosität und der Koksrest des Schweröls steigen. Möglicherweise werden bei der kürzeren Verweilzeit im Ofen Asphalte und hochmolekulare Ölbestandteile, die die Teste verschlechtern, in geringerem Maße abgebaut.

Der Vergleich der Öle aus K 1197 (Heinitzgrube) läßt diesen Gang gleichfalls, jedoch nicht sehr deutlich, erkennen. Es wird hier durch die verschiedene Höhe der Abscheidertemperatur, die stets rd. 12° unter der Ofentemperatur gehalten wurde, überdeckt und teilweise aufgehoben, da umsomehr schwere und hochviskose Öle in den Abstreifer übergetrieben werden, je höher der Abscheider gefahren wird. In den hier vorliegenden Fällen lag die Ofentemperatur bei der Verarbeitung auf vollem Schwerölüberschuß stets am niedrigsten. Trotzdem weisen die Schweröle mindestens die gleiche Viskosität auf wie die bei niedrigerem Durchsatz erhaltenen.

Die aus der technischen Destillation erhaltenen Schweröle zeigen dasselbe Bild. Sie sind in der anhängenden Tabelle geordnet zusammengefaßt, da bei ihnen infolge nicht so genauen Abschneidens größere Streuungen der Eigenschaften als bei den

726

im Laboratorium getoppten Produkten.

Daß die Beobachtung, wonach mit Erhöhung des Durchsatzes, d.h. beim Fahren auf Heizöl die Viskosität des Abstreiferschweröls steigt, allgemein gilt, läßt sich aus den vorliegenden Zahlen nur vermuten. Hierzu sowie über den Einfluß der Abscheidetemperatur sollen weitere Unterlagen gesammelt werden.

Es ist schon jetzt anzunehmen, daß die Schwerölfahrweise genügend Möglichkeiten bieten wird, ein zu hohes Ansteigen der Viskosität weitgehend auszugleichen.

Gez. Hupfer

Tabelle

Vergleich der Schwerölgewinnungen von Abstreiferschweröl aus verschiedenen Fahrweisen.

Kohle	Untersuchungen im Laboratorium herausgeschnittenen Schweröle					Untersuchungen von Schwerölen aus der technischen Destillation			
		1174	1197			1197			
Befahren auf	Bi + Mi	50% S'öl	1) +Teergemisch Bi + Mi +wenig S'öl	25% S'öl	50% S'öl	25% S'öl	25% S'öl	2 [illegible]	50% S'öl
Durchsatz	0,465	0,763	0,552	0,714	0,681	0,724	0,714	0,618	0,868
Ofentemp. °C	470	478	474	476	464	474	476	471	464
sp.Gew./50°	1,031	1,054	1,054	1,053	1,044	1,056	1,050	1,047	1,050
Stockpunkt ° C	+ 7	+ 1	+ 5	+ 11	- 3	- 3	0	- 4	+ 4
Koksteest	0,87	1,8	1,6	1,35	1,35	1,45	1,50	2,5	1,6
Viskosität									
°E/50°	6,07	17,47	10,07	14,24	11,80	6,38	10,77	7,50	10,95
°E/80°	1,93	3,19	2,30	2,64	2,40	2,07	2,34	2,00	2,37
Bilanztag	10.11.39	13.2.40	18.9.40	1.10.40	23.11.40	27.9.40	1.10.40	13.10.[illegible]	5.11.

1) entparaffiniert.

TITLE PAGE

41. Programm fuer Besprechungen mit Herrn Josenhans in Lu am 15., 16. und 17. Januar 1941.
Program for a conference with Mr. Josenhans at Lu on January 15, 16 and 17, 1941.

Frame Nos. 728 - 729

Schlesien-Benzin
WK/Zu

13. Januar 1941

728

(41)

Programm für Besprechungen mit Herrn Jaenhaus in Lu am 15.,16. und 17. Januar 1941.

I. Grossversuch Heizöl

1) Besprechung des Briefes des Reichsamtes an Schlesien-Benzin vom 6.12.1940 hinsichtlich Schlosser und Betriebsleuten. Hierzu auch Schreiben der I.G. an Schlesien-Benzin vom 4.12.1940.

2) Besprechung des Briefes der I.G. an Schlesien-Benzin vom 27.12.1940 über Besorgung von Apparaten für Grossversuch Lu.

3) Diskussion der apparativen Anordnung des Versuches, vor allem hinsichtlich Abscheiderkonstruktion.

4) Besprechung des Versuchsprogramms mit besonderer Berücksichtigung von
   a) Mithydrieren von Schwelheizteer
   b) Toppen von bezw. Extrahieren mit Schleuderrückstand
   c) Abgabe von Abwasser und Schwerbenzin an Leverkusen
   d) Filtration des Heizöls
   e) Abgabe von Heizöl an Oppau und OKM.

II. Gasphase

1) Besprechung von Fragen, die in der Besprechung zwischen I.G. und Schlesien-Benzin am 4.1.1941 offen geblieben sind.

2) Besprechung der Versuche, die die I.G. anstellt zur Klärung der Frage 500 oder 700 at in Gasphase Umbau II Blechhammer.

WWK

III. D-H-D.

1) Wer konstruiert und baut D-H-D-?

2) Diskussion eines Verarbeitungsschemas.
3) Besprechung des Briefes des Reichsamtes an Schlesien-Benzin vom 6.12.1940

IV. Baracke 567.

Besprechung der Erweiterung und Verrechnung zwischen Schlesien-Benzin und I.G.

gez.W.Krönig

Verteiler:

Dir.Josenhans
Dr. Krönig
Akten

TITLE PAGE

42. Zur Frage des Molybdänersatzes bei der Teerverarbeitung in Poelitz.
On the problem of substituting molybdenum in processing tar at Poelitz.

Frame Nos. 730 - 731

Hochdruckverbote
Lu 558

11.Januar 1941 v.H/H. 730

Zur Frage des Molybdänersatzes bei der Teerverarbeitung in Pölitz.

Inwieweit Grude-Molybdän durch Grude-Eisen-Titan bei der Verarbeitung von Steinkohlenteeren ersetzt werden kann, hängt wesentlich von der Qualität der Teere ab. Teere mit einem normalen Feste-und Asphaltgehalt (Feste 1-3%, Asphalt 4-5%) können auf Heizöl mit einer Minderung der Leistung und Erhöhung der Vergasung von etwa 10% mit Grude-Eisen-Titan verarbeitet werden. (Es wurde bereits früher ausdrücklich betont, daß der Ersatz von Grude-Molybdän durch Grude-Eisen-Titan nur für die Verarbeitung auf Schweröl-überschuß möglich ist, wie überhaupt die Verarbeitung solcher Teere auf 100% Benzin + Mittelöl in der Sumpfphase wegen der schlechten Spaltbarkeit des Schweröls bei geringer Kontaktkonzentration ungünstig ist).

Bei Teeren bzw. Teermischungen, deren Feste-und Asphaltgehalt höher liegt, können dadurch Schwierigkeiten auftreten, daß der Feste-und Asphaltabbau nicht mehr ausreicht, um die Verschwelung des Abschälmus im Kugelofen zu ermöglichen. In diesem Fall besteht die Möglichkeit, durch Anwendung höherer Temperatur und Verminderung des Frischoeldurchsatzes, was durch teilweise Rückführung des Schweröls ermöglicht werden kann, den Feste-und Asphaltabbau zu verbessern, was allerdings zu einer weiteren Verschlechterung insbesondere der Vergasung führt.[1] (Anm. am Schluß)

Eine andere Möglichkeit der Verbesserung des Feste-und Asphalt-Abbaues besteht in der Zugabe von Chlor, was allerdings wahrscheinlich eine Neutralisation hinter dem Ofen erfordern würde. Im 10 Ltr-Ofen wurden mit Grude-Eisen-Titan + Chlor praktisch die gleichen Werte erhalten wie mit Grude-Molybdän.

In der B-Bombe wurde gefunden (Dr. Graßl), daß ein Aluminiumsilikat-Eisen-Zink-Kontakt, besonders hinsichtlich ~~Asphalt-und~~ Festeabbau geeigneter als Grude-Molybdän-Ersatz wäre, doch bedarf dies erst der Bestätigung durch einen dynamischen Versuche.-

Die in Pölitz zu verarbeitende Teermischung [2] hat nach den uns vorliegenden Daten zwischen 16 und 20% Festes und zwischen 26 und 30% Asphalt. Ein solcher Teer läßt sich in der normalen Weise mit Grude-Eisen-Titan keinesfalls verarbeiten. Er wird großtechnisch wahrscheinlich schon mit Grude-Molybdän keine sehr guten Resultate liefern, vielleicht sogar Schwierigkeiten bereiten. Jedenfalls muß mit einer großen zu verschwelenden Abschlammenge und erheblichen Verlusten bei der Verschwelung gerechnet werden.

Ob bei einem solchen Teer der Ersatz von Grude-Molybdän noch mit einer erträglichen Verschlechterung der Oelausbeute durchgeführt werden kann, läßt sich auf Grund des vorliegenden Versuchsmaterials nicht bindend entscheiden, ist jedoch nicht wahrscheinlich.

gez. v. Hartmann.

---

1) Diese Möglichkeit ergibt sich allgemein aus den hier bei der Teerverarbeitung gesammelten Erfahrungen. Ein Versuch dieser Art liegt nicht vor.

2) 63 % Hochtemp.-Teer (Bismarckhütte)
24 % I.G. I Teerrückstand, 13 % Generatorteer.

TITLE PAGE

43. Verarbeitung von Steinkohlen auf verschiedene Mengen Schweröl-Überschuss.
Processing mineral coal for various yields of heavy oil excess.

Frame Nos. 732 - 737

Hochdruckversuche
v.Htm/Lu 358

H. D. Peters
+ Mitarbeiter
16. Dezember 1940/Pr.

Kl. 732/46

(43)

Verarbeitung von Steinkohlen auf verschiedene Mengen Schweröllüberschuss.

Die oberschlesische Kohle der Heinitzgrube (K 1197) wurde auf drei verschiedene Arten im 10 Ltr.-Ofen verarbeitet und zwar:

1. auf 0 % Schweröllüberschuss (Benzin + Mittelöl)
2. " 25 % " "
3. " 50 % " "

Die genauen Versuchsergebnisse dieser drei Fahrweisen werden, sobald alle Versuchsunterlagen vorliegen, gesondert zusammengestellt. Hier soll nur durch Gegenüberstellung der wichtigsten Ergebnisse ein vorläufiger Vergleich angestellt werden.

Der Hauptunterschied der drei Fahrweisen liegt in dem Mittelölgehalt des Anreibeöls bzw. der Verdünnung des Abschlammes, die beim Fall I (Benzin + Mittelöl) mit Schweröl allein, bei Fall II (25 % Schweröllüberschuss) mit einer Mischung von Mittelöl + Schweröl im Verhältnis 1 : 1 und beim Fall III mit Mittelöl allein vorgenommen wird. Ein weiterer Unterschied liegt in den Durchsätzen, die grundsätzlich um so höher liegen je mehr Schweröllüberschuss erhalten werden soll. Man kann den Durchsatz jedoch nun nicht mehr ganz willkürlich festsetzen, sondern muss hier im Verein mit der Temperatur die günstigsten Bedingungen hinsichtlich Vergasung und Asphaltabbau aufsuchen. Eine untergeordnete Rolle spielt Abschlammrückführung, die entsprechend dem

Mittelölgehalt des Anreibeöles erhöht wird, um die Eindickung des Kohlebreies durch Verdampfung zu kompensieren.

Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse der drei Fahrweisen sind in der nachfolgenden Tabelle einander gegenübergestellt. Die wichtigsten Zahlen hieraus sind in einem Schaubild aufgetragen. Aus dem Vergleich dieser Zahlen ergibt sich - wie besonders deutlich aus dem Schaubild hervorgeht - , dass die Fahrweise auf 25 % Schweröl überschuss am günstigsten ist. Und zwar sind nicht nur Leistung und Vergasung hier relativ am günstigsten, sondern insbesondere die Asphalte sind sowohl quantitativ wie qualitativ erheblich besser, sodass sie in der Rückstandsaufarbeitung keinerlei Schwierigkeiten bereiten. Der Grund hierfür liegt in der höheren Temperatur, die bei dieser Fahrweise mit hohem Durchsatz und nicht zu hoher Mittelölkonzentration im Anreibeöl ohne Erhöhung der Vergasung gefahren werden kann. Bei den beiden anderen Fahrweisen brachte eine Erhöhung der Temperatur eine beträchtliche Erhöhung der Vergasung bzw. bei entsprechend erhöhtem Durchsatz eine weitere Verschlechterung in den Asphalten mit sich.(vgl.Anmerkung am Schluß)

Was besonders auffällt, ist das Verhalten der Asphalte, die Abnahme im Anreibeöl mit zunehmendem Durchsatz auf der einen Seite (vgl. Schaubild oberste Kurve) gegenüber den davon ganz verschiedenen Asphalten auf Reinkohle bezogen, wie bereits oben erwähnt wurde. Diese scheinbare Diskrepanz erklärt sich durch die Überlagerung des Schleudereffektes. Im Fall I sind die Asphalte auf Reinkohle hoch und der Schleudereffekt bei der reinen Schmierölverdünnung ist schlecht, demgemäss sind die Asphalte im Anreibeöl hoch. Im Fall II sind die Asphalte auf

Reinkohle bezogen niedrig, der Schleudereffekt ist - Verdünnung mit Mittelöl : Schwerdl = 1 : 1 - mittelmässig. Im Fall III sind die Asphalte auf Reinkohle bezogen zwar anscheinend so hoch wie im Fall I, jedoch ist der Schleudereffekt dank der reinen Mittelölverdünnung sehr gut, sodass hier weniger Asphalte mit dem Mittelöl in den Ofen zurückgehen, als in den beiden anderen Fällen. Dies ist der Grund dafür, weshalb die Rückstandsaufarbeitung - in der die restlichen Asphalte vernichtet werden müssen - beim Fahren der oberschlesischen Kohle der Heinitzgrube erhebliche Schwierigkeiten bereitet, ja mit Verwendung des Kugelofens nicht durchführbar zu sein scheint. Nachdem ein Versuch im Fall III, mit niedrigerem Durchsatz zu arbeiten, zu keiner wesentlichen Verbesserung hinsichtlich der Verschwelung des Schleuderrückstandes geführt hat, sind nunmehr Versuche im Gange, durch andere Maßnahmen wie Verminderung der Gasmenge und tiefere Temperatur des Abscheiders bei nicht zu hohem Durchsatz eine höhere Reaktionstemperatur zu erzwingen. [1] Diese Massnahmen kommen einer erhöhten Mittelölverdünnung gleich und sind gewiss dazu geeignet, die Asphalte zu verbessern und vielleicht eine einwandfreie Verschwelung des Schleuderrückstandes im Kugelofen zu ermöglichen, doch wird dies nur mit einer Minderung der Leistung und auch einer Erhöhung der Vergasung erkauft werden können.

Überraschend ergibt sich der Abbau als weitgehend unabhängig von dem Durchsatz, doch muss dies zunächst als eine Eigenheit dieser schlesischen Kohlen angesehen werden, die bis zu einem gewissen Grade leicht abzubauen sind, deren Abbaupro-

---

[1]) vgl. Anmerkung am Schluß

dukte jedoch schwer spalten, weshalb sich diese Kohlen auch besonders zur Verarbeitung auf Schweröluberschuss eignen.

Im Ganzen ergibt sich aus diesem Vergleich, dass bei der jetzigen Art der Rückstandsaufarbeitung die Verarbeitungsweise auf 25 % Schweröluberschuss vom chemischen Standpunkt aus die günstigste ist.

gez. v. Hartmann.

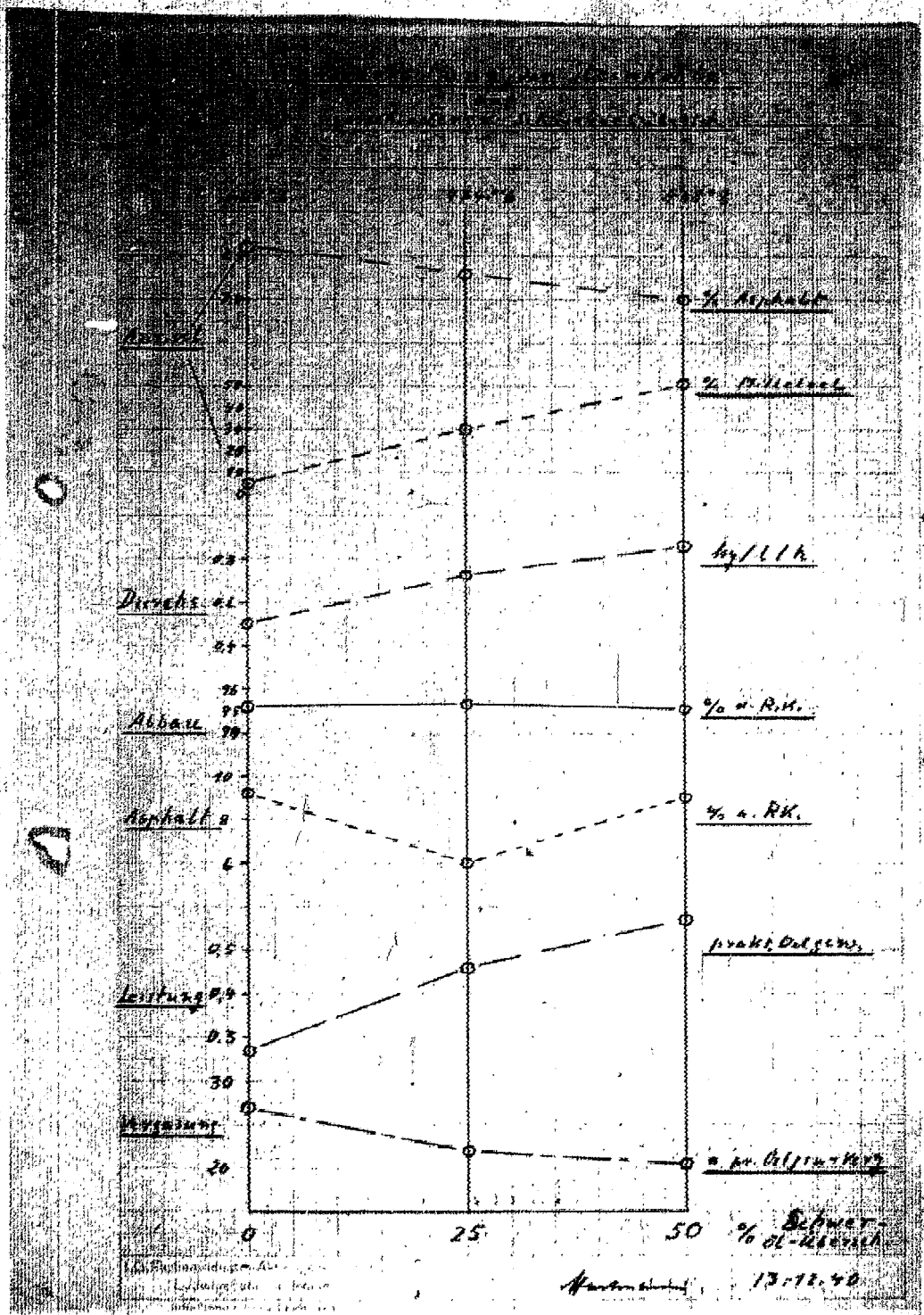
Anmerkung:

Inzwischen scheint bei dem laufenden Versuch auf 50 % Schweröluberschuss und sehr hohem Durchsatz (1,0) eine Andeutung dafür vorzuliegen, dass entgegen allen Erwartungen bei dieser Kohle die hohe Temperatur auch bei derart verminderter Verweilzeit ausreicht, um die Asphalte genügend abzubauen. Doch kann hierüber erst nach längerer Versuchsdauer Endgültiges gesagt werden.

Anlagen
1 Tabelle
1 Schaubild

Verarbeitung einer Steinkohle (Heinitzgrube, Oberschlesien) auf verschiedene Mengen Schweröl-Überschuss bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.

Kohle Nr. Datum % C	K 1197 vom 25.6.1940 (Heinitzgrube) 81,3		
% Wasser i.Rohkohle	1,5	2,0	1,6
% Asche i.Trockenk.	2,8	3,0	2,8
Anreiböl: Art	Schl.Öl aus Abschlamm + Abstr.S'öl >325°	Schl.Öl aus Abschlamm + M'öl + S'öl (1:1) 60:40	Schl.Öl aus Abschlamm + M'öl (60:40)
Anreiböl: % Festes	6,0	7,0	7,0
Anreiböl: % α-Asphalt	8,2	7,6	7,0
Anreiböl: % -325°	5,0	30,0	52,0
Anreibung	1 : 1	1 : 1	1 : 1
Kohle zu Abschlamm	1 : 0,1	1 : 0,4	1 : 0,5
Temp. °C Ofen	468	474	468
Durchsatz (RK)	0,45	0,72	0,86
m^3 Gas/kg RK	4,1	4,0	4,0
Kontakt	Fe, Bayer-masse, Na_2S	Fe, Bayer-masse, Na_2S	Fe, Bayer-masse, Na_2S
Abbau %	95,2	95,3	95,1
Im prakt. Öl-gew. -135 (-200)	13,2	(-200) 21	21
Im prakt. Öl-gew. 135-325 (200-325)	86,8	52	27
Im prakt. Öl-gew. >325	-	27	52
% Anreiböl-Überschuss	4,0	8,5	8,0
% Festes i.Abschl.	19,8	22,0	21,0
% Asph. a.Reinkohle	10,8	7,5	10,8
% Asph. i.festo. freien Rückl.öl	9,2	6,0	9,0
Leistung	0,27	0,46	0,57
Vergasung %	27,0	22,0	20,5
Ofen	451	451	451
Datum	12.-26.7.40	27.9.-1.10. 1940	9.-18.11.40


% Asphalt
% Mineral
kg/l l k.
% a. R.K.
% a. RK.
Bohwert
% Öl-Asphalt
13-12-40

TITLE PAGE

44. Schlesische Steinkohle 1118, pit coal of the "Gräfin-Johanna" Schacht der "Gräfl. Schaffgottshen Werke G.m.b.H." im 10 Ltr.Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren.
Silesian mineral coal 1118 from the pit "Gräfin Johanna" of the "Gräfl. Schaffgott'schen works Ltd.", processed for obtaining gasoline and middle oil at 600 atm in the 10 litre furnace.

Frame Nos. 738 - 770

Hochdruckversuche
Hu/Lu 558

18.November 1940/Pr.

736

Schlesische Steinkohle 1118

Förderkohle Gräfin-Johanna-Schacht
der Gräfl. Schaffgotsch'schen Werke G.m.b.H.

im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm
auf Benzin und Mittelöl gefahren.

Hochdruckversuche
Hu/Lu 558

18. November 1940/Pr. 739

Schlesische Steinkohle 1118

Förderkohle Gräfin-Johanna-Schacht der Gräfl.Schaffgotsch'schen Werke G.m.b.H., Gleiwitz

im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Schlesische Förderkohle aus dem Gräfin-Johanna-Schacht (K 1118) wurde im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren, um sie auf ihre Eignung für die hydrierende Verarbeitung zu prüfen. Unter den aus Schlesien erhaltenen Sendungen hatte sich diese Kohle als besonders vorteilhaft hervorgehoben [1]).

Anschliessend an den Versuch der normalen Verarbeitung (wie Gelsenberg) mit Eisensulfat, Bayermasse und Sulfigran wurde mit dieser Kohle die Möglichkeit der Verarbeitung von Steinkohle mit Zinksulfid-Molybdänoxyd geprüft.

Der Versuch von nahezu 500 Betriebsstunden mit Eisenkontakt zeigt, dass die Kohle sich fahrtechnisch einwandfrei verarbeiten lässt. Zwar lässt sie sich trotz ihres erheblich niedrigeren C-Gehaltes (80,1 %) - die Kohle hat einen Inkohlungsgrad von 0,486, also fast Braunkohlencharakter - nicht besser abbauen als Gelsenbergkohle, aber das aus der Kohle

[1]) Nachträglich hat sich ergeben, dass die untersuchte Sendung nicht dem Durchschnitt der Förderung des Schachtes entspricht, da später erhaltene Proben einen C-Gehalt von über 83 % aufwiesen.

740

entstandene schwere Öl spaltet wesentlich leichter, sodass sie sich mit tatsächlich höherer Leistung verarbeiten lässt, ohne dass hiermit eine Erhöhung der Vergasung verbunden ist.

Die folgende kleine Tabelle gibt einen Überblick über die wichtigsten Ergebnisse im Vergleich zu Gelsenbergkohle:

Kohle C-Gehalt %	K 1118 80,1	K 1118 80,1	K 1090 83,9
Kontakte Temperatur °C	Eisen 470	ZnS + MoO_3 470	Eisen 468
Abbau %	95,9	94,0	96,1
Leistung	0,327	0,313	0,266
% Anreibeölüberschuss gerechnet	17,2	25,8	15,9
Vergasung %	24,8	27,3	24,7
vom vergasten C % als CO	7,3	6,4	4,0
" " C % als CO_2	1,3	1,6	0,9
% Asphalt im festefreien Rücklauföl	6,7	8,3	6,6
% Asphalt im Neuabschlamm auf Reinkohle	7,5	10,8	7,4

Die Anfallprodukte unterscheiden sich nur unwesentlich in den meisten Eigenschaften von denen der Gelsenbergkohle. Es ist jedoch bemerkenswert, dass der hohe Sauerstoffgehalt dieser schlesischen Kohle nicht zu einem gleich hohen Phenolgehalt der Anfallprodukte führt wie bei Gelsenbergkohle. Man muss daher annehmen, dass der Sauerstoff bei dieser schlesischen Kohle entsprechend ihrem „jüngeren" Charakter in anderer Form gebunden ist und aus diesem Grunde in grösserem Maße zu CO - CO_2 abgespalten wird.

Auch das Mittelöl ist von anderer Struktur als die Öle aus den bisher bekannten Steinkohlen, da die entphenolierte Fraktion 200-350°C bei einem Anilinpunkt von -23°C die Cetenzahl + 25,0 aufweist.

Der Versuch mit Zinksulfid-Molybdänoxyd (310 Betriebs-Stunden) zeigte, dass diese Kontaktkombination in jeder Beziehung schlechter ist als Eisensulfat - Bayermasse, Bemerkenswert ist hier, dass die Produkte phenolreicher und teilweise wasserstoffärmer anfallen, womit sich zeigt, dass bei der gleichen Kohle ein stärkerer Abbau mit der Bildung phenolärmerer und wasserstoffreicherer Produkte bei Verwendung von Kontakten höherer Aktivität parallel geht.

742

Versuchszweck.

Im Hinblick auf die kommende Kohleverarbeitung in den Werken Pölitz und Blechhammer sollten Erfahrungen an schlesischen Steinkohlen gesammelt werden. Die hier geprüfte Sendung hatte in B-Bombenversuchen besonders günstige Ergebnisse gezeigt (vgl. jedoch Anmerkung 1) zu Seite 1).

Bei dieser Gelegenheit wurde anschliessend die Wirksamkeit der Kontaktkombination Zinksulfid-Molybdänoxyd an Steinkohlen untersucht.

Versuchsanordnung.

Gasvorwärmer: Abwärtsschlange 6 x 13 x 5000, N 8 (150 ccm) im elektrisch beheizten Luftbad.

Gas- und Brei-aufheizung: Auf- und Abwärts-Breischlange 10 x 23 x 12 800, N 8 (975 ccm gelitert) in elektrisch beheiztem Luftbad mit Luftumwälzung. Von hier durch elektrisch beheiztes 10er-Rohr aufwärts zum Ofen.

Ofen: 70 x 140 x 3500, N 8, elektrisch beheizt, mit auf- und abgehendem Ringscheibenrührer, Strömung aufwärts, Reaktionsvolumen (gelitert) 7,96 Ltr. Vom Ofen durch elektrisch beheizte 10er-Leitung abwärts zum Abscheider.

Abscheider: elektrisch beheizt, 70 x 140 x 2700, N 8, mit drehendem Schwertrührer, Strömung aufwärts, Standmessung mit Standschauglas (ohne Förderschnecke) Abschlammen abwärts durch BK-Ventile.
Gas und Produkt durch 10er-Leitung abwärts zum Kühler.

Kühler: Abwärtsschlange 10 x 23 x 6000, V_{2A}, weiter abwärts und aufwärts zum Abstreifer.

Abstreifer: 85 x 182 x 1570, Strömung aufwärts, Standhaltung mit Standschauglas.

Gasweg: zum Raschigturm (680 ccm) mit Glasringen, kleinen Wasserabstreifer (3000 ccm), dann über Dach entspannt.

Ofen 451 vom 16.9. - 23.10.39.

Versuchsverlauf:

16.9.39 Angeheizt.

17.9.39 Unter 600 atm Druck, 5000 Ltr. Nullgas über Dach. Mit Einlauf von Startöl (Einsatz 700 kg), bestehend aus P 1214 (Hibernia Anreiböl der Rütgerswerke, Rauxel) + P 1360 (Mischung verschiedener Steinkohlenteeröle) im Verhältnis 3 : 1.

18.9.39 Die Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider wird bei diesem Versuch auf nur 2 x 50 g je Schicht gehalten.
Bei dem hohen Sauerstoffgehalt der Kohle wird eine wesentlich grössere Wasserbildung als bei anderen Kohlen erwartet.[1])

---

[1]) vergl. jedoch die Schlussbemerkung zum Versuchsverlauf.

Umgestellt auf Kohlebrei: Förderkohle 1118 vom 21.1.39, geschroten, getränkt mit 1,2 % 1) 1181 ($FeSO_4 \cdot 7$ aq), getrocknet und gemahlen + 1,5 % 1) 6531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,3 % 1) 6709 (Na_2S, Sulfigran), beide Kontakte 50 %ig in Abstreiferschweröl aus Ofen 451 (Versuch mit Kohle 1156) kolloidal gemahlen zum Brei zugegeben, + Startöl 1 : 1, + Abschlamm 1 : 0,1.

Geschwefelte Bayermasse wird anstelle der bisher verwendeten geschwefelten Luxmasse genommen, weil in früheren dynamischen Versuchen mit den oxydischen Kontakten sich Andeutungen dafür ergeben hatten, dass Bayermasse günstiger wirkt. Allerdings hat sich in neueren B-Bomben-Versuchen kein merkbarer Unterschied zwischen geschwefelter Bayer- und Luxmasse gezeigt.
Auf Neutralisation der Kohle wird verzichtet, um mit mässigen Mengen Na_2S auskommen zu können.

Zur Schonung der Breischlange wird von Beginn an etwas Abschlamm zurückgeführt, doch wird die Menge so gering gehalten, dass sie grosstechnisch - wenn überhaupt nötig - keine erhebliche Belastung der Breipressen mit sich bringen würde.

Kohledurchsatz 5,0 kg/Std., Gas 3 cbm/kg Kohle. Die Temperatur wird so gefahren, dass 95-105 % Neuabschlamm auf Kohle berechnet anfallen. Jedoch werden folgende Höchsttemperaturen eingehalten: Vorheizer 24 MV, Ofen 24,6 MV, Abscheider 23,9 MV.

Aufarbeitung: Neuabschlamm + Schweröl >325°C aus Abstreifer + Schweröl-Destillation geschleudert, Schleuderöl = Anreibeöl. Schleuderrückstand geschwelt, Schwelöl zusammen mit Abstreifer destilliert auf Benzin -135°, Mittelöl 135-325° und Schweröl über 325°.

19.9.39 Unverändert.

20.9.39 Wegen gleichzeitigen Ausfallens beider Kohlebreipumpen zeitweilig auf Öl umgestellt.

Es kann angenommen werden, dass die Breischlange nicht geschädigt ist, da die Druckwaage unverändert ruhig schreibt. Dies deutet auch darauf hin, dass die Kohle nur in ganz geringem Maße in der Vorheizung quillt.

Ab B-Schicht Anreibeöl = Rücklauföl.

21.9.39 Unverändert.

22.9.39 Unverändert.

Mit Rücklauföl ist die Quellung ebenso gering wie mit Startöl. Trotzdem wird die an sich geringe

---

1) auf Kohle berechnet

Abschlammrückführung beibehalten, da die Festekonzentration im Brei mit 47,5 % (ohne Kontaktbrei berechnet) immer noch so hoch ist, wie für die Großtechnik vorgesehen, und weil es wirtschaftlicher erscheint, einen Teil der Verdünnung mit Abschlamm vorzunehmen anstelle des Anreibeöles, das zahlreiche Manipulationen durchgemacht hat.

23.9.39 Abschlammprozente zurück auf 90-100 %, da zu grosser Anreibeölanfall. Kontaktbrei mit eigenem Abstreiferschweröl.

Standstörung und Kotzen des Abscheiders, durch Spülen mit Öl und vorsichtiges Entleeren (Abschlammen auf Gas) nicht zu beheben. Daher umgestellt auf Öl, Temperatur zurück auf 22,5 MV, Druck zurück auf 230 atm. Durch häufiges Abschlammen des Abscheiders auf Gas und verstärktes Spülen mit Öl Stand in Ordnung gebracht. Druck, Temperatur und Kohlebrei wie zuvor.

24.9.39 Erneut Standstörung, die mit den bisherigen Mitteln nicht zu beseitigen ist. Daher auf Öl umgestellt und kaltgefahren.

25.9.39 Druck zurück auf 230 atm. Ofen lässt sich nicht entschlammen, da Abschlammventil 3 mit sandigem Dreck verstopft. Ventil ausgewechselt, für diese Zeit Druck zurück auf 50 atm, dann wieder vor auf 230 atm. Ofen und Abscheider dreimal leergeschlammt, sind beide den Mengen nach sauber. Dem Ausbaubefund nach ist das obere Absperrventil vom Druckausgleich mit Ammoncarbonat zugesetzt.

Möglicherweise stammt dies noch von früheren Versuchen her, da das Ventil beim letzten Abstellen des Ofens nicht ausgebaut worden ist.

Da vielleicht diese Salzablagerung die Ursache der Standstörung ist, wird die Wasserspülung in den Druckausgleich auf 50 g je Schicht verdoppelt. Ferner wird vorsichtshalber die Umdrehungszahl des Ofenrührers von 36 auf 52, die des Abscheiderrührers von 12 auf 26 je Minute erhöht.

Die Standstörungen und die Verstopfung des Abschlammventils lassen, zumal bei dem hohen Kalziumgehalt der Kohlesasche (17,63 %), ein Abbitzen der Asche befürchten. In 1 Ltr.-Ofen sind mit schlesischer Kohle überdies ähnliche Erfahrungen gemacht worden.

Abscheider mit P 318 (dickes Anthracenöl aus Wattenscheid) gespült, ist sauber.

Ofen druckios angeheizt.

26.9.39 Ofen unter 600 atm, 5000 Ltr. Gas. Mit Öleinlauf, umgestellt auf Kohlebrei, alles wie zuvor.

27.9.39 Wärmeübergang im Vorheizer durch unregelmässiges Arbeiten der Breipumpen etwas verschlechtert.

28.9.39 Beide Breipumpen nacheinander repariert, da Ventile stark verdreckt und ausgeschlagen, möglicherweise infolge der verhältnismässig groben Mahlung der Kohle (s.Siebanalyse) Stand reagiert träge, durch Ölspülung in Druckausgleich in Ordnung gebracht. Vorheizung weiter verschlechtert, vermutlich durch die Störung an den Kohlebreipumpen.

Bilanz Nr. 1

29.9.39 Unverändert.

30.9.39 Wegen zu grossen Anreibeölanfalles Abschlammprozente zurück auf 85-95. Vorheizung wieder verbessert, da die Breipumpen jetzt einwandfrei arbeiten und dadurch die Breischlange in der Temperatur gleichmässiger liegt.

1.10.39 Kohledurchsatz zurück auf 4,8 kg/Std., um die niedrigeren Abschlammprozente einhalten zu können.

2.10.39 Abschlammprozente vor auf 87-97, da Anreibeölanfall zu knapp.

Bilanz Nr. 2

3.10.39 Unverändert.

4.10.39 Standstörung am Abscheider. Da Spülen und Abschlammen auf Gas ohne Erfolg, umgestellt auf Öl, Temperatur zurück auf 22,5 MV und Stand durch häufiges Spülen mit Mittelöl und dann mit Wasser in Ordnung gebracht. Kohlebrei und Temperatur wie zuvor.

Der Grund für die Standstörungen ist offenbar eine Verstopfung in irgend einem Teile des Druckausgleichs Es gelang jedoch nicht, durch Spülen mit verschiedenen Ventilstellungen diese Stelle am Überdruck der Spülpumpen zu erkennen. Ob es sich um Verstopfung durch Ammonsalze oder durch aus dem Abschlamm abgesetzte gröbere Teilchen (Kaviar) handelt, ist nicht festzustellen. Bis zu einem gewissen Grade könnte für die zweite Möglichkeit sprechen, dass beim Entleeren des Abscheiders im Abschlamm sandige Teilchen[1] vorgefunden wurden. Indessen zeigen die Siebanalysen des Abschlamms (s.dort) nur ganz feine Teilchen. Auch sind im Ofen keine Absitzschwierigkeiten zu bemerken.

5.10.39 Unverändert.

6.10.39 Erneute Standstörung am Abscheider, durch Abschlammen auf Gas und Spülen mit Öl und Wasser behoben.

7.10.39 Unverändert.

---

[1]) spezifisches Gewicht des Benzolunlöslichen 1,7, Aschegehalt 65,6 %.

Bilanz Nr. 3

8.10.39 Unverändert.

9.10.39 Durchsatz vor auf 5,0 kg/Std. und Abschlammprozente vor auf 92-102 wegen zu knappen Anreibeölanfalles.

10.10.39 Nachdem durch die bisherigen Versuche das Verhalten der Kohle mit Eisenkontakten genügend bekannt ist, umgestellt auf 0,03 % Kontakt 7476 ($ZnS + MoO_3$ 2 : 1) 15 %ig in eigenem Schweröl über 325°C kolloidal gemahlen zum Brei anstelle der bisher verwendeten Eisenkontakte 1181 und 6531.

Dieser neue Kontakt hat sich in B-Bombenversuchen mit Kraakrückständen gelegentlich bewährt. Er soll mit Steinkohle erprobt werden, da die Eisenkontakte bisher in Gelsenberg nicht voll befriedigt haben.
Vorheizung verschlechtert.

11.10.39 Umgestellt auf 0,08 % Kontakt 7356 (ZnS) + 0,01 % 3496 (MoO_3) je 15 %ig kolloidal in eigenem Schweröl über 325°C gemahlen zum Brei, da mit einem im 1 Ltr.-Ofen parallel laufenden Versuch mit 0,03 % 7476 schlechte Ergebnisse erhalten wurden. Weitere Verschlechterung des Wärmeübergangs im Vorheizer, vermutlich als Auswirkung der neuen Kontakte.

12.10.39 Mehrfache Störung der Kohlebreipumpe 1, durch Spülen mit Anreibeöl behoben.

13.10.39 Erneute Störung an Kohlebreipumpe 1, wird durch Spülen behoben. Um die Möglichkeit auszuschalten, dass sich gröbere Teilchen in den Ventilen festsetzen, wird anstelle des bisher verwendeten Siebes am Einfüllgefäss mit 1,5 mm Maschenweite ein solches von 1 mm Maschenweite angebracht. Auf dem Sieb haben sich geringe Mengen Kohle und Kontakt abgesetzt [1]).

14.10.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 4

15.10.39 Unverändert.

16.10.39 Kontakt 7356 vor auf 0,1 %, da die Abschlammfarbe immer noch schlechter ist als bei Anwendung der Eisenkontakte, und da wahrscheinlich auch die Vergasung höher liegt.

17.10.39 Unverändert.

18.10.39 Unverändert.

---

[1]) 13,0 % Asche im Benzolunlöslichen

718

Bilanz Nr. 5.

19.10.39 Während der Analysenzeit unverändert. Die Analysen wurden in der 6. Schicht vorzeitig abgehängt wegen starker Verunreinigung des Frischgases mit CO infolge einer Störung in Oppau. Anschliessend Druckabfall am Abscheiderausgang um 150 atm, durch verstärkte Wasserspülung in Ausgangsleitung hinter Abscheider behoben. Dabei Kotzen des Abscheiders.

20.10.39 Kontakt 7356 vor auf 0,2 %, da Vergasung und Asphaltabbau gegenüber den Eisenkontakten immer noch erheblich schlechter sind.
Standstörung am Abscheider, wohl infolge von Ammonsalzansatz im oberen Teil des Druckausgleiches, da Ölspülung dieses Teiles nicht geht, dagegen Wasserspülung. Da der Stand auch dann noch nicht einwandfrei reagiert, umgestellt auf Öl, Druck und Temperatur zurück. Durch Nachspülen des Druckausgleiches mit Wasser und Mittelöl Stand in Ordnung, Druck wie zuvor.

21.10.39 Umgestellt auf Kohlebrei, Temperatur wie zuvor.

22.10.39 Unverändert.

Bilanz Nr. 6

23.10.39 Unverändert.

24.10.39 Umgestellt auf neuen Versuch.

Bemerkung:

Zu den zahlreichen Standstörungen ist nachträglich folgendes zu sagen:

Die Kohle hat nicht die starke Wasserbildung ergeben, die auf Grund ihres hohen O-Gehaltes (11,3 %) erwartet wurde. Vielmehr ist ein grosser Teil des Sauerstoffes in Form von CO und CO_2 abgespalten worden und zwar soviel, dass der CO_2-Partialdruck am Abscheiderausgang sich gegenüber anderen Versuchen sich nahezu verdoppelte. Da der NH_3-Partialdruck sich in der üblichen Höhe hielt, war die Abscheidung von Ammoncarbonat im Druckausgleich und in der Ausgangsleitung des Abscheiders besonders begünstigt. Dies erklärt die dauernden Störungen, von denen drei bereits während des Versuches auf Ammonsalzablagerung zurückgeführt werden konnten, und es ist anzunehmen, dass mit verstärkter 1) Wasserspülung in den Druckausgleich und die Ausgangsleitung störungsfrei gefahren werden konnte.

---

1) Hier wurden 2 x 25 g/Schicht in den Druckausgleich und 2 x 50 g/Schicht in die Ausgangsleitung eingedrückt.

Versuchsergebnisse.

A Mit Eisenkontakten

Bilanz Nr. 1

Die Kohle zeigt trotz zu hohen Anreiböluberschusses von 14,6 % eine recht gute Leistung von 0,30. Der Abbau ist mit 96,4 % sehr gut, die Vergasung dagegen etwas ungünstiger als bei Gelsenbergkohle. Auch die Asphaltwerte liegen etwas höher. Die Kohle verursachte keine Schwierigkeiten durch Quellung in der Vorheizung.

Bilanz Nr. 2

Bei etwas verringertem Durchsatz und geringer Temperaturerhöhung entspricht die Menge des Rücklauföles besser dem Gleichgewicht. Die Leistung hat sich auf den ausgezeichneten Wert 0,33 gehoben. Asphaltabbau und Vergasung sind verbessert.

Bilanz Nr. 3

Bei unveränderter Fahrweise tritt eine geringfügige Verschlechterung der bisherigen Werte ein, die der weitergehenden Annäherung an das Rückführungsgleichgewicht zuzuschreiben ist.

Reduzierung des sehr hohen Calciumgehaltes (1,4 % a.T.K.) durch Entaschung würden die Ergebnisse möglicherweise verbessern. Der Sauerstoff der Kohle wird in grösserem Masse als CO und CO_2 abgespalten, wodurch sich der Wasserstoffverbrauch niedriger halten muss, als nach dem O-Gehalt zu erwarten war.

Das raffinierte Benzin -135°C hat den Klopfwert

Vl (Reseuroh-Methode) und ist auch in seinen sonstigen Eigenschaften anderen Sumpfbenzinen sehr ähnlich. Obwohl die Kohle wesentlich sauerstoffreicher ist, enthält das Mittelöl weniger Phenole als das aus Gelsenbergkohle. Es weist in den Fraktionen -230°C einen höheren Anilinpunkt und ein niedrigeres spezifisches Gewicht auf. Der Gehalt an Ungesättigten ist mit 17,0 % ziemlich hoch. Die Cetenzahl der entphenollerten Fraktion 200-350°C ist trotz des niedrigen Anilinpunktes von -23°C mit 25 für ein Steinkohlenöl recht gut. Die Vakuumfraktionen des Gesamtschweröles sind spezifisch etwas leichter als die aus K 1090.

B Mit Zinksulfid und Molybdänoxyd

Bilanz Nr. 4

Bei diesem Versuch mit 0,08 % ZnS und 0,01 % MoO_3 ist wegen Anreibeölmangels der Durchsatz erhöht worden. Zum Teil wird die Verschlechterung des Feste- und Asphaltabbaues hierauf zurückzuführen sein, nicht dagegen die Erhöhung der Vergasung, die den neuen Kontakten zur Last zu legen ist.

Bilanz Nr. 5

Bei unveränderter Fahrweise mit 0,1 % ZnS und gleichbleibender Molybdänmenge hat sich der Anreibeölüberschuss noch vermehrt, d.h. es wird mit zu hohem Durchsatz gefahren. Die Leistungen dieser Versuchsgruppe können daher mit denen der Gruppe A nicht ohne weiteres verglichen werden. Der Abbau hat sich um ein geringes auf 94,2 % gehoben.

Bilanz Nr. 6

Eine weitere Erhöhung des ZnS-Zusatzes auf 0,2 %, womit die Kosten der Eisenkontakte wohl schon erheblich überschritten sein würden, bessert nichts an Leistung und Vergasung. Der Asphaltspiegel ist dagegen nicht unbeträchtlich gestiegen. Die Kohle hat trotz ihres hohen Aschegehaltes keine Absitzneigung gezeigt.

Das Benzin zeigt fast dieselben Eigenschaften wie das mit Eisenkontakten erhaltene. Das Mittelöl ist phenolreicher, und seine Fraktionen bis 270°C haben einen niedrigeren Anilinpunkt. Auch die höheren spezifischen Gewichte der Vakuumfraktionen vom Gesamtschweröl zeigen die schlechtere Hydrierwirkung der untersuchten Kontakte.

Verglichen mit Gelsenbergkohle und deren Produkten sind sowohl die Kohle wie die bei der Verarbeitung mit diesem Kontakt erhaltenen Öle ärmer an C und H, dagegen sauerstoffreicher. Dagegen enthalten die Öle trotz niedrigeren Gehaltes der Kohle an flüchtigem S erheblich mehr Schwefel.

Besondere Beobachtung

Obwohl die Kohle praktisch chlorfrei ist, enthielt das Abwasser nach dem Anfahren und nach Ergänzung des Anreibeöles mit Startöl grössere Chlormengen, die nach einigen Tagen bis auf Spuren zurückgingen. Das als Startöl verwendete Teerölgemisch (P 1214 + P 1360) kann also zum mindesten gelegentlich ins Gewicht fallende Mengen Chlor enthalten. Bei B-Bomben-Versuchen, für die mit diesem Gemisch angerieben wird,

insbesondere bei Kontakterprobungen, wäre hierauf zu achten.

Die Versuche wurden
ausgeführt von:

Dr. Krönig

gemeinsam mit

Dr. v.Hartmann
Dr. Rank
Dr. Schiffmann

gez. Hupfer

gez. v.Hartmann.

Anlagen:

1 Tabellen-Verzeichnis mit
16 Tabellen.

Tabellenverzeichnis

Tabelle	I	Bilanzen
"	Ia	" , Ergebnisse
"	Ib	" , Analysen des Anfalls
"	II	Eigenschaften der Rohkohle 1118
"	III	Benzinuntersuchungen
"	IV	Mittelöluntersuchungen
"	V	Schweröluntersuchungen
"	VI	Anreibeöluntersuchungen
"	VII	Gasöluntersuchung
"	VIII	Elementaranalysen und Heizwerte
"	IX	Elementarbilanz
"	X	Gasanalysen und Verteilung des als KW vergasten C
"	XI	Iso-Butangehalte
"	XII	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
"	XIII	Gelöste Stoffe im Reinabwasser
"	XIV	Siebanalysen.

Tabelle I

Bilanzen [1]

vom Fahren der Kohle 1118 v. 21.1.39 auf Benzin + Mittelöl

bei 600 atm.

C in Reinkohle 80,1 %.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6
Ofen	451	451	451	451	451	451
Tag 1939	29.9.	3.10.	8.10.	15.10	19.10.	23.10.
Schicht	abc	abc	abc	abc	abc [2]	abc
Betriebsstunden	269	365	485	653	749	845
Kohle Aschegehalt der Trockenkohle [3]	7,9	7,5	7,7	7,1	8,6	7,2
Vorbehandlung	Geschroten			geschroten, getrocknet und gemahlen		
Kontakte (% auf Trockenkohle)	1,2% 1181 [4] aufgetränkt, getrocknet und gemahlen + 1,5% o531 [5] (50 %ig) + 0,3 % Kat.6709 [8] (50 %ig) nicht aufgetränkte Kontakte kolloidal in Abstreiferschweröl aus K 1118 gemahlen zum Brei gegeben			0,08% Kat.7356 [6] (15%ig) + 0,01 % 3496 [7] (15%ig)	0,10%	0,20%
Anreibung	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1
Art des Anreibeöles	Schleuderöl aus mit Schweröl vom Abstreifer + Schwelöl verdünntem Abschlamm					
spez. Gewicht	1,088/50°	1,080/50°	1,070/50°	1,078/50°	1,042/100°	1,054/100°
% Festes	4,8	5,3	5,6	5,1	5,2	6,3
% Asche im Festen	39,1	51,9	52,7	46,7	43,4	21,2 (?)
im Öl % -325°C	9,1	8,8	11,2	8,9	8,1	13,7
% s-Asphalt	7,9	8,0	6,9	8,4	8,3	11,0
Rückführung Kohle : Abschlamm	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1
Fahrbedingungen						
Temperatur °C Breisohlauf	439	442	442	437	439	439
Ofen	468	470	470	468	470	470
Abscheider	456	458	458	458	458	458
Durchsatz kg Reinkohle/Ltr.Ofenvol./Std.	0,558	0,546	0,538	0,576	0,568	0,581
Eingangsgas m^3/kg Reink.	4,48	4,40	4,46	4,40	4,40	4,31
Umdrehungszahl des Ofenrührers je Min.	52	52	52	52	52	52

1) gerechnet auf butanfreies Benzin
2) 21 Stunden
3) getränkt mit Kat. 1181
4) $FeSO_4 \cdot 7$ aq
5) geschwefelte Bayermasse
6) ZnS
7) MoO_3
8) Na_2S

Tabelle I a

Bilanzen

Ergebnisse.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6
Rohbilanz	100,8	100,0	100,0	100,4	99,9	99,8
Prakt./theoreth. Verflüssigung	103,3	99,6	99,8	101,5	101,8	98,6
Abbau	96,4	95,9	95,8	93,7	94,2	97,5 [1]
Theoreth. Ölgewinn % auf Reinkohle	75,1	74,7	74,4	71,3	72,8	75,2
Hochdruckölgewinn % auf Reinkohle	73,6	69,5	69,4	67,2	69,3	69,4
darin % -135°C	8,9	10,7	9,9	11,6	10,2	9,0
% 135-325°C	64,7	78,6	75,1	73,2	67,1	67,0
% s-Asphalt	+ 0,6	-2,2	+ 0,4	+ 1,6	+ 2,3	-0,2
Prakt. (Bi + Mi)-Ölgewinn-Leistung kg/Ofen 1/Std.	0,303	0,330	0,318	0,328	0,305	0,307
darin % Benzin -135°C	12,1	[illegible]	11,6	17,6	13,2	11,3
% Gasbenzin im Gesamtbenzin -135°C	22,9	18,9	19,1	24,9	20,4	22,1
Anreiböl Überschuss prakt.	14,6	-1,1	4,7	7,7	9,3	12,7
" " gerechn.	26,2	10,6	14,8	15,1	22,6	23,9
Vergasung % a.prakt.Ölgewinn + Vergasung	25,9	23,9	24,8	27,3	27,0	27,5
Vergastes C % a.Reinkohle	16,3	16,7	16,8	18,4	17,1	17,2
davon % als CO	8,3	7,4	7,2	4,7	6,5	6,3
" % " CO_2	1,3	1,4	1,1	1,3	1,7	1,5
Abwasserneubildung % a.R.K.	10,1	11,6	12,3	10,3	10,2	10,6
Neuabschlamm % a. R.K.	110,0	102,3	102,8	105,8	106,6	106,4
darin s-Asphalt % a.R.K.	9,2	7,2	7,8	10,2	10,8	11,3
" " " % a.festefreies Rückleuföl	6,7	5,7	6,1	8,0	8,0	8,9
Aschebilanz aus/ein	97,8	100,2	96,6	111,4	92,0	113,4

[1] vermutlich zu hoch, da der Aschegehalt des Anreiböles zu niedrig gefunden wurde.

Tabelle I b

Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr	1	2	3	4	5	6
Abstreifer + Schweröl						
spez.Gewicht/20^0	0,994	0,992	0,990	0,992	0,992	0,985
% -135°C	4,7	5,3	5,0	5,6	4,6	5,3
% 135-325°C	46,3	50,0	49,3	49,4	45,8	51,0
Abschlamm						
spez.Gewicht	1,082/50°	1,080/50°	1,070/50°	1,120/50°	1,052/100°	1,058/100°
% Feststs	18,0	13,9	20,0	20,3	19,5	18,0
% Asche im Festen	62,0	64,9	64,1	55,8	55,1	57,5
im Öl % -325°	13,4	14,1	16,9	15,0	12,6	9,7
% a-Asphalt	10,2	8,8	9,5	12,1	12,6	13,0

Tabelle II

Eigenschaften der Rohkohle 1118.

Elementaranalyse	s.Tabelle III
Flüchtige Bestandteile a.R.K.	39,89 %
Urteer	11,29 %
Bitumen (Benzol-Alkoholmethode) a.RK.	5,02 %
Bitumen (Benzolmethode) a.R.K.	0,30 %
H disp.	5,58 %
Alkalität g H_2SO_4/kg Tr.K.	29,8 g
Asche % a.T.K.	7,8 %

Aschenanalyse	%	% a.R.K
SiO_2	19,36	1,64
Fe_2O_3	18,56	1,45
Al_2O_3	15,59	1,22
CaO	17,63	1,38
MgO	8,17	,64
K_2O + Na_2O	1,67	0,13
SO_3	18,39	1,43
P_2O_5	0,38	0,03
Cl	Spuren	-
TiO_2	0,42	0,03

Tabelle III

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.		2	5
Benzin aus Abstreifer 135°C + Pentan + Butan		262:61:17	222:97:17
Rohbenzin:	spez.Gewicht	0,730/20°	0,730/20°
	Anilinpunkt °C	+ 37,5	+ 38,5
	Phenole %	0,75	-
Raffination:		Entphenoliert, mit 5 % Doktor-Lösung und Schwefel behandelt, 2 x mit 1% Oleum (H_2SO_4) raffiniert mit NaOH nachgewaschen und mit Dampf über NaOH redestilliert	
Raffinationsverlust		1,6 Vol%	1,5 Vol %
Waschverlust		0,4 " "	1,0 " "
Redestillationsverlust		0,2 Gew %	1,0 Gew. %
Raffinat:			
Farbe		hell	hell
spez. Gewicht		0,730/20°	0,722/20°
Anilinpunkt I °C		+ 40,0	+ 42,0
" Ia"		+ 40,0	+ 42,5
" II"		+ 51,5	+ 51,5
Dampfdruck atü		0,647	0,628
Cu-Streifen		schwach korrod.	gut
Cu-Schale mg		2	0,5
Porzellan-Schale mg		2	4
Doktor-Test		negativ	negativ
H_2SO_4-Test		unter 2	unter 2
Fraktion 80-100°C			
spez. Gewicht		0,736/20°	0,727/20°
Anilinpunkt °C		+ 38,5	+ 38,0
Fraktion 110-140°C			
spez.Gewicht		0,758/20°	0,761/20°
Anilinpunkt °C		+ 34,5	+ 32,5
Zusammensetzung			
Paraffine %		34,0	35,0
Naphthene %		53,5	54,5
Aromaten %		10,0	9,0
Ungesättigte KW %		2,5	1,5
Klopfwert Research-Meth.		71,0	72,0

Tabel
(For[illegible])

Bilanz Nr.	2	5
ASTM-Siedekurve		
% 38-50 °C	2,0	2,8
-60	4,0	11,5
-70	19,5	25,0
-80	34,0	42,0
-90	51,5	64,0
-100	68,5	76,0
-110	78,0	83,0
-120	85,0	91,0
-130	88,0	93,0
-135	89,0	94,0
-140	90,5	95,0
-150	91,5	-
-160	92,5	-
-170	93,0	-
-180	94,5	-
Rückstand	96,0	96,5

Untersuchung der Destillfraktionen
zu Bilanz Nr. 2

Fraktion	I	II	III	IV	V
Gewichts-%	20,6	20,1	19,7	20,1	19,3
Temperatur °C	-69	69-99	99-133	133-172	172-200
spezifisches Gewicht	0,644/10°	0,727/20°	0,768/20°	0,805/20°	0,854/20°
Anilinpunkt I °C	-	+ 36,5	+ 27,0	+ 18,7	+ 11,2
" II °C	-	+ 48,0	+ 50,2	+ 56,0	+ 60,7
ungesättigte KW %		0,0	0,0	5,0	5,0
Klopfwert					
Research-Methode	86,0	75,0	70,0	67,0	67,5
Motor-Methode	82,0	68,5	63,0	59,5	60,0
Mot.-Meth. + Pb	95,0	84,0	78,5	72,5	-

Mittelölunterschungen.

Bilanz Nr.		8	5
Abstreifer + Schweröl >135°		90,5:9,5	92,2:7,8
spezifisches Gewicht		-	1,006/20°C
Mittelöl roh	135-325°C		
Ausbeute	%	56,0	51,9
spezifisches Gewicht		0,968/20°	0,951/20°
Phenole	%	14,6	16,6
Siedebeginn	°C	165	128
Gew.Engler			
%	-200°C	8,0	3
	-225	20,7	35,8
	-250	35,6	50,5
	-275	53,1	68,2
	-300	72,3	83,3
	-325	88,7	93,0
	-340	96,2	97,6
Rückstand	%	99,9	100,0
Mittelöl entphenoliert			
spezifisches Gewicht		0,948/20°	0,928/20°
Anilinpunkt berechnet	°C	-17,8	-12,7
ungesättigte KW	%	17,0	14,6
Fraktion 180-210°C			
spez. Gewicht		0,850/20°	0,854/20°
A.Pkt. berechnet	°C	+ 1,8	+ 0,6
Fraktion 210-230°C			
spez. Gewicht		0,880/20°	0,876/20°
A.Pkt. berechnet	°C	-3,4	-6,7
Fraktion 240-270°C			
spez. Gewicht		0,927/20°	0,930/20°
A.Pkt. berechnet	°C	-16,4	-17,7
Fraktion 280-310°C			
spez. Gewicht		0,965/20°	0,963/20°
A.Pkt. berechnet	°C	-22,4	-22,0

Tabelle 1

Schweröluntersuchungen.

Bi aus Nr.		2	5
Schweröl >325°C aus Abstreifer-schweröl + Abschlammöl		36,4 : 63,6	36,4 : 63,6
spez. Gewicht		1,052/100°	1,044/100°
" "	des Abstreifer-schweröles	1,050/50°	-
Vakuumkurve	mm	27	14
120-225°C	Gew. %	15,9	24,5
	Aussehen	rotgelb, flüssig	schwarzbraun, flüssig
	spez. Gewicht	0,965/40°	1,007/40°
-275°C	Gew. %	53,1	61,7
	Aussehen	gelb, dickflüssig	dunkelbraun, dickflüssig
	spez. Gewicht	1,030/60°	1,050/60°
-325	Gew.%	70,4	74,0
	Aussehen	gelb, fest	braun, fest
	spez. Gewicht	1,040/90°	1,067/90°
Rückstand	Gew.%	99,8	100,0
	Aussehen	schwarzbraun fest	schwarz, fest

Tabelle VI

Analysenzusammenstellungen.

Bilanz Nr.		2	5
spezifisches Gewicht		1,080/50°C	1,042/100°C
Siedebeginn	°C	255	248
Gew.Engler -325	°C	8,8	8,1
Vakuumkurve	mm	24	11
Siedebeginn	°C	145	131
-225°	Gew.%	18,6	27,8
	Aussehen	rotgelb, flüssig	schwarzbraun, flüssig
	spez. Gewicht	1,010/40°	1,011/20°
-275°	Gew.%	57,4	59,0
	Aussehen	gelb, dickflüssig	dunkelbraun, dickflüssig
	spez.Gewicht	1,050/60°	1,047/60°
-325°	Gew.%	73,8	73,2
	Aussehen	gelb, fest	braun, fest
	spez.Gewicht	1,072/90°	1,060/90°
Rückstand	Aussehen	schwarzbraun, fest	schwarz, fest
	Gewichts-%	100,0	99,9

Tabelle VII

Gasölunterschung

zu Bilanz Nr. 2.

Destillat 200-350°C aus Abstreifer + Schweröl 90,5 : 9,5,
Ausbeute 52,1 %

	roh	entphenoliert
Farbe	dunkelrot	dunkelrot
spezifisches Gewicht	0,984/20°	0,970/20°
Anilinpunkt berechnet °C	-26	-23
Cu-Streifen	gut	gut
Phenole %	13,6	-
ungesättigte KW %	-	13,0
Cetenzahl	-	25,0 1)
Jodzahl	-	33,5
Schwefel %	-	0,12
Stockpunkt °C	-	-38
Trübungspunkt	-	nicht bestimmbar, zu dunkel
Viskosität/20°C	-	1,42°E
" /50°C	-	1,18°E
Siedebeginn °C	210	216
Gew. Engler % -225°C	4,4	-
-250	20,9	10,2
-275	41,7	30,3
-300	62,6	54,4
-325	83,4	79,2
-350	94,2	93,5
-360	97,6	96,5
Rückstand	99,9	98,9

1) Zur Kontrolle dieses für ein Steinkohlemittelöl und für den (normal) niedrigen Anilinpunkt erstaunlich hohen Cetenwertes wurde am 15.10.40 nochmals eine Probe des entphenolierten Mittelöles 135-325° erneut untersucht. Sie wies bei einem Anilinpunkt von -20° bar, eine Cetanzahl von 17,0 auf, was einer Cetenzahl von rd. 20 entspricht.

Elementaranalysen und Heizwerte

Tabelle VIII

zu Bilanz Nr. 5.

	Kohle Ilig Original	Kohle Ilig gefahren	Anreiböl Öl	Anreiböl Festes [1]	Benzin -135°	Mittelöl 135-325°C	Abstreifer-schweröl >325° + Abschlammöl	Abschlamm-festes [1]
% C	80,10	78,12	88,75	88,68	85,12	85,86	87,42	95,45
% H	6,26	5,18	7,44	3,89	14,56	9,43	7,44	3,72
% O	11,31	14,19	2,76	- [2]	0,05	3,70	4,21	- [2]
% N	1,56	1,54	0,76	1,14	0,22	0,94	0,63	1,07
% S flüchtig	0,77	0,97	-	10,85	-	-	-	9,71
% S gesamt	1,09	1,40	0,29	16,88	0,054	0,071	0,30	20,4
U-Heizwert cal.	7 523	7 319	9054	8 375	10290	9 268	9 025	5 655

[1]) berechnet auf wasser- und aschefrei

[2]) Asche sulfathaltig

[3]) getränkt mit 1,2 % $FeSO_4 \cdot 7$ aq, getrocknet und gemahlen

764

Tabelle IX

Elementarbilanz

zu Bilanz Nr. 5
(korrigiert) [1]).

	g bezw. Ltr.	g C	g H	g O	g N	g ges.S
Ein:						
Reinkohle (getränkt mit 1,2% Kontakt 1161, getrocknet und gemahlen)	1000,0	781,2	51,8	141,9	12,9	14,0
Kontakt 7355	7,3	-	-	-	-	2,4
3496	0,66	-	-	-	-	-
5709	6,6	-	-	-	-	2,7
Anreiheöl Festes	34,5	31,0	1,3	-	0,4	5,8
Öl	1107,3	983,0	82,3	30,5	8,4	3,1
Spülungen Mittelöl	22,1	19,0	2,0	0,9	0,2	0
Schweröl	31,8	27,9	2,4	1,3	0,2	0
Wasser	20,6	-	2,2	18,4	-	-
Eingangsgas (H gerechnet)	4400	5,4	71,8	3,1	-	-
Gesamteingang	-	1850,5	213,8	196,1	22,1	28,0
Aus:						
Benzin + Gasbenzin -135°	77,0	65,5	11,3	0	0,2	0
Mittelöl	407,6	401,5	44,3	17,2	4,4	0,2
Schweröl aus Abstreifer + Neuabschlamm	1213,9	1061,0	90,5	51,1	7,5	3,8
Abschlammfestes	97,2	92,9	3,8	-	0,9	20,7
Abwasser	127,3	2,2	13,9	104,8	5,1	1,1
Ofengas	3480	189,6	41,6	19,7	0	1,8
Abstreifergas	55	30,7	6,9	2,9	4,0	0,2
Abschlammgas	42	7,1	1,5	0,4	0	0,2
Gesamtausgang	-	1850,5	213,8	196,1	22,1	28,0
% Aus/Ein		100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz		96,0	100,0	96,3	85,7	93,7

[1]) siehe Anhang zu Tabelle IX

Korrektur der Elementarbilanz

Zur Korrektur der C-Bilanz wurden sämtliche Posten der Ausgangsseite gleichmässig erhöht, da Mess- oder Analysenfehler nicht erkennbar sind. Die dann noch verbleibenden Unstimmigkeiten wurden wie folgt bereinigt:

a) Die Sauerstoffbilanz durch geringfügige Änderung der Abwassermenge

b) Die Stickstoffbilanz durch Berichtigung des N-Gehaltes der Kohle [1])

c) Die Schwefelbilanz durch Änderung des (Gesamt-) Schwefels im Abschlammfesten, bei dessen Wert geringe Analysenfehler den grössten Ausschlag geben.

---

[1]) vergl. Zusammenstellung Hupfer 17 2041 vom [illegible].40

Tabelle X

Gasanalysen
und
Verteilung des als Kohlenwasserstoff vergasten C.

Gang-Nr. / Gasart	2 Vol.% Ofen-gas	Pro-dukt-gas	Ab-schlamm-gas	5 Vol.% Ofen-gas	Pro-dukt-gas	Ab-schlamm-gas	2 Verteilung des als KW vergasten C
CO_2	0,05	3,39	0,11	0,03	3,75	0,24	
H_2S	0,02	8,42	0,16	0,04	5,40	0,20	
NH_3	0	0,28	0,58	0	0,29	0,54	
CO	0,20	0,33	0,35	0,68	0	0,46	
H_2	92,00	44,60	81,00	90,48	46,10	78,42	
N_2	2,33	1,47	2,15	2,34	1,03	2,15	
CH_4	3,05	5,24	5,78		5,86	6,38	25,1
C_2H_6	0,95	7,42	3,04		6,95	3,45	19,9
C_2H_4	0,03	0,31	0,05	5,38	0,23	0,05	0,5
C_3H_8	0,75	14,42	3,34	Stock-ana-lyse	15,19	4,05	28,1
C_3H_6	0,35	0,53	0,10		0,64	0,10	1,6
C_4H_{10}	0,45	8,30	1,49	Mittel	9,06	1,33	23,2
C_4H_8	0,03	0,37	0,05		0,74	0,10	2,3
C_5H_{12}	0,10	4,10	0,80		3,80	1,52	
C_5H_{10}	Spuren	0,41	0,05		0,54	0,10	
Höhere Paraffine	0	0	0,80		0,10	0,71	
Höhere Ungesättigte	0	0	0,05		0,02	0,05	
	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Tabelle XI

Iso-Butangehalte.

% vom Gesamtbutan.

Bilanz Nr.	2	5
im Ofengas	-	15,2
im Produktgas	11,7	13,3
im Abschlammgas	13,7	20,7
im Abstreifer gelöst	7,7	7,1
% Isobutan im Gesamtbutan	-	14,6

Tabelle XII

Organisch gebunder Schwefel in Abgasen.

Bilanz Nr. 2

	mg S/cbm
im Ofengas	8,63
im Produktgas	31,3
im Abschlammgas	25,1

Tabelle XIII

Gelöste Stoffe im Reinabwasser.

g/kg

Tag 1939	Bilanz Nr.	Cl	NH_3	H_2S	CO_2	Phenole
19. 9.	-	0,136				
20.9.	-	0,054				
21.9.	-	Spuren				
27.9.	-	0,676				
28.9.	-	0,033				
29.9.	1	0,041			48,7	
3.10.	2	0,01	62,3	23,6	49,6	5,6
8.10	3	0,0135			47,8	
11.10.	-	Spuren			-	
15.10.	4	Spuren			46,0	
19.10.	5	Spuren	47,7	9,25	39,5	6,0
23.10.	6	Spuren			50,2	

Tabelle XIV

Siebanalysen.

	Kohle	Abschlammfeines	
Tag	28.9.39	3.10.39	4.10.39
Rückstand auf 100er Sieb	0	0	0
" " 900 " "	0	0	0
" " 2500 " "	0	0	0
" " 4900 " "	10,5 %	0	0
" " 10000 " "	-	Spuren	Spuren
" " 12100 " "	5,0 %	0,5 %	0,5 %
" " 16000 " "	17,5 %	1,0 %	0,5 %
Durchgang durch 16000er Sieb	28,5 %	2,0 %	1,0 %
	38,5 %	97,5 %	98,0 %

TITLE PAGE

45. Sudetenteer (Lurgi-Teer aus Brüxer Kohle).
"Sudenten" tar ("Lurgi" tar from
"Brüx" coal).

Frame Nos. 771 - 796

771

8. November 1940

1 Durchschlag
+ Anlagen.
16. 4.
54

S u d e t e n t e e r

(Lurgi-Teer aus Brüxer Kohle).

Hochdruckversuche
Lö/v.Htm/Lu 558

8. November 1940/Pr.

772

S u d e t e n t e e r

(Lurgi-Teer aus Brüxer Kohle).

Zusammenfassung.

Im Hinblick auf den Bau eines Hydrierwerkes in Brüx wurde getoppter Brüxer Teer auf seine Hydrierfähigkeit untersucht. Er wurde in einer Versuchsperiode von 336 Betriebsstunden mit Kontakt 5475 [1]) mit befriedigenden Ergebnissen auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. In einer anschliessenden kurzen Versuchsperiode von weiteren 96 Betriebsstunden wurde 5475 durch Kontakt 6612 [2]) ersetzt, womit die gleichen Ergebnisse erzielt wurden. Hierbei muss allerdings berücksichtigt werden, dass der mit Kontakt 6612 nach der direkten Umstellung von 5475 auf diesen Kontakt durchgeführte Versuch zu kurz ist - er musste aus äusseren Gründen abgebrochen werden -, um einen einwandfreien Vergleich der Kontakte zu gestatten. Doch kann man mit Sicherheit annehmen, dass dieser Teer sich auch mit Kontakt 6612 gut verarbeiten lässt, da ein wesentlicher Unterschied sich auch bereits in der kurzen Zeit gezeigt haben müsste.

Die wichtigsten Zahlen aus den in den ausführlichen Tabellen zusammengestellten Versuchsergebnissen sind nachfolgend den Versuchsergebnissen mit Böhlener Teer gegenübergestellt:

---

[1]) Grude mit 2 % Molybdänsäure imprägniert/neutralisiert mit 10 % $FeSO_4$

[2]) Braunkohlen-Generator-

Ausgangsprodukt	Brüxer Teer	Böhlener Teer
Nr.	P 1397	P 1238
getoppt bis °C	350 [1])	325
Eigenschaften der Teere:		
Spezifisches Gewicht	0,992/100°	0,985/100°
% Festes	3,3	0,05
% Asche i.G.	0,8	0,02
% s-Asphalt	9,8	4,4
% -325°C	2,7	4,1
% -350°C	12,8	-
Verarbeitungsbedingungen:		
Druck atm	250	250
Temperatur °C	470	479
Kontakt	0,5% 5475	0,4% 5475
Reinfrischöldurchsatz	0,69	0,82
Gas m^3/kg Reinfrischöl	2,8	3,1
Absohlamm-Rückführung	1 : 0,5	1 : 0,5
Frischöl : Schweröl	75 : 25	57 : 43
Versuchsergebnisse:		
Oelgewinn % v.Frischöl	85	88
Oelgewinnverteilung:		
Benzin %	-215° 22	-200° 24
Mittelöl %	215-350°: 78	200-325°: 76
Neuabschlamm % vom Frischöl	6-7	3
Leistung	0,52	0,68
Vergasung	12,5	9,9
Asphalt abgebaut zu %	100	100

[1]) entspricht 55 % der Originalteeres. Der Teer enthält somit mehr Anteile bis 350°C als bei einem sauberen Abschneiden zulässig ist.

Die Zahlen der Tabelle zeigen zwar für den Brüxer Teer eine nicht unerheblich schlechtere Leistung als für Bohlener Teer, doch liegt dies teilweise an der vorsichtigen Durchführung dieses ersten Versuchs mit dem bisher unbekannten Teer. Mit höherer Temperatur und entsprechend höherem Durchsatz würde sich [1]) ohne nennenswerte Erhöhung der Vergasung mit Sicherheit noch eine Erhöhung der Leistung erreichen lassen. Immerhin bleibt ein Unterschied insbesondere in der Vergasung, die entsprechend der schlechteren Qualität des Brüxer Teeres (höherer Asphaltgehalt) hier etwas höher ist. Auch die Menge des zu verschwelenden Neuabschlammes wird sichmit höherer Temperatur noch weiter vermindern lassen, wie der Festegehalt des Abschlammes (näheres s.Tabelle I) zeigt. Die mengenmässig ziemlich hohen Asphalte lassen sich gut abbauen und der Abschlamm lässt sich im Kugelofen mit guter Ausbeute - ca. 83% - verarbeiten.

Es ist noch darauf hinzuweisen, dass bei dem vorliegenden Versuch eine starke Vermehrung des Festen und der Asche bei der Toppung des Teeres eingetreten ist. Die Vermehrung des anorganisch Festen (Asche) dürfte auf den hohen Phenolgehalt des Teeres zurückzuführen sein und sich in technischen Apparaturen kaum vermeiden lassen. Es wird daher zweckmässig sein, den getoppten Teer vor der Verarbeitung zu filtrieren, da diese Bestandteile Neigung zum Absitzen zeigen. Bei der Vermehrung des organisch Festen handelt es sich wohl nur um eine Polymerisationserscheinung, die durch die Art der thermischen Behandlung bei der Destillation wesentlich bestimmt wird und zu keinen Schwierigkeiten im Hochdruck führt.

---

[1]) im 100 Ltr.-Ofen

Versuchsbericht.

Versuchsanordnung. (Wie bisher üblich, siehe beiliegende Zeichnung N 4108 a-4)

Gasvorwärmer: Abwärtsschlange (6 x 13 Ø, 6000 innere Länge, N_8) im elektrisch beheizten Luftbad.

Gas- und Brei-Aufheizung: Auf- und abwärts-Breischlange (10 x 23 x 12 000 mm, 1 100 ccm^3, N_8) im elektrisch beheizten Luftbad mit Luftumwälzung.

Ofen: (70/102 Ø x 3 500 mm, N_8) einschliesslich totem Aufsatz (500 mm Länge) elektrisch beheizt; mit Auf- und Ab-Ringscheibenrührer bis zum Boden des Ofens reichend (36 Touren), Strömung aufwärts.

Reaktionsvolumen = 10,08 Ltr., gelitert von Eingang bis Ausgang.

Vom Ofen durch 10er Leitung (abwärts elektrisch beheizt) zum Abscheider (V_2A, 45/67 x 2 200 mm einschliesslich elektrisch beheizten toten Aufsatzes, 510 mm Länge) mit Schwertrührer (13 Touren) im elektrisch beheizten Bleibad. Strömung aufwärts.

Standmessung im Standschauglas,

(hin- und hergehender Ringscheibenrührer mit 32 Touren).

Abschlammen aus dem Abscheider unten (Förderschnecke) entspannt in das drucklose Abschlammgefäss.

Gas und Produkt aus Abscheider unterhalb Aufsatz durch Kühler (Abwärtsschlange, V_2A, 10/23 x 5 000 mm) zum grossen Abstreifer mit Standmessung (120/171 x 1 000 mm), Strömung aufwärts; hieraus entspannt durch Standschauglas in das druck lose Produktgefäss.

Gas durch Raschigturm (1 Ltr. Inhalt), Strömung aufwärts, zum schräg liegenden kleinen Wasser-Abstreifer (5 Ltr. Inhalt), wird dann über Dach entspannt.

(Ofen 455 vom 14. 11.-4.12.1939).

Versuchsverlauf.

1939

15.11. Ofen unter Druck gestellt, Nullgas 250 atm, 5000 Ltr. über Dach, und angeheizt; ab 15 MV [1]) mit Einlauf 5 kg/h P 1397 getoppt -325°C [2]) + P 1214 [3]) (70 : 30) Kontakt 5475 Ch 12 (= Braunkohlengeneratorstaub mit 2 % Molybdänsäure), - 5 % Kontakt, um das Kontaktgleichgewicht im Ofen rascher zu erreichen, 2,5 m^3 Gas/kg Frischöl. Für die Spülungen wurde P 1214 verwendet. Die Temperatur wurde vorgefahren.

16.11. ab 18 MV umgestellt auf Abschlammrückführung 1 : 0,3, 1% Kontakt 5475 Ch 12. Temperatur der Vorheizschlange maximal 24,5 MV, Ofen max. 25 MV. Es wird auf 5-15 % Neuabschlamm gefahren. Da, wie erst nachträglich auf Grund des Verarbeitungsganges für Brüx festgestellt werden konnte, mit Topp-

---

1) = 40° Klemmenspannung.

2) P 1397 = Lurgi-Teer aus Sudetenkohle (Brüx).- Dieser wurde bei Versuchsbeginn --- getoppt bis 325°, ab 16.11. bis 350°.

3) = Hibernia-Anreiböl der Rütgerswerke Rauxel. Das Verdünnungsöl soll verwendet werden, bis Schweröl aus dem Versuche rückgewonnen werden kann.

777

rückstand über 350° gefahren werden soll, wurde umgestellt auf ein abgeschnittenes Rohprodukt ≯350°C.

Die Aufarbeitung des Abstreifers und Abschlammes erfolgt in folgender Weise:

Der Neuabschlamm wird geschwelt. Das Schwelöl wird mit dem Abstreifer destilliert zu Benzin -215°C (dieser Schnittpunkt wurde gewählt, weil das restliche Mittelöl unmittelbar weiterverarbeitet werden sollte in TT-Versuchen für Dieselöl) und Mittelöl von 215-350°C. Das über 350°C anfallende Schweröl wird zurückgeführt.

17.11. Durchsatz erhöht auf 6 kg/h; alles andere entsprechend. Katalysatormenge erhöht auf 1,5 %, da die Abschlammfarbe schlechter geworden war.

18.11. Durchsatz weiter erhöht auf 6,5 kg Frischöl/h, übriges entsprechend. Nach Erhalt des Schweröles aus der Abstreiferdestillation wurde von der Einspritzmischung P 1397 + P 1214 umgestellt auf die Mischung Frischöl : Abstreifer-Schweröl 70 : 30.

19.11. Abänderung des Rückführungsverhältnisses, Frischöl : Abstreifer-Schweröl, infolge verminderten Schweröleanfalles auf 80 : 20. Der Kontaktzusatz konnte im Hinblick auf die gute Abschlamm-Beschaffenheit auf 1 % zurückgenommen werden.

<u>Bilanz</u> 1 - 20. 11.

Ofen unverändert.

21.11. Um die Temperatur im Ofen gleichmässiger fahren zu können, wurde die Abschlammrückführung erhöht von 1 : 0,3

778

auf 1 : 0,5. Mit Rücksicht auf das gute Aussehen des Abschlammes konnte die Katalysatormenge noch weiter auf 0,7 % erniedrigt werden.

Durch Vorfahren der Temperatur auf die für 250 atm schon[1]) recht hohe Temperatur von 24,8 MV gelang es, den Frischöldurchsatz auf 7,5 kg/h zu erhöhen. Die Gasmenge wurde auf die Menge Frischöl x 2,0 obm zurückgenommen, da im Grossbetrieb mit diesen Mengen gearbeitet werden soll.

Infolge vermehrten Schweröleinfalles wurde auf das Mischungsverhältnis Frischöl : Abstreifer-Schweröl = 70 : 30 umgestellt.

22.11. Frischöldurchsatz ermässigt auf 7,2 kg/h, anderes entsprechend, wegen zu hoher Abschlammprozente.

23.11. Frischöldurchsatz weiter zurück auf 7,0 kg/h. Infolge der guten Abschlammfarbe (Note 150-160) konnte die Katalysatormenge noochmals auf 0,5 % reduziert werden.

24.11. Weitere Durchsatzermässigung wegen zu hoher Abschlammprozente auf 6,5 kg Frischöl/h, Übriges entsprechend.

25.11. Der Ofen liess sich mit Gas x 2 bei der Temperatur von 24,7 MV nur sehr ungleichmässig fahren, mit stark schwankenden Abschlammprozenten. Deshalb wurde die Temperatur erniedrigt und die Gasmenge wieder auf das 2,5-fache, bezogen auf Frischöl, erhöht.

Bilanz 2 - 26.11.39. Ofen unverändert.

27.11. Beim Fahren mit Gas x 2,5 konnte die Temperatur schärfer

---

[1]) für den Grossbetrieb

ausgefahren und damit der Durchsatz auf 7,0 kg Frischöl/h erhöht werden.

Das Mischungsverhältnis Frischöl : Abstreifer-Schweröl musste auf 75 : 25 geändert werden.

28.11. Ofen unverändert.

Bilanz 3 -29.11.39. Ofen unverändert.

30.11. Da die Verwendung des Katalysators 5475 zur Zeit nicht in Frage kommt, wird umgestellt auf 0,5 % Katalysator 6612 Ch 12 [1]).

1.12. Ofen unverändert.

2.12. Ofen unverändert.

Bilanz 4 - 3.12.39. Ofen unverändert.

Um den Ofen für andere Verwendungszwecke frei zu bekommen, musste abgestellt werden. Es wurde umgestellt auf Einspritzmischung ohne Absohlamm und Katalysator und die Temperatur herabgefahren.

4.12. Umgeschlossen auf 230 atm, dreimal entschlammt, mit Abstreifer-Schweröl gespült zur Entfernung vorhandener Asphalte, entschlammt und mit N_2 geblasen, dann ausgebaut.

Ofenabschlamm I, Analyse:

95,7 % Öl mit 4,6 % s-Asphalt im Öl
4,3 % Festes mit einem Prozentgehalt von 36,4 % Asche.

Ausbau: Trotzdem während des ganzen Versuches die Differenz S_4/M_1 konstant geblieben war, zeigte die Literung

---

[1]) Braunkohlengeneratorstaub + 10 % $FeSO_4 \cdot 7$ aq

der Schlange eine Abnahme des Inhaltes von 1100 ccm auf 890 ccm, d.i. von 10,8 %. Im Übergangsstück zwischen Schlangenausgang und Ofen wurde eine schwarze harte Kruste gefunden. Diese Kruste wurde analysiert; sie enthielt:

5,9 % Öl,
94,1 % Festes mit 90,05 % Aschegehalt.

In der Asche waren

1,2 % SiO_2
84,3 % Fe_2O_3
Spuren CaO
wenig SO_3 .

Da nicht angenommen werden kann, dass sich das Eisen des Katalysators vom Träger gelöst hatte, muss es aus dem Teere stammen.

Der Topprückstand über 350°C enthielt, analytisch überprüft, tatsächlich 1,65 % Asche, welche Asche im durch Benzol abtrennbaren Festegehalt von 6,75 % enthalten war. Im Filtrate des entfestetem Teeres fanden sich nur 0,04 % Asche mit 64,5 % Fe_2O_3 .

Zweckmässig wird daher der Topprückstand vor der Verarbeitung filtriert werden.

Ofen und Rührer waren nach dem Ausbau vollkommen sauber.

781

Versuchsergebnisse.

Bilanz 1: (von 20.11.1939).

Der getoppte Brüxer Teer wurde mit 1 : 0,3 Abschlammrückführung, 1 % Katalysator 5475 (Mo-Grude) bei 466°C Ofentemperatur in der Sumpfphase verarbeitet.

Der Gleichgewichtszustand war bei Bilanz 1 noch nicht erreicht worden, zumal der Asphaltgehalt des verarbeiteten Frischöles mit 14,7 % a-Asphalt über dem Durchschnittswerte der späteren Versuche (von 9,8 %) lag, was auch im höheren Festegehalt und Asphaltgehalt des Abschlammes zum Ausdruck kommt.

Die Neuabschlammbildung (6,0 %) war normal, trotzdem lag im Vergleich zu anderen Teeren bezw. Ölen der Gehalt an Mittelöl im Abschlamm mit 24,6 % etwa 1/3 höher. Dementsprechend lag die Schwelausbeute, bezogen auf Abschlamm, hoch, über 80 %. Die Benzin + Mittelöl-Konzentration im Abstreifer + Schweröl zeigte den normalen Wert von 60 % (insbesondere bei Berücksichtigung des Schweröluberschusses), d.h. über 82 % Benzin + Mittelöl-Anfall, gerechnet auf Benzin + Mittelöl + Schweröl.

91 % der Gesamt-Vergasung erschien als Kohlen-Wasserstoff-Vergasung mit einem mittleren C = 1,53; CO und CO_2-Bildung waren von geringerer Bedeutung.

Der mit dem Frischöl eingebrachte Sauerstoff; 5,39 % des entfesteten Oles, wurde zu 74 % zu Wasser reduziert (Tabelle 8), der restliche Sauerstoff lieferte vorwiegend Kohlenoxyd und etwas Kohlensäure.

Entsprechend dem hohen O_2-Gehalte des Eingangsöles war die hohe Abwasserbildung mit 4,4 % vorauszusehen.

782

Bilanz 2 (vom 26.11.39):

Mit nur 0,5 % Katalysator 5475 und leicht erhöhter Temperatur (468°C) trat bei verstärkter Abschlammrückführung (1 : 0,5) und Fahren auf geringeren Schweröldurchschuss (Erhöhung der Schweröldurchführung) keine wesentliche Änderung der Ergebnisse ein. Wie bei anderen Teeren spaltet auch hier das rückgeführte Schweröl schwerer. Die Vermehrung der Schweröldurchführung führt dementsprechend zu einer gewissen Leistungsminderung.

(Der H_2S im Abgase wurde zu 3,44 g/100 g Heizöl ermittelt).

Bilanz 3 (vom 29.11.39):

Fast unveränderte Betriebsbedingungen, wie bei Bilanz 2, (aber Schweröldurchführung 75 : 25) brachten praktisch die gleichen Ergebnisse.

Mit 59 % Paraffingehalt und 20 % Naphthenen war das raffinierte Sumpfbenzin paraffinischer als das Sumpfbenzin, das durch direkte Hydrierung der Kohle erhalten wurde (42 % Paraffine, 41 % Naphthene bei 250 atm, Bericht von Dr. Krönig vom 17.1.40), jedoch weniger paraffinisch als Sumpfbenzin aus mitteldeutschen Braunkohlenteeren.

Auch das Mittelöl ist (mit Anilinpunkt + 20°C entphenoliert) relativ wasserstoffarm, ebenso wie das Schweröl, das mit 11,7 % wesentlich weniger Paraffin enthält als das aus Böhlener Teer.

Entsprechend dem hohen Sauerstoffgehalt des Frischöles hat das Mittelöl mit 3,3 % einen beträchtlichen Phenolgehalt.

An Phenolen im Gesamtabstreiferprodukt sind 5,6 %, 45 % davon sieden unter 250°C. Diese Anteile würden technisch aus der Fraktion 160-250°C gewonnen werden können, in der 18 % Phenole und über 9 % Kresole und Xylenole vorhanden sind.

Die Kohlenwasserstoff-Vergasung, die 90 % der gesamten C-Vergasung ausmacht, enthält von der C_4-Fraktion nur 16 % (Tabelle 7), wobei noch berücksichtigt werden muss, dass etwa 30-60 % dieser Butanmenge normal im Benzin untergebracht werden.

Der Schwefelwasserstoffgehalt der Abgase (Tabelle 10) ist mit über 30 g/kg Rein-Frischöl sehr hoch.

Da im Abwasser das NH_3 durch die vorhandenen Säuren (anorganische Säuren und Phenole) neutralisiert wird, kommt $(NH_4)_2S$-Gewinnung mit dem H_2S der Abgase nicht in Frage, weshalb eine Schwefelentfernung vorgesehen werden müsste.

Bilanz 4 (vom 3.12.39).

Katalysator 5475 wurde durch die gleich grosse Kontaktmenge K 6612 Ch 12 ersetzt, die Versuchsbedingungen wurden nicht geändert. Durch diese Kontaktänderung wurde keine Änderung der Versuchsergebnisse bewirkt, vielmehr liegen alle Bilanz-Werte innerhalb der Schwankungsgrenzen wie bei den früheren Versuchen.

In Hinblick auf die chemische Zusammensetzung der erhaltenen Produkte zeigten sich aber Abweichungen:

Der Phenolgehalt des Anfallproduktes ist erheblich angestiegen, was eindeutig als Auswirkung des Kontaktes ange-

sprochen werden kann, der, wie Erfahrungen der Gasphase bestätigen, Phenoler schlechter reduziert.

In der Vergasung stieg der %-Gehalt von Gesamt- und Iso-buten etwas an, doch sind die Mengen auch hier nicht so gross, dass eine Gewinnung der Gase in Frage kommt

Trotz Rückganges der H_2S-Menge im Abwasser und prozentuellem Ansteigen des NH_3-Gehaltes bleibt das Abwasser infolge des hohen Phenol-Gehaltes schwach sauer. Der Rückgang der H_2S-Mengen wurde auch in den Abgasen beobachtet, welcher Rückgang auf den Umsatz eines Teiles des H_2S mit dem Eisen des Kontaktes beruhen dürfte.

gez. v.Hartmann

gez. Löcker.

Anlagen:

1 Tab.-Übersicht
10 Tabellen
1 Zeichnung

Tabellen-Übersicht.

1.) Hochdruckbilanzen

2.) Untersuchung des Originalteeres

2a) Untersuchung des Frischöles

3.) Elementar-Analysen von Ölen und Festem

4.) Produkt-Untersuchungen:
Gesamtprodukt, Benzin, Mittelöl, Abstreifer-Schweröl

5.) Phenolbestimmungen

6.) Verschieden abgeschnittene Benzine

7.) Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe

8.) Schwefelgehalte der Abgase

9.) Abwasser-Untersuchungen.

Tabelle 1

Bilanzen.

Ofen 455 (Reaktionsvolumen 10,08 Ltr.)

Bilanz Nr. Datum 1939/Schicht	1 20. 11. abc	2 26.11. abc	3 29.11. abc	4 3.12. abc
Einspritzung: Frischöl	P 1397 [1]) getoppt -350°C [2])			
Frischöl : Abstr.Schweröl	80 : 20	70 : 30	75 : 25	75 : 25
Frischöl : Abschlamm	1 : 0,3	1 : 0,5	1 : 0,5	1 : 0,5
Kontakt kolloidal gemahlen zur Einspritzung (% v.Frischöl)	1% 5475 [3])	0,5% 5475	0,5% 5475	0,5% 6612 [4]) Ch 12
Frischöl				
% Festes	2,3	3,3	3,3	3,3
% Asche i.C.	0,4	0,8	0,8	0,8
% Mittelöl -350°C	11,5	12,8	12,8	12,8
% a-Asphalt	14,7	9,8	9,8	9,8
Verarbeitungsbedingungen:				
Druck atm	250	250	250	250
Temperatur: Schlange °C	439	440	440	444
Ofen "	466	469	470	470
Abscheider "	451	456	458	458
Durchsatz (Rein-Frischöl)	0,687	0,671	0,686	0,705
m^3 Gas/kg Reinfrischöl	2,73	2,80	2,97	2,83
Tourenzahl des Ofenrührers	36	36	36	36
Versuchsergebnisse:				
% Abbau des org. Festen	87,0	100,6	94,3	93,3
% Abbau des Asphaltes	99,6	99,8	99,9	99,6
Ausbeute in % v.Reinfrischöl: gesamt	106,4	101,8	102,1	103,3

Ölgewinn:

m³ Gas/kg Reinfrischöl	2,73	2,80	2,97	2,83
Tourenzahl des Ofenrühr	36	36	36	36
Versuchsergebnisse:				
% Abbau des org. Festen	97,0	100,6	94,3	93,3
% Abbau des Asphaltes	99,6	99,8	99,9	99,6
Ausbeute in % v.Reinfrischöl gesamt	106,4	101,8	102,1	103,3
Ölgewinn:				
(Abstr.+ Schweröl + Gasbenzin)	89,6	85,1	85,7	86,5
Wasser	4,4	4,7	4,0	3,1
Vergasung (als Öl)	10,4	10,6	10,7	10,9
Schwelrückstand + W + Verl. -Kontakt u.Frischölasche	0	0	0	0,1
anorganische Gase	2,0	1,4	1,7	2,7
Abschlamm % v.Rückführöl	6,0	4,4	7,2	7,3
Schweröl % v.Reinfrischöl	4,9	3,1	6,1	5,8
im Ölgewinn -350°C:				
Benzin -215°C	25,4	20,8	21,6	24,6
Mittelöl 215-350°C	74,6	79,2	78,4	75,4
% Schwerölüberschuss im Gesamtölgewinn	16,7	4,1	11,8	14,3
Benzin + Mittelölleistung	0,511	0,548	0,519	0,522
Benzin + Mittelölleistung (korr.auf 2% Anreibeölübersch.)	0,58	0,56	0,56	0,58
% Vergasung auf Benzin + Mittelöl + Vergasung	12,3	11,5	12,4	12,9
Vom vergasten C % als CO	7,1	4,7	6,0	7,8
% als CO_2	1,7	0,6	0,4	2,3
Analysen des Anfalls:				
Abstreifer + Schweröl				
spez.Gewicht/20°C	0,944	0,946	0,948	0,951
% -215°C	14,5	11,7	12	13,4
% 215-350°C	48,5	50,3	49,5	46,7
Abschlamm				
% Festes	24,4	11,8	12,1	12,1
% Asche i.Festen	43,1	46,9	48,4	47,8
% -350°C	24,6	27,7	-	28,2
% e-Asphalt	1,2	0,6	0,2	0,6
Farbe		gras - olivgrün		

1) Lurgi-Teer aus Brüxer Kohle
2) entspricht 53 % des Originalteeres
3) Grude mit 2 % Molybdänsäure
4) B raunkohlengeneratorstaub + 10 % $FeSO_4$. 7 aq

Tabelle 2

Untersuchung des Lurgi-Teeres aus Brüxer Kohle, P 1397.

Originalteer:

0,4 % H_2O
0,67 % Festes
0,2 % Asche im Ganzen
6,4 % a-Asphalt
5,5 % Paraffin , Schmelzpunkt + 50,5°C
+ 34°C Stockpunkt
7,38°E Viskosität bei 50°C
2,01" " " 80°C
spezifisches Gewicht = 1,007/50°C

Gew. Engler:

%		
	216-225°C	2,5 %
	-250	9,6
	-275	18,4
	-300	25,8
	-325	34,9
	-350	50,1
	Rückstand	100

Mittelöl -325°C		36,1 %
Rückstand 325°C		63,9 %

Mittelöl -325°C:

roh: spez.Gewicht 0,993/20°C
Phenole 37,1 %

Gew. Engler:

202-225°C	12,8 %
-250	36,2
-275	62,3
-300	82,8
-325	93,4
-350	96,3
Rückstand	100

entphenoliert: spez.Gew. 0,916/20°C
Anilinpunkt + 16,3
Ungesättigte KW 25,75 %

Fraktionen:	spez.Gew.	Anilinpunkt
210-230°C	0,884/20°	-2,0 berechn.
240-270	0,909	+ 5,1
280-310	0,924	+ 20,3

Schweröl 325°C:

Spezifisches Gewicht 0,991/100°C
Vakuumkurve (12 mm)

196-225°C	14,5 %; 0,991	spez.Gewicht/40°C
-275	50,9 %; 0,998	" " /60°C
-325	74,5 %; 0,996	" " /90°C

Elementaranalyse:

%	C	83,16 %
	H	9,19
	O	6,54
	N	0,65
	S ges.	0,46

Tabelle 2 a

Frischöl-Untersuchung, P 1397, getoppt bis 350°C = 55 % des Originalteeres (29.11.)

Spezifisches Gewicht		0,992/100°C
Gew. Engler:		
220-325°C		2,7 %
-350°C		12,8 %
Rückstand		100 %
Vakuumkurve (22 mm)		
205-225°C	3,6 %/0,980	spez.Gew./40°C
-275°C	38,7 %/0,975	" " /60°C
-325°C	73,1 %/0,980	" " /90°C

Tabelle 3

Elementar-Analysen von Ölen und Pestem.

Bilanz Nr. 3	In Asche und wasserfreier Substanz (Reinprobe)						Asche
	C	H	O	N	S fl.	S ges.	in TS
Pestes aus: Frischöl	82,19	4,65	9,34	1,56	2,26	2,77	22,39
Abschlamm	93,47	2,82	- [1]	1,01	8,24	13,50	49,36
Kontakt	68,22	3,27	16,58	1,20	10,63	17,68	34,31
Schwelrückstand	100,22 [1]	1,70	- [1]	1,09	886	13,40	50,35
Frischöl entfestet	84,33	9,20	5,35	0,63	-	0,45	
Benzin	84,78	14,22	0,84	0,12	-	0,044	-
Mittelöl, 215-350°C	87,10	10,27	2,11	0,48	-	0,043	-
Schweröl 350°C	89,19	8,93	1,38	0,42	-	0,08	-
Abschlammöl	89,16	9,13	1,22	0,43	-	0,06	-
Schweröl	88,85	8,89	1,77	0,41	-	0,081	-

[1]) Asche schwefelhaltig

Tabelle 4

Produkt-Untersuchungen

Gesamtprodukt, Benzin, Mittelöl, Abstreifer-Schweröl.

Bilanz Nr.	3	4
Rohbenzin, mit Pentan und Butan vermischt	1019:62:56	1170:57:64
abgeschnitten bis °C	205	210
spezifisches Gew./20°	0,730	0,754
Phenole %	3,3	8,7
Anilinpunkt °C	+ 45,5	+ 41,5
Benzin chem.raffiniert [1]		
Raff.Verlust, Vol.%	2,4	1,1
Wasch. "	1,7	1,1
Destill. " Gew.%	2,8	2,7
spez.Gew./20°C	0,740	0,744
A.Pkt I/A.Pkt.Ia	45,5/46,3	44/47,5
Anilinpunkt II	+ 62,3	63,5
A.S.T.M.:		
% - 50°C		0,8
- 60	2,0	3,0
- 70	6,0	7,5
- 80	11,0	13,5
- 90	17,0	20,0
-100	24	26,0
-110	32	32
-120	41	41
-130	51	49
-140	62,5	58
-150	72	69
-160	87	79
-170	88	85
-180	91	92
-190	93	94
-200	94	95
	94,5 bis 205°	96 bis 210°C
A.Pkt/spez.Gewicht		
80-100°C	0,680/ 50 °C	/ °C

	3	4
Abstreifer + Schweröl >225°C:	gemischt 95,2 : 4,8	gemischt 95,2 : 4,8
spez.Gewicht/20°C	0,951	0,961
davon Mittelöl -350°C	50,7 %	51,7 %
Schweröl >350°C	49,2 %	48,3 %
Mittelöl		
spez.Gewicht	0,941	0,944
Phenole %	9,75	12,0
Gew. Engler:		
% -225°C	1,9	1,6
-250	20,4	17,8
-275	41,9	38,7
-300	61,4	61,3
-325	80,6	80,9
-350	93,1	93,6
-360	97,8	96,9/358°C
Mittelöl, entphenoliert		
spez.Gewicht/20°C	0,923	0,929
Anilinpunkt °C	+ 20,5	+ 20,7
Ungesättigte KW	8,0	10,0
A.Pkt./Dichte der Fraktionen:		
240-270°C	+ 17/0,895/ 20°C	+ 19,5/0,897/ 20°C
280-310°C	+ 17,3/ 0,927/20°C	+ 18,6/ 0,931/20°C
Schweröl >350°C:		
spez.Gew./50°C	0,994	1,006
Engler		

-150	72	69
-160	87	79
-170	88	86
-180	91	92
-190	93	94
-200	94	95
	94,5 bis 205°	96 bis 210°C
A.Pkt/spez.Gewicht		
80-100°C	0,689/+ 50,8	0,682/+ 48,5
110-140°C	0,747/+ 42,0	0,722/+ 42,5
150-180°C	0,782/+ 41,5	0,779/+ 40
180-210°C		0,790/ -
Paraffine %	59	64,5
Naphthene %	20	17,5
Aromaten %	14,5	15
Ungesättigte %	6,5	3,0
Oktanzahlen		
Research-Methode	-	71
Motor-Methode	64,3	-
Cu-Streifen	schwach korrod.	gut
Cu-Schale	0,27 g Harz	0,087 g Harz
Porzellan-Schale	3 mg gut	20 mg
Doktor-Test	negativ	negativ
H_2SO_4-Test	<2	2
Dampfdruck	0,545	0,530

A.Pkt./Dichte der Fraktionen:		
240-270°C	+ 17/0,895/ 20°C	+ 17/
280-310°C	+ 17,3/ 0,927/20°C	+ 18,6/ 0,931/20°C
Schweröl >350°C:		
spez.Gew./50°C	0,994	1,006
Paraffin	11,7 %	-
Smp. des Paraffins °C	+ 51	-
Vakuum-Siedekurve:		
-225°C/$D_{40°}$	23,4 %/0,984	46,2 %/0,994
-275°C/$D_{60°}$	86,5/0,980	89,4/0.993
-325°C/$D_{90°}$	97,7/1,010	97,8/1,030

[1]) Benzin entphenoliert, mit 5 % Doktor-Lösung und Schwefel behandelt, mit 2 x 1 % H_2SO_4 96 %ig raffiniert, mit NaOH nachgewaschen und mit Dampf über NaOH redestilliert.

Tabelle 5

Phenolbestimmungen zur Bilanz Nr. 3.

Untersuchtes Anfallprodukt (Benzin + Mittelöl:

Spezifisches Gewicht 0,938/15°C

Anilinpunkt I °C + 27,8

Engler:

128-150°C	6,5 %
-160	6,93
-180	8,73
-200	11,23
-225	16,16
-250	22,82
-275	30,61
-300	40,01
-325	52,28
-350	67,82
-360	76,75
Rückstand	99,25
Verlust	100,0

davon Phenole gesamt 5,6 %

Phenole -250°C 2,5 %

Phenole >250°C 3,0

Phenole -250°C zerlegt bezogen auf:	Benzin + Mittelöl -325°C	Mittelöl 160-250°C
Phenole -250°C	4,8 %	18 %
Karbolsäure	0,35	1,3
Kresole	1,6	6,1
Xylenole	0,9	3,5 %

Tabelle 6

Benzin-Fraktionen (Bilanz 3)

Benzin -200°C + Pentan + Butan (1019 : 52 : 56) raffiniert.

Fraktion	I	II	III	IV	V
Gewichts-%	21,6	20,0	20,0	20,0	18,3
Temperatur °C	-100	100-132	132-160	160-188	>188
Spez. Gewicht/°C	0,674/10°	0,748/20°	0,778/20°	0,802/20°	0,88/20°
Anilinpunkt I °C	-	+ 41	+ 39	+ 37,6	-2 berechn.
" II °C	-	+ 59	+ 62,4	+ 65,8	+ 67,5
Aromaten %	-	17,1	22,3	26,8	66
Ungesättigte KW %	-	5,5	5,5	5,5	9,5
Klopfwerte:					
Res.-Methode	78	66,0	66,5	63,0	80 (?)
Motor-Methode	78,0	62,5	60,0	56,0	73,0 (?)
Mot.-M. + Pb	89,5	77,5	76,5	-	-

Tabelle 7

Zusammensetzung der vergasten Kohlenwasserstoffe.

Vom vergasten C [1] (ohne Gasbi, CO, CO_2)	%	% Ungesättigte darin
Bilanz	3	3
als: CH_4	31	
$C_2H_6 + C_2H_4$	21	4
$C_3H_8 + C_3H_6$	32	6,6
$C_4H_{10} + C_4H_8$	16	15

[1]) einschließlich des im Produkt gelösten Gases

Gesamt-Butan-Isobutan-Anfall.

Bilanz Nr.	Bezogen auf Rein-friesenöl	Benzin + Mittelöl neu	Vergasung	% Isobutan im Gesamt-Anfall an Butan	% vom Gesamt-Butan werden noch zum Benzin gegeben [1])
3 [2])	2,73 %	4,33 %	25,4 %	31,8 %	29,7 %
3 [3])	1,16 %	1,89 %	11,0 %	29,2 %	68,5 %
4	1,66 %	2,70 %	15,2 %	42,2 %	54,5 %

[1]) 5 % Zugabe gerechnet auf Gesamt-Benzin

[2]) nach Stook-Analysen

[3]) nach Podbielniak-Analysen

Tabelle 8

Schwefelwasserstoffgehalte der Abgase.

Bilanz	1	2	3	4
Vol.% H_2S:				
im Entspannungsgas	0,03	0,06	0,06	0,06
" Abstreifergas	0,26	3,35	2,47	1,23
" Abschlammgas	0,31	0,31	0,33	0,18
g H_2S/100 g Reinfrischöl	1,13	3,44	3,12	2,60
= Aequivalente pro kg Reinfrischöl	0,67	2,02	1,83	1,53

Organischer Schwefel, zur Bilanz 3.

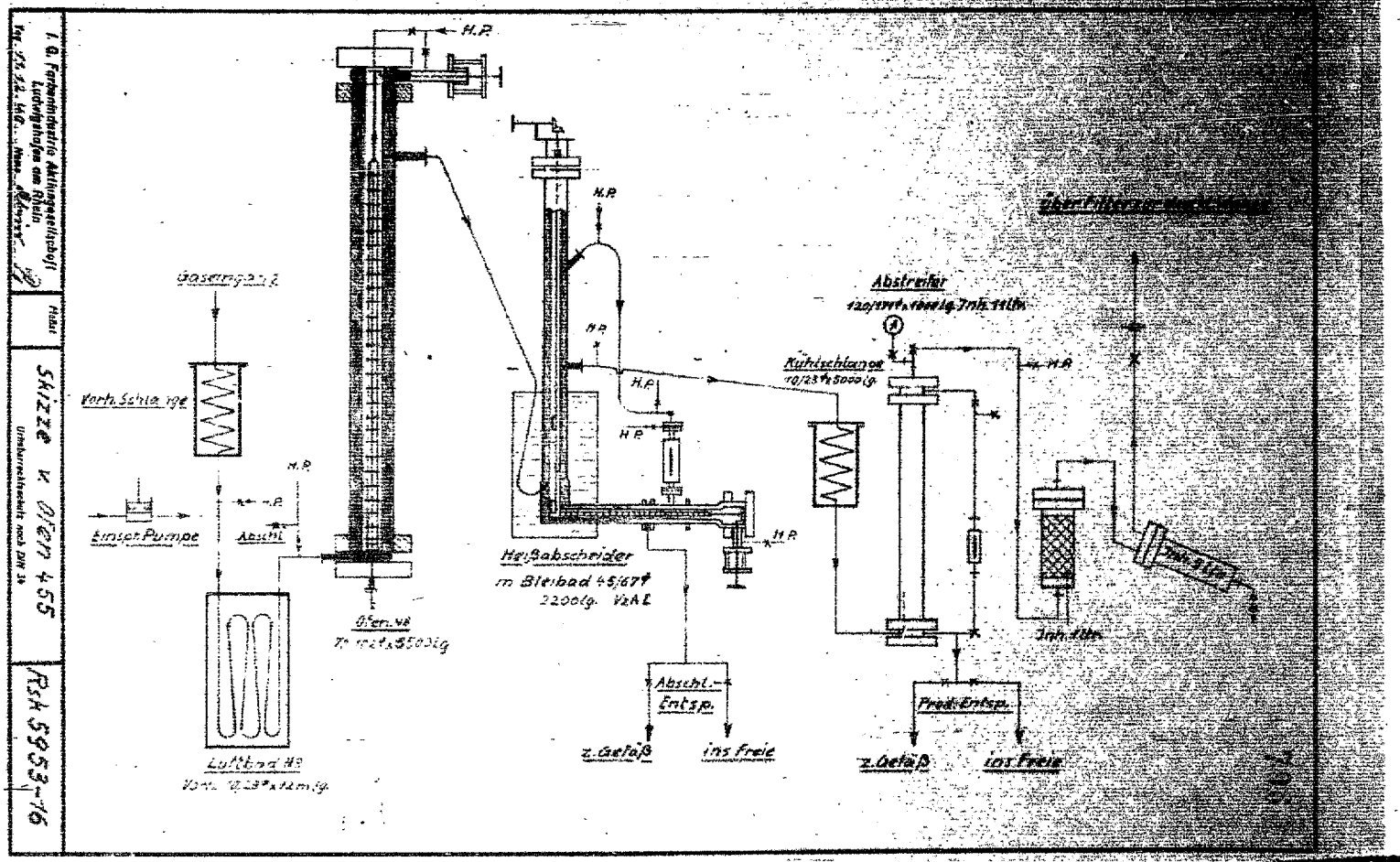
	mg S/m^3 Gas	= mg S/kg Reinfrischöl
Ofengas	9,55 mg	24,4 mg
Abschlammgas	9,45	
Produktgas	14,8	

Tabelle

Abwasser-Untersuchungen.

Bilanz Nr.		1	2	3	4
CO_2	g/kg salzhaltiges Abwasser	42,0	27,6	30,1	34,1
	= Aequivalente [1]	0,67	0,47	0,47	0,38
H_2S	g/kg salzhaltiges Abwasser	-	-	9,9	7,85
	= Aequivalente [1]	-	-	0,2	0,11
NH_3	g/kg salzhaltiges Abwasser	-	-	36,1	42,3
	= Aequivalente [1]	-	-	0,73	0,61
Cl	g/kg salzhaltiges Abwasser	0,1	0,38	1,65	1,605
	= Aequivalente	0,001	0,010	0,016	0,01
Phenole		-	-	-	1,1 %

[1]) Aequivalente im Gesamt-Abwasser


I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Skizze v. Ofen 455
Rzh 5953-16
Gasempfänger
Vorh. Schlange
Einsetzpumpe
Abschl.
H.P.
Ofen v8
Heißabscheider
m Bleibad 45/67
2200 lg. V2A L
Luftbad H9
Kühlschlange
Abstreifer
Abschl.-Entsp.
Prod.-Entsp.
z. Gefäß
ins Freie

TITLE PAGE

46. Chlorgehalte der für Blechhammer vorgesehenen Rohstoffe und der Daraus gewonnenen Öle.
Chlorine contents of raw material provided for "Blechhammer" and of oils produced from these.

Frame Nos. 797 - 798

Hochdruckversuche
Lu 558

797
31. 10. 1940. Hu/Pf.

1 Durchschl.
1 + Durchschl.

Chlorgehalte der für Blechhammer vorgesehenen Rohstoffe und der daraus gewonnenen Öle.

Die für Blechhammer in Frage kommenden schlesischen Kohlen Beuthen- und Heinitzgrube sind so chlorarm, daß die aus ihnen gewonnenen Öle - 325° praktisch chlorfrei sind.

Dagegen ist der hier untersuchte Heißschwelteer (P 1376) außerordentlich reich an Chlor, sodaß er bei der Hydrierung die Zugabe von 1,1 % des Neutralisationskontaktes 6709 erfordert. Der Chlorgehalt des hierbei anfallenden Mittelöls von fast 0,05 % wird wahrscheinlich zu Schwierigkeiten bei der Weiterverarbeitung in der Gasphase Anlaß geben.

Das gemeinsame Fahren von Kohle + P 1376 im Verhältnis 100 : 20 hat Öle mit ausreichend niedrigem Chlorgehalt ergeben, obwohl nicht mehr Kontakt 6709 verwendet wurde, als beim Fahren der Kohle allein.

Analysen von Ölen aus der gemeinsamen Verarbeitung von Kohle, Heißteer, Generatorteer und Hochtemperaturteerpech (Kohle : Gemisch = 100 : 25) liegen zwar nicht vor, da jedoch die beiden letztgenannten Komponenten weniger Chlor als die Kohle enthalten, und da der Anteil des chlorreichen P 1376 bei dieser Fahrweise geringer war, ist mit weitgehender Sicherheit anzunehmen, daß die so gewonnenen Öle ebenfalls ausreichend chlorfrei sind.

Der Schlesag-Dünnteer (sog. Schlesag-Heizöl) weist 0,024 % Cl auf, allerdings größtenteils in wasserlöslicher Form. Es würde demnach wohl möglich sein, das Mittelöl daraus der Gasphase zuzuführen.

gez. Hupfer

1 Tabelle.

Tabelle.

Chlorgehalte.

A Rohstoffe

	K 1180[1]	K 1197[2]	P 1376[3]	P 1408[4]	P 1404[5]	Schlesag Dünnteer	K 1090[6]
Gesamt Chlor %	0,030	0,046	0,61	0,043	0,012	0,024	0,12
Wasserlösl. Chlor %	--	--	rd.0,2	--	--	0,021	--

B Hydriererzeugnisse

Rohstoff	K 1197	P 1376	K 1197 + P 1376		K 1090
Benzin - 135° %	0	0,003	< 0,01	Benzin -170°	Spuren
Benzin 135-200° %		0,005	< 0,01		
Mittelöl 200-325° %	Spur	0,046	< 0,01	Mittelöl 170-325°	< 0,001
Schweröl > 325° %	0,019	0,049	0,014		

1) Beuthengrube
2) Heinitzgrube
3) Schlesag-Heißschwelteer
4) Kattowitzer Hochtemperaturteerpech
5) " Generatorteer
6) Gelsenberg-Kohle

TITLE PAGE

47. Zur Frage der Verarbeitung von Kokereiteerpech. (Chlorzusatz).
Processing coke oven tar pitch.
(Admixture of chlorine).

Frame Nos. 799 - 801

Hochdruckversuche
v.Htm/Lu 558

22. Oktober 1940/Pr.

Zur Frage der Verarbeitung von Kokereiteerpech.

(Chlorzusatz).

Zusammenfassung.

Hochtemperaturteerrückstand >325°C von der Ruhr mit >10 % organisch festen Bestandteilen und 25-30 % Asphalt lässt sich mit Grude-Eisen-Titan nicht verarbeiten. Durch Chlorzugabe wird ein so weitgehender Abbau des organisch Festen erzielt, dass der Teer sich bei ungefähr gleicher Vergasung mit höherem Durchsatz (höherer Leistung) fahren lässt als mit Grude-Molybdän. Der Versuch mit Chlor musste jedoch wegen Korrosion bei dieser provisorischen Form der Zugabe nach 8 Tagen abgebrochen werden.

Hochtemperaturteerrückstand von der Ruhr hatte sich mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt nicht verarbeiten lassen, da mit diesem Kontakt das organisch Feste sowohl wie der Asphalt nicht, oder jedenfalls nicht ausreichend, abgebaut wurden.

Ein anschliessender Versuch mit Grude-Molybdän zeigte dass dieser Teer sich mit diesem Kontakt, wenn auch nicht mit sehr guten Ergebnissen, verarbeiten lässt (Leistung 0,45, Vergasung 13 %)

Auf Grund ganz ähnlich aussehender Versuche in der B-Bombe wurde nun ein Versuch durchgeführt, den Grude-Eisen-Titan-Kon

takt durch Chlorzugabe zu verbessern. Das Chlor wurde zunächst als elementares Chlor mit Stickstoff als Trägergas unmittelbar unter dem Ofeneingang der Breileitung zugeführt, später der besseren Dosierbarkeit halber als Tetrachlorkohlenstoff mit Mittelöl an der gleichen Stelle zugepumpt. Hierbei zeigte sich in Übereinstimmung mit den B-Bombenversuchen, dass die Chlorzugabe insbesondere in der Richtung wirkt, dass das organisch Feste -- 10 % des Frischöls - weitgehend abgebaut wird. Dadurch lässt sich der Teer mit besserer Leistung als mit Grude-Molybdän auf weniger zu verschwelenden Abschlamm - 5 % auf Frischöl - fahren. Auch der Asphaltabbau ist etwas besser als mit Grude-Eisen-Titan allein, doch begann sich dies erst zu zeigen, kurz bevor der Ofen durch Chlor-Korrosion undicht wurde. Man muss annehmen, dass auch im Asphaltabbau auf die Dauer eine deutliche Verbesserung erzielt wird.

gez. v.Hartmann

gez. Hupfer.

Anlage:
1 Tabelle

im 10 Ltr.-Ofen.

	1,5 % Grude-Eisen-Titan 0,1 % 6709 koll.z.Brei	1,0 % Grude-Molybdän 0,1 % 6709 koll.z.Brei	1,5 % Grude-Eisen-Titan 0,1 % 6709 + 0,6 % CCl_4 [1]
Ofen-Temperatur °C	476	478	478
Rein-Frischöldurchsatz	0,620	0,566	0,636
Gas x	x 3	x 3	x 3
Festeabbau %	80,2	93,7	88,0
Asphaltabbau %	96,1	99,1	97,0
im debut.Abstreifer % -325°C	52,6	46,8	44,3
Abschlammnote	40	70	40 [2]
% Festes i.Abschlamm	23,4	20,9	15,4
% s-Asphalt im Abschlammöl	5,4	2,9	4,9
Abschlamm zur Schwelung, % v.Frischöl	20,9	9,5	12 [3]
Leistung (prakt.Ölgewinn)	0,477	0,514	0,552
Vergasung	14,7	13,1	ca. 13,0

1) Die Zahlen sind auf Grund der Vergleichsdaten am Ofen berechnet. Analysendaten liegen noch nicht vor.

2) hat sich bei längerem Fahren verbessert.

3) Wie aus dem Festegehalt des Abschlamms zu ersehen ist, lässt sich mit Chlor die Menge Neuabschlamm noch erheblich herunterdrücken. Es wurde auch in den letzten Tagen des Versuchs auf 5 % Neuabschlamm mit >20 % Festem gefahren.

TITLE PAGE

48. Zur Frage der Hydrierung nicht entaschter-oberschlesischer Kohle mit Chlor.
Hydrogenating non-de-ashed Upper Silesian coal with chlorine.

Frame Nos. 804 - 806

Hochdruckversuche
Lu 558

15. 10. 1940. v.Htm/Pf.

Zur Frage der Hydrierung nicht-entaschter oberschlesischer Kohle mit Chlor.

Für die Verarbeitung nicht-entaschter Kohlen, wie sie aus den oberschlesischen Gruben Beuthen und Heinitz für die Hydrierung in Pölitz und Schlesien vorgesehen sind, mit Chlor unter Einsparung aller übrigen Kontakte ergibt sich bei näherer Betrachtung der kalkulatorischen Grundlagen folgendes Bild:

Die Kosten der Entaschung der Kohle betragen im ungünstigsten Fall maximal RM. 2.-- je Tonne Reinkohle. Die bei der bisher als günstigst befundene Verarbeitungsweise von Steinkohlen bei 600 atm verwendeten Kontakte (1,2 % Eisensulfat, 1,5 % Bayermasse, 0,3 % Na_2S) machen in ihren Gesamtkosten RM. 3,63 je t Reinkohle aus. Bei einer Verarbeitung nicht-entaschter Kohle ohne jeden Kontakt außer dem dem Reaktionsraum zuzuführenden Chlor würden demnach RM. 5,63 je Tonne Reinkohle eingespart werden.

Bei den Mehrkosten der Verarbeitung nicht-entaschter Kohle mit Chlor machen die Kosten, die der vermehrte Aschegehalt in der Rückstandsaufarbeitung verursacht, einen erheblichen Bestandteil aus. In der anliegenden Kurve sind die Kosten der Rückstandsaufarbeitung je Tonne Reinkohle in Abhängigkeit des Aschegehaltes der Hydrierkohle auf Grund einer Zusammenstellung von Dr. Gieg vom 19.9.38 aufgetragen [1].

---

1) Aus dieser Zusammenstellung ergibt sich, daß die Mehrkosten der Rückstandsaufarbeitung für 1 % anorganische Substanz 1 RM. je Tonne Reinkohle betragen.

Bei vorsichtigster -nicht linearer- Extrapolation (ausgezogene Kurve) ergeben sich für oberschlesische Kohle, die im Mittel 11 % Asche enthält, Kosten in Höhe von RM. 14,90 je Tonne Reinkohle. Die Kosten der Rückstandsaufarbeitung einer auf 4 % entaschten Kohle zuzüglich 2 % als Kontakt zugegebener anorganischer Substanz betragen RM. 10.--. Die Mehrkosten in der Rückstandsaufarbeitung betragen demnach RM. 4,90 je Tonne Reinkohle.

Zu diesen Mehrkosten, die bei dieser äußerst vorsichtigen Schätzung bereits fast die Kosten der Entaschung und der Kontakte erreichen, kommen nun noch die Kosten der sehr erheblichen Chlormenge, die bei der Verarbeitung nicht-entaschter Kohle nötig wäre. Die oberschlesischen Kohlen der Beuthen- und Heinitzgrube haben nicht-entascht eine Alkalität von im Mittel 35 g H_2SO_4 je kg Trockenkohle. Das bedeutet, daß man 2,5 % Chlor auf Trockenkohle oder 2,8 % Chlor auf Reinkohle verwenden müßte, um nur die Asche der Kohle zu neutralisieren. Da aber, wie frühere Versuche [1] zeigten, Chlor erst im sauren Gebiet katalytische Wirkung zeigt, müssen 3,0 % Chlor auf Reinkohle als untere Grenze angesehen werden; das bedeutet bei einem Preis von RM. 22,50 je 100 kg Chlor RM. 6,75 je Tonne Reinkohle.

Demnach ergeben sich unter der Voraussetzung gleichen chemischen Effektes und ohne Berücksichtigung der Tatsache, daß die Asche auch transportiert und durch den Hochdruckraum geschleppt werden muß (Minderung der Leistung) für die Verarbeitung nicht entaschter oberschlesischer Kohle mit Chlor gegenüber der Verarbeitung, wie sie in Gelsenberg durchgeführt wird, Gesamtmehrkosten in Höhe von mindestens RM. 6.00 je Tonne Reinkohle.

---

1) Dr. Klinkhardt 25. Juni 1935
Dr. Krönig 28. Febr. 1939.

Was die stillschwe gende Vo aussetzung des gleichen chemischen Effektes betrifft, so muß hierzu darauf hingewiesen werden, daß Versuche gezeigt haben, daß die Erhöhung des Aschegehaltes der Kohle die Vergasung erhöht und daß es äußerst fraglich erscheint, ob die katalytische Wirkung des Chlors diesen verschlechternden Einfluß des höheren Aschegehaltes ausgleichen kann.

(gez.) v. Hartmann

Zusammenstellung der Kosten.

Einsparung:

Entaschung:

Kontakte: Verarbeitung wie Gelsenberg

Kosten je Tonne Reinkohle	RM.	2.--
je Tonne R.-K.	RM.	3,63
Sa.	RM.	6,63

Mehrkosten:

Rückstandsaufarbeitung (b 11% Asche)

Chlor (3 % auf Reinkohle	je Tonne R.-K.	RM.	4,90
	" "	" "	6,75
		RM.	11,65

Mehrkosten der Verarbeitung nichtentaschter ber-
schlesischer Kohle der Beuthen und Heinitzgrube mit Chlor:

je Tonne	RM.	6,00.

TITLE PAGE

49. Gemeinsame Hydrierung von schlesischer Steinkohle und Schwelteer.
Simultaneous hydrogenation of Silesian mineral coal and low temperature carbonization tar.

Frame Nos. 807 - 811

Hochdruckversuche
Lu 558

801

4. Sept. 1940. Hu/Pf.

1 Pelus

Gemeinsame Hydrierung von schlesischer Steinkohle und Schwelteer.

(49)

Die Sumpfphaseverarbeitung des Heißschwelteeres aus der Schlesag-Anlage (P 1376 v. 6.6.40) auf Heizöl befriedigt aus folgenden Gründen wenig:

1.) Der Teer begünstigt Anbacken des Kontaktes in der Vorheizung.

2.) Der hohe Chlorgehalt erfordert die ungewöhnlich hohe Zugabe von 1,2 % Sulfigran.

3.) Die Beschaffenheit des entstehenden Heizöles entspricht besonders in Stockpunkt und Satzfreiheit nicht den Wünschen des O.K.M.

Deshalb wurde versucht, den Heißteer gemeinsam mit einer der für Blechhammer in Frage kommenden Kohlen (Förderkohle Heinitzgrube K 1197 v. 25.6.40) zu hydrieren und zwar in dem Verhältnis 0,2 : 1 , wie es sich aus dem zu erwartenden Teeranfall und der Menge der zu verarbeitenden Kohle ergibt. Es wurde auf Benzin, Mittelöl und einen Schwerölüberschuß gefahren. Der Schwerölüberschuß wurde auf die Menge festgelegt, die beim Alleinfahren des Teeres auf Benzin + Heizöl entstanden wäre.

Das gemeinsame Fahren bringt eine Reihe von wesentlichen Vorteilen mit sich:

1.) Das ungünstige Verhalten des Teeres in der Vorheizung zeigt sich hier nicht (s. Anlage 1), wohl infolge des geringen mengenmäßigen Anteils im Brei.

A 79772

893

2.) Die Alkalität der in der Hydrierkohle vorhandenen Asche reicht dazu aus, den grössten Teil des Chlors zu neutralisieren, sodaß die Sulfigranzugabe die für das Kohlefahren erforderliche Höhe von 0,3 % nicht zu überschreiten braucht.

3.) Das erhaltene Heizöl ist von besserer Beschaffenheit, da es sich entsprechend dem Verhältnis der Rohstoffmengen in seinen Eigenschaften weitgehend dem aus Kohle allein entstehenden nähert. Hierüber wird gesondert berichtet.

4.) Vor allem aber ergibt sich überraschenderweise eine fortschreitende erhebliche Verminderung der Vergasung, wie der Vergleich der Bilanzzahlen für Kohle (s. Anlage 2) zeigt. Diese Zahlen wurden aus der Gesamtbilanz durch Herausrechnen der Mengen gewonnen, die aus dem Teer entstanden wären, wenn er für sich allein hydriert würde. Die Vergasung der Kohle fälltvon 27 auf 24 %. Parallel hiermit geht eine Senkung des Asphaltspiegels, obwohl die Ofentemperatur zuletzt etwas niedriger gehalten werden konnte. Bei gleichbleibender Neubildung - 325° vermindern sich die Anteile - 200° um rd. ein Drittel.

Die Verbesserung der Ergebnisse kann mehrere Ursachen haben, deren Wirkung sich u.U. überlagert.

Vermutlich fördern die Phenole des Schwelteeres den schonenden Aufschluß der Kohle. Ferner bedeutet die ständige Herausnahme des dem Teer entsprechenden Schwerölteils eine dauernde Erneuerung des Anreibeöls. Auch ist eine Kontaktwirkung des Chlors aus dem Teer in der Zeitspanne zwischen Freiwerden und Neutralisierung denkbar. Außerdem ist vielleicht die Vernichtung eines größeren Teils der Asphalte

als früher in der Schwelerei durch Verdünnung des Schleuderrückstandes mit Schleuderöl auf 40 % Festes vor dem Schwelen, die am 18.7.40 eingeführt wurde, vielleicht erst nachträglich zur vollen Auswirkung gekommen.

Eine Steigerung des Durchsatzes um rd. 10 % ist nicht vorteilhaft, da die Erhöhung der Leistung mit einer Steigerung der Vergasung auf 27 % erkauft werden muß.

Die Versuche wurden auf
Veranlassung von Dr.Krönig
durchgeführt in Gemeinschaft
mit
Dr. Schiffmann
Dr. Meier
Dr. v. Füner.

Frau Hupfer

Anlage 2.

Gemeinsame Hydrierung von K 1197 und P 1376.

Ofen Tage 1940	451 22. u. 26.7.	451 31.7.	451 4.8.	451 8.8.	451 14. u. 18.8.
Kohlevorbehandlung	geschroten und technisch entascht				
Reinkohledurchsatz kg/Ltr.	0,448	0,446	0,445	0,436	0,513
Teer	1 : 0	1 : 0,2	1 : 0,2	1 : 0,2	1 : 0,2
Anreibung	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1
im Anreiböl % Festes	5,7	5,6	3,8 (?)	5,4	5,2
% Asphalt	8,0	10,6	6,5	6,2	6,0
% - 325°	4,7	6,5	8,8	10,2	6,7
Abschlammrückführung	1 : 0,1	1 : 0,1	1 : 0,1	1 : 0	1 : 0
cbm Gas / kg R. Kohle	4,21	4,04	4,21	4,16	4,00
Kohlekontakt	1,2% Kat. 1181 aufgetränkt, getrocknet u. gemahlen + 1,5 % 6531 + 1,5 % 6709, beide kolloidal zum Brei				
Teerkontakt	—	1 % Kat. 7509 B Ch.12 kolloidal a.Teer zum Brei			
Ofentemperatur	468	468	468	468	468
Rückstandsaufarbeitung	Abschlamm verdünnt mit Schweröl auf 16 % Festes u. geschleudert, Schleuderrückstand mit Schleuderöl verdünnt auf 40 % Festes und geschwelt. Schweröl + Abstreifer destilliert, Schleuderölrest + Schwerölrest = Anreiböl				
	Ergebnisse der Hydrierung der Kohle allein nach Herausrechnung der Werte für P 1376. Werte in Klammern = Gesamtergebnis				
Festeabbau	95,6	94,2 (95,3)	92,8 (94,2)	94,1 (95,2)	95,6 (96,5
Abwasser % v. Reinkohle	9,8	9,8	9,3	9,7	10,6
% vom - 135°	13,4	13,7 (12,1)	13,0 (11,7)	12,8 (11,4)	12,6 (11,1)
praktischen 135 - 200°)		15,4 (13,1)	8,3 (7,6)		

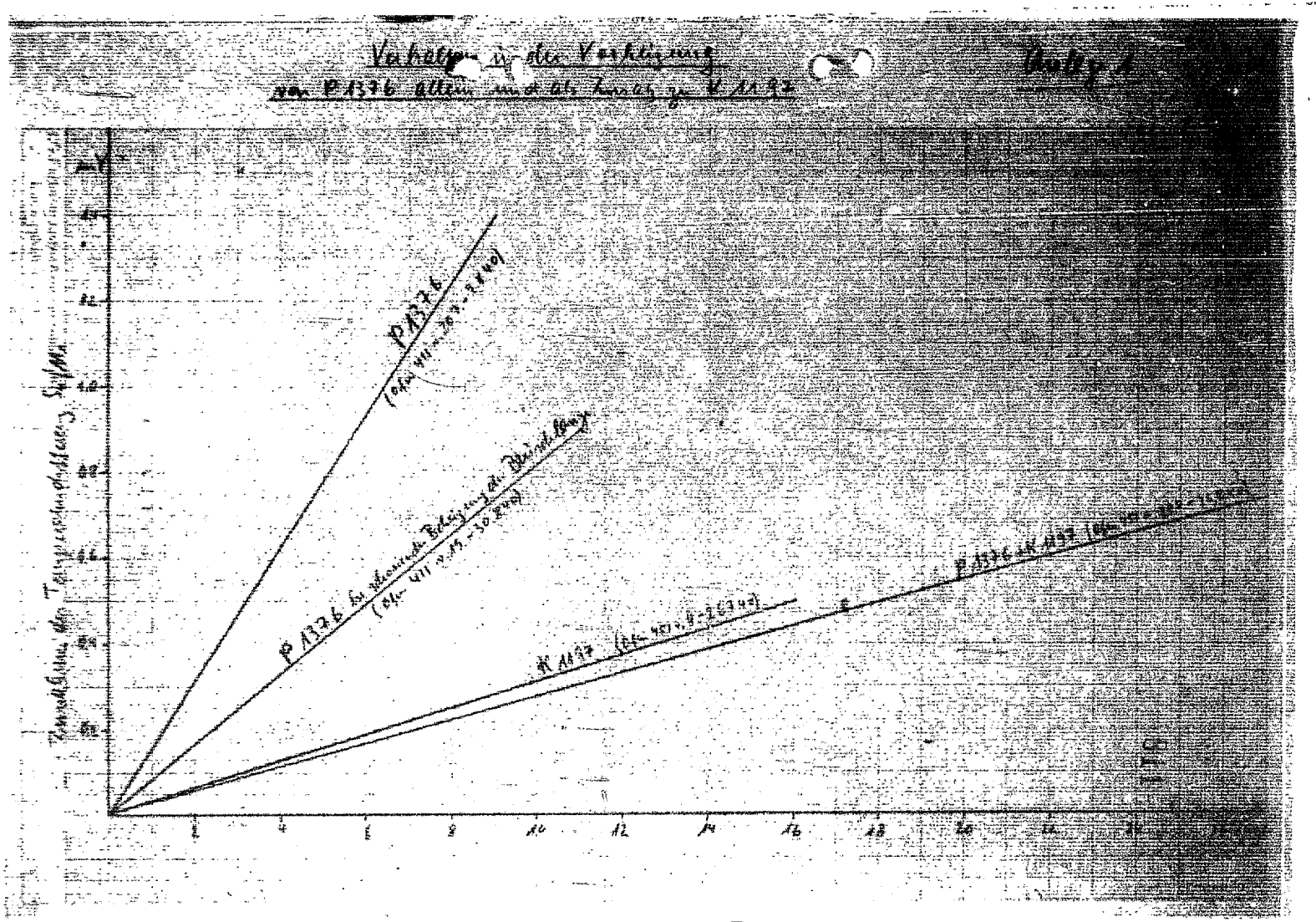
Schleuderöl + Schwerölrest + Anreiböl]

		Ergebnisse der Hydrierung der Kohle Allein nach Herausrechnung der Werte für P 1376. Werte in Klammern = Gesamtergebnis [1]			
Festeabbau	95,6	94,2 (95,3)	92,8 (94,2)	94,1 (95,2)	95,6 (96,5
Abwasser % v. Reinkohle	9,8	9,8	9,3	9,7	10,6
% vom - 135°	13,4	13,7 (12,1)	13,0 (11,7)	12,8 (11,4)	12,6 (11,1)
praktischen 135 - 200°	86,6	15,4 (13,1)	8,2 (7,6)	6,1 (5,9)	7,7 (7,1)
Ölgewinn 200 - 325°		70,9 (65,7)	78,8 (72,4)	81,1 (73,9)	79,7 (71,9)
(Bi + Mi + S.-Öl) Über 325°	0	0 (9,1)	0 (8,4)	0 (8,8)	0 (9,9)
% Asphalt a. Reinkohle	11,2	13,3	9,9	9,5	7,4
" " festefreie Schleudermischung	9,2	9,9	8,1	7,6	6,1
Viskosität des Abschlamms i.c st	3740/40°	2370/40°	1670/40°	1270/40°	2540/40°
% Festes im Abschlamm	19,1	17,6	17,5	17,2	15,0
Leistung bei 0 % prakt. Anreiböllüberschuß	0,278	0,275 (0,354)	0,280 (0,360)	0,279 (0,357)	0,322 (0,412
Vergasung	27,1	26,9 (23,6)	25,3 (22,5)	24,0 (21,2)	27,1

1) zu niedrig, da Festebestimmung des Anreiböls offenbar fehlerhaft.

Verhalten in der Verbindung von P 1376 allein und als Zusatz zu K 1132

Tafel 1



TITLE PAGE

50. Erste Zahlen von der Verarbeitung von Heissteer aus der Steinkohlenverschwelung Oberschlesien.
First figures on processing high temperature tar from carbonization of Upper Silesian mineral oil.

Frame Nos. 812 - 813

Hochdruckversuche
Htm/Lu 558

24. Juli 1940/Pr.

812

Erste Zahlen von der Verarbeitung von

Heissteer aus der Steinkohlenverschwelung Oberschlesien.

Heissteer (Schwelteer) aus oberschlesischer Kohle (P 1376) wird in Sumpfphase mit fein verteiltem Kontakt (Grude-Eisen-Titan) in geradem Durchgang auf Benzin + Heiz-Öl verarbeitet. Die wichtigsten Analysendaten des Teeres sind:

Spez.Gewicht	1,082/100°C
% Wasser	0,3
% Festes	1,2
% Asche i.G.	0,5
% s-Asphalt	20,5
% Paraffine	1,6
% -325°C	7,0
Krämer-Sarnow	+ 50,5°C (Stock-Punkt)
% Cl	0,61.

Dieser Teer lässt sich im 10 Ltr.-Ofen technisch einwandfrei mit guten Ergebnissen (vgl. Tabelle) verarbeiten. Die bisher erzielte Leistung von 0,5 kg/Ltr./Stde. dürfte sich voraussichtlich durch Erhöhung des Durchsatzes noch auf 0,6 kg/Ltr/Std steigern lassen. Die Vergasung ist mit ca. 10 % als gut tragbar zu bezeichnen. Der Asphaltabbau ist ausgezeichnet (über 99%), was sich auch in einer vorzüglichen Abschlammfarbe zeigt. Die einzige Schwierigkeit stellt der hohe Cl-Gehalt des Teeres dar, der eine Na_2S-Menge von mindestens 0,8 % auf Frischöl zur ausreichenden Neutralisation erfordern wird. Doch dürfte es vielleicht möglich sein, die dadurch bedingte Erhöhung der Kosten durch Zurücknahme der Grude-Eisen-Titan-Menge von 1,0 auf 0,5 % zu kompensieren.

1 Tabelle

gez. Hafer
gez. v.Hartmann

Tabelle.

Versuchsbedingungen und -Ergebnisse.

Produkt	P 1376 Heissteer aus Steinkohlen-Schwelteer von Karsten-Centrum (Obersohlesien)
Fahrweise	auf Benzin + Heizöl
Durchsatz	0,61 kg/Ltr./h
Eingangsgas	2,3 m^3/kg Frischöl
Abschlammrückführung	1 : 0,5 (Frischöl : Abschlamm)
Kontakt Art	Braunkohlengeneratorstaub + 5% $TiOSO_4$ + 7 % $FeSO_4$
Menge	1 % auf Frischöl
Neutralisation	0,3 % Na_2S
Temperatur des Ofens	471°C
Praktischer Ölgewinn % v.Frischöl	84,0
Ölgewinn-Verteilung	
-135°C	8,0
135-200°C	6,5
200-325°C	46,6
325°C	38,9
Leistung (Prakt.Ölgew.)	0,51
Vergasung/Prakt.Ölgew. + Verg.	10,3
Abschlamm zur Schwelung % v.Frischöl	7,0
% Festes i.Abschl.	21,0
% Asph. i.Abschlamm	1,7
Abschlammfarbe	grün
% Abbau des org.Fest.	73,0
% Abbau des Asphalts	99,5

TITLE PAGE

51. Stand der Versuche mit Sudentendeutsher Kohle bei 600 atm.
Status of experiments with Sudeten coal at 600 atm.

Frame Nos. 814 - 815

HOCHDRUCKVERSUCHE
Oe/Ld 558

f Jahns
B 35

Oe 04 814

29 Dezember 1938 Sn.

57

Stand der Versuche mit Sudetendeutscher Kohle bei 600 Atm.

Sudetendeutsche Kohle (K 214) von der Nordböhmischen Kohlenwerks-Gesellschaft in Brüx (1 Teil Kolumbus + 2 Teile Herkules) wird bei 600 Atm. im 1,5 Ltr.-Ofen zu Benzin und Mittelöl hydriert.

Die Kohle lässt sich ohne Schwierigkeiten bei 600 Atm. fahren. Bis jetzt wurden beim Fahren mit Rückführung die folgenden Ergebnisse erhalten:

Kohle	Sudetenkohle 1 Teil Columbus 2 Teile Herkules K 214	zum Vergleich: Rhein. Braunk. K 177	Gardanne Lignit	Gelsenbergkohle K 1090
% C/Reinkohle	73,59	68,7	76	83,1
% Asche	6	5,3	6,6	4
Katalysator	2% Bayermasse + 1% $(NH_4)_2O$	3% Luxmasse	0,02 Mo als Molybdänsäure + 1,5% Luxmasse, neutr.	1,2% Mo als Molybdänsäure + 1,5% Luxmasse, 0,3% Natron
Druck Atm.	600	Für Durchschnittswerte Bilanz eingesetzt	600	600
Temperatur KV	25		25,5 / 25,9	35,1 / 25,4
Durchsatz Brei	1,15		1,45	1,0
Abbau	100	96	99	95 / 98
Ölgewinnleistung	0,38		0,4 / 0,4	0,35 / 0,35
Benzinausbeute -325°C	0,33	0,20	- / -	0,24 / 0,33
Neubildung -350°C	0,		0,42 / 0,43	- / -
Vergasung Kohle-325°-Ver	10	21	10,5 / 10,3	10,3 / 23
(Davon % Kw)	(65)	(85)		
% Benzin + Mittelöl in Ölgewinn	91 (-325°C)		105 / 107 (-325°C)	70 / 95 (-325°C)
% Asphalt im Öl	4		5,1 / 4,0	5,3 / 6,5

1) Vergasung/Neubildung -325°+Vergasung

815

Bei 600 Atm. Druck werden mit der Sudetendeutschen Kohle hinsichtlich Abbau und Asphalt praktisch die Werte von Rheinischer Braunkohle erhalten, jedoch lag die Temperatur mit 25 gegen 25,9 MV wesentlich niedriger. Die Vergasung auf Neubildung -325° ist mit 18% niedrig, auf Neubildung -350° + Vergasung bezogen beträgt die Vergasung nur ca. 16,5%. Die Kohle ist hinsichtlich Abbau besser als ursprünglich geschätzt. Die Leistung -325° ist mit 0,33 praktisch wie bei junger Gelsenbergkohle, könnte wahrscheinlich durch höhere Temperatur noch stark erhöht werden. Dieser Versuch kann evtl. nach dem jetzt begonnenen 250 Atm.-Versuch gemacht werden.

gez. Oettinger

gez. Donath

TITLE PAGE

52. Stand der Versuche mit Sudentendeutsher Kohle bei 250 atm.
Status of experiments with Sudeten coal at 250 atm.

Frame Nos. 816 - 817

2) Sudetendeutsche Kohle (K 214) bei 250 Atm. 10.1.39

Die Mit der sudetendeutschen Kohle (1 Teil Kolumbus + 816
2 Teile Herkules) wurden vorläufig bei 250 Atm. im Vergleich mit 600 Atm. die folgenden Ergebnisse erhalten:

B 35
52

Druck Atm.	250	600
Katalysator	2 % Bayermasse + 1 % $(NH_4)_2S$	
Temperatur MV	25	25
Durchsatz (Brei)	0,72	1,15
Abbau %	98	99
Ölgewinnleistung	0,2	0,37
Roulaistung -325°	0,16	0,31
Verg./Wen-325°+Verg.	25	18
% Benzin + Mittelöl im Ölgewinn	80	84
% Asphalt im S'Öl	6,5	4,1

Bei 250 Atm. werden demnach wesentlich ungünstigere Ergebnisse erhalten als bei 600 Atm. Der Unterschied 250 - 600 Atm.

ist grösser als bei anderen Kohlen. Insbesondere ist bei 250 Atm. die Vergasung sehr hoch. Außerdem wurde bei 250 Atm. Abmitzen von Asche im Ofen unten beobachtet.

2) Saarkohle Luisenthal (K 1158) entascht bei 600 Atm.

Mit der entaschten Saarkohle Luisenthal wurden im Vergleich mit Saarkohle Jägersfreude bei 600 Atm. bis jetzt die folgenden Ergebnisse erhalten:

Kohle	Luisen-thal	Jägers-freude
Temperatur MV	25,8	25,8
Durchsatz (Brei)	0,94	0,94
Abbau %	98	98
Ölgewinnleistung	0,32	0,28
Neuleistung ~325°	0,26	0,25
% Vergasung/Neu ~325° + Vergasung	26	22,5
% Benzin + Mittelöl im Ölgewinn	80	90
% Asphalt im Schweröl	9	8,6

Die Kohle Luisenthal gibt demnach wesentlich höhere Vergasung als die Kohle Jägersfreude. Bei beiden Kohlen ist der Abbau gut, jedoch ist die Leistung mit 0,25 bezw. 0,26 nicht als gut zu bezeichnen. Die Vergasung bei Kohle Luisenthal ist hoch, bei Jägersfreude normal.

TITLE PAGE

53. Heizöl aus Abstreifer Schweröl.
Untersuchungen von Abstreifer-Fraktionen.
Fuel oil from stripper heavy oil.
Examining stripper fractions.

Frame Nos. 818 - 820

HOCHDRUCKVERSUCHE
Oe/Do/Lu 558

Do 011
Ps 35
f. Jahrbuch
818

10. November 1938. Ob.

Heizöl aus Abstreifer Schweröl

Untersuchungen von Abstreifer-Fraktionen.

Gelsenbergteer, Pech aus Welheim, Pottextrakt (aus 87% C-Kohle), Steinkohle-Urteer Krupp und Kollergasteer wurden in Sumpfphase bei 600 Atm. Wasserstoff zu Benzin und Heizöl hydriert.

Das Abstreifer-Schweröl wurde in 4 Fraktionen zerlegt und jede auf ihre Eignung als Heizöl untersucht und verglichen mit dem vom Benzin - 200° befreiten Abstreifer und dem Gesamt-Schweröl über 300°.

Wie aus der anhängenden Tabelle ersichtlich ist, genügt der Abstreifer über 200° den Anforderungen eines Heizöls[1] abgesehen von Steinkohle-Kollergas-Urteer bei dem der hohe Paraffingehalt einen hohen Stockpunkt bedingt.

Das gesamte Abstreifer-Schweröl ist als Heizöl zu viskos (ca. 5°E bei 50°C), der Stockpunkt wäre, abgesehen von den Steinkohlen-Urteeren (Krupp und Kollergas), ausreichend.

Von den untersuchten Vakuumfraktionen des Schweröls ist die erste Fraktion bis ca. 203° Vak. (= 25 % vom Schweröl oder ca. 10% vom Abstreifer) als Heizöl geeignet, lediglich beim Kollergasteer ist der Stockpunkt zu hoch.

Die Zahlen ergeben weiter, dass bei Kokereiteer und Pottextrakt (aus alter Kohle) etwa die Hälfte des Sumpfphase-Schweröls (= ca. 20% vom Abstreifer von 325 - ca. 225° Vak.) als Heizöl hinsichtlich Viskosität und Stockpunkt brauchbar sind.

---

1) Viskosität unter 10°E/20°C, Stockpunkt höchstens 0°C.

Hier könnte man also das Abstreifer Produkt anstatt in 10 % Benzin und 90 % Heizöl in 10% Benzin, 50 % Mittelöl, 20 % Heizöl und 20 % Schweröl, das zurückzuführen ist, zerlegen.

gez. Oettinger
Donath

gemeinsam mit
Dr. Schiffmann

Anlage: 1 Tabelle.

Ausgangsprodukt	P 1079 Gelsenberg Teer						P 1380 + Pilsen Walheim Teer						P 1238	
Fraktion	200° -85°	350° -85°	-206° Vak.	206-350° Vak.	206-240° Vak.	Vakuum Rückst.	200° -85°	525° -85°	-201° Vak.	201-210° -215°	210° -255° Vak.	Vakuum Rückst.	200° -85°	525° -85°
a v.Abstreifer	80	89,9	10	10	9,8	9,8	86,8	88	21,6	18,5	13,	16,2	85	80,3
b v.Solaröl		100	89,9	26,1 II	25,4 III	64,5 IV	—	100	21,2 I	24,5 II	25,5 III	28,2 IV	-	100
spez.Gew./20°	1,050	1,100	1,072	1,087	1,105	1,130	1,048	1,0	1,068	1,094	1,099	1,139	1,080	1,077
Phenolgehalt %	0,84		0,14	85,59			4,8		1,6	18,1	58,8		2,6	-
Siedebeginn °		5,8			6,8	20,12 /30°	—	4,07	-			41,6		600
Siedeanfang °	-25°	-11	-34	+17	+8	-26	-33	-15	-29	-21	-11	+11	unter -40	- 9
% Paraffin	-			-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
Aussehen, Farbe	gelb	flüss.	flüss. Kristalle 10-20 Grad	flüss. Kristalle	flüss.	fest	Dunkel-grün	flüss.	flüssig Kristalle am Boden		hell-flüss. Kriet. am B.	Glas-flocken	dunkel grün	

P 1229 Ruhr-Urteer

[illegible]	[illegible]	-196° Vak.	-[illegible] Vak.	-[illegible] Vak.	[illegible]
[illegible]	8,8	7,1	7,6	6,1	6,1
-	100	20,4 I	24,3 II	25,2 III	24,2 IV
1,022	1,077	1,080	1,054	1,077	1,142
2,5	-	15,2	14,68	-	-
-	8,0	-	-	8,54	15,62 / 12,36
unter 45	- 9	-13	- 1	+12	+ 38
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	flüssig			dickflüssig zähe Fäden	fest

P 1697 Steinkohlen-Urteer Krupp.

200° -SP	225° -SP	-210° Vak.	-230° Vak.	-259° Vak.	Vakuum-Rückstand	200° -SP	225° -SP	-208° Vak.	-229° Vak.	-252° Vak.
93	83,2	15,5	13,5	14,6	14,6	89,4	81,4	13,2	12,3	12,3
-	100	24,6 I	26,2 II	26,2 III	23 IV	-	100	25,5 I	24,5 II	24,1 III
1,040	1,069	1,038	1,056	1,078	1,116	1,035	1,055	1,025	1,041	1,065
12,26	-	12,48	10,4	-		5,49	-	8,99	-	-
-	9,9	-		17,5	25 / 5,0	-	7,5	-	3,3	8,99
+14	+1	+8	+16	+32		+8	+23	+6	+16	+26
-	-	-	-	-		-	-	2,2	3,4	4,5
dunkelgrün	flüssig		Kristalle	fest		dkl. grün	fest	flüss.	fl/kr. Kristl.	fest kristl.

P 1530 Kollergas-Teer (schlitz, Ober-

			P 1297 Steinkohlen-Urteer Krupp						P 1490 Kollergas-Teer (Heinitz, Obersch.)					
214 -250° Vak.			200° -325°	325° -Vak.	-212° Vak.	-230° Vak.	-250° Vak.	Vakuum-Rückst.	200° -325°	325° -Vak.	-206° Vak.	-227° Vak.	-252° Vak.	Vakuum-Rückst.
8,1		8,1	5,3	63,2	18,5	14,9	14,5	14,5	89,4	61,4	13,2	12,5	12,5	10,3
26,2 III	26,8 IV		-	140	24,6 I	26,2 II	25,2 III	23 IV	-	100	25,5 I	24,5 II	24,1 III	25,8 IV
1,077	1,142		1,140	1,069	1,038	1,056	1,078	1,116	1,035	1,058	1,025	1,041	1,055	1,098
-	-		-	-	12,45	34,4	-		8,49	-	8,99	-	-	-
6,84	13,67 /190°		-	9,9	-		17,0	85,6 /S.P.	-	7,6	-	8,3	8,1	28,19 /280°
-12	+ 38		-4	+14	-1	+3	+6	+32	+8	+28	+6	-10	+28	+41
-	-		-	-	-	-	-	-	-	-	2,8	2,3	4,5	3,0
dick. flüssig, wachs-artig	fest		Naph. Gr.		fl. Öle		Teer Pri-ostolje		dkl. Öle	fest	flüss.	flüss. Krist.	fest Krist.	fest

TITLE PAGE

54. Stand der Versuche mit Bubiag-Kohle (K 197) bei 600 atm. Versuche im 1,5-Ltr.-Ofen mit Rührer.

Stage of experiments with "Bubiag" coal (K 197) at 600 atm. Experiments in 1.5 litre furnace with stirrer.

Frame Nos. 821 - 822

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 550

31. Oktober 1938 Oe/Bm.

D 35

821

(54)

Stand der Versuche mit Rubiag-Kohle (K 197) bei 600 Atm.

Versuche im 1 l - Ltr. - Ofen mit Rührer

Mit Rubiag-Kohle (K 197) [illegible] wurden im Vergleich mit rheinischer Braunkohle (K 177) bei 600 Atm. mit Rückführung bis jetzt die folgenden Ergebnisse erhalten:

Kohle	Rubiag K 197	Rhein. Braunkohle K 177	
% C in Reinkohle	67,6	68,7	
Druck Atm.	600	600	
Katalysator	3% Luxmasse	3 % Luxmasse	
Temperatur ° C.	25.8	25,5	25,9
Durchsatz (Brei)	1,45	1,47	1,45
Gas : Brei	1 : 2	1 : 1	1 : 3
Ausbeute %			
Ölgewinnung	100	99	99
Neubildung 350°	0,42	0,5	0,4
Vergasung/Kohle + Verg.	0,40	0,42	0,47
davon % KW Vergasung	15	19,5	18,5
% Benzin + Mittelöl im Ölgewinn	56	70	70
% Asphalt im Schweröl	95	105	107
	7,6	6,[illegible]	4,0

Mit Rubiag-Kohle konnte bis jetzt nahezu die Leistung, wie bei rheinischer Braunkohle erhalten werden. Die Vergasung liegt mit 16 % niedriger als bei rheinischer Braunkohle, dagegen liegt der Asphaltgehalt im Schweröl mit 7,6 % höher als bei rheinischer Braunkohle.

-2-

1) Sendung vom 30. 9. 1938 aus Grube Wermingholt der "Eintracht"

Fahrtechnische Schwierigkeiten traten beim Fahren von Dreiachsbahn bis jetzt nicht auf.

Durch Änderung der Versuchsbedingungen (Temperatur) und evtl. anderer Kontaktzugabe soll versucht werden, den Asphaltabtrag zu verringern.

Gemeinsam mit :

Dr. Schiffmann,
" Lemm,
" Mehl.

gez. Oettinger
Donath.

TITLE PAGE

55. Hydrierung von Steinkohlenteer in Sumpfphase bei 600 atm zu Benzin und Heizöl.
Hydrogenation of coal tar in Sumpfphase at 600 atm to gasoline and fuel oil.

Frame Nos. 823 - 832

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

35

10. Juni 1938 Oe/Fe 823

Herrn Dr. Weinrotter
" " Frau Dr.
" " Pohurecky

Hydrierung von Steinkohlenteer in Sumpfphase bei 600 Atm. zu Benzin und Heizöl.

55

Zusammenfassung:

Topprückstände aus verschiedenen Steinkohlenschwelteeren (Saarteer, Kruppteer, Lurgi und Kollergasteer) wurden in Sumpfphase bei 600 Atm. H_2 im 1,5 Ltr. Ofen auf Benzin und Heizöl gefahren. Das gesamte Abstreiferprodukt wurde als Ölgewinn herausgezogen. Die Ölgewinnleistung betrug 0,9-1,5 bei ca. 7 - 8 % Vergasung. Im Mittel enthielt der Abstreifer ca. 10 % Benzin - 200°.

Die Anteile >200° wurden auf ihre Eignung als Heizöl untersucht. Die Heizöle genügen den Anforderungen hinsichtlich Stockpunkt, mit Ausnahme vom Heizöl aus Kruppteer. Jedoch wird durch Mischen mit a-Mittelöl im Anfallverhältnis ein Stockpunkt unter 0° C erreicht.

Außerdem wurde die Abstreiferfraktion 200-350° (ca. 50-60% vom gesamten Abstreifer) als Dieselöl untersucht. Die Dieselöle haben eine Cetenzahl zwischen -6 und +14.

13043

824

Bisher wurden die nachfolgenden Teere in Sumpfphase im 1,5 Ltr. Ofen bei 600 Atm. Wasserstoff auf Benzin und Heisöl gefahren:

Steinkohlenteer von Grube Heinitz Neunkirchen		P 96
" " "	Krupp	P 1297
" "	aus Oberschlesischen Kohlen von Lurgi, Frankfurt	P 1320
" " "	Grube Heinitz Beuthen	P 1330

In der folgenden Tabelle sind einige Analysendaten der obigen Teere zusammengestellt (siehe auch Tabelle I):

Bezeichnung	Heinitz Saar P 96	Krupp P 1297	Lurgi O.S. P 1320	Heinitz O.S. P 1330
Schwelverfahren	Krupp-Lurgi ?	Krupp-Lurgi	Lurgi Spülgas	Koller-gas
spez. Gewicht/20°	1,040	1,046	1,044	1,107
% Asphalt	8,7	5,8	-	21,3
% - 325°	49,9	44,3	49,5	26,0

Es wurden jeweils nur die Rückstände - 325° in Sumpfphase gefahren, der Abstreifer wurde als Ölgewinn herausgezogen und dabei die folgenden Ergebnisse erhalten:

-3-

Frischprodukt	P 96 get.	P 96 get.	P 96 get.	P 1297 get.	P 1320 get.	P 1330 get.
Katalysator	FeS	Mo-Grude	Fe-Grude	Mo-Grude	FeS	Mo-Grude
Druck Atm.	600	600	600	600	600	600
Temperatur H.V.	26,5	26,5	26,3	26-26,5	26,2	26,3-26,5
Frischdurchsatz	1,1	1,0	1,6	0,94	1,2	1,67
Anreiböl	Abschl.	Abschlamm	Schl.-Öl	Abschlamm	Abschlamm	Schl.-Öl
Frisch:Anreiböl	1,5:1	1,4:1,1	2:1	1,3:1,2	1,6:0,9	2 : 1
Produktleistung	1,0	0,9	1,3	0,85	1,1	1,5
% Vergasung/Prod.+Vergasung	6,9	7,1	9-10	8	7,3	7
% Asphalt im Abschlamm	6,5	2,9	2,2	1,6	3,8	2,6
% Festabtrennung	95-98	ca. 100	ca. 95	ca. 100	ca. 100	ca. 95

Demnach lassen sich die Topprückstände aus Steinkohlenschwelteer mit Leistung 1,0 - 1,3 bei etwa 7 - 8 % Vergasung in Sumpfphase bei 600 Atm. verarbeiten.

Die Topprückstände aus Steinkohlenschwelteer wurden mit FeS und Mo-Grude als Katalysator und mit Abschlamm-Anreibung gefahren. Dabei wurde sowohl mit FeS als auch mit Mo-Grude stets Absitzen in Schlange und Ofen beobachtet. Daraufhin wurde der Abschlamm geschleudert und der Topprückstand mit Schleuderöl aus Abschlamm angerieben.

Mit P 1330 get. und Mo-Grude-Katalysator konnte damit während acht Tagen, ohne Absitzen zu beobachten, gefahren werden. Anschließend konnte P 96 get. mit $FeSO_4$-Grude-Katalysator in einem kurzen Versuch ohne Störung gefahren werden, auch wurde keine Verschlechterung des Abschlamms beim Fahren mit

$FeSO_4$-Grude beobachtet. Eventuell liegt die Vergasung beim Fahren mit $FeSO_4$-Grude etwas höher, allerdings liegt bis jetzt nur eine Bestimmung vor.

Der als Ölgewinn herausgezogene Abstreifer bestand zu ca. 7 - 13 % aus Benzin mit Endpunkt 200°. Dabei wurde aus Topprückstand aus Schwelteer Krupp (P 1297) nur ca. 7 % Benzin -200° erhalten, während aus dem Topprückstand aus Lurgiteer (P 1320) ca. 13 % Benzin erhalten wurden (Vergl. Tabelle II).

Die aus Saarteer (P 96), Lurgiteer (P 1320) und Kollergasteer (P1330) erhaltenen Benzine (raff.) sind in ihren Eigenschaften und Zusammensetzung sehr ähnlich (spezifisches Gewicht 0,760-0,770, Anilinpunkt +28 bis +32° C, Oktanzahl 71-77 und 20 - 23 % Aromaten), dagegen ist das aus Kruppteer (P 1297) erhaltene Benzin H_2-ärmer (spezifisches Gewicht 0,790, Anilinpunkt +10° C, 40 % Aromaten, Oktanzahl ca. 85).

Der als Heizöl herausgezogene Abstreifer >200° (Vergl. Tabelle III) (ca. 90 % vom gesamten Abstreifer) ist beim Kruppteer wieder am H_2-ärmsten und hat mit -4° C einen guten Stockpunkt, dagegen ist die Viskosität mit 12,26°E bei 20°C höher als die an Heizöl gestellte Forderung "nicht über 10°E bei 20°C". Die aus den übrigen Schwelteeren erhaltenen Heizöle haben alle einen zu hohen Stockpunkt (+6 bis +19°). Die Mischung des Abstreiferproduktes >200° mit a-Mittelöl im Anfallverhältnis hat einen Stockpunkt unter 0° C. Die Viskosität ist bei dem Lurgi- bezw. Kollergasteer genügend, bei dem Saarteer (P 96) wird man gerade unter 10°E/20° C erreichen können.

-5-

Aus dem Abstreifer wurde jeweils die Fraktion 200-350° herausgeschnitten und auf ihre Eignung als Dieselöl untersucht (Vergl. Tabelle IV). Im Mittel entsprechen 50% vom Abstreifer der Fraktion 200-350°, beim Kollergasteer (P 1330) machte die Fraktion 60 % vom Abstreifer aus. Die untersuchten Dieselöle enthielten zwischen 12 und 24 % Phenole. Die Cetenzahlen dieser Dieselöle liegen beim Kollergas- und Kruppteer bei -5 bezw. -6, beim Saarteer bei +2 bis +3 und beim Lurgiteer aus oberschlesischen Kohlen bei +14. Der Stockpunkt ist beim Krupp- und Saarteer gut, beim Kollergas- und Lurgi-Teer mit -8 bezw. -1 nicht ausreichend. Die Viskosität ist mit 1,86 - 2,05° E bei 20° C bei allen Teeren gut. Die Filtrierbarkeitsforderung (200 cm^3 in 60 Sek. bei -18°) wurde von keinem dieser Dieselöle erfüllt.

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Schiffmann
" Rank.

gez. Oettinger.

Anlage: Tabelle I, II, III, IV.

Tabelle I.

Untersuchungen der Ausgangsprodukte

a) Gesamt-Teer.

Bezeichnung	P 96	P 1297	P 1320	P 1330
spez. Gewicht/20°	1,040	1,046	1,044	1,107
% Wasser	2,2	1,3		2,5
% Festes	2,3	0,2		0,4
% Asche i. T.	0,4	0,02 i.G.		0,06 i. G.
% a-Asphalt	8,7	5,8		21,3
Siedebeginn °C	115	95	190	220
% - 325°	49,9	44,3	49,5	26,0

b) a-Mittelöl)Techn. Destillat).

% vom Ges.-Teer	50	45,3	54,4	19,9
spez.Gewicht/20°	0,982	0,956	0,980	1,038
Anilinpunkt °C	-2,2	±0	-0,2	
% Phenole	48,9	29,2	36,4	
% C	82,69	87,7	83,39	
% H	9,45	8,9	9,28	
% O	7,38	2,9	6,52	
% N	0,27	1,0	0,54	
% S	0,21	0,61	0,27	
H disp./100 G	9,45	7,05	9,99	
Verbrennungswärme	9234	-	-	
Heizwert	8724			
Entphenoliert				
spez.Gew./20°	0,924	0,928	0,930	
Anilinpunkt °C	+13	-6,0	-7,2	
% Unges. KW	24,5	20,5	12,5	
Fraktionen:				
210-230°	0,875 -0,2	0,877 -8,2	0,907 -35,8	
240-270°	0,893 +6,2	0,914 -6,2	0,916 -27,8	
280-310°	0,918 +7,0	0,960 -7	0,919 -11,4	

c) Topprückstand

s. nächste Seite

a) Topprückstand

Bezeichnung	P 96	P 1297	P 1320	P 1330
% v. Gesamtteer	47,1	54	44	78
% Pentan	8,0	2,2	11,5	8,7
% Asche i. F.	6,1	0,2 à 14	4,4	2,6
% a-Asphalt im Öl	27,7	20,4	23,0	23,0
spez.Gew./20°C	1,172	1,142	1,131	1,116
Krä - Sa	+53,2	+37,5	+47,2	+50,5
% C	84,69		84,20	
H	7,60		7,75	
O	6,05		6,67	
N	1,33		0,86	
S	0,43		0,48	
H disp./100 C	7,6		7,96	
Vakuum-Kurve				
% - 225°	3,5/ "	13,6/ 1,042/40°	14,2/ 1,002/40°	"
% - 275°	41,6/ 1,032/60°	44,2/ 1,080/60°	38,2/ 1,022/60°	"
% - 325°	71,5/ 1,070/90°	69,6/ 1,108/90°	59/ 1,044/90°	"
% Vakuum-Rückstand >325°	28,3 "	29,6 "	40,8 "	

Tabelle II.

Benzin - Untersuchungen.

Frischprodukt	P 96get.	P 96get.	P 1297get.	P 1320 get.	P 1330
Katalysator	FeS	Mo-Grude	Mo-Grude	FeS	Mo-Grude
% Benzin einschl. Gasbenzin auf Abstreiferprodukt	9,1	8,9	6,8	12,7	10,6
Rohbenzin einschl. Gasbenzin					
spez. Gewicht	0,796	0,816	0,820	0,778	0,816
Anilinpunkt °C	+25,7	+24	+5,5	+30,7	+26
% Phenole	15,5	15,6	14,6	9,9	14,3
Elementaranalyse:					
% C	84,13	"		85,30	
H	12,74	"		13,08	
O	2,51	"		1,29	
N	0,59	"		0,30	
S	0,031	"		0,034	
H disp./100 C	14,6	"		15,04	
Benzin raff.					
spez. Gewicht	0,762	0,768	0,790	0,758	0,772
Anilinpunkt °C	+28	+27,7	+10,5	+32,2	+29,5
Dampfdruck	0,602	0,529	"	0,599	"
Cu-Streifen	gut	gut	gut	gut	gut
Cu-Schale mgr	68,4	126	40	46	70
Doktortest	schw.pos.	positiv	positiv	schw.pos.	positiv
Klopfwert Res.M.	74,8	76,8	84,7	71,3	75,5
" Mot.M.	64,5	"	"	65	"
dto. + 0,09% Pb	-	-	-	78	-
Siedebeginn °C	38	46	38	40	38
% - 70°	13	8,7	7,5	11	9
% - 100	34,5	28,6	24	29,5	27,5
% - 150	70,8	72,3	73	69,5	68,0
% - 180	90	91	92	89,5	89
% - 200	95,5	97	97	95,6	96,5
Endpunkt °C	205	204	206	204	207
Fraktionen:					
80 - 100°	0,722/ +35,6	0,714/ +34,8	0,725/ +26,5	0,707/ +37,8	0,709/ +38,5
120 - 140°	0,780/ +22,5	0,760/ +25,2	0,780/ +6,0	0,758/ +28,7	0,760/ +27
150 - 180°	0,818/ +18	0,812 +21	0,825 -5,0	0,796/ +26,3	0,804/ +21
Zusammensetzung:					
% Paraffine	44	40	27	43,5	37
% Naphtene	26	29	29	29	35
% Aromaten	23	23	40	20	21,5
% Unges. KW	7,0	8	4,0	7,5	6,5
Ofen	302	302	302	302	302
Datum 1938	26.4. abo	8.5. abo	13.5.abo	28.4.abI	19.5.abo

Tabelle III

Heizöl-Untersuchungen (= Abstreifer ∂ 200°)

Frischprodukt	P 96 get.	P 96 get.	P 1297get.	P1320 get.	P 1330
Katalysator	FeS	Mo-Grude	Mo-Grude	FeS	Mo-Grude
% v.Abstr.Produkt	90,9	91,1	93,2	87,3	89,4
Farbe	dunkelgrün	dunkel-grün	blau-grün	dunkel-grün	dunkel-grün
spez. Gewicht/15°	1,028	1,027	1,040	1,004	1,026
Stockpunkt °C	+13	+10	-4	+19	+8
Viskosität °E/20°	13,60	8,30	12,26	3,54/30°	5,49
Flammpunkt °C	107	102	110	102	102
Brennpunkt °C	131	128	147	122	132
Konrads.Koksteste%	0,2	0,1	Spuren	0,23	0,06
Heizwert	9098/98 °	"		9778/9778	
% Phenole	19,5	16,7	11,6	17,4	15,8
% Paraffine	1,26	"	"	2,32	"
Cetenzahl	6,0	"	"	6,0	"
Elementaranalyse					
% C	86,9	"		86,99	
H	8,09	"		9,06	
O	0,70	"		0,08	
H disp./100 C	0,11	"		0,1	
Siedebeginn °C	207	208	198	208	208
% - 225°	2,5	1,7	1,7	3,2	2,0
" 250	9,8	8,5	7,5	10,6	9,4
" 325	31,5	37,6	33,1	39,8	41,6
" 350	45,9	53,5	48,9	54,3	56,8
" 360	53,9	61,2	57,8	61,6	65,3
Filtrierbarkeit °C sec. für 00 ml	+25° 58"	-	-	+26° 27"	-
Stockpunkt in Mischung mit a-M°öl	-16°	-	-	-2°	-
Ofen	302	302	302	302	302
Datum 1938	26.4.abe	8.5.abe	13.5. abe	28. 4. abl	19. 5. abe

Tabelle IV.

Dieselöl-Untersuchung (Dieselöl = Abstreiferprodukt 300-350°)

Frischprodukt	P 96 get.	P 96 get.	P 1297 get.	P 1320 get.	P 1330 get.
Katalysator	FeS	Mo-Grude	Mo-Grude	FeS	Mo-Grude
% vom Abstreifer	46,3	53	49	49	60
Farbe	dunkelrot	rotbraun	rötlichbraun	dunkelrot	rötlichbraun
spez.Gew./15°	0,991	0,992	0,998	0,976	0,996
Anilinpunkt °C	-10	-14,4	-27	-3,6	-18,0
Cu-Streifen	gut	gut	gut	gut	gut
Cetenzahl	3,0	2,0	-6,0	14	-5
% Phenole	23,6	20,0	12,4	22	15,0
Stockpunkt °C	-22	-10	-28	-1	-8
Viskosität °E/20°C	2,02	2,00	1,86	1,86	2,05
" °E/38°C	1,35	1,36	1,32	1,32	1,38
Heizwert	-	-		-	
Jodzahl	-	-		-	
Elementaranalyse					
% C	-	-		-	
% H	-	-		-	
% O	-	-		-	
% N	-	-		-	
% S	-	-		-	
H disp./100 C	-	-		-	
Siedebeginn °C	194	196	192	196	
% - 225°	9,3	7,9	8,3	8,5	1,2
% - 250°	24,3	22,1	19,8	24,7	13,7
% - 300°	57	53,5	51,4	55,9	47,9
% - 325°	71,5	74,6	74,4	72,5	69,3
% - 350°	83,5	92,6	94,3	86,3	91,1
% - 360°	89,3	97,3	98	91,6	96,3
Filtrierbarkeit °C sec. für 200 ccm	+ 2° 65 sec	+ 2° 60 sec	-	+8° 19 sec	-
Ofen	302	302	302	302	302
Datum 1938	26.4. abs	8.5. abs	13.5. abs	28.4. abs	19.4. abs

TITLE PAGE

56. Fortschritte in der Hydrierung von Gasflammkohle. Versuche mit Gelsenberg-Kohle (83.9% C in Reinkohle) im 10 Ltr.-Rührer-Ofen.

Progress in hydrogenation of open-burning coal. Experiments with "Gelsenberg" coal (83.9% C in dry coal) in the 10 liter furnace with stirrer.

Frame Nos. 833 - 834

F.I./Lu 558

6. Dezember 1937.Ob.

Fortschritte in der Hydrierung von Gasflammkohle.

Versuche mit Gelsenberg-Kohle (83.9% C in Reink.)
im 10 ltr Rührer-Ofen.

Die Entwicklung wird durch folgende Tabelle wiedergegeben

Art des Versuchs:	Normalversuch 5Nox + Cl bei 250 at	Eisen bei 250 at	Eisen bei 600 at	Eisen + Na2S bei 600 at
Ofen Nr.	455	455	451	451
Datum 1937	5. - 12.7.	6. - 7.5.	11. - 15.7.	6.11.
Anz. Cl (% Festes	7,15	20,5	4,35	5,9
% s-Asph.a.Cl	7,0	12,1	5,45	7,9
Verb. m³/kg Reink.	4,01	3,93	4,75	5,13
Kontakt:	0,05% SNox)coll. 1,15% NH4Cl)z.Br. 1,8 % Soda hinter Ofen	1,5% Luxmasse gemahl. a.coll z.Brei 1,5% Luxa.geb.und coll.i.Ofen	1,2% Luxa-Gemahl.coll. z.Brei	1,2% FeSO4.7 aq getr. auf Kohle 1,5% Luxa.coll.z.Brei 0,8% Na2S coll v.Ofen
Kohle : Abeck Elekt.	0	1 : 0,4	0	0
Temperatur Ofen MV	25	25,5	25,3	25,6
Druck atm H2	250	250	600	600
Abbau %	95,69	91,08	96,95	97,3
in Olgew. %-325°	75,7	83,9	87,4	94
Vom Sdb. 325° % Bi(-5)	14,8 (-170°)	29,9(-215°)	15,1 (-170°)	17 (-170°)
% Asph.a.S'Öl	8,12	12,9	4,75	?
für 95%-325° i.Olgew.:				
Ölgewinn % a.Reink.	70,7	66,7	70,8	73,3
Leistung 1)	0,226	0,16	0,27	0,31
Vergasung	24,4	24,8	25	22,6
v.verg.C % als CO	3,7	3,3	3,3	3,5
" CO2	1,4	0,7	0,7	0,4

1) nur auf leeren Ofen gerechnet.

93

Unter „Normalbedingungen" bei 250 at verhält sich die Gelsenberg - Kohle, abgesehen von etwas zu hoher Vergasung etwa entsprechend ihrem O-Gehalt.

Der Ersatz von Gas + Öl durch Essen ist bisher bei 250 at nicht möglich, da infolge zu schlechten Abbaus und zu hohen Asphalts der Abschlamm für eine ausreichende Entfestung bei der normalen Schwerölschleuderentfernung zu viskos ist, was zu untragbar hohen (23%) Feststoffwerten im Rücklauföl führt.

Bei 600 at dagegen kann man mit Essen fahren und das Rücklauföl auf guten Feststoffwerten halten. Infolge der (möglicherweise) höheren Reaktionstemperatur ist die Lösung besser als bei 250 at Normalbedingungen, aber die Vergasung läßt noch zu wünschen übrig.

Wendet man nun zusätzlich Mazut an, so tritt eine deutliche Erniedrigung der Vergasung ein; auch werden Abbau und Benzin-Anteile noch etwas erhöht und wohl auch die Lösung. Mit der wichtigste Effekt der Mazut-Zugabe liegt aber darin, daß man das im Ofen frei werdende Öl der Kohle in viel einfacherer Weise binden kann als durch Sodazugabe hinter (bezw. in) dem letzten Ofen, vor allem aber in einer Weise, die nicht - wie bei der Soda - eine Schädigung der Hydrierreaktion herbeiführt bezw. befürchten läßt, sondern sogar eine Verbesserung des Hydrierverlaufes bewirkt.

gez. W. Krönig.

TITLE PAGE

III. Hochdruckversuche Laboratories. Reports on experimental work in the Sumpfphase. Files of Dr. Peters. 833/I-D-7.

TITLE PAGE

Sumpfphase

TITLE PAGE

1. Zur Frage des Anspringens.
Auswertung bisheriger 10 Ltr.-Ofen Versuche.

Problems of starting (in the "Sumpf" phase)..
Evaluation of the 10 liter furnace experiments up to now.

Frame Nos. 835 - 846

H. Dr. Peters VD
i. Günther Ly.

Ds 36 10. Juli 1944 Hu/Te

835

(1)

Zur Frage des Anspringens.
Auswertung bisheriger 10-l-Ofen-Versuche.

Zusammenfassung.

Die erforderliche Höhe der Vorheizertemperatur[1] steigt
bei Ölen und Teeren mit zunehmendem dispon. H,
bei Kohlen mit zunehmendem C-Gehalt[2].
Von erheblichem, ungünstigem Einfluß sind ferner
schwer abzubauende Asphalte, vor allem bei Steinkohlenhochtemperaturteeren und zum Teil wohl auch bei Kohlen, die Wandbeläge bei schlechtem Wärmeübergang bilden,
Krustenbildung durch Verkokung der Asphaltbeläge und durch anorganisches Material,
steigende Viskosität des im letzten Aufheizstadium unverdampft bleibenden Rückstandes des Einspritzbreies. Dieser Einfluß konnte nur indirekt erfaßt werden, da eine Messung der Breitemperatur am 10-l-Ofen bisher nicht möglich ist.
Niedriger Druck, vor allem bei Steinkohlen. Bei Ölen scheint der Druck von geringer Bedeutung zu sein.

Demgegenüber war die Einwirkung von Änderungen des Durchsatzes, der Abschlammrückführung und der Gasmenge anscheinend unbedeutend, ebenso ein geringer Zusatz zur Kohle an Teer. Auch die Fahrweise schien keinen besonderen Einfluß zu haben, außer bei Steinkohlenhochtemperaturteer, wo die Abstreiferschwerölrückführung Asphaltausfällungen begünstigt.

Da die Ofentemperaturen bei den verschiedenen Rohstoffen nicht allzusehr voneinander abwichen, wird die Temperaturdifferenz Vorheizer-Ofen im wesentlichen durch die Unterschiede der Vorheizertemperaturen bestimmt. Die Differenz steigt also mit sinkendem disp. H außer bei Steinkohlenhochtemperaturteeren, bei Kohlen steigt sie mit abnehmendem C-Gehalt, bei hier allerdings besonders großer Streubreite. Sie ist bei der Schwerölfahrweise eher kleiner als bei der Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl, vermutlich infolge der höheren Viskosität des unverdampften Breirestes. Mit sinkendem Druck nimmt sie ab.

gez. Kupfer
" Leonhardt

---

1) an einem aufgebundenen Element gemessen.

2) Braunkohlen benötigten von allen Rohstoffen die niedrigsten Vorheizertemperaturen. Die mittlere Vorheizertemperatur von Steinkohlen entsprach etwa der von Brüxer Teer.

Da die Frage des Ansprungens in der Sumpfphase aus Gründen des Haarna- delmaterials neuerdings erhöhte Bedeutung gewonnen hat, erschien es nützlich, die 10-l-Ofenversuche der letzten Jahre im Hinblick auf die Temperaturverhältnisse zu betrachten.

Von vornherein war es nicht klar, ob sich allgemein Gesetzmäßigkeiten mit genügender Deutlichkeit zu erkennen geben würden. Denn insbesondere die Messung der Aufheiztemperatur am 10-l-Ofen erscheint mit großen Unsicherheiten behaftet. Teilweise - in älteren Versuchen - stand die Vorheizschlange in einem Bleibad, dessen mittlere Badtemperatur als Temperatur des Vorheizers notiert wurde. In den neueren Versuchen steht die Breischlange in einem elektrisch beheizten Luftbad mit Umwälgebläse, und als Vorheizertemperatur gilt die eines Elementes S_4, das in der Nähe des Schlangenausganges auf die Schlange aufgebunden ist. Da bei einem Luftbad infolge des schlechteren Wärmeüberganges Luft-Rohrwand höhere Badtemperaturen eingestellt werden müssen als im flüssigen Blei, erreicht S_4 bei gleicher Breitemperatur im allgemeinen höhere Werte als das Bleibad. Dieser Unterschied glich sich aber dadurch bis zu einem gewissen Grade aus, daß das Element S_4 in Kompensation zu dem auf dem Übergang Breischlange-Ofen aufgeschuhten Element M_1 auf einen Differenzschreiber geschaltet ist, wodurch seine Anzeige am Millivoltmeter um 0,3 bis 1,5 mV - letzteres allerdings nur bei Unregelmäßigkeiten - gedrückt wird. Eine weitere Unsicherheit in der Ermittlung der Vorheizertemperaturen ergibt sich daraus, daß über den jeweiligen Zustand der Breischlange frühere Versuche nicht ausreichenden Aufschluß geben. Die Verkrustung der Schlange muß aber von maßgeblichem Einfluß auf die S_4-Temperatur sein. Trotzdem muß letztere als Maß für die Aufheizung bis jetzt dienen, da eine direkte Messung der Breitemperatur am 10-l-Ofen nicht ohne weiteres möglich ist.

Die Temperaturmessung der Ofen-Innenelemente ist demgegenüber wesentlich genauer. Allerdings konnte auch sie bei der bisherigen Versuchsanordnung dadurch etwas beeinträchtigt werden, daß sich die verschiedenen Elemente über die gemeinsame Rückleitung gegenseitig beeinflußten. Letzteres wurde in Kauf genommen, um möglichst viele Elemente in der druckfesten Hülse unterbringen zu können. Meistens dürften die Ofenelemente hierdurch um 0,1 - 0,3 mV zu niedrig angezeigt haben. In diesem Umstand scheint mit ein Unterschied zwischen den Ergebnissen der Großtechnik und denen der 10-l-Öfen zu suchen sein.

Bei der Auswertung der 10-l-Ofenversuche hinsichtlich der Temperaturen waren danach erhebliche Streuungen zu erwarten. Trotzdem schälten sich, wie vorweggenommen sei, einige Hauptgesetzmäßigkeiten klar heraus.

I. Öle und Teere.

Die Mittelwerte für die verschiedenen Rohstoffe, unterteilt nach Fahrweise und Druck, sind in der anliegenden Tabelle 1 aufgeführt.

Zunächst wurde die Abhängigkeit der Temperaturverhältnisse vom disponiblen Wasserstoff untersucht, da mit letzterem sich die Wärmetönung annähernd stetig ändert, in dem Sinne, daß mit abnehmendem disponiblem H der Wasserstoffverbrauch und damit die Wärmetönung zunimmt. In Kurvenblatt 1 sind die Vorheizertemperaturen, die Ofentemperaturen und die Differenz zwischen beiden, die man als rohes Maß für das Ansprungen ansehen könnte, gegen den disponiblen H aufgetragen. Die Betrachtung zeigt folgendes:

1.) Die erforderliche Vorheizertemperatur nimmt vom Krackl bis zum Steinkohlenschwelteer mit sinkendem disponiblem H annähernd linear ab. Eine Ausnahme machen lediglich zwei sehr alte Versuche zur Verarbeitung von Krackrückständen in Form des Durchgang (sogenannte Hochdruckdestillation) bei 250 atm; sie ist darauf zurückzuführen, daß diese Krackrückstände, die später für die Planung von Pölitz auf ihrem disponiblen H nach den Erdölen wesentlich ähnlicher waren als diejenigen Benzin + Mittelöl gefahren worden sind. Die herausfallenden Punkte mußten also auf dem Kurvenblatt nach rechts verschoben werden, wodurch sich eine bessere Übereinstimmung mit dem allgemeinen Gang ergibt.

Bei Steinkohlenhochtemperaturteeren und bei Mischungen von diesen mit Generatorteer und Schwelteerpech, die den geringsten Gehalt an disponiblem H aufweisen, wurden wieder höhere Vorheizertemperaturen benötigt. Die Werte streuen hier besonders stark. Diese Erscheinung muß damit erklärt werden, daß die hochkondensierten Asphalte, die bei hohen Temperaturen entstanden sind, relativ schwer durch die Hydrierung abzubauen sind und besonders dazu neigen, Beläge auf der Innenwandung des Vorheizers zu bilden, welche den Wärmeübergang außerordentlich verschlechtern. Wie die Ausbauten gezeigt haben, gehen diese Asphaltbeläge in relativ kurzer Zeit in Koskrusten über.

Daß tatsächlich die Eigenart der Kokereiteerasphalte die Ursache für die hohen Vorheizertemperaturen ist, die die Verarbeitung von Hochtemperaturteerölen erfordert, findet seine Bestätigung darin, daß bei der Fahrweise auf Benzin + Mittelöl noch höhere Temperaturmeßwerte beobachtet wurden als bei der Schwerölfahrweise und daß dabei auch die Schlangenverkrustungen stärker waren. Diese Erscheinung, die mit anderen Störungen, wie Inhomogenwerden des Ofeninhaltes und Abscheiderverkrustungen, korrespondierte, mußte seinerseit, insbesondere im Hinblick auf die mikroskopische Untersuchung des gallertartigen Abscheidungen auf Asphaltfällungen zurückgeführt werden, die durch die Rückführung des Abtreiberschweröls stark gefördert worden waren.

2.) Bei den übrigen Ölen scheint die Fahrweise auf die Höhe der Vorheizertemperatur von geringem Einfluß zu sein. Interessant wäre die Feststellung, ob die unerfreulichen Erscheinungen des Kokereiteeren sich auch bereits bei Steinkohlenschwelteeren zeigen können. Hierüber liegen keine Erfahrungen vor, da Steinkohlenschwelteere bisher auf Benzin und Mittelöl im 10-l-Ofen nicht gefahren worden sind. Beim Fahren des Heißschwelteeres P 1576 zeigte dieser zwar ein hervorragend gutes Ansprechen, doch war eine gesteigerte Empfindlichkeit des Vorheizers für Verkrustungen zu erkennen.

3.) Betrachtet man die Ofentemperatur zunächst ohne Zusammenhang mit der Vorheizertemperatur, so zeigt sich, daß sie sich innerhalb einer relativ geringen Spanne von rund 150 (470-493) bewegt. Bei den Produkten von Krackl bis etwa zum Steinkohlenschwelteer (gemessen am disponiblen H) wurden absteigende Reaktionstemperaturen benötigt. Es ist also nicht so sehr die Hydrierung wie die Spaltung von C-Ketten, die eine hohe Temperatur benötigt. Etwas aus dem Rahmen fallen die Krackrückstände, bei denen eine anomal hohe Ofentemperatur eingestellt werden konnte, ohne daß der Ofen zum Hochgehen neigte; dies dürfte im wesentlichen darauf zurückzuführen sein, daß die leicht spaltbaren Verbindungen bereits während der Krackung zerstört wurden.

Bei den Hochtemperaturteeren wurden mit sinkendem disponblem H wieder steigende Ofentemperaturen erforderlich; einmal nimmt der disponible H dieser Teere umsomehr ab, je höhere Temperaturen er bei seiner Bildung erfahren hat, was an der Reihenfolge Schwelteer-Generatorteer-Kokereiteer deutlich zu erkennen ist, zum anderen geht auch der

F auf Schweröl

einsmäßig disponible H mit steigendem Gehalt an höheren Asphalten paraffinen, deren Abbau, da für die Rückstandsaufarbeitung notwendig, durch besonders hohe Verarbeitungstemperatur erzwungen werden muß.

4.) Beim Fahren im geraden Durchgang werden etwas niedrigere Ofentemperaturen benötigt, bzw. bei der Verarbeitung mit gleichen Temperaturen wie beim Fahren auf Benzin + Mittelöl wurde die Ofenlage labil. Hierzu tragen bei das Fehlen des reaktionsträgen Abstreiferschweröls und die größere Menge Frischkontakt je kg Einspritzung. Die physikalischen Bedingungen, wie Gesamtbreidurchsatz und Gasmenge, sind nicht allzusehr verschieden. Nur bei den Versuchen mit Erdölen war bei der Schwerölfahrweise der Gesamtdurchsatz deutlich geringer. Bei gleichem Durchsatz und gleicher Gasmenge beträgt der Unterschied der Ofentemperaturen etwa 30.

5.) In Kurvenblatt 1 wurde ferner noch die Temperaturdifferenz Ofen-Vorheizer gegen den disponiblen H des Rohstoffes aufgetragen, in der Erwartung, sie vielleicht als annäherndes Maß der Anspringfreudigkeit nehmen zu können. Die Veränderung der Δ -Werte wird hauptsächlich durch die Vorheizertemperatur bestimmt. Es ergibt sich somit vom Erdöl bis zum Steinkohlenschwelteer eine nahezu lineare Abhängigkeit, während für Steinkohlenhochtemperaturteere ungünstigere, d.h. kleinere Temperaturdifferenzen gemessen wurden. Die Gründe dafür sind unter 1.) angeführt.

6.) Bei der Schwerölfahrweise sind, abgesehen vom Kokereiteer, wo die Bildung der Asphaltbeläge das Bild verschleiert, die Δ -Werte kleiner als bei der Fahrweise auf Benzin + Mittelöl. An sich wäre aber das Gegenteil zu erwarten gewesen. Denn es ist nicht einzusehen, warum eine Einspritzmischung mit einem größeren Anteil an reaktionsfreudigem Frischprodukt und an frischem Kontakt langsamer zur Reaktion kommen soll als die Abstreiferschweröl enthaltende Einspritzmischung. Wie sich daraus zeigt, ist die Temperaturdifferenz Vorheizer-Ofen als exaktes Maß des Anspringens nicht geeignet und zwar offensichtlich deshalb nicht, weil die Temperaturhöhe des Elementes S, (Vorheizer) in zu erheblichem Maß mit der Viskosität des Einspritzbreies variiert.

Genauere Erkenntnisse ließen sich nur durch Messung der Temperatur im Breiinnern gewinnen. Solche Vorrichtungen sind bisher deshalb nicht verwandet worden, weil sie die Gefahr der Krustenbildung am Vorheizerausgang in starkem Maße erhöhen.

Die Werte der einzelnen Versuche, die den Durchschnittszahlen der Tabelle 1 und des Kurvenblattes 1 zugrunde liegen, sind in Tabelle 2 aufgeführt. Die Betrachtung der verschiedenen Versuche mit ein und demselben Rohstoff läßt folgendes erkennen:

7.) Versuche mit Erdölen:

a) Bei 600 atm wurde eine ein wenig niedrigere Vorheizertemperatur benötigt als bei 250 atm; der Unterschied war aber sehr gering.

b) Geringe Änderung der Gasmenge hatte keinen erkennbaren Einfluß.

c) Das gleiche gilt für die Rückführung von Schweröl und Abschlamm.

d) Versuch 1 fällt durch besonders niedrige Vorheizertemperatur aus dem Rahmen heraus. Es dürfte sich dabei vermutlich um einen Anfahrwert handeln, woraus zu schließen wäre, daß auch bei Erdölen sich ein nur allmählich entstehender Asfaltbelag auf der Innenwandung der Schlange feststellt.

e) Mischungen von Erdöl mit Braunkohlenteer brauchten die gleiche Vorheizertemperatur wie reine Erdöle, möglicherweise deshalb, weil in der gleichen Apparatur zuvor Erdöl ohne Beimischung gefahren worden war, und sich wegen der Kürze der Versuche Unterschiede nicht erfassen ließen.

8) Versuche mit Brüxer Teera

a) Ein Druckeinfluß ist nicht zu erkennen.

b) Ungetoppter Teer benötigte eine etwas niedrigere Aufheiztemperatur als getoppter Teer, was auf die verschiedene Viskosität zurückzuführen ist.

c) Die Ofentemperaturen lagen bei getopptem Teer gleichfalls höher. Der Teer schien durch die drucklose Erhitzung beim Abtreiben des Mittelöles ungünstig beeinflußt worden zu sein.

9) Versuche mit Krackrückständen:

a) Bei Gasölkrackrückständen lag infolge ihrer niedrigeren Viskosität die Vorheizertemperatur niedriger als bei Erdöl-Krackrückständen.

b) Bei niedrigem Druck und Fahren in geradem Durchgang stellten sich hohe Vorheizertemperaturen ein.

II. K o h l e n.

Die Werte der in den letzten Jahren mit Kohlen durchgeführten Versuche sind in Tabelle 3 und dem Kurvenblatt 2 aufgeführt, wo die Temperaturen gegen den C-Gehalt der Reinkohle aufgetragen wurden. Man erkennt:

1.) Mit steigendem C-Gehalt werden höhere Vorheizertemperaturen benötigt.

2.) Die Streuung der Meßwerte ist hier besonders groß, da die Vorheizerverkrustungen sehr erheblichen Einfluß haben.

3.) Bei niedrigem Druck muß der Vorheizer höher gefahren werden als bei hohem, obwohl die Reaktionstemperatur tiefer liegt.

4.) Änderungen der Gasmenge scheinen auf die Vorheizertemperatur von sehr geringem Einfluß zu sein.

5.) Ein eindeutiger Einfluß der Abschlammrückführung ist nicht festzustellen.

6.) Auch der Einfluß des Durchsatzes ist nicht klar zu erkennen.

7.) Der Einfluß eines geringen Teerzusatzes bis zu 30 % der Kohle läßt sich mit den bisherigen Meßeinrichtungen des 10-l-Ofens gleichfalls nicht erfassen.

8.) Auch bei der Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß liegen die Vorheizertemperaturen innerhalb der allgemeinen Streugrenzen.

9.) Die in der letzten Zeit vorgenommene Verbesserung der Isolierung der Ofenflansche ermöglichte eine Senkung der Vorheizertemperaturen um 10-30°.

10.) Die Ofentemperaturen lagen in allen Versuchen mit Steinkohlen nahezu gleich, wie bereits früher festgestellt wurde.[1]

---

1) siehe Zusammenstellung Dr. Hupfer vom 26.1.44 Nr. 22 2101

010

11.) Bei niedrigem Druck wurden niedrige Reaktionstemperaturen eingestellt.

12.) Bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß benötigt man höhere Reaktionstemperaturen, um den Asfaltspiegel auf ein für die Rückstandsaufarbeitung erträgliches Maß zu drücken.

13.) Das gleiche ist bei Zusatz von Steinkohlenhochtemperaturteer der Fall.

14.) Die Temperaturdifferenz zwischen Element S, und dem Ofenelement E_5 sinkt zwar im großen und ganzen mit steigendem C-Gehalt der Kohle, doch sind die Streuungen auch hier beträchtlich, sodaß die Abhängigkeit weniger deutlich zum Ausdruck kommt als die des Δ -Wertes bei Ölen und Teeren vom disponiblen H. Naturgemäß sind die Differenzwerte bei 250 atm besonders klein.

Mittelwerte für Teere und Öle.

Produkt	getoppt bis	Fahrweise	Druck atm	Durchsatz Frischöl	Abschl. Rückf.	S-Öl-Rückf.	Gas m^3/kg Frischöl	Gesamt-Durchsatz	Gas m^3/kg Brei	Vorheizer °C	Ofen °C
Erdöl	350	Bi + Mi	600	1,15	1:03	6 :40	2,9	2,3	1,4	475	484
"	350 ↑	S'Öl	600	1,2	0	0	3,0	1,2	3,0	473	475
"	325	Bi + Mi	250	0,70	1:0,3	6 :37	2,75	1,3	1,45	476	476
"	?	S'Öl	250	0,95	0	0	1,6	0,95	1,6	474	470
Erdöl + Braunkohlenteer	325	Bi + Mi	250	0,75	1: ,43	6 :40	3,0	1,6	1,4	476	475
Braunkohlenteer Mitteldeutschland	325	Bi + Mi	250	0,75	1:0,5	5 :43	3,0	1,7	1,3	469	478
Braunkohlenteer Brüx	325	Bi + Mi	250/600	0,75	1:0,5	76:24	2,9	1,45	1,5	446	473
"	Original	Bi + Mi	250/600	1,1	1:0,5	70:30	3,0	2,2	1,6	440	468
Erdölrückstand	325	Bi + Mi	600	0,85	1:0,5	63:37	3,0	1,5	1,7	461	483
"	325	S'Öl	250	0,75	0	0	1,6	0,75	1,6	474	472
SK-Schwelteerpech		S'Öl	600	0,7	1:0,5	0	2,3	1,05	1,5	437	472
Teergemisch	325	S'Öl	600	0,6	1:0,5	0	3,5	0,95	2,2	452	472
Schwelteer + Steinkohle 1 : 0,2	325	S'Öl	600	0,5	0	0	4,1	0,5	4,1	440	468
Teergemisch + Steinkohle 1 : 0,25	325	S'Öl	600	0,5	0	0	4,0	0,5	4,0	443	473
Steinkohlenhochtemperaturteer	325	Bi + Mi	600	0,37	1:0,4	63:37	3,7	0,75	1,7	461	482
Steinkohlenhochtemperaturteer	325	S'Öl	600	0,61	1:0,5	9 :10	3,5	0,98	2,2	443	479

Mittelwerte für Leere und Öle. Tabelle 1.

Fahrweise	Druck atm	Durchsatz Frischöl	Abschl. Rückf.	S'Öl-Rückf.	Gas m³/kg Frischöl	Gesamt-Durchsatz	Gas m³/kg Drei	Vorheizer °C	Ofen °C	Δ t	dispon. H	Zahl d. Versuche
Bi + Mi	600	1,15	1:03	6 :40	2,9	2,3	1,4	475	484	+ 9	13,8	2
S'Öl	600	1,2	0	0	3,0	1,2	3,0	473	475	+ 2	12,8	1
Bi + Mi	250	0,70	1:0,3	6 :37	2,75	1,3	1,45	476	476	0	12,8	2
S'Öl	250	0,95	0	0	1,6	0,95	1,6	474	470	− 4	12,8	5
Bi + Mi	250	0,75	1:0,5	6 :40	3,0	1,6	1,4	476	475	− 1	12,5	2
Bi + Mi	250	0,75	1:0,5	5 :43	3,0	1,7	1,3	469	478	+ 9	12,0	2
Bi + Mi	250/600	0,75	1:0,5	74:26	2,9	1,45	1,5	446	473	+ 27	9,2	2
Bi + Mi	250/600	1,1	1:0,5	70:30	3,0	2,2	1,6	440	468	+ 28	9,5	3
Bi + Mi	600	0,85	1:0,5	63:37	3,0	1,5	1,7	451	483	+ 22	10,5	7
S'Öl	250	0,75	0	0	1,6	0,75	1,6	474	472	− 2	11,5	2
S'Öl	600	0,7	1:0,5	0	2,3	1,05	1,5	437	472	+ 35	7,4	3
S'Öl	600	0,6	1:0,6	0	3,5	0,95	2,2	452	472	+ 20	6,3	2
S'Öl	600	0,5	0	0	4,1	0,5	4,1	440	468	+ 28	7,0	2
S'Öl	600	0,5	0	0	4,0	0,5	4,0	443	473	+ 30	6,0	1
Bi + Mi	600	0,37	1:0,4	63:37	3,7	0,75	1,7	461	482	+ 21	5,2	3
S'Öl	600	0,61	1:0,5	9 :10	3,5	0,98	2,2	443	479	+ 36	5,3	7

V. Nr.	Herkunft	getoppt bis	Fahrweise	Druck atm	Aromat. Frischöl	Abschl.-rückführg.	S'öl-Rückfg.	Gas m³/kg	Fr.M.
						Verse der einzelnen Versuche			
								S r	d
225	Wietze	350	Bi + Mi	600	1,3	1:0,3	80:20	3,0	
225	"	350	" "	600	1,3	1:0,3	60:40	3,0	
1393	Nienhagen	350	" "	600	1,0	1:0,3	60:40	2,[illegible]	
1490	Rumänien	"	S'öl	600	1,2	0	0	3,0	
158	Pasure	325	Bi + Mi	250	0,5	1:0,3	75:25	2,5	
1358	Reitbrook	325	" "	250	0,65	1:0,3	55:44	2,5	
1393	Nienhagen	350 ?	" "	250	0,75	1:0,3	70:30	3,0	
189	Elverath	Ja ?	S'öl	250	1,0	0	0	1,5	
349+1058	Venezuela get.	Ja ?	S'öl	250	1,0	0	0	1,5	
3:1	+ Coastal Dest.								
349+1058	desgleichen	Ja ?	S'öl	250	0,8	0	0	1,6	
3:1									
349+160	Venezuela get.	Ja ?	S'öl	250	1,0	0	0	1,6	
3:1	+Pressure Still Oil								
1125	Southern Fuel	Ja ?	S'öl	250	0,7	0	0	1,5	
								Erdöl +	
1393+1238	Nienhagen +	325	Bi + Mi	250	0,8	1:0,5	60:40	3,0	
1:1	Böhl. Teer								
1358+1238	Reitbrook +	325	" "	250	0,7	1:0,4	60:40	3,0	
1:1	Böhl. Teer								
								Braunk.	
1238	Böhlen	325	Bi + Mi	250	0,7	1:0,5	57:43	3,0	
1238	Böhlen	325	" "	250	0,8	1:0,5	57:43	3,0	
1397	Erda	Orig.	" "	600	1,5	1:0,5	70:30	3,1	
"	"	"	" "	600	1,0	1:0,5	70:30	2,8	
"	"	"	" "	250	0,95	1:0,5	70:30	3,0	
"	"	325	" "	600	0,8	1:0,5	70:30	3,0	
"	"	325	" "	250	0,7	1:0,5	75:25	2,8	
								Erdöl rück	
1290	Gasöl Aruba	325	Bi + Mi	600	0,8	1:0,2	65:35	3,0	
1285	Venezuelarohöl	325	" "	600	0,8	1:0,3	70:30	2,[illegible]	
	+Gasöl 5-8%								
1285	desgl.	325	" "	600	0,8	0	50:50	3,0	
1307	Venezuela-Rohöl	325	" "	600	0,9	0	58:42	3,0	
1306	Venezuela Destillat	325	" "	600	0,7	0	57:43	3,0	
1306	desgleichen	325	" "	600	0,75	1:0,[illegible]	70:30	3,0	
1314	Lagunille Rohöl	325	" "	600	1:0	1:0,2	70:30	3,1	
160	Pressure Still Oil	325	S'öl	250	0,3	0	0	1,[illegible]	
1184	Peruv. Crack. Teer	325	S'öl	250	0,7	0	0	1,[illegible]	

1) Bleibad

		aus m³/kg Fr.Ö	Gesamt-Gas/m³/kg durchschn.	Vorhei- Brutto	Ofen °C	Teerölabl.	des Gesamt-Breies Abschl.		Δ t			
	Beide											
	80:20	3,1	2,0	2,0	466	481	54,5	9,5	16,0	+15	12,49	1
	60:40	3,1	2,5	1	476	483	51	5	34	7	12,49	2
	50:50	3,0	2,0	1	474	484	51	5	34	10	13,12	3
	0	3,0	1,2	3,0	473	475	100	0	0	2		4
	75:25	2,3	0,8	1,55	463	473	51	18	21	10		5
	55:45	3,5	1,35	1,2	476	476	43	22	30	0	12,62	6
	70:30	3,0	1,3	1,7	476	476	57,5	23	19,5	0	13,12	7
	"	3,5	1,6	1,6	476	472	100	0	0	- 4		8
	0	3,5	1,0	1,6	476	472	100	0	0	- 4		9
	0	3,6	0,8	1,6	470 [1]	466	100	0	0	- 4		10
	0	3,6	1,0	1,6	470 [1]	466	100	0	0	- 4		11
	0	3,5	0,9	1,6	476 [1]	472	100	0	0	- 4		12
	A/Öl + B Steinkohlenteer											
	60:40	3,0	1,7	1,4	475	474				- 2	12,59	13
	"	3,0	1,45	1,45	476	476				0	12,32	14
	Braunkohlenteeröl:											
	"	3,0	1,6	1,3	476	476				0	12,00	15
	"	3,0	1,8	1,35	480	480				19	12,00	16
	50:50	3,1	2,9	1,6	450	469				29	9,50	17
	70:30	3,0	1,95	1,5	428	458				42	9,50	18
	70:30	3,0	1,8	1,6	442	458				28	9,50	19
	70:30	3,0	1,55	1,55	452	476				24	9,24	20
	75:25	2,9	1,35	1,45	440	470				30	9,24	21
	Erdöl (nordlichtarmes.											
	65:35	3,0	1,4	1,7	450 [1]	480				24	9,58	22
	70:30	2,9	1,55	1,7	464	484				20	11,07	23
	50:50	3,0	1,6	1,9	462	485				23	11,07	24
	58:42	3,0	1,55	1,75	461	485				21	10,94	25
	57:43	3,0	1,2	,75	460	485				25	9,33	26
	70:30	3,0	1,2	1,85	460	485				25	9,39	27
	70:30	3,1	1,6	1,55	458	479				19	10,9	28
	0	3,5	0,8	,6	476	476				- 3		29
	0	3,5	0,7	1,6	474	474				- 3	11,23	30

Steinkohlenschwelkoks und Schwelteermischung

Fortse

P.-Nr.	Herkunft	Gasgehalt bis	Fahrweise	Druck mbar	Korngr. Fries	Abschl. Erdek.	Abschl. Nkokr.	Öl-Gas: kg Fr.Öl	m³/ Oldurchsatz kg	Gesamt-Gas m³/ kg	Vorheizer °C	Ofen °C	% Gas Gesa Frischöl Abzug
1376	Caroline-Zeche		Sch	600	0,6	1:0,6	0	,2	0,9	1,45	420	471	
1376	" "		"	600	0,75	1:0,6	0	,3	1,1	1,5	455	474	
1376	" "		"	600	0,74	1:0,6	0	2,4	1,1	1,6	435	472	
1418+1387	Teerwerke	325	"	600	0,6	1:0,6	0	,2	0,95	2,2	449	474	
1320+1404	"	325	"	600	0,6	1:0,6	0	,3	0,95	2,2	454	466	
Steinkoh													
1409+1404 +1214		-325	Sch + W	600	0,36	1:0,5	65:35	3,0	0,78	1,5	454	482	
1074		325	"	600	0,4	1:0,3	60:40	3,7	0,79	1,85	468	481	
1074		325	"	600	0,55	1:0,5	64:34	3,7	0,74	1,8	462	482	
1074		325	Sch	600	0,7	1:0,1	70:25	3,7	1,0	2,5	450	478	
1394		325	"	600	0,66	Sand.au	,5	0	3,6	1,02	2,4	442	480
1394	" "	325	"	600	0,66	1:0,5	0	3,6	1,02	2,4	462	478	
1404 +1214	Ges. Mischk.		"	600	0,6	1:0,3	0	3,8	0,75	2,15	436	472	
1415	Ruhr	325	"	600	0,5	1:0,5	80:20	3,8	0,78	2,05	450	479	
1461	Gelsenk.	325	"	600	0,63	1:0,5	0	3,0	0,95	2,0	442	478	
1462	Zeche	325	"	600	0,62	1:0,5	0	3,0	0,95	2,0	437	480	
1462	Zeche	325	"	600	0,47	1:0,5	80:20	3,7	0,80	2,1	446	486	

Fortsetzung der Tabelle 2c

Nr.	Versuchsdauer Stunden	Absenk.-Brennstoff kg Braunkohle	Absenk.-Brennstoff kg Koks	Absenk.-Brennstoff Art	Absenk.-Brennstoff Mischungsverhältnis	Absenk.-Brennstoff Heizwert kcal/kg	Gesamt-Brennstoff kg/m³ Frischluft	Gesamt-Brennstoff kg/m³ Gesamtluft	Gas m³/kg Brennstoff	Vorheiz-Brenner °C	Ofen °C	Schwefel im Gesamt-Brennstoff % Frischluft	Schwefel im Gesamt-Brennstoff % Absenkluft	Schwefel im Gesamt-Brennstoff % S'Öl	Δt	Diag.-Nr.	lfd. Nr.
21	600	0,6	1:0,05	S	0	7,2	0,9	1,45	420	471				41	7,39	31
"	600	0,70	1:0,05	S	0	7,3	1,1	1,5	455	474				19?	7,39	32
"	600	0,84	1:0,05	S	0	7,4	1,1	1,5	435	472				37	7,39	33
"	600	0,6	1:0,5	S	0	7,0	0,85	2,2	449	474				25	6,26	34
"	600	0,7	1:0,5	S	0	7,5	0,95	2,2	454	469				15	6,26	35
21 + 22	600	0,68	1:0,5	S	65:35	7,0	0,75	1,5	434	482				28	6,02	36
"	600	0,4	1:0,5	S	60:40	7,0	0,73	1,25	468	481				13	4,86	37
"	600	0,55	1:0,5	S	64:36	7,2	0,74	1,9	462	482				20	4,86	38
21	600	0,7	1:0,5	S	78:22	7,7	1,0	2,5	450	478				28	4,86	39
"	600	0,68	1:0,5	Ausgleichsfeuerung	0	7,3	1,02	2,4	442	480				38	4,06	40
"	600	0,68	1:0,5	S	0	7,4	1,02	2,4	462	478				16?	4,86	41
"	600	0,6	1:0,5	S	0	7,8	0,78	2,15	435	472				7	6,02	42
"	600	0,6	1:0,5	S	80:20	7,2	0,78	2,05	450	479				29	6,02	43
"	600	0,65	1:0,5	S	0	7,5	0,85	2,15	442	478				38	5,94	44
"	600	0,62	1:0,5	S	0	7,6	0,83	2,0	437	480				43	4,69	45
"	600	0,67	1:0,5	S	80:20	7,7	0,90	2,1	446	486				40	4,69	46

Werte der einzelnen Ver

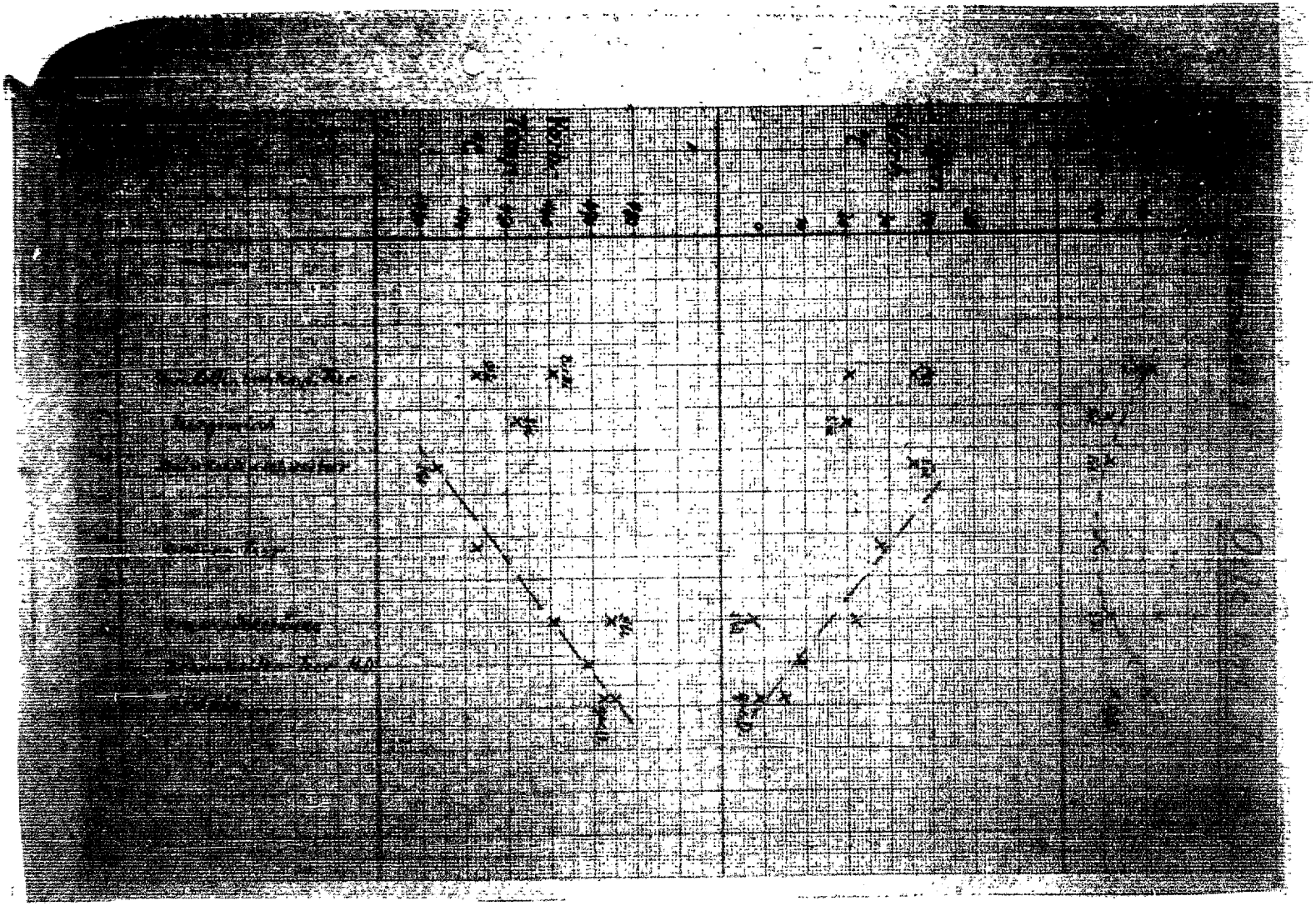
K-Nr.	Herkunft	% C in Reinkohle	d.a.p.H	Druck ata	Farbweise	Ausb. R
177	Rheinbraun	65,31	1,58	600	Bi + Mi	1:0,
229	Rheinbraun	68,73	1,9	600	Bi + Mi	1:0,
229	Rheinbraun	68,73	1,9	600	Bi + Mi	1:0,
143	Bohlen	71,79	4,95	600	Bi + Mi	1:0,
1264	Janina	78,08	3,23	600	Bi + Mi	1:0,
1262	Janina	78,26	3,3	600	Bi + Mi	1:0,
1118	Gr. Johann	79,60	4,04	600	Bi + Mi	1:0,
1263	Myslowitz	80,5	3,68	600	Bi + Mi	1:0,
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + Mi	1:0,
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + Mi	1:0,
1180	Beuthen	81,80	3,97	600	Bi + Mi	1:0,
1180	Beuthen	81,80	3,97	600	Bi + Mi	1:0,
1216	Scholven	82,11	4,68	600	Bi + Mi	1:0,
1216	Scholven	82,11	4,68	250	Bi + Mi	1:0,
1101	Scholven	82,79	4,47	250	Bi + Mi	1:0,
160	Preussen	83,47	4,29	600	Bi + Mi	1:0,
1174	Cast.Abwehr	83,48	4,44	600	Bi + Mi	1:0,
1090	Gelsenb.jung	83,94	4,87	600	Bi + Mi	-
1086	Gelsenb.alt	86,76	4,74	600	Bi + Mi	-
1263	Myslowitz	80,5	3,68	600	Bi + H	1:0,3
1263	Myslowitz	80,5	3,68	600	Bi + H	1:0,3
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + H	1:0,4
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + H	1:0,5
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + H	1:0,5
1197	Heinitz	81,27	4,11	600	Bi + H	1:0,5
1216	Scholven	82,11	4,68	600	Bi + H	1:0,4
1216	Scholven	82,11	4,68	600	Bi + H	1:0,4
1160	Preussen	83,47	4,29	600	Bi + H	1:0,4
1174	Cast.Abwehr	83,48	4,44	600	Bi + H	1:0,4
1174	Cast.Abwehr	83,48	4,44	600	Bi + H	1:0,4
		Kohle:Teer			Kohlen + Teer	
K 229* + P 1529	Rheinbraun + Straßenteer	45:15		600	Bi + Mi	-
K 229+ P 1529	desgleichen	80:20		600	Bi + Mi	1:0,4
K1197+P1376	Hei+H.T.	1:0,2		600	Bi + Mi	1:0,1
"	"	1:0,2		600	Bi + Mi	
K 1197+ P 1376+ P 1408 + P 1404	50:36:14	1:0,25		600	Bi + Mi	

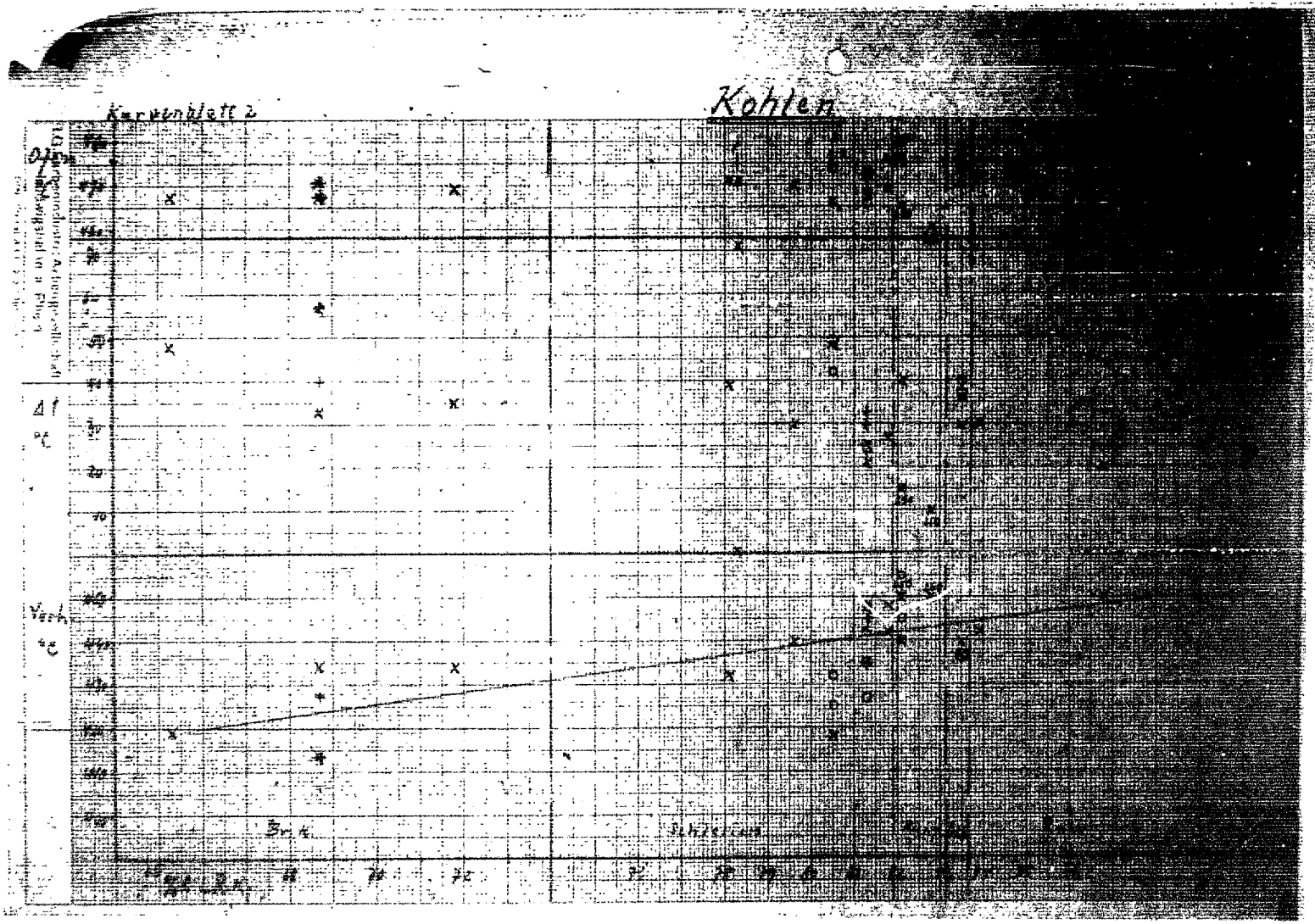
1) Ofen mit Bleifuß 2) Flammenreaktion

Tabelle

...inen Versuche mit Kohlen,

...m	...ahrweise	Abschl. Öl	Anreibung	Gas	K-Durchs.	Verk.	Ofen °C	... t	Lfd. Nr.
...0	Bi + Mi	1:0,5	1:1	3,0	0,9	419	467	48	1
...0	Bi + Mi	1:0,3	45:55	3,0	0,75	414	471	57	2
...8	Bi + Mi	1:0,4	45:55	3,0	0,75	434	467	33	3
	Bi + Mi	1:0,5	1:1	3,8	0,8	434	469	35	4
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,6	432	471	39[1]	5
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,55	400	471	71[2]	6
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,4	0,56	440	470	30	7
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,1	0,56	418	466	48[2]	8
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,56	448	473	25	9
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,45	447	468	21	10
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,1	0,57	442	469	27	11
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,60	448	476	28	12
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,8	0,47	440	480	40	13
...0	Bi + Mi	1:0,4	1:1	4,2	0,24	450	465	15	14
...0	Bi + Mi	1:0,3	1:1	3,6	0,4	450	460	10	15
...0	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,0	0,45	437	473	36	16
	Bi + Mi	1:0,2	1:1	4,2	0,46	440	470	30	17
	... + Mi	-	1:1	3,8	0,5-0,57	442	472	30	18
	... + Mi	-	1:1	4,5	0,32	450	470	20	19
	... + H	1:0,5	1:1	4,0	0,7	425	474	49[2]	20
	... + H	1:0,3	1:1	4,0	0,7	432	474	42[2]	21
	Bi + H	1:0,4	1:1	4,2	0,62	442	473	31	22
	Bi + H	1:0,5	1:1	4,0	0,65	427	466	39	23
	Bi + H	1:0,5	1:1	4,0	0,64	442	474	32	24
	Bi + H	1:0,5	1:1	4,4	0,63	435	474	39	25
	Bi + H	1:0,4	1:1	4,0	0,77	445	480	35	26
	Bi + H	1:0,4	1:1	3,9	0,61	455	476	21	27
	Bi + H	1:0,4	1:1	4,0	0,72	437	476	39	28
	Bi + H	1:0,4	1:1	4,3	0,68	437	474	37	29
	Bi + H	1:0,4	1:1	4,2	0,78	438	478	40	30
Kohlen + Teere:									
	Bi + Mi	-	45:40	3,0	0,65	414	471	57	31
	Bi + Mi	1:0,4	45:55	4,0	0,5(K)	428	468	40	32
	Bi + Mi	1:0,1	1:1	4,2	0,44	445	468	23	33
	Bi + Mi	-	1:1	4,0	0,5	435	468	33	34
	Bi + Mi	-	1:1	4,0	0,5	443	473	30	35




Kohlen
Kurvenblatt 2
Öl
Δt
°C
Verdampfer
°C

TITLE PAGE

2. Verarbeitung von Steinkohle auf Benzin, Mittelöl und leichtes Schweröl.
Processing mineral coal to gasoline, middle oil and light heavy oil.

Frame Nos. 847 - 848

847

HOCHDRUCKVERSUCHE
Ku 1

Ks 36 8. Juli 1944 Hu/Fe

Verarbeitung von Steinkohle auf Benzin, Mittelöl und leichtes Schweröl.

Versuche zur Spaltung von Abstreiferschweröl aus Kohle über fest angeordneten Katalysator haben gezeigt, daß die niedriger siedende Hälfte des Schweröls, d.h. die bis etwa 380° übergehenden Teile sich sehr gut verarbeiten lassen, daß aber die schwerere Hälfte nur mit verhältnismäßig niedriger Leistung und hoher Vergasung auf Mittelöl gefahren werden kann. Es wurde deshalb vorgeschlagen, den Vorteil, den der festangeordnete Katalysator in der Schwerölspaltung gegenüber der Sumpfphase haben sollte, dadurch auszunutzen, daß neben dem Benzin und Mittelöl nur ein Schweröl -380° als Ölgewinn aus der Sumpfphase herausgezogen wird, während letzterer die Arbeit, den besonders reaktionsträgen schweren Rest des Abstreiferschweröls auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten, weiter verbleibt.

Eine solche Fahrweise erscheint ohne weiteres durchführbar. Da der schwere Teil des Schweröls für sich allein als Verdünnungsöl zu schwer ist, um ausreichende Schleuderergebnisse zu erzielen, müßte das als Ölgewinn herausgezogene leichte Schweröl durch Mittelölzugabe zum Verdünnungsöl ersetzt werden. Damit wird die Fahrweise in der Manipulation der Verarbeitung auf Benzin, Mittelöl und 25 % Schweröl ähnlich.

Chemisch unterscheidet sich die neue Verarbeitung von der reinen Benzin- + Mittelöl-Fahrweise dadurch vorteilhaft, daß die leichte Schwerölhälfte nicht auf Benzin + Mittelöl gespalten zu werden braucht. Von der Fahrweise auf 25 % Schwerölüberschuß unterscheidet sie sich in ungünstigem Sinne dadurch, daß das noch gut spaltbare leichte Schweröl in der Rückführung durch reaktionsträges hochsiedendes Schweröl ersetzt wird. Die Ergebnisse der neuen Fahrweise müssen also zwischen denen dieser beiden Verarbeitungsweisen liegen.

Der schwere Anteil des Verdünnungsöles wird es wahrscheinlich erlauben, trotz des Mittelölgehaltes des Anreibebles mit einer verhältnismäßig geringen Abschlammrückführung auszukommen. Trotzdem werden sich die Ergebnisse voraussichtlich eher denen der Benzin- + Mittelöl-Fahrweise als denen der auf 25 % Schweröl annähern, weil die sich allmählich ansammelnden reaktionsträgen, schweren Anteile des Abstreiferschweröles nicht wie bei der 25%-Schweröl-Fahrweise nach jedem Durchgang zur Hälfte im Ölgewinn aus dem Kreislauf entfernt werden, sondern nur in dem Maße verschwinden, wie sie im Schleuderrückstand zur Schwelerei gelangen.

Die anliegende Tabelle enthält eine Schätzung der Ergebnisse der behandelten neuen Fahrweise für die Heinitzkohle und zum Vergleich die Werte, die bei der Verarbeitung der gleichen Kohle auf Benzin + Mittelöl und auf 25 % Schwerölüberschuß im 30-ltr-Ofen erhalten worden sind.

Anlage.

Verarbeitung von Heinitz-Kohle (K 1197) auf Benzin, Mittelöl und leichtes Schweröl.

Fahrweise	Schätzung 25% S-Öl bis 380°	Bi+Mi	Zum Vergleich 25% S-Öl
Kontakt: Eisensulfat aufgetr. %	1,2	1,2	1,2
Bayermasse %	1,5	1,5	1,5
Sulfigran %	0,3	0,3	0,3
Verdünnungsöl	50% Mi-Öl 50% S-Öl über 380°	100% Schweröl	50% Mi-Öl 50% S-Öl
Mittelölgehalt des Anreiböls %	29,5	6,8	29,5
Asphaltgehalt " " %	7,5	7,5	7,7
Kohle : Rückführabschlamm	1 : 0,2	1 : 0,1	1 : 0,4
Kohle : Anreiböl	1 : 1	1 : 1	1 : 1
Druck atm	600	600	600
Gas cbm/kg Reinkohle	4,0	4,0	4,0
Ofentemperatur °C	473	472	475
Abbau %	95,5	95,5	95,3
prakt. Ölgewinn - Leistung	0,37	0,31	0,48
Zusammensetzung des prakt. Ölgewinns:			
Benzin -200° %	22	22	22
Mittelöl 200-325° %	52	78	52
Schweröl 325-380° %	26	0	13
Schweröl über 380° %	0	0	13
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Vergasung %	25	26,8	21,9

TITLE PAGE

3. Schleudern von Teeren und Sumpfphase-asbschlämmen von Teeren.
Centrifuging tars and sumpfphase sludges from tars.

Frame Nos. 849 - 852

Hochdruckversuche
Lu 1

Bs 36 7. Juni 1944 Bk/Zi 849

1 [illegible]
[illegible]

(3)

Erfahrungsaustausch.

Schleudern von Teeren und Sumpfphasenabschlämmen von Teeren.

Die uns von den Hydrierwerken zur Verfügung gestellten Angaben über das Schleudern von Braunkohle-Rohteeren und Sumpfphasenabschlämmen aus solchen Teeren wurden tabellarisch erfaßt und untereinander zum Vergleich gestellt.

Tabelle I enthält die Angaben der Werke über das Schleudern von Rohteeren. Es werden Schleudertypen (Haubold-, Escher-[illegible]- und Seineschleudern) mit verschiedenen Kennziffern verwendet. Das Schleudern erfolgt teils kontinuierlich, teils diskontinuierlich. Zeitz, Leuna und Brux sind mit schnellaufenden Haubold-Schleudergeräten ausgerüstet (Kennziffer 1200). Es kommt klar zum Ausdruck, daß das Schleuderergebnis sehr stark von der Teerqualität abhängig ist. Aus diesem Grunde werden in den Hydrierwerken, welche Teere verschiedener Herkunft gemeinsam verarbeiten, geeignete Mischungen mit gut schleuderbaren Teeren hergestellt (z.B. in Böhlen Fremdteere und Böhlener Teer, in Leuna Gemischtorte [illegible] mit [illegible] Schwel-teer[1]). Die [illegible] Schleuderei [illegible] Brüxer Dick-Teeres (hoher Asphaltgehalt) zeigt sich [illegible] in der geringen Schleuderdurchsätze. Bei der besonders [illegible] Verhältnissen der TTH-Verarbeitung in Zeitz wird an die Schleuderei noch eine Filtration und eine [illegible] angeschlossen.

Tabelle II behandelt die Schleuderei der Sumpfphasenabschlämme aus der Braunkohlenteerhydrierung. Der [illegible] ist unter normalen Verhältnissen [illegible] Filterpressen [illegible] Feststoffgehalt auf 0,3 % [illegible]. Der [illegible] Rohteer [illegible] oder [illegible] geschleudert. Bei [illegible] oder zu großem Abschlamm-Anfall (Leistungsgrenze der Filteraggregate) wird versucht, [illegible] Schleudern [illegible] zu entfernen.

In Magdeburg hat sich gezeigt, [illegible] Abschlämmen [illegible] dortigen [illegible] der Reinteerqualität [illegible] Verschlechterung vorhandener [illegible] Escher-[illegible] die Entschlammung [illegible] Erfolg verarbeiten [illegible] Original-tourige Seineschleudern (Hauser [illegible] 800 [illegible] erweiterte Schurre) für die Abschlamm-Schleuderei [illegible].

In der für die Schleuderei [illegible] Zeitz zur Verfügung stehenden [illegible] Hauboldschleudern [illegible] kontinuierlich mit langen Schleuderzeiten (25 Minuten) [illegible], um bei der dortigen Abschlamm [illegible] auf 6 % zu senken. Die [illegible] der Schleudern [illegible] gering. Schleuderei des Abschlammes [illegible] mit [illegible] zeigt sich ebenso [illegible] Festen [illegible] Schleudern [illegible] sehr stark [illegible] ist Abschlammschleuder [illegible] Kesselwagen Teermischung [illegible] Teer [illegible] verarbeitet.

1) [illegible]

[illegible]

kurzen 10 % von dem Baltzer Produkt zugesetzt, so mußte die Schleuderzeit von normal 3 Minuten auf 6 Minuten hinaufgesetzt werden, damit gleiche Schleuderfähigkeit wie bei Teer allein erreicht wurde.

Ebenso wie die Kohlteere selbst zeigen also auch die Abschlämme der verschiedenen Typen starke Unterschiede hinsichtlich ihrer Verarbeitungsmöglichkeit durch Schleudern und Filtrieren. Bei Abschlamm des Brüxer Teers z.B. muß zugegeben werden, daß eine Verarbeitung in Gemisch mit gut schleuderbarem Braunkohlenteer oder Zugabe bzw. Schwelung eines Teiles des anfallenden Abschlammes in Frage genommen werden.

Erfahrungsaustausch

Tabelle I

Schleudern von Teeren und Sumpfphase

a) Teere

Werk	Böhlen	Magdeburg	
1) Schleudergut	Frischteere: Fremd-Teere: ASW Böhlen, ASW Hirschfelde, ASW Espenhain, Kulkwitz	Frischteere: Offleben Riebeck Nachterstedt Salzdethfurt	Frisc ASW ASW Riebe
2) Art und Typ der Schleuder			
Firma	Haubold Chemnitz	Escher-Wyss	Haubo
Drehzahl	600/Min.	600/Min.	1 200
Durchmesser	2000 mm	2000 mm	1500
Kennziffer	400	400	1200
Sonstige besondere Kennzeichen	diskontinuierl. Fahrweise	Öldrucksteuerung d. Füllens, Ausschälens u. Ausschneidens	Öldru Fülle u.Aus
3) Betriebsbedingungen:			
Temperatur des Schleudergutes	75 - 80°	70 - 80°	ca
Druck v.d. Ringleitung	3 - 5 atü	2 atü	ca
Drosseldruckmesser	-	Füllventil	Einla
Sonstiges	-	unter CO_2 Schutzgas	
4) Betriebsergebnisse			
verarb. Schleudergut/St/Schleuder	4,5 -5,0 to	5,08	4,6
Schleuderöl	4,3 -4,5 to(92,8%)	-	3,74 t
Schleuderrückstand	0,18-0,39 to(6,0%)	0,0235 to(0,5%)	0,49 t
Verlust	0,009-0,012 to(0,2%)	-	0,37 t Verlu wiede
5) Gesamtzahl der Schleudern:	11	7	2
Zahl d. Schleudern in Betrieb	63 - 98 %	85,5 %	6
" " " in Rep.	0,7-11 %	3,5 %	1
" " " betriebsklar	1,9-26 %	11,0 %	2
6) wird gespült:	ja	nein	n
durchschnittliche Betriebszeit	1 Jahr	1-2 Jahre	

2 für Abfälle

Tabelle I

Teeren und Sumpfphaseabschlämmen aus Teeren.

a) Teere

Magdeburg	Zeitz	Leuna		Brüx
chteere: eben eck Nachter- t dethfurt	Frischteere: ASW Böhle ASW Espenhain Riebeck Deuben	Rohteere mit mehr als 1% Wasser oder Staub Wölfersheimer Schwelteer Generatorteer von Kapfenberg, Langelsheim, Allendorf usw. evtl. auch Riebeck Schwelteer Generatorteere müssen m.Schwelteer vermischt werden. Geschleudert wird unter Zusatz v.40-100 Ltr. konz.H_2SO_4 zu je 40 m^3 Teer (100° Temperatur)		Dickteer aus Schwelerei
ar-Typ rung d. Füllg.s,Ausschälens u.Ausschneidens	Haubold Chemnitz 1 200/Min. 1500 mm 1200 Öldrucksteuerung d. Fülle s,Ausschälens u.Ausschneidens	Heine 580/Min. 2000 mm 375 Riemenantrieb	Haubold 1 200/Min. 1500 mm 1200 Motor und Getriebeantrieb.Schäl- u. Ausschneidevorrichtung v.Leuna abgeändert	Haubold Chemnitz Ho.C.St. 1500 1 200/Min. 1500 mm 1200 -
- 80° 2 atü llventil CO_2 Schutzgas	gasdicht abgeschlossen und unter Stickstoffspülung ca 80° ca 4-6 atü Einlaufdüse 8 mm Ø	90 - 100° 2 atü - Füllzeit 45''	55 mm Ø Füllzeit nicht unter 2 Min.(Rücksicht auf schwache Motoren)	104° 2 - 3 atü 6mm Ø Spritzdüse kontinuierlicher Betrieb
08 5 to(0,5%)	4,6 to 3,7 to (81,3%) 0,49 to (10,7%) 0,37 to (8,0 %) Verlust wird z.Teil wiedergewonnen	Schleuderzeit 3 Min. 4 ca 94,6 % ca 3,6 % ca 1,8 %	Schleuderzeit 3 Min 2	1,18 to 1,16 to (98,3%) 0,02 to (1,7 %) -
7 5,5 % 3,5 % 1,0 %	26 1) 65,5 % 13,4 % 21,1 %	5 — 9 — 4 9 6 2 1 Es wird nur tagsüber geschleudert (240 Monatsstunden)		9 80 % 10 % 10 %
	nein -	Ausschneiden des Rückstandes nach 5 - 10 Füllungen 6 Monate	3 Monate	nein seit 2 Jahren in Betrieb

Fortsetzung!

Tabelle I (Fort

Werk		Böhlen			Magdeburg			
7) Analysen		Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.
Spez. Gewicht		0,949 (60)	0,940 (60)	1,078 (25)	0,920-0,950 (50)	0,990-1,000 (50)	1,150-1,200 (80)	0,946 (50)
% Festes (Benzol)		0,36	0,08	43,2	0,2-0,6			0,40
% Festes (Xylol-Methanol)								
% H_2O								
% Asche im Festen		-	-	22	0,30			10,0
% Asphalt im Öl			3,2		2-5			2,3
% - 325° im Öl			28,7		0,30			33,0
% - 325° im Vakuum			66,8		-			90,0
organisch Festes	% H		-					
	% C		-					91,5
Öl	% H		83,48					8,5
	% O		10,38					
	% N		4,81					
	% S		0,22					
			1,11					
Asche in	% SiO_2							13,0
	% Fe_2O_3							8,9
	% Al_2O_3							12,3
	% CaO							21,2
	% MgO							4,5
	% Na_2O							1,0
	% SO_3							33,1
	% Cl							Spur
Teilchengröße								
8) Schleuderzeiten		Böhlener Teer: 3 Min., bei Fremdteerzusatz bis 7 Min. Schleuderzeit						Die sch... Schl...de... bei ...le... beschaff... Verbesse... dere...fek... langerun... derzeit. halb kon... geschlen... ter Dru... über dis...
9) Weiterverarbeitung der geschleuderten Teere und des Rückstandes		Reinteer mit Leichtöl und Teerabstreifer in die Destillation (Sumpfphase) Rückstand z.T. in Extraktionsfilterpressen aufgearbeitet, teils auf die Halde			Reinteer in die Hydrierung Rückstand mit Generatorasche brikettiert			Nach Fil... pressen) ... u. Abschl... Wassers ... Leichtöl ... drierung. Rückstand ... beitung a...

Tabelle I (Fortsetzung)

burg		Zeitz				Leuna				Brüx		
hl. l	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Wölfersheimer Teer	Generator Teer	Schl. Mischg.	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.
		0,946/50	-	-	0,940/50°	1,050/50°	0,976/50	0,93?/50	-	1,075/80	1,053/80	-
		0,49	0,06	45,0	1,2	0,8	0,8	0,1	45,0	-	-	-
					-	-	-	-		2,7	2,0	40,3
		10,0			1,2	13,0	3,0	0,07	8,0	-	-	-
		2,3			-	31,1	17,3	-	-	-	-	-
		33,0			0,8	10,3	4,2	4,0	-	19,5	19,5	-
		90,0			25-35	25-35	25-35	25-35	25-35	7,3	7,3	-
		91,5								-	-	
		8,5								-	-	
			83,6							-	-	
			10,6								82,30	
			4,0								3,60	
											7,91	
			1,3								0,34	
											0,45	
		13,0										
		8,9										
		12,3										
		21,2										
		4,3										
		1,0										
		33,1										
		Spur										
		-										

	Die schnellaufenden Schleudern zeigten bei gleichmäßiger Teerbeschaffenheit keine Verbesserung des Schleudereffekts mit Verlängerung der Schleuderzeit. Es wird deshalb kontinuierlich geschleudert (doppelter Durchsatz gegenüber diskontinuierl.)		Bei kontinuierlicher Fahrweise (Gem. Einspr. Dbso, 1,2 to/St. Durchsatz) bessere Ergebnisse als bei diskontinuierlichem Betrieb mit 5 Min. Schleuderzeit.
in die ng d mit rasche ert	Nach Filtrieren (Filterpressen), Wasserwäsche u. Abschleudern des Wassers zusammen mit Leichtöl in die Hydrierung. Rückstand zur Verarbeitung an andere Werke	Reinteer mit Kohlenbetrieb gemeinsam in die Destillation. Rückstand auf die Halde, später Verschwelung geplant (H_2O-haltig!)	Schlammteer in die Sumpfphase. Rückstand mit ca 50 % Koksstaub vermischt zum Versand.

Tabelle II

Schleudern von Teerne und Sumpfphasenschlämmen aus Teergr.

b) Sumpfphasen-Schleudern

Betr.	Böhlen	Magdeburg	Gelsenkirchen
1.) Schleudergut	a) filtrierter Sumpfphasenschlamm i.Mischung mit höherer b.Festgehalt a.Filtrate über 0,3% b) bei Festgehalten d.Filtrate „0,3% zusammen m.Anfall gemischt c) bei größeren Abschl. Anfall als 3x alle n d.unter Zusatz v. Anfall n.Zeiten geschleudert	Sumpfphasen-Entschlämmung	Sumpfphasen-Schlämmung
2.) Art und Type der Schleuder			
Firma	Neubold	Seiss	Neubold
Drehzahl/Min.	600	1 500	1 200
Durchmesser	2000 mm	1 200 mm	1 500 mm
Kennziffer	400	1 500	1 200
Sonstige besondere Kennzeichen	diskontinuierl.Fahrweise	Handbetrieb d.Schälmesser,Abschneiden b.abgestellter Motor, erweiterte Schutzkorb,Messerbremse notwendig	diskontinuierliche Fahrweise
3.) Betriebsbedingungen			
Temperatur des Schleudergutes		80 - 100°	90°
Druck v.d.Ringleistung		0,5 atü	2 - 3 atü
Trommeldurchmesser			verstellbares Tellerventil
Sonstiges	vergleiche	unter CO_2 Schutzgas, Schälmesser alle nach 400-Std. Füllungen ausgewechselt werden	
4.) Betriebsergebnisse			
Verarbeitete Schleudergut/Std./Schleuder	Schleudern	Fassungsraum 200 kg	
Schleuder 1		60 - 65 %	0,52 to
Schleuder Rückstand		15 - 35 %	0,41 to (79 %)
Verlust	von		0,11 to (21 %)
5.) Gesamtzahl der Schleudern	Teeren		
Zahl der Schleudern in Betrieb		2	1
" " " in Reserve		90 %	90 %
" " " Betriebsbereit		10 %	5 %
6.) Wird gespült ?			
durchschnittliche Betriebszeit		wenn 1 - 2 Jahre	
7.) Analysen	Einspr. Schl.		

[illegible] des Schleudergutes
[illegible] v. d. Ringleistung
[illegible]durchmesser
[illegible]

	Vergleichs[illegible]	über [illegible] Schleudern [illegible] dungen ausgeschaltet werden	[illegible]
4.) Betriebsergebnisse			
[illegible] Schleudergut/Std./Schleuder	[illegible]	Durchsatz [illegible] 200 [illegible]	[illegible]
Schleuder 1		60 – 65 %	[illegible]
Schleuder-Rückstand	von	40 – 35 %	[illegible]
Verlust	Teeren		
5.) Gesamtzahl der Schleudern [illegible]		2	[illegible]
Zahl der Schleudern in Betrieb		90 %	[illegible]
" " " in Reserve		10 %	[illegible]
" " " Betriebsbereit [illegible]			[illegible]
6.) Wird gespült ?		nein	
durchschnittliche Betriebszeit		1 – 2 Jahre	

7.) Analysen	Einspr. Produkt	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.	Einspr. Prod.	Schl. Öl	Schl. Rückst.
spez. Gewicht							1,147/20°	1,09[illegible]	
% Festes (Benzol)	c) > 0,3	c) 0,12–0		25	1,2	[illegible]			
% Festes (Xylol-Methanol)							[illegible]	[illegible]	50,5
% H_2O									
% Asche i. Festen							40,[illegible]		
% Aschegehalt im Öl							[illegible]	[illegible]	
% -325° im Öl							5,4	5,[illegible]	
% -325° in Tak.							10,5	10,[illegible]	
Elementar-Analyse des Öles % C								8[illegible]	
H								7,[illegible]	
O								[illegible]	
N								0,4[illegible]	
S								0,[illegible]	
Teilchengröße							90 % [illegible] 1,[illegible]		

8.) Schleuderzeiten	bis 20 Min. bei [illegible] Schleuderprozeß (3–7 Minuten bei Teeren)	15 Minuten	25 Minuten
9.) Sonstiges	Abschlammfiltration in Filterpressen: 5 m^3/24 Std. (bei 5–6 atü Pumpendruck) je Presse		

TITLE PAGE

4. Abschlammdestillation. 1. Bericht.
Sludge distillation. Report I.

Frame Nos. 853 - 868

Hochdruckversuche
Ku 1

Ks 16 853

22. 5. 1944. Kr/Pf.

4

Abschlammdestillation

1. Bericht.

Zusammenfassung:

Das im DRP 735 469 beschriebene Verfahren zur Feindestillation mit überhitztem Wasserdampf wurde auf seine Eignung für die Destillation von Kohleabschlamm geprüft.

Es gelang, 75 - 82 % des Abschlammöles (als Differenz Abschlamm minus Destillationsrückstand, verlustfrei gerechnet) unter geringer Spaltung als feste- und asphaltarmes Destillat überzutreiben. Die Vakuumdestillation würde eine um 25 % geringere Ausbeute ergeben. Daneben wurde ein in der Hitze dickflüssiger hochasphalthaltiger Destillationsrückstand erhalten, der als Brikettiermittel geeignet ist, vielleicht aber auch extrahiert oder im Kugelofen verschwelt werden könnte.

Wenn auch die Versuche durch den Ausfall an geeigneten Förderpumpen und durch Gasstörungen infolge von Alarmen beeinträchtigt wurden, so ist doch zu erkennen, daß der temperaturempfindliche Hydrierabschlamm auch bei sehr hoher Strömungsgeschwindigkeit zur Verkokung in der Mischstrecke neigt, wenn die in der Patentschrift genannten Temperaturen - 600° für den Dampf, 500° Mischtemperatur - tatsächlich überschritten werden. Bedingungen, unter denen ein dem Schwelrückstand des Kugelofens [illegible] ölfreier Destillationsrückstand erhalten werden kann, sind deshalb bisher noch nicht gefunden worden.

Weitere Destillationsversuche auch in dieser Richtung und Versuche zur Prüfung der Anreibeölqualität des Destillates sind in Arbeit bezw. in Vorbereitung.

Gemeinsam mit
Dipl.-Ing. Orth
Dr. Schiffmann

gez. Hupfer
" Leonhardt

Im DRP 735 469 der Rütgerswerke (Erfinder Kahl) ist ein Verfahren beschrieben, nach welchem die Destillation schwerflüchtiger Öle ohne nennenswerte Zersetzung dadurch ermöglicht werden soll, daß das Öl durch Mischung mit einem als Wärmeüberträger dienenden indifferenten Gas oder Dampf in Bruchteilen von Sekunden aufgeheizt und dadurch ohne Krackung verflüchtigt wird. In den beschriebenen Beispielen werden auf 370 - 380° vorgeheizte Steinkohlenhochtemperaturpech, Braunkohlenteerpech oder Erdölbitumen mit Hilfe einer düsenartigen Vorrichtung in einen auf 600° erhitzten Wasserdampfstrahl eingesprüht, wobei auf 1 Gewichtsteil Pech 1,1 - 1,4 Gewichtsteile Wasserdampf verwendet wurden. Aus den spezifischen Mengen und der durchschnittlichen Zusammensetzung solcher Rückstände errechnen sich für diese Beispiele Mischtemperaturen von rd. 495°. Das Pech-Dampfgemisch durchströmte eine Mischstrecke von rd. 200 cm Länge mit einer Geschwindigkeit von ungefähr 5 m/sec, sodaß das Gemisch etwa 0,04 Sekunden auf Arbeitstemperatur blieb. Dann trat es in eine Ausdehnungskammer seitlich ein, wo es auf eine Temperatur von etwa 400° gebracht wurde. Hier trennten sich die am Kopf abziehenden Dämpfe von dem unverdampften Rückstand. Es wurden aus den Pechen bei 1-2 % Verlust 30-40 % unverdampftes Hartpech erhalten, das unserer Schätzung nach aus 40 - 60 % Festem und einem hochasphalthaltigen Öl bestehen dürfte, sowie ein hochviskoses Öl. Die Ölausbeute ist somit höher, als sie nach anderen schonenden Destillationsverfahren, z.B. mit Vakuum, gewonnen werden könnte. Durch Vermischen von Destillat und Rückstand aus Steinkohlenteerrückstand wurde das Ausgangspech mit den ursprünglichen Eigenschaften wieder erhalten, ein Zeichen dafür, daß hier tatsächlich kaum Zersetzung eingetreten war.

Es erschien lohnend, dieses Verfahren auf seine Eignung für die Rückstandsaufarbeitung zu prüfen, denn es eröffnet die Möglichkeit, durch Destillation des Abschlammöls ein feste- und asphaltarmes Rückstandsöl zu erhalten, dessen Verwendung eine Steigerung des Kohledurchsatzes bei gleichbleibender Pumparbeit und Feststoffkonzentration des Breies und eine Verminderung der Vergasung durch den Verzicht auf die Rückführung hochkondensierter Asphalte in den Hochdruck erhoffen läßt. Dabei wäre die Frage noch offen, ob es gelingt, dem Destillationsrückstand soviel Öl zu entziehen, daß seine Verschwelung nicht mehr lohnend erscheint, oder er mit größerem Ölgehalt im Kugelofen oder als Brikettiermittel für nichtbackende Kohle eingesetzt werden soll.

Versuchsergebnisse.

Die Versuchsbedingungen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Von vornherein war zu erwarten, daß die Hydrierabschlämme bei hohen Temperaturen leichter zersetzlich sind und damit eher zu apparativen Störungen führen als Teerrückstände, die hohe Temperaturen bereits bei niedrigen Krackverfahren haben. Deshalb wurden im Gegensatz zu den Beispielen der Patentschrift höhere Geschwindigkeiten in der Mischstrecke und damit kürzere Verweilzeiten auf Arbeitstemperatur eingestellt. Dies bedingte ein Einfahren des Gemischstrahles von oben nach unten in den Abscheider, um ein Ankleben des Rückstandes an der gegenüberliegenden Wand dieses Gefäßes zu verhüten (s. Apparaturbeschreibung).

Als Frischöl diente ein Abschlamm aus der Kohlehydrierung von Pölitz (P 1598 v. 2.2.44), dessen Eigenschaften Tabelle 3 enthält.

In Versuch 1 wurde mit relativ hohem Durchsatz (8,5 - 9,0 kg/Std.) abwechselnd reines Abstreiferschweröl und P 1598 gefahren, wobei das Mengenverhältnis Öl : Dampf wie in den Beispielen der Patentschrift gewählt wurde. Abweichend von diesen wurde zur Schonung der Erhitzerschlangen 0,5 cbm Kullgas/kg Frischöl mit vorgewärmt und damit die Düse gefahren. Dies bedingte eine Erhöhung der Dampftemperatur auf 624°, um eine Mischtemperatur von rd. 490° zu erreichen. Der Versuch, der mehrere Stunden lief, war infolge häufiger Ausfälle der Ölpressen, die sich für druckloses Arbeiten sehr schlecht eignen, nicht bilanzierbar. Diese Störungen dürften wesentlich dafür verantwortlich gewesen sein, daß die Mischstrecke nach dem Versuch rein schwarz mit Koks angefüllt war.

In Versuch 2 stellte sich ein etwas verringerter Dampfdurchgang ein, möglicherweise hatte sich die Mischstrecke schon frühzeitig wieder mit Koks angefüllt, da auch hier die K.H.P. sehr unregelmäßig arbeiteten. Da gleichzeitig die Aufheiztemperatur des Abschlammes um 11° auf 379° zurückgenommen worden war, ergab sich eine Mischtemperatur von nur 477°. Der Versuch wurde nach 10 Stunden ordnungsgemäß abgestellt. Die Mischstrecke erwies sich beim Ausbau wieder fast völlig verkokt.

Es wurden lt. Bilanz (Tabelle 2) rd. 40 % des Abschlammes als Destillationsrückstand erhalten, der koksartig anfiel, weil der Abscheider auch unten während des ganzen Versuches durch elektrische Beheizung auf 400° gehalten worden war. Daher ergibt die Bilanz eine erhebliche Pechneubildung. Das anfallende Destillat (Tabelle 4) war den Erwartungen gemäß arm an Benzolfeaten (1,3 %) und an Asphalt (2,2%). Wie die Vergleiche des spezifischen Gewichtes seiner Vakuumfraktionen und seines Mittelölgehaltes mit den entsprechenden Werten des Frischöls zeigen, ist eine sehr gelinde Krackung eingetreten. Läßt man die Verluste unberücksichtigt, die hier infolge ungenügender Kondensationswirkung der Apparatur verhältnismäßig hoch waren, so erreichte sich eine Ölausbeute von 75% vom Öl des Abschlammes, während durch Vakuumdestillation nur 56% gewinnbar waren. Der in der Patentschrift beschriebene Effekt des Verfahrens wurde somit erwiesen. Der Rückstand war infolge der starken Beheizung des Abscheidersumpfes weitgehend verkokt (s. Tabelle 5).

In Versuch 3 sollte die Dampfmenge verdoppelt werden, um die Ölausbeute zu erhöhen. Dies läßt sich nur durch Verminderung der Frischöleinspritzung - unter entsprechender Gasmarkenabgabe - erreichen, da bei Beginn des Versuches die Dampftemperatur durch Knappheit der Beheizung auf 38 mV (638°) anstieg, was zu plötzlicher Verkokung der Mischstrecke und damit zu einer Verminderung des Dampfdurchgangs auf 50 % führte. Wie sich daraus zeigt, kann die Dampftemperatur bei diesem Verfahren nicht beliebig erhöht werden. Auch während des nun folgenden 20-stündigen Versuches bei einer Mischtemperatur von 525° ging die Verkokung noch etwas weiter.

Die Erhöhung von Dampfmenge und Mischtemperatur hat die Destillat-Olausbeute auf 82,5 % vom Abschlammöl (wieder verlustfrei gerechnet) vermehrt (s. Tabelle 2). Wie das spezifische Gewicht des Öles zeigt (Tabelle 4), waren mehr schwersiedende Bestandteile als in Versuch 2 übergegangen, der Analyse nach auch etwas Asphalte. 15 % vom Asphalt des Abschlammes fanden sich im Destillat. Der Festegehalt lag in der Höhe des vorangegangenen Versuches. Die Mittelölneubildung dürfte etwas zugenommen haben. Auch für die Öle aus Hydrierabschlämmen scheint demnach zur Vermeidung der Spaltung eine Arbeitstemperatur von rd. 500° nicht wesentlich überschritten werden zu dürfen. Da der Abscheider diesmal unten nicht beheizt worden war, fiel ein in der Hitze zähflüssiger Koksstand mit einem Erweichungspunkt von 160° (Krä.-Bar.) an, der sich nach Untersuchung von Dr. Bähr als Brikettiermittel für nicht backende Kohlen eignet. Der Ölanteil besteht zu 73 % aus α-Asphalt (Tabelle 5). Der Bilanz nach war die Neubildung an Benzolfestem wesentlich geringer als bei Versuch 2 die Neubildung an Tetralin-Kresol-Festem war unerheblich.

Unter gleichbleibenden Bedingungen wurde ein Versuch 4 von nur 3,5 Std. - einschließlich Ölfahrens - durchgeführt, um den Beginn der Verkrustung der Mischstrecke zu erfassen. Letztere war dabei so weitgehend zu wie bei den vorhergegangenen Versuchen. Ihre Verkokung bis auf einen engen Kanal scheint demnach möglicherweise unter den gewählten Bedingungen bereits zu Beginn des Fahrens einzutreten. Der Koks enthielt 32,0 % Asche im ganzen. Es waren also 67% des Abschlamms flüchtig gegangen, der Rest war verkokt. Da der Abscheider diesmal auf nur 300° gehalten worden war, enthielt der Destillationskoksstand nur 45 % Feste. Um genügend überzutreiben, muß also die im Patent genannte Abscheidertemperatur von rd. 400° annähernd eingehalten werden.

Versuch 5. Die weiteren Versuche sollten im besonderen dem Zwecke dienen, die Verkokung der Mischstrecke zu vermeiden. Hierfür wurde die Mischstrecke von 24 auf 10 mm Ø verengt, was die Strömungsgeschwindigkeit auf etwa das 5-fache (120 m/sec) erhöhte. Gleichzeitig wurde die Gasmenge weiter auf 0,125 cbm/kg Abschlamm vermindert, sodaß nun das Abschlamm-Gas-Gemisch mit gegenüber dem Dampfstrom relativ geringer Geschwindigkeit aus der Düse austrat. Damit sollte vermieden werden, daß der Abschlamm auf die der Düsenöffnung gegenüberliegende Rohrwand der Mischstrecke geschleudert wird und dort festklebt und verkokt. Es zeigte sich, daß bei dieser kleinen Gasmenge ein kurzfristiger Ausfall der Gaszufuhr zu einer Schädigung der Mischstrecke und evtl. des Überganges zwischen Vorheizer und Düse führt, obwohl die Mischtemperatur diesmal nur wenig über 500° lag.

Der darauffolgende Versuch 6 zeigte indessen, daß es möglich ist, unter diesen Bedingungen längere Zeit zu fahren. Er lief ungestört fast 23 Stunden und beendete sich durch plötzliche Verstopfung der Mischstrecke und der Düse, die durch momentanes Absinken des Gasdruckes und damit des Gasdurchganges infolge Fliegeralarmes verursacht wurden. Gegenüber dem Versuch 3 bewirkte die Herabsetzung der Mischtemperatur um 21° auf 504° ein Sinken der Olausbeute um rd. 5 % auf 77 % vom Abschlammöl. Da weniger schwere Öle übergetrieben wurden, fiel ein etwas leichteres Distillat an.

Sein Gehalt an Festem und an Asphalt blieb praktisch unverändert. Der Rückstand hatte erwartungsgemäß einen geringen Festegehalt (54 %) und sein Öl enthielt weniger Asphalt. Demgemäß besaß der Rückstand einen mit 140° etwas niedrigeren Erweichungspunkt. Die schonende Verarbeitung zeigte sich auch bilanzmäßig in einer geringeren Festenneubildung. Auch blieb diesmal der Asphalt zu 80% erhalten. Die Erhöhung der Abscheidertemperatur von 377 auf 385° in Versuch 5 hatte somit keinen erkennbaren Einfluß auf die Resultate.

fa-t
In/allen Bilanzen ergab sich ein Unterschuß in der Ausgangsseite der Aschebilanz. Vermutlich wird bei der Destillation das Eisensulfid durch den überhitzten Wasserdampf weitgehend zersetzt, sodaß bei der Veraschung des Festen keine Sulfatbildung ($CaSO_4$) mehr eintreten kann.

Nachdem sich die Empfindlichkeit der Apperatur gegen Schwankungen der Gasmenge gezeigt hatte, wurde in Versuch 7 das Gas weggelassen. Um dadurch die vergrößerte Gefahr des Zugehens für die Düse zu vermindern, wurde der Abscheider kälter eingefahren (350°) und dafür die Dampftemperatur erhöht. Nach 2 Stunden fiel die KSP für mehrere Minuten aus, dadurch trat natürlich Verstopfung der Düse ein.

Im nächsten Versuch 8 wurde wieder mit Gas gefahren. Die Bedingungen unterschieden sich von denen des Versuchs 6 durch niedrigere Breiaufheizung und z.T. hierdurch bedingt höhere Dampftemperatur (627 gegen 575°) und außerdem höhere Mischtemperatur (518 gegen 504°). Während Versuch 6 nach 28 Stunden nur durch äußere Einflüsse zum Gelingen kam, war es hier nur 13 Stunden möglich, zu fahren. Es trat eine allmähliche Verstopfung der Mischstrecke ein und schließlich ging auch die Düse fast zu. Die in der Patentschrift genannten Temperaturen - 600° für den Dampf, 500° für die Mischung - dürfen demnach bei der Destillation des empfindlichen Hydrierabschlammes auch dann nicht wesentlich überschritten werden, wenn wie hier die Strömungsgeschwindigkeit in der Mischstrecke gegenüber den Patentbeispielen auf über das Zwanzigfache erhöht wird.

Da infolge der Verstopfung der Mischstrecke zeitweise weniger Dampf gefahren wurde, sind die Bilanzergebnisse dieses Versuches etwas ungünstiger als die des Versuches 6. Insbesondere zeigt sich eine Erhöhung der Neubildung an Benzolfestem, die vermuten läßt, daß auch unter diesem Gesichtspunkt eine Mischtemperatur von über 500-510° vermieden werden sollte.

Versuchsanordnung. (Ungebaute Druckdestillation Kn 622).

In einem Gasvorwärmer elektrisch beheizt, aufgewirbeltes Gas mischt sich mit dem von der K.S.V. eingedrückten Äthylen. Dann gemeinsam durch 10er Rohr zum Vorheizer, Auf- und Ab-Schlange 10 x 24 x 5000 in elektrisch beheiztem Luftbad, von da zur Schlangengruppe Auf- und Ab-Schlange 10 x 24 x 6000 in elektrisch beheiztem Luftbad, dann durch elektrisch beheizten Übergang zum Mischhals. Dampfaufheizung in Dampfschlange in elektrisch beheiztem Luftbad hängend, dann sowohl durch 15er Rohr zur Mischdrossel.

Mischstrecke 24er Rohr, von oben in Abscheiderdeckel eingepaßt. In die Mischstrecke ragt bis zur Rohrmitte die Mischdüse, 4er Rohr, im Winkel von rd. 45° zur Rohrrichtung gekrümmt.

Autoklav 265 g, 1350 ml hoch, elektrisch beheizt, mit zusammenbaubarem Mantel von 7er Rohr. Heizöl-Dampfaufgabe durch Tauchrohr bis Boden.

Heizgas-Ventilsteuerung: Durch Thermokontakt in oben beschriebener Heizschlange Steuerung von Öl- und Gasventil. Ölmenge wird durch Servomotor, Dampfabgang am Schlangenende, wandert durch Leitungen zum Thermokontakt in die Kondensationsgefäße (Kolonnenkopf), von da durch teilweise wassergekühlte Leitung über Dach.

Versuchsdurchführung:

Versuch 2.

9.3.44 40 kg Äthylen durch Kompressor, Dampfmesser, Gasvorwärmer, 9 at, Vorheizer 12 cbm/h, Durchsatz rd. 13,2 kg.

10 kg Benzol durch Ölpumpe, Dampfschlange 34 at.

Abscheider Innen 2h g/h

Ab 15h mit Durchsatz 8,5 kg/Std. Abgasmengenmesser von Kn 604 ein sonderbares Knie. [illegible] sollte eingeeicht [illegible] Verhältnis mit [illegible] Gasmengen. Es ist [illegible] Gasmengen in den [illegible] Reaktionsraum eingeschleust.

[illegible] Durchsatz [illegible] kg, Ausbeute [illegible].

[illegible] 2 [illegible] Gelber Kr., Ausbeute [illegible].

10.3.44 $15 umgestellt auf Abstreiferschweröl.

Die KDP waren wieder ausgefallen, sollten mit Öl ausprobiert werden.

22^{00}-3^{20} wieder auf P 1599.

3^{20} umgestellt auf Abstreiferschweröl.

Zur Spülung der Aufheizschlangen vor dem Abstellen.

Gleichzeitig Dampftemperatur zurückgenommen und Apparatur kaltgefahren.

11.3.44 Abscheidereinsatz ausgewechselt. An den Wänden hing eine mehrere cm starke koksartige Schicht, die dem Aussehen nach durch gelegentliche Abschlammspritzer entstanden war. Im Einsatz unten befand sich eine schwarze feste Masse mit spiegelblanker in der Mitte lochartig eingewölbter Oberfläche. Diese bestand aus dem beim Kaltfahren im Abscheider kondensierten Abstreiferschweröl. Der Dampfstrahl blies bis zum Boden des Abscheiders. Mischstrecke ausgebaut und gereinigt.

War unterhalb der Mischdüse weitgehend mit Koks zugesetzt.

Wieder eingebaut.

Die Verkokung der Mischstrecke ist vermutlich auf das unregelmässige Arbeiten der KDP und ungleichmässige Dampfzufuhr zurückzuführen.

Versuch 2.

Angeheizt. 4 000 Ltr. Mullgas, 10 kg Dampf, Temperaturen wie bei Versuch 1.

12.3.33 Die KBI arbeiteten unregelmäßig, da sie nicht für druckloses Fahren gebaut sind und sich deshalb die Ansaugventile nicht schlossen. Durch Verstärken der Saugventilfedern und Zurücknahme des Vordruckes auf maximal 0,5 atü war ein besseres Fahren möglich.

Ab 11h mit Einlauf: F 1538 8,5 kg/Std.

Im Leichtölgefäß fiel wieder ein Gemisch an von Wasser und untersinkendem Öl.

Die Brennkolonne ist offensichtlich zu klein dimensioniert.

Aus dem Schwanenhals wurde ein wenig Wasser enthaltendes zähes hellbraunes Öl abgezogen wie bei Versuch 1.

21h umgestellt auf Abstreiferschweröl zur Freispülung der Schlangen.

22h ohne Einlauf. Kaltgefahren, Gas und Dampf abgestellt.

13.3.44 Abscheidereinsatz ausgebaut. An den Wänden saß eine ähnliche Koksschicht wie bei dem 1. Ausbau. Der Rückstand am Boden hatte diesmal keine blanke Oberfläche und keine Einwölbung. Er sah koksartig aus.

Beide Schlangen des Vorheizers geliert, hatte keine Verkrustung. Das Aufheizen des Abscheiders unter den gewählten Bedingungen erscheint daher ungefährlich.

Mischstrecke ausgebaut. Unterhalb der Düse war sie wieder fast völlig mit hartem Koks zugesetzt.

Abscheiderisolierung unten entfernt, um ein Verkoken des Rückstandes künftig zu verhüten.

Versuch 3.

10.4.44 4[illegible] kg/Std. angeblasen.

2[illegible] kg Dampf/Std. Temperaturen wie zuvor.

Die Dampfmenge sollte erhöht werden zur Erhöhung der Oberflächenhärte und zur Vermeidung der Ferritzone in der Eisenstruktur.

11.4.44 Dampfmenge erhöht auf 16 kg/Std., da nur diese Menge eine bei fast völlig ausgefahrenen Schwefelkohle auf 34 mV bringen läßt.

14[h] mit Inlauf: 8 kg / 1098.

Dampfspannung hoch auf 38 mV durch Inaktivkohle. Dieser verschwindet sich der Dampfmenge von erhöht auf 30 kg/Std.

Durch Erhöhung der Dampftemperatur auf etwa 650° tritt offenbar starke Verkokung der Eisenstrecke ein. Die Vergrößerung ihres Widerstandes und weniger Dampf durchgelassen wurde. Die Dampftemperatur schließlich bis auf 38 mV trotz Herabsetzung des Heizstromes erhöhte. Dampfmenge wurden auf 4,0 kg/Std.

[illegible] Einhaltung des ursprünglich vorgeschriebenen Verhältnisses Dampf : Abschlamm.

Die Kondensation war ungenügend. Obwohl die Isolation von und Rückfluß des Trockeln entfernt wurde, die Kolonne nicht mehr beheizt und schließlich mit Wasser gekühlt wurde, schlugen aus dessen Absaugrohr übel riechende schließlich gelbliche Dämpfe.

12.4.44 Der [illegible] Dampftemperatur hat eine [illegible] Dampfmenge im Verlauf von 2[illegible] Std. von 9 [illegible] auf 7 [illegible] gleichmäßig verringert.

Die Verkokung der Eisenstrecke ist also noch weiter gegangen. Umgestellt auf Abstreifer Zerschwerdt aus Stahl, um der Verkokung [illegible] Versuch [illegible] Abstreifer [illegible] Destillation [illegible] gestellt. Dadurch konzentrierter eingetragen 1,9 kg [illegible] Aschebestandteile.

Kaltgeblasen.

Abschlamm eingestellt entsprechend der Destillationsrückstand für unter einer durch Abkühlung gebildeten [illegible] ernste Schlußzahl und erstarrte zu einer porösen [illegible] Das Kühlwasser des Abschlamms hat [illegible] die Verkokung des Rückstandes verhindert.

13.4.44 Mischstrecke ausgebaut, war 1-2 cm unterhalb der Düsenmündung stark verengt durch harten Koks. Sie wurde gereinigt und wieder eingebaut.

Versuch 4.

14.4.44 Angeheizt, 8 kg Dampf/Std., 2 000 Ltr. Gas/Std., Temperaturen wie zuvor.

15.4.44 2 Std. mit Einlauf 4 kg/Std. ∅ 1593.

Anschließend 1,5 Std. mit Abstreiferschweröl.

Durch einen kurzen Versuch sollte festgestellt werden, wo die Verkrustung der Mischstrecke beginnt.

Kaltgefahren.

Mischstrecke aufgebaut, war unterhalb der Düsenmündung wieder weitgehend mit hartem Koks zu.

Die Verkrustung setzt also bereits bei Beginn des Versuches ein.

Abscheidereinsatz ausgewechselt.

Versuch 5.

Neue Mischstrecke eingebaut mit 10 mm ∅ anstelle der bisher verwendeten von 24 mm ∅.

Oberer Heizmantel des Abscheiders und Heizschale von Mischstrecke und Abscheiderausgang entfernt, um Übertemperaturen an der Mischstreckenrohrwand durch Anstrahlung zu vermindern und zur Erleichterung des Ausbaues der Mischstrecke.

Angeheizt, 500 Ltr./Std. Gas durch Verheizer.

Durch die Verengung der Mischstrecke und die Verminderung der Gasmenge soll die Strömungsgeschwindigkeit des Dampfes relativ hoch gegenüber der Düsenaustrittsgeschwindigkeit des Abschlamm-Gas-Gemisches gehalten werden, um zu vermeiden, daß der Abschlamm durch das Mischstreckenrohr auf dessen gegenüberliegende Wandung geschossen wird und dort festkleben und verkoken kann.

Dampf 8 kg/Std., Temperatur 31 mV.

Die Verminderung der Gasmenge gegenüber der früheren Versuche läßt eine Zurücknahme der Dampftemperatur zu. Außerdem soll die Mischtemperatur zur Schonung der Mischstrecke etwas vermindert werden.

21.4.44 Mit Einlauf: 4 Kg/Std. P 1528.

Nach 2 Stunden Ziel bei Versuchen, die Gasmenge zu regulieren, die Gasmenge für kurze Zeit vollkommen aus. Darauf 80 atü Überdruck bei den Pumpen und am Manometer vor der Mischdüse.

Abgestellt.

Übergang von Vorbeladen der Düse ausgetauscht, war 5-10 cm vor der Düse und an dieser mit eingedicktem Abschlamm verstopft. Mischstrecke war wieder fast völlig verkokt.

Durch das zeitweilige Ausbleiben des Gases füllten sich die Vorheiz-Schlangen teilweise mit P 1528 und Kohlenstaub trat ein dicker Flüssigkeitsstrahl aus der Düse aus, der durch den Dampf nicht mehr vollständig verspritzt werden konnte. Auch bei kontinuierlicher Gaszufuhr können vielleicht die in der Schlange auftretenden Pulsationen eine Verschäumung und die mit ihr verbundenen Störungen hervorrufen.

Versuch 6.

23.4.44 500 Ltr. Gas/Std., 6,0 kg Dampf/Std., alles wie in Versuch 5, der wiederholt werden sollte.

Mit Einlauf 4,0 kg/Std. P 1528.

24.4.44 Nach 2½ Stunden Einspritzung plötzlich kein Gasdurchgang. Dampfdurchgang fiel zurück auf 4-5 kg/Std.. Überdruck an KSF. Versuch abgestellt.
Infolge Fließmangels war der Gasdruck zeitweilig zurückgestiegen. Sie daher und durch Kohlenverstopfung entstandenen Schwierigkeiten des Gasdurchgangs hatten wieder zur Verstopfung der Mischstrecke und schließlich auch der Düse geführt, wie bei Anfahr beobachtet.

Versuch 7.

24.4.44 Angeheizt. 3,0 kg/Std. Dampf, Temperatur 54,0 mV
17.4.44 40 kg - 1528, Gasthermokreuz 7,5 mV.

Trotzdem die Empfindlichkeit der Anlage bei vorangegangenen Versuchen ausreichend war, sollte ohne die bekannten Störungen wurde deren Ursachen beseitigt zum Durchgenommen.

KSF arbeiten sehr unregelmäßig, daher nach 2 Std. Verstopfung der Düse. Abgestellt.

Die Versuche sind für das Arbeiten ohne Störungen sehr wertvoll.

Versuch 8.

23.4.44 Bedingungen wie bei Versuch 7. Öfter mit 5,0 kg/Std/qcm
Nach 5 Std. und nach 10 Std. [illegible] Abnahme des
Durchgangswiderstandes zu bemerken war, es sind geringe Störun-

des Gasdruckes mit Ventilen erfüllen ist . Schliesslich 5 atm Überdruck am Schlangenbiss.

29.4.44 Dabei durch 14 Std. 1 Std. mit Abstellverschwendl, dann kaltgefahren.

Nase und Rachenraum wie üblich fast zugegangen.

Anlage 1

Versuchsbedingungen

Versuch Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Datum 1944	9.3.-10.3.	12.3	11.-12.4.	15.4.	21.4.	23.-24.4.	27.4.	28.-29.4.
Dauer des Versuchs Std.	3	10	20	2	2	27,5	2	13
Durchsatz:								
F 2898 l/h	8,5	9,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
Kalium l/h	400	400	20	200	5	5	[illegible]	50
Dampf kg/h	[illegible]	0,0	0,0	[illegible]	0,0	0,0	0,0	7,35
Temperaturen:								
S_4 Schmelzofen °C	390	379	382	382	386	379	350	348
S_4 Dampferhitzer °C	624	524	624	524	579	574	624	627
Abscheider °C	410	410	377	362	340	392	[illegible]	[illegible]
Mischtemperatur errechn. °C		477	525	525	500	504	527	518
Strömungsgeschwindigkeit:								
in der ... m/sec		209	110	110	37	36	0,1	35
Dampfzuleitung m/sec.		22	22	22	120	120	120	114
Mischstrecke		25	25	25	110	113	[illegible]	107

Tabelle 1.

Elsenbergbitgue.

(Öle bereits vorl stfrei gewonnen)

Versuch-Nr.		2	3	6	8
Destillatausbeute, festefrei auf Abschlamm	%	59,2	65,1	60,8	57,7
v. Öl im Abschlamm	%	75,3	82,9	77,0	73,4
Ausbeute an asphaltfreiem Öl					
a. asphaltfreies Öl im Abschlamm	%	94,5	104,9	94,5	84,5
Asphaltölumwandlung					
a. Abschlammöl		5,5	1)	2,7	1,2
Farbstoffbildung Arsenol a. Asphaltöl	%	19,2	9,9	5,6	11,3
Arsenol " "	%	—	3,8	2,7	1,8
Asphaltabbau	%	92,5	50,3	18,9	15,0
Asphalt i. Destillat auf Asphalt i. Abschlamm	%	7,5	15,2	16,1	18,5
Ausbeute Rohöl	%	80	79,5	64,9	110,6

1) Hindernwert

Tabelle 3.

Eigenschaften des Arinochols.

		Originalgrad	Vers. 3
Spez. Gewicht/80°		1,100	1,110
Wasser		0	0
Benzolfestes		21,1	21,3
Asche i. F.		50,1	49,5
Petrolin-Kresol-Festes		17,0	17,5
Flüchtiges		58,9	56,6
α-Anthrachinon	%	22,0	17,0
Siedebeginn	°	250	248
Dest. Kugler-	- 325°	2,2	4,3
	- 340°	10,7	
Vakuumkurve bei 50 mg		15	
252 - 275°	%	18,0	
	s. Gew.-/40°	1,030	
- 275°	%	42,8	
	s. Gew.-/60°	1,073	
- 325°	%	56,2	
	s. Gew.-/90°	1,092	
Rückstand	%	100,0	
Elementaranalyse:		Öl	Pech
C	%	90,05	43,84
H	%	6,64	1,69
O	%	2,32	--
N	%	0,96	0,43
S	%	0,08	5,67
S gas.		--	3,09
S flüchtig		6,93	
Asp. S/100 C			

Tabelle 4.

Eigenschaften der Destillate.

Versuch-Nr. / Ölart	2 Gesamtöl	Schweröl	3 Gesamtöl	Schweröl	5 Gesamtöl
spez. Gewicht/80°	1,065	1,076	1,060	1,037	1,068
Benzolfeates	1,5		1,5	1,9	0,9
Asche i. Ganzen	-		0,4	0,7	0,3
α-Asphalt i. Ga.	2,2		4,0	6,6	4,6
Siedebeginn °C	278		315	324	184
Gew. Engler -325°	7,5		1,5	1,4	6,5
Vakuumdest. bei mm Hg		15			
Siedebeginn °C		140			
-325° %		23,8			
sp. Gew./40°		1,021			
-275° %		37,2			
sp. Gew./60°		1,067			
-325° %		74,8			
sp. Ge../90°		1,082			
Rückstand %		25,0			

Tabelle 5.

Eigenschaften der Koksgemische.

Versuch-Nr.	2 Mischst.	Sandbe-lag	3 Blockst.	4 Mischst.	6 Mischst.	8 Mischst.
Feststs (Benzol) %	9.9	86.0	75,6	45.0	54.3	73,5
Asche darin %	24.7	27.6	33,5	37.5	33.9	37,9
Feststs (Zeit Extrakt) %	98.0	68.0	53,9	-	43.0	39,0
Asche darin %	--	31,8	49,7	--	45,4	48,8
α-Asphalt i. G. %	--	61,9	73,0	46,0	63,8	61,4
Koksum %	--	--	16[illegible]	--	14[illegible]	rd 20.

Schwelanalyse (Dr. [illegible])

Teer	%	4,2
Wasser	%	6,5
Koks	%	83,3
Gas + Verlust	%	5,0
Schwelöl a. Öl im Rückstand	%	54,7

An Kohl und Pech Ausscheidung feinster Kristallschlamm, vermutlich Coremen.

1) Schmelzpunkt.

TITLE PAGE

5. Verarbeitung der Janinakohle auf Benzin und Mittelöl bei 250 atm mit Eisenkontakten.

Processing "Janina" coal to gasoline and middle oil at 250 atm with iron catalysts.

Frame Nos. 869 - 875

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

Ks 36

14. Mai 1944 Hu/Pe

869

1 Durchschlag

5

Verarbeitung der Janinakohle auf Benzin und Mittelöl bei 250 atm mit Eisenkontakten.

Zusammenfassung:

Wegen der guten Ergebnisse, die bei der Hydrierung der Janinakohle bei 600 atm erhalten wurden, wurde geprüft, ob die Wirksamkeit der normalen Eisenkontakt-Kombination ausreicht, die Kohle auch bei 250 atm auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten. Dies ist nicht der Fall; indessen läßt die Tatsache, daß es möglich war, den Versuch über 3 Wochen, allerdings bei Einsatz eines guten Startöles, durchzuführen, darauf schließen, daß ein zwischen 250 und 600 atm, schätzungsweise bei etwa 450 atm liegender H_2-Teildruck noch ausreichen würde, Janinakohle in störungsfreiem Fahren mit Eisenkontakten zu hydrieren.

gez-Hupfer
" Leonhardt

Versuchsergebnisse:

Da die Janinakohle bei 600 atm H_2-Teildruck sehr gute Hydrierergebnisse geliefert hat, erschien es nicht aussichtslos, ihre Verarbeitung auch bei 250 atm mit Eisenkontakten zu versuchen. Als Startöl diente reines Steinkohlentegröl, das später mit einer Mischung von diesem mit einem um den Rücklaufölgleichgewicht reagner näher zu kommen. Des niedrigen Druckes wegen wurde anfänglich die Ofentemperatur auf 460° gehalten.

Der Versuch verlief zunächst einige Wochen störungsfrei, nur deutete das breite Schreiben und gelegentliche Durchfallen der Druckwage auf Stauungen im Vorheizer hin, die erkennen ließen, daß die Janinakohle bei der Aufheizung etwas stärkere Quellungserscheinungen als ältere Kohlen zeigt. Ähnliche Beobachtungen wurden bei der Verarbeitung bei 600 atm gemacht. Es zeigt sich hierin eine Parallele zu der Lignitkohlen, die gleichfalls als Übergangskohle zwischen Stein- und Braunkohlen stärkere Quellungserscheinungen aufweist. Die hier angewandte Rückführung von Abschlamm : Kohle = 0,7 : 1 dürfte demnach die untere Stabilitätsgrenze sein.

Nur bald zeigte sich ein ständig weiteres Ansteigen des Druckverlustes des Abschlammes, das zu einer damit parallel gehenden Verschlechterung der Sondereffektes und damit des Rücklaufes führte. Langsam war ein Ansteigen auch bei 460° nicht zu vermeiden. Nun dies allein zuzuschreiben ist, so hat sich doch erkennen, daß die Kohle auch mit wenig wirksamen Kontakten bei niedrigem Druck gute Hydriereigenschaften zeigt, denn frühere Versuche mit älteren Kontakten mußten unter gleichen Bedingungen bereits nach kürzerer Zeit beendet werden müssen.

Die drei während dieser [illegible] seit genommenen Bilanzen zeigen, daß zwar die Kohle auch bei dieser Anarweise gut spaltet und eine mit 0,27 für 250 atm ungewöhnlich hohe Leistung ergibt, daß aber vor allem der Abbau mit 92 - 93 % ungenügend ist. Der Festegehalt des Rücklauföles nahm kontinuierlich von 6,7 auf 11,0 % zu und mit der Rückführung dieses nicht abbaubaren Festen stieg die Vergasung von 23 auf 29 %. Die allgemeine Verschlechterung zeigte sich auch im Ansteigen des Asphaltgehaltes, wenn auch in geringerem Maße. Mit letzterem steht in Einklang, daß während des ganzen Versuches die Schwelung des Schleuderrückstandes störungsfrei verlief.

Um die dauernde Verschlechterung des Ofens hintanzuhalten, wurde dann die Ofentemperatur auf 473° vorgenommen. Dies brachte keinen Erfolg mehr. Die hohe Festekonzentration im Kohlebrei führte zu Pumpenstörungen.

Es wurde nun versucht, durch Zufahren von 1,15 % Ammonchlorid in den Einsenanschluß Besserung zu schaffen. Das Sulfigran wurde weggelassen, um den Chlorwasserstoff nicht vorzeitig zu binden, zur HCl-Neutralisation wurden 1,2 % Soda in die Birne gegeben. Es bestätigten sich indessen die Ergebnisse älterer Versuche, wonach die Verwendung von Chlor zuguntsten zu Eisenkontakten in der Steinkohlenhydrierung nichts einbringt. Der Durchsatz mußte um über 20 % zurückgenommen werden, um den Gleichgewicht des Rücklauföles nahe zu bleiben.

Deshalb wurde nach 5 Tagen auf Snox und Chlor umgestellt. Indessen beendigte sich der Versuch nach einigen Stunden von selbst durch Zugehen des Linsenanschlusses. Der Kohlebrei war, da das Anreibeöl fonte bis auf 17 % angestiegen war, so dick geworden, daß der Rührer dem Anmaischgefäßes stecken blieb. Der zu leichte Schleudereffekt hatte wahrscheinlich auch dazu geführt, daß größere Mengen der katalytisch so schädlichen Soda mit dem Rücklauföl in den Ofen gingen und damit die Wirksamkeit des Snox paralysierten.

+ Cl

Tabelle 1.

Bilanzen.

Bilanz Nr.			1	2	3
Datum			31.3.44	5.4.44	11.4.44
Kohle			K 1255 vom 10. November 1943		
% C in Reinkohle				73,0	
Vorbehandlung			technisch entgast, getrknet, getrocknet, gemahlen		
Katalysatoren:	1181	%	1,2	1,2	1,2
	6512	%	1,5	1,5	1,5
	6709	%	0,3	0,3	0,3
Reinkohledurchsatz			0,464	0,458	0,459
Anreiböl			Schleuderöl		
% Festes			6,7	8,7	11,0
% Asche in festen			17,1	21,6	24,0
% - 325°			11,1	6,5	7,2
% s-Asphalt			6,8	8,0	8,2
Anreibung			1 : 1	1 : 1	1 : 1
Abschlammrückführung			1:0,1	1:0,1	1:0,1
cbm Gas pro kg Reinkohle			4,02	4,05	4,04
Temperaturen: Vorheizer		°C	408	425	456
Ofen		°C	468	468	468
Abscheider		°C	456	456	456
Umdrehungen des Ofenrührers			40	40	40
Wasser in Kohle %			2,5	3,6	2,7
Asche auf Trockenkohle		%	5,5	5,0	4,4

Fortsetzung der Tabelle 1:

Bilanz Nr.	1	2	3
Ergebnisse:			
Rohbilanz %	98,7	97,3	99,0
praktische/theoretische Verflüssigung %	97,1	97,8	99,3
Hochdruckölgewinn % a.R.K.	56,0	52,7	52,9
Theoretischer Ölgewinn % a.R.K.	56,8	54,6	53,4
Abbau %	92,8	93,7	91,6
Hochdruckölgewinnleistung	0,306	0,287	0,283
praktische Benzin- + Mittelölgewinnleistung	0,266	0,290	0,265
darin Benzin -200° %	27,4	24,5	24,2
Anreibeölüberschuß ger. %	13,2	-1,1	8,2
" praktisch %	7,5	-5,3	3,2
Vergasung	23,3	24,3	25,3
Vergastes C auf C in Reinkohle %	15,2	22,5	21,6
davon als CO %	7,0	5,3	6,4
CO_2 %	1,9	1,4	1,8
Wasser auf Reinkohle %	12,8	11,1	12,8
Asche aus/ein %	90,0	91,4	98,8
Asphalt auf Reinkohle %	10,2	11,0	10,3
Asphalt auf Feststreies Rückführöl %	7,8	8,8	8,2

Tabelle 2

Analysen des Abfalls

Bilanz Nr.	1	2	3
Abstreifer + Schweröl			
Spezifisches Gewicht/20°	1,003	1,005	1,000
H_2O %	0,3	1,2	2,3
Benzin -200° %	1,8	10,7	10,0
Mittelöl 200-325° %	54,0	38,8	38,4
Abschlamm			
Spezifisches Gewicht/80°	1,069	1,115	1,180
Benzolunlösliches %	24,6	26,0	30,2
Mittelöl 200-325°	7,1	11,3	11,1
a-Asphalt in Öl %	15,3	16,8	16,0
Asche i.Festen	37,3	33,7	33,7
Abwasser			
CO_2 % je Liter	31,3	28,1	24,5
Cl " " "	Spuren	0,18	Spuren
NH_3 " " "	-	26,9	-
H_2S " " "	-	15,2	-

Versuchsanordnung.

Ofen 455 vom 25. 3. 44 - 20. 4. 44
normales 10-ltr-Ofensystem
Vorheizer: Inhalt 1100 ccm, Anfahrtemp. 5. 3. 44
Ofen: Inhalt 8,6 ltr mit Linsenmischkopf
Neutralisationsbirne zwischen Ofen und Abscheider
Abscheider mit Bleifuß

872

Versuchsverlauf

23.3. Im Anschluß an einen Versuch mit K 1263 und Norfluorid-Kontakt wird K 1265 mit der normalen Eisenkontaktkombination bei 250 at gefahren. Zunächst Einlauf: P 121 get. Einmaliger Einsatz 300 kg. In Linsenanschluß und Birne werden je 100 g/h Anreiböl gepumpt.

24.3. Kohlebrei ab 22 mV K 1265 vom 18.11.1943 technisch entascht, getränkt mit 1,2 % 1181[1]) getrocknet und gemahlen + Anreiböl (P 1214 get.) 1:1, + Abschlamm 1:0,1, + 1,5 % 6512[2]) + 0,3 % 67093) beide 50 %ig kolloidal in Abstreifer-S-Öl auf Kohle zum Brei, Gas x 3, 250 at; Temperaturen: Vorheizer max. 24,0 mV. Ofen 24,5 mV (entsprechend dem niedrigen Druck), Birne 0,5 mV tiefer Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen, Abschlamm Prozente 75-85, danach Durchsatz zu fahren (Zunächst 3,0 kg Kohle/St). Rückstandsaufarbeitung: Abschlamm verdünnt mit S'öl auf 16 % F geschleudert. Schleuderöl + Rest des Abstreiferschweröls = Anreiböl. Schleuderrückstand verdünnt auf 40 % F mit Schleuderöl, geschwelt; Schwelöl + Abstreifer destilliert auf Bi -200° Mi -325° und S'öl > 325°.

25.3. Durchsatz stufenweise vor auf 3,8 kg
zu wenig Abschlammanfall
Mit eigenem Rücklauföl

27.3. Durchsatz stufenweise vor auf 4,0 kg
zu wenig Abschlammanfall

28.3. Die Druckwage schlägt während des Versuches häufig nach unten aus, was auf Druckstauungen im Vorheizer schließen läßt.

29.3. Anreiböl gemischt mit RÜ-Öl von Ofen 455 vom 23.3.1944 aus K 1263 (1:1).

Es soll damit ein schnelleres Einstellen des RÜ-Öl-Gleichgewichtes erreicht werden.

Durchsatz vor auf 4,2 kg
zu wenig Abschlammanfall.

31.3. Bilanz 1

2.4. Flanschenheizung defekt. So wird weitergefahren, da sich dieser Defekt infolge Spezialisierung zwischen Flanschenheizung und Ofen auf die Temperaturlage kaum auswirkt.

3.4. Bilanz 2

Die Schwelung geht bisher gut, obwohl der Abschlamm Pasten zieht.

4.4. Zeitweilig Ölfahren.

Stromausfall.

6.4. Die Druckwage zeigt weiterhin des öfteren Ausschläge nach unten.

s.28.3. Die Abschlammrückführung 1:0,1 scheint bei dieser Fahrweise die unterste Grenze des Möglichen zu sein.

8.4. Mehrstündige Abscheiderstandstörung mit Überkoten; wird durch

1) Fe 30 4.7 H2O

2) Mejorrnasse
3) Sulfigrun

verstärktes Spülen des Druckausgleiches und Entschlammen auf Gas behoben.

Der Grund der Störung war mehrmaliges Abfallen der Höherkette. Wahrscheinlich wurde der Abschlamm zu dick.

9.4. Zeitweilig Ölfahren

Bei Fliegeralarm fällt infolge Abriegelung der Saugseite des Kompressors die Ölzufuhr aus.

11.4. Bilanz I

Nach der Analyse Ofentemperatur vor auf 24,8 mV.

Bei 24,5 mV liegt der Ofen sehr ruhig; es sollte versucht werden, den recht hohen Schulterspiegel zu senken und den Abbau zu verbessern.

Durchsatz vor auf 4,5 kg

zur Einhaltung der Abschlammprozente bei der höheren Temperatur.

12.4. Zeitweilig Ölfahren

2. Alarm

Beide Kohlebreipumpen fallen aus unbekannter Ursache aus; es wird entspannt und gespült. Inhalt der Öfen wird Anreiböl mit Hilfspumpen in Teereinlauf gepumpt.

13.4. Zeitweilig Ölfahren

2. Alarm

In Linsenanschluß 1,15 % 5976[1] kolloidal im Abstreifer-Sl 81 (50 %ig) verdünnt mit Anreiböl auf 300 g/h und in Birne 1,0 % 2182[2] kolloidal im Abstreifer-Sl 81 (50 %ig) verdünnt mit Anreiböl auf 300 g/h

In den letzten Tagen hat eine rapide Verschlechterung, vor allem des Abbaues, stattgefunden, die sich in einem Absteigen des Pechgehaltes des Abschlammes auf über 30 % bei steigendem Aschegehalt bemerkbar macht. Dadurch reicht nun auch das Verdünnungsöl nicht mehr aus, sodaß ein Anreiböl mit 19 % P anfällt. Die Wirksamkeit der Kontakte reicht also auch bei dieser Kohle für 250 at nicht aus. Es soll deshalb nur Verone 5976 verwendet werden. Zwecks Neutralisation der entstehenden HCl wird 2182 in die Birne gegeben.

1) NH_4Cl
2) Na_2CO_3

14.4. 2182 vor auf 1,2 %

Das Abwasser zeigt Korrosion.

Ohne 6709

Der Kontakt 5976 soll nicht vorzeitig unwirksam gemacht werden.

15.4. Durchsatz zurück auf 4,2 kg

Zu viel Abschlamm-Öl; 5976 scheint nichts zu nützen.

2182 zurück auf 1,0 %

Kolbe Koprosterinreaktion sehr. Ob scheint in der ersten Zeit zu wenig 2182 oder zu viel 5976 eingeatmet worden zu sein.

17.4. Durchsatz stufenweise auf 3,5 kg zurück,

zu viel Abschlamm-Öl.

2182 versuchsweise zurück auf 0,- %.

18.4. Kohle ungetrunkt und ohne 6512. Stuhl neg. 0,06 % 5146[1] 50 %ig in Abstrichform Lorbeerol auf Kohle und Brot

Die bisherige Kontaktbehandlung hat noch keine Ergebnisse gezeitigt. Ein Heilerfolg ist nicht möglich auf diesem Grundleiden. Es wird deshalb 5146 eingesetzt, um zu sehen, ob dieser Kontakt auch bei Schleimkolik Kohle günstig beeinflußt.

Ohne 2182.

Das Abwasser zeigt Kohle-Korrosion. 2182 soll deshalb versuchsweise ganz weggelassen werden.

Am Bett (Einzelzelle) Geruch [illegible] Verbrennung. Auch mit P kann nichts mehr durchgedrückt werden. Daher

19.4. umgestellt auf 1 ccm Kalkwasser nach Vorschrift

Der Versuch läßt sich so nicht durchführen und wird deshalb abgebrochen. Die starke Verschleimung des Atemtraktes, ermöglicht durch den Ausfall des Hustenreflexes, verursacht eine Zugabe von Fremdsubstanzen und macht das tödliche bei der Kohle nur Ausdruck bleiben. Sie kann selbst durch Einsatz von 5146 nicht [illegible] werden.

3 x Schleimmassage ging gut. Der Morgenbrech (10,-, 1.3., 10,1 kg) ist der Ofen sauber.

Ofen und Abortkübel werden mit Alkohol-Lysol-Lösung [illegible] vollgestellt und entschlammt, die Kohle wird wie bisher zugesetzt. Der Liter selbst wird ausgebaut. Er ist verstopft mit verhältnismäßig wenig Brech, ebenso 1 m [illegible] vor dem Liter-Anschluß. Die Schale ist wird gelistert (0,75, 20 [illegible] 1100 cc zu Anfahrung (13.3.44); sie wird ausgeschüttet. Sie hatte

1) Kok

Sie hatte also in 32 Tagen 32 % ihres Anfangsvolumens verloren. Diese abnormal hohe Verkrustung ist eine Folge des schlechten Anreibens.

TITLE PAGE

6. Heizöl aus Janinakohle.
Heating fuel from "Janina" coal.

Frame No. 876

Hochdruckversuche
Za 1

1 Durchschlag

26.4.1944. Le/Pf.

Heizöl aus Janina-Kohle.

Aus einem 10 Ltr.-Ofen-Versuch zur Verarbeitung der Janinakohle auf Schwerölübergang liegen bis jetzt 2 kleine Heizöluntersuchungen des Schweröles > 325° vor, die in der folgenden Tabelle den Werten des bei einem Heizölversuch mit Neinitzkohle bei gleichen Versuchsbedingungen erhaltenen Schweröles 1) gegenübergestellt sind.

	Janinakohle Ofen 411 15./16.3.44	28.3.44	Neinitzkohle 1) zum Vergleich
spez. Gewicht/15°	1,035	1,033	1,046
Flammpunkt °C	173	183	170
Stockpunkt °	+ 13	+ 13	+ 8
Koksrest %	1,9	1,8	1,2
Viscosität °E/50°	13,2	14,6	17,8
Stockpunkt des mit MA auf 35°E/20° gestellten S'Öles °C	- 6 2)		- 8
dazu benötigtes MA %	33 2)		36
spez. Gewicht/20°	1,028 2)		1,040

Danach ist zu erkennen, daß das aus Janinakohle erhaltene S'Öl entsprechend dem jüngeren Alter der Kohle etwas leichter ist als das aus der Neinitzkohle. Bei den Stockpunkten liegen die Verhältnisse entsprechend, d.h. er ist bei der Janinakohle etwas höher. Das S'Öl der Janinakohle ist dagegen etwas weniger viskos als das der Neinitzkohle, was den Vorteil ergibt, daß zum Stellen des S'Öles auf ein normgerechtes Heizöl von 35°E/20° etwas weniger Mittelöl benötigt wird. Die Werte für diese Mischung Heizöl wurden geschätzt.

Das Heizöl aus der Janinakohle entspricht also in allen seinen Werten den für ein Marineheizöl geforderten, wobei allerdings das spezifische Gewicht an der Grenze liegt.

gez. Leonhardt
" Hupfer

1) Mittel aus 4 Analysen.
2) geschätzt.