TITLE PAGE

7. Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 atm auf Schweröluberschuss. 1. vorläufiger Bericht.

Processing "Janina" coal at 600 atm to excess heavy oil. First preliminary report.

Frame Nos. 877 - 879

Hochdruckversuche
Lu 1

Fs 36

877
15. April 1944 Ha/Li

Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 atm auf Schweröluberschuss.

1. vorläufiger Bericht.

Zusammenfassung.

Janina-Kohle könnte bei 600 atm auch auf Schweröluberschuss störungsfrei verarbeitet werden. Es wurde eine Leistung von 0,52 erzielt, ohne Schwierigkeiten in der Rückstandsaufarbeitung zu haben. Die Vergasung scheint mit schätzungsweise 17,5 - 18 % noch etwas höher zu sein als erwartet, doch müssen genauere Werte weitere Bilanzen zur Beurteilung herangezogen werden.

Janina-Kohle (K 1254 und K 1265) wurde in einen 10 Ltr.-Ofen mit Bleifussentsendung bei 600 atm unter Verwendung der normalen Eisenkontaktkombination auf einen rd. 50 % Schweröl enthaltenden Ölgewinn hydriert. Zunächst wurde versucht, mit niedriger Abschlammrückführung - Kohle : Abschlamm = 1:0,3 auszukommen, doch lag hierbei der Ofen, sowie der Vorheizer unruhig in der Temperatur, was auf recht erhebliche Quellungserscheinungen schliessen lässt. Durch Erhöhung der Abschlammrückführung auf 1:0,5, also die gleiche Höhe, wie sie bei den Versuchen zur Schwerölfahrweise mit Heinitz-Kohle (K 1157) eingestellt worden war, wurde eine genügend ruhige Temperaturlage erhalten. Da die leichten Anteile des Schweröls sich im Abscheider nicht in genügender Menge kondensierten, musste in den Druckausgleich Verdünnungsöl gepumpt werden, um die Feststoffkonzentration im Abschlamm in der Höhe von 25% zu halten. Aus dem gleichen Grunde musste in Verdünnungsöl etwas Schweröl zurückgeführt werden, um nicht zu viel Schweröl im Ölgewinn zu erhalten. Die Kohle liess sich unter diesen Bedingungen ohne versuchsbedingte Störungen verarbeiten. Zweimal traten augenblickweise Druckdifferenzen in der Preßschlange auf, deren Ursache wahrscheinlich auf Schädigungen bei plötzlichen Abstellen infolge Alarms zurückgeführt werden muss.

Die Ergebnisse der bisher vorliegenden Bilanzen sind in Durchschnittswerten in der anliegenden Tabelle aufgeführt, die zum Vergleich die bei der gleichen Ofentemperatur von 474° mit K 1197 erhaltenen Werte enthält. Es ist daraus zu ersehen, dass mit Janina-Kohle ein Reinkohledurchsatz von 0,81 - 0,84 möglich war bei ausreichendem Schwelergebnis, d.h. rd. 30% mehr als bei Heinitzkohle, deren Verhalten in dieser Beziehung allerdings nicht ganz ausgefahren war, was auch aus den niedrigeren Asphaltwerten hervorgeht. Durchsatz- und leistungsmässig wird Janinakohle daher um 15 - 20% besser sein als K 1197, während bei der Benzin- + Mittelöl-Fahrweise ihr Verspannungsgrad in dieser Beziehung höher (rd. 30%) war. Die Unterschiede der Schwerölanteile im Ölgewinn sind darauf zurückzuführen, dass in der Fahrweise mit Janina-Kohle der Abscheider höher gefahren worden war; es ergibt sich ein grösserer Spielraum für die Einstellung

-2-

2244 Pi

der Ölgewinnverteilung durch Änderung der Zusammensetzung des Verdünnungsöls.

Die Vergasung ist in diesen bisherigen Bilanzen leider nicht sicher bestimmt worden, da die Analysenwerte vor allem des Ofengases bei gleichbleibender Fahrweise ausserordentlich stark streuten. Die Resultate lassen aber vermuten, dass der Unterschied zwischen der Vergasung bei der Fahrweise auf Benzin - Mittelöl (18,6%) und der bei der Schweröl-Fahrweise (schätzungsweise 7,5 - 18 %) bei dieser Kohle geringer ist als bei älteren Kohlen. Genauere Ergebnisse werden von den noch ausstehenden Bilanzen erwartet.

Der Abbau liegt um rd. 1 % niedriger als bei der Bi + Mi-Fahrweise und auch tiefer als bei dem Versuch [illegible] 1197. Wäre letzterer Versuch 'richtiger' ausgefahren worden, so hätte sich der Unterschied wahrscheinlich ausgeglichen.

Die Wassermenbildung wurde bei der wasserstoffreichen jungen Kohle höher gefunden, ebenso die CO_2-Verbindung.

Sez Hupfer

Verarbeitung von [illegible]-Kohle

auf Schwerölbenzine

im 10 Ltr.-Ofen mit Bleifluss [illegible]

Kohle			z.Vergleich Heinitzgrube
Kohlevorbehandlung		trocken, entascht, gewaschen, getrocknet und gemahlen	ebenso
Aschegehalt a.T.K.	%	5,0	2,7
Kohledurchsatz		0,624	0,5
Kontakt: 1181	%a.T.K.	1,2	1,2
" 6512		1,5	1,5
" 6709		0,3	0,3
Beschreibung			
Kohle-Öl-Verhältnis		1:1	1:1
Gasführung		1:0,5	1:0,5
Gas cbm/kg a.T.K.		3,69	3,9
Temperaturen Vorheizer	°C	442	441
Ofen	°C	474	471
Abscheider	°C	462	444
Umdrehungszahl des Ofenrührers/Min.		44	36
Druck	atm	600	600
Verdünnungsöl Mittelöl:Schweröl		70:30	
Kohlbilanz		95,4	99,2
Ausbau		94,8	98,0
Hochdruckölgewinn a.R.K.	%	53,7	50,2
Ölgewinn-Leistg.korr.(92,5 v. Hochdrucköl)		0,581	0,40
Ausb.pr.Ölgewinn Benzin -200°	%	21,5	38,4
Mittelöl -325°	%	30,6	23,9
Schweröl	%	45,9	37,8
Vergasung a.pr.Ölgew.korr.+ Verl.	%	geschätzt 25,0	12,0
Vergasung C a.C in RK.	%	17,1	10,0
davon als CO_2	%	8,1	6,6
" CO	%	12,5	1,4
Asphalt im Abschlamm a.R.K.	%	9	6,9
a.festefr.Rückst.	%	1	5,7
Wasserneubildung a.R.K.	%	15,0	10,0
Anreiböl Festes	%	5,6	5,6
Asche im F.	%	48,1	21,2
im Öl -325°	%	0,0	54,0
Asphalt	%	[illegible]	5,1
Schwelung		[illegible]	[illegible]
Ofen		413	Zus.Stellung 2 v.24.10.42
Bilanztage 1944		6. [illegible] 13.	Bil.1 v. 21. 25
		u. 31. 3	

TITLE PAGE

8. Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 atm. auf Benzin und Mittelöl. (2. vorläufiger Bericht).
Processing "Janina" coal at 600 atm to gasoline and middle oil. (Second preliminary report).

Frame Nos. 880 - 887

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

Ps 36

13. März 1944 Hu/Fe

880

1

8

Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 at auf Benzin und Mittelöl.
(2. vorläufiger Bericht)

Zusammenfassung.

In einem Ofen mit Bleifußentsandung ließ sich die Janinakohle störungsfrei verarbeiten. Die Prüfung zweier praktisch miteinander übereinstimmender Sendungen zeigte durch hohe Leistung (0,35) und niedrige Vergasung (18,6 %) bei normalem Abbau und recht guter Asphaltreduktion ihre ausgezeichnete Hydriereignung und bestätigte im wesentlichen die ersten Befunde.

Über das Anspringverhalten der Janinakohle konnten keine neuen Erkenntnisse gewonnen werden, da der Ofen mit Bleifuß mit anderen Öfen bezüglich seiner Temperaturverhältnisse im Vorheizer und im untersten Ofenteil nicht vergleichbar ist. Ein Vergleich des früheren Versuches, ohne Bleifuß, mit einem jetzt in der gleichen Apparatur mit Myslowitzkohle laufenden verstärkt die Vermutung, daß die Janinakohle eine um rund 20° niedrigere Aufheiztemperatur als andere Kohlen benötigt. Diese Vermutung soll durch einen weiteren Versuch in einem normalen Ofensystem noch einmal geprüft werden.

Etwas weniger vorteilhaft als Heinitzkohle zeigt sich Janinakohle in ihrem größeren Anfall an Sumpfbenzin, das einen um rund 3 Punkte niedrigeren Klopfwert aufwies. Die Eigenschaften des Abstreiferschweröls lassen erwarten, daß aus Janinakohle ein Heizöl gewonnen werden kann, das dem aus Heinitzkohle annähernd gleichwertig ist. Wie ein zur Zeit laufender Versuch zeigt, kann dabei eine gegenüber Heinitzkohle rund 32 % höhere Leistung (etwa 0,6) erreicht werden.

Nach einem kurzen Versuch zur Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 at mit Eisenkontakten im normalen 10-l-Ofen auf Benzin und Mittelöl, bei dem sich Kaviarbildung im Ofen gezeigt hatte[1], wurde ein längerer Versuch in einem Ofen mit Bleifußentschlammung durchgeführt. Er verlief ohne betriebsbedingte Störung.

Die Durchschnittsergebnisse sind in der anliegenden Tabelle 1 enthalten. Sie sind denen des ersten Versuches sehr ähnlich; die geringfügigen Abweichungen lassen sich durch die allmähliche Annäherung an das Rückführgleichgewicht zwanglos erklären, bis zu einem gewissen Grade können sie auch durch die Veränderung der Versuchsgenauigkeit infolge häufiger Unterbrechungen durch Alarme und Angriffe bedingt sein.

Es bestätigte sich der erste Eindruck, daß die Kohle zur hydrierenden Verarbeitung hervorragend geeignet ist. Bei ausreichendem Abbau (95,6% und verhältnismäßig niedrigem Asphaltspiegel, der auch einen guten

---

[1] s. Zusammenstellung 22 0231 Hu vom 8. 11. 43

22398

Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 at auf Benzin und Mittelöl.

(2. vorläufiger Bericht)

Zusammenfassung.

In einem Ofen mit Bleifußentsandung ließ sich die Janinakohle störungsfrei verarbeiten. Die Prüfung zweier praktisch miteinander übereinstimmender Sendungen zeigte durch hohe Leistung (0,35) und niedrige Vergasung (18,6 %) bei normalem Abbau und recht guter Asphaltreduktion ihre ausgezeichnete Hydriereignung und bestätigte im wesentlichen die ersten Befunde.

Über das Anspringverhalten der Janinakohle konnten keine neuen Erkenntnisse gewonnen werden, da der Ofen mit Bleifuß mit anderen Öfen bezüglich seiner Temperaturverhältnisse im Vorheizer und im untersten Ofenteil nicht vergleichbar ist. Ein Vergleich des früheren Versuches, ohne Bleifuß, mit einem jetzt in der gleichen Apparatur mit Hyslowitzkohle laufenden verstärkt die Vermutung, daß die Janinakohle eine um rund 20° niedrigere Aufheiztemperatur als andere Kohlen benötigt. Diese Vermutung soll durch einen weiteren Versuch in einem normalen Ofensystem noch einmal geprüft werden.

Etwas weniger vorteilhaft als Heinitzkohle zeigt sich Janinakohle in ihrem größeren Anfall an Sumpfbenzin, das einen um rund 3 Punkte niedrigeren Klopfwert aufwies. Die Eigenschaften des Abstreiferschweröls lassen erwarten, daß aus Janinakohle ein Heizöl gewonnen werden kann, das dem aus Heinitzkohle annähernd gleichwertig ist. Wie ein zur Zeit laufender Versuch zeigt, kann dabei eine gegenüber Heinitzkohle rund 52 % höhere Leistung (etwa 0,6) erreicht werden.

Nach einem kurzen Versuch zur Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 at mit Eisenkontakten im normalen 10-l-Ofen auf Benzin und Mittelöl, bei dem sich Kaviarbildung im Ofen gezeigt hatte[1]), wurde ein längerer Versuch in einem Ofen mit Bleifußentschlammung durchgeführt. Er verlief ohne betriebsbedingte Störung.

Die Durchschnittsergebnisse sind in der anliegenden Tabelle 1 enthalten. Sie sind denen des ersten Versuches sehr ähnlich; die geringfügigen Abweichungen lassen sich durch die allmähliche Annäherung an das Rückführgleichgewicht zwanglos erklären, bis zu einem gewissen Grade können sie auch durch die Verminderung der Versuchsgenauigkeit infolge häufiger Unterbrechungen durch Alarme und Angriffe bedingt sein.

Es bestätigte sich der erste Eindruck, daß die Kohle zur hydrierenden Verarbeitung hervorragend geeignet ist. Bei ausreichendem Abbau (95,6% und verhältnismäßig niedrigem Asphaltspiegel, der auch einen guten

---

1) Zusammenstellung 22 0231 Hu vom 8. 11. 43

Schleudereffekt bewirkte, gab sie die ihrem niedrigen C-Gehalt entsprechende Leistung von rund 0,35 bei 18,6 % Vergasung.

Besonders deutlich wurden ihre guten Hydriereigenschaften bei dem Vergleich mit den Resultaten, die unter genau gleichen Bedingungen, insbesondere gleichen Ofentemperaturen, gleichen Kontakten und gleichem Anreibeölüberschuß mit der schlesischen Kohle 1197 (Heinitz) erhalten wurden[1]) (siehe Tabelle 1), die 3 % C auf Reinkohle mehr enthält. Der niedrige Inkohlungsgrad der Janinakohle macht sich auch in einem höheren Anteil des Benzins im Ölgewinn, in einem größeren Wasseranfall und in einem höheren Gehalt der C-Vergasung an CO und CO_2 bemerkbar.

Die neue Sendung der Kohle (K 1264 vom 18. 11. 43) war von der älteren Probe (K 1262 vom 12. 4. 43) nicht zu unterscheiden.

In dem früheren Versuch in Ofen 455 mit Linsenanschluß war eine überaus niedrige Vorheizertemperatur (V_4) zum Ingangkommen der Reaktion im Ofen erforderlich gewesen (rund 400°). Ein jetzt noch laufender Versuch im gleichen Ofen mit Myslowitzkohle macht das Einschalten einer Vorheizertemperatur von 425°C nötig, derselben Temperatur, die sich beim Fahren der Myslowitzkohle in einem anderen 10-l-Ofen (411 ohne Bleifuß und ohne Linsenanschluß) ergeben hatte. Der Ofen 455 scheint demnach gegenüber anderen normalen 10-l-Ofensystemen in dieser Beziehung keine Verschiedenheit zu besitzen, sodaß anzunehmen ist, daß tatsächlich die Janinakohle eine um rund 20° niedrigere Anspringtemperatur aufweist als die Myslowitzkohle, die den bisherigen Erfahrungen nach sich in diesem Punkt ähnlich verhält wie die bisher großtechnisch hydrierten Steinkohlen. Daß bei der Myslowitzkohle die Vorheizertemperatur mit 425° gegenüber 445° in den älteren Versuchen mit Heinitzkohle, ist darauf zurückzuführen, daß jetzt die 10-l-Öfen durch eine Sonderisolation zwischen Ofenwand und Heizmantel an den unteren Flanschen gegen Abstrahlung weit besser geschützt sind als damals. Diese apparative Änderung ist geschaffen worden, um bezüglich der absoluten Höhe der Vorheizertemperatur und bezüglich der Abhängigkeit der Ofenlage von dieser der Großapparatur näher zu kommen, sowie auch um zu verhüten, daß der Brei im unteren Teil des Ofens zusätzlich von außen aufgeheizt werden kann. Diese Einrichtung hat sich bewährt.

Im Ofen 411 mit Bleifußentschlammung benötigt die Janinakohle eine hohe Vorheizertemperatur von rund 430°. Dies ist dadurch zu erklären, daß der Bleifuß dem unteren Teil des Ofenreaktionsraumes Wärme entzieht, da er kühl gehalten werden muß, damit in seinem toten Raum nicht Verkokung des Ofeninhaltes eintritt. Es wird aus diesem Grund nicht von außen beheizt. Der 10-l-Ofen mit Bleifußentsendung ist also bezüglich der Temperaturverhältnisse in seinem unteren Teile und daher auch im Vorheizer mit dem normalen 10-l-Ofensystem nicht ohne weiteres vergleichbar.

Das anfallende Benzin (Tabelle 2) ist verglichen mit dem Sumpfbenzin aus Heinitzkohle etwas leichter und besitzt in den höher siedenden Fraktionen einen etwas höheren Anilinpunkt. Daraus erklärt sich der etwas schlechtere Klopfwert, der zu 71 (Research) gegen rund 74 bei Heinitzkohle bestimmt wurde. Es enthält etwas mehr Ungesättigte. Das Mittelöl (Tabelle 3) weist zwar niedrigere Mischanilinpunkte auf, dagegen ist der Elementaranalyse nach der Gehalt an disponiblem H etwas höher (Tabelle 4). Der praktische Ölgewinn -325° enthält 18,0 %

---

1) durch Interpolation ermittelt.

Bilanzen.

Mittel aus Bilanzen		5	zum Vergleich
Kohle		Janina	Heinitz
" Datum		12.4./18.11.43	13. 3. 1940
" Vorbehandlung		entascht, getränkt und getrock	
			net gemahlen
Kontakt 1181	%	1,0	
" 5512	%	1,5	1,2
" 6709	%	0,3	1,5
Reinkohle-Durchsatz		0,586	0,3
Anreibung		1 : 1	0,48
Abschlammrückführung		1 : 0,1	1 : 1
Gas cbm/kg Reinkohle		3,88	1 : 0,1
Temperaturen: Vorheizer °C		431	4,0
Ofen		470	445
Abscheider		459	470
Druck atm		600	459
Ofenrührer Umdrehungen		44	600
Kohle % H_2O/% Asche		2,1/4,7	44
Bleifuß am Ofen		ja	2,0/3,0
			nein
Ergebnisse:			
Rohbilanz %		99,0	-
prakt./theor. Verflüssigung %		96,6	-
Hochdruckölgewinn auf Reinkohle	%	70,5	67,0
theoretischer Ölgewinn a."	%	73,1	71,0
Abbau auf Reinkohle	%	95,6	95,5
Hochdruckölgewinn Leistung		0,40	0,32
prakt. (Bi+Mi)Ölgewinn Leistung		0,35	0,27
darin Benzin -200°	%	27,5	22,0
Vergasung/Bi+Mi+Verg.	%	18,6	27,7
vergastes C auf C in Reinkohle	%	14,6	22,0
davon CO	%	7,1	6,0
" CO_2	%	2,4	1,3
Anreiböl übersch. ger.	%	14,4	16,0
" prakt.	%	6,9	8,0
Wasser auf Reinkohle	%	13,3	10,0
Asche aus/ein	%	105,1	110,0
Asphalt auf Reinkohle	%	8,3	9,0
" " festefreies Rückführöl	%	6,3	7,2
Anreiböl: Festes	%	6,1	7,5
" Asche im Festen	%	38,5	15,0
" -325°	%	8,1	5,0
" β-Asphalt	%	6,6	7,2
Abscheiderabschlamm auf Trockenkohle	%	66,0	82,0
Bleifuß " " "	%	9,5	0

Phenole gegenüber 16 % bei Heinitzkohle, was auf den höheren Sauerstoffgehalt der Janinakohle zurückzuführen ist.

Im spezifischen Gewicht des Abstreiferschweröls (Tabelle 5 und 6) zeigen sich keine großen Unterschiede. Das Schweröl aus Janinakohle ist ein wenig leichter und enthält etwas mehr niedrig siedende Bestandteile. Trotzdem ist es etwas viskoser. Auch der höher liegende Stockpunkt von +9° gegen +6° bei einem in entsprechender Fahrweise gewonnenen Schweröl aus Heinitzkohle wäre für die Verwendung als Heizöl ungünstiger. Diese abweichenden Eigenschaften können aber die Folge des hohen Durchsatzes sein. Es ist nicht aus ihnen zu schliessen, daß unter gleichen Verarbeitungsbedingungen aus der Janinakohle ein schlechteres Heizöl als aus Heinitzkohle entstehen wird.

Die Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffvergasung (Tabelle 7) stimmt mit der aus Heinitzkohle vollkommen überein.

gez. Hupfer
" Leonhardt

Tabelle 2.

Benzin - Untersuchungen.

	roh	entphenoliert
Benzin -200°		
Spezifisches Gewicht/20°	0,800	0,775
Anilinpunkt I °C	22,0	26,0
" Ia °C		32,0
" II °C		54,0
Phenole %	11,0	
ASTM: Beginn °C	56	62
- 70° %	3,0	1,5
80	7,0	3,8
90	13,0	11,5
100	23,0	24,5
110	34,0	37,5
120	43,5	47,0
130	50,5	56,5
140	57,5	64,0
150	64,3	71,0
160	72,0	78,0
170	79,5	84,0
180	87,0	89,0
190	92,0	93,0
200	95,0	95,5
210	96,5	97,2
Rückstand	99,5	100,0
Endpunkt °C	217	217
80-100° Spez. Gewicht/20°		0,726
Anilinpunkt °C		+36,0
110-140° Spez. Gewicht/20°		0,767
Anilinpunkt °C		+26,2
150-180° Spez. Gewicht/20°		0,810
Anilinpunkt °C		+19,5
180-210° Spez. Gewicht/20°		0,834
Anilinpunkt °C		+8,2
Zusammensetzung:		
% Paraffine		33,0
% Naphthene		35,0
% Aromaten		23,0
% Ungesättigte		9,0
Klopfwert (Research-methode)		71

Tabelle 3.

Mittelöl-Untersuchungen.

Mittelöl roh		
Spezifisches Gewicht/20°		0,967
Anilinpunkt berechnet °C		-24,0
Phenole %		20,5
Gewichts-Engler: Beginn °C		190
bei 225° %		10,1
	250	31,9
	275	56,8
	300	82,7
	325	95,9
Rückstand		100,0
Endpunkt °C		332
entphenoliert		
Spezifisches Gewicht/20°		0,948
Anilinpunkt berechnet °C		-22,0
ungesättigte Kohlenwasserstoffe %		16,4
210-230°: Spezifisches Gewicht/20°		0,880
Anilinpunkt berechnet °C		-14,0
245-270°: Spezifisches Gewicht/20°		0,927
Anilinpunkt berechnet °C		-20,0
280-310°: Spezifisches Gewicht/20°		0,968
Anilinpunkt berechnet °C		-24,5

Tabelle 4.

Elementaranalysen und disponibler H vom Ölgewinn

Kohle:		Jamina	zum Vergleich: Heinitz
Benzin -200°	C	83,83	84,02
	H	12,66	12,68
	O	3,00	2,69
	N	0,48	0,59
	S	0,03	0,02
	H disp./100 C	14,55	14,5
Mittelöl 200-325°	C	86,07	86,29
	H	9,74	9,60
	O	3,35	3,31
	N	0,78	0,77
	S	0,06	0,03
	H disp./100 C	10,65	10,4

Tabelle 5.

Schweröl-Untersuchungen.

		Janina
Spezifisches Gewicht/50°		1,038
Vakuumdestillat bei 15 Torr		
180-225°	%	43,0
Spez.Gew./40°		1,013
-275°	%	61,5
Spez.Gew./60°		1,035
-325°	%	93,5
Spez.Gew./90°		1,054
Rückstand	%	100,0

857

Tabelle 6.

Heißlöluntersuchungen des Schweröls über 325° aus Abtreiber + Schweröl.

Kohle		Janina	zum Vergleich: Heinitz
Spezifisches Gewicht/20°		1,038	1,041
Stockpunkt	°C	+ 9	+ 5
Flammpunkt	°C	186	182
Brennpunkt	°C	228	227
Koksrest	%	0,81	0,90
n-Asphalt	%	2,0	1,1
Asche im Ganzen	%	0,01	Spuren
Viskosität	°E/50°	8,14	7,50
"	°E/80°	2,20	2,02
Zahl der Untersuchungen		2	1

1) gefahren auf Bi+Mi, Zusammenstellung 20 2441 Hu vom 9. 3. 1942

Tabelle 7.

Als Kp verbrauchtes C

		Janina	z. Vergl.: Heinitz
als C_1	%	26,8	26,1
" C_2	%	22,6	22,8
" C_3	%	38,0	38,8
" C_4	%	10,0	12,3
Ungen. KW v. C_2	%	0,8	2,9
" " " C_3	%	1,2	3,2
" " " C_4	%	2,6	6,4
" " " C_1-C_4	%	1,2	2,6

TITLE PAGE

9. Beziehungen zwischen Kohleanalysen und Hydrierverhalten.
Relation between analyses of coal and behaviour in hydrogeration.

Frame Nos. 888 - 890

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lfd. 1

1. Januar 1944 Hü/Te

(9) Pl. 36 Gruppe 1a

Beziehungen zwischen Kohlenanalysen und Hydrierverhalten.

Auf der Grundlage der Ergebnisse von Versuchen, die im 10-l-Ofen zur Verarbeitung von Kohlen bei 600 atm mit Eisenkontakten auf Benzin und Mittelöl ausgeführt worden sind, wurden die bei der Kohlenhydrierung zu beobachtenden allgemeinen Regelmäßigkeiten erneut untersucht. Insbesondere erschien es notwendig, die Beziehungen zwischen den Analysenwerten und dem Hydrierverhalten einer Prüfung zu unterziehen, um festzustellen, wieweit die Heranziehung von Analysendaten der Kohle als Bewertungsgrundlage berechtigt ist.

Es standen die Hydrierresultate von 12 Steinkohlen zur Verfügung, die nachstehend geordnet nach Revieren und innerhalb dieser nach dem C-Gehalt der Reinkohle aufgeführt sind. Auch zwei Braunkohlen wurden zum Vergleich mit herangezogen.

Kohleart	Revier	lfd. Nr.	Kohle-Nr.	Herkunft	% C in RK
Steinkohle	Oberschlesien	1	1262	Janina	78,26
		2	1113	Gräfin Johanna	79,61
		3	1263	Myslowitzgrube	
		4	1197	Heinitzgrube	81,27
		5	1180	Beuthengrube	81,80
		6	1160	Preußengrube	83,47
		7	1174	Castellengo-Abwehr	83,48
	Ruhr	8	1216	Zweckel	82,11
		9	1090	Gelsenberg jung	83,94
		10	1086	Gelsenberg alt	86,76
	Saar	11	1060	Viktoria Fittlingen	82,24
		12	1152	Luisenthal	84,69
Braunkohle	Rheinland	13	229	Union Rhein	68,73
	Mitteldeutschland	14	143	Böhlen	71,79

Das Ergebnis der Untersuchung läßt sich dahin zusammenfassen, daß sich die überragende Rolle des C-Gehaltes der Kohle (a.RK) als Kriterium für das Hydrierverhalten auch bei den 600-atm-Versuchen bestätigt hat.

Dies ist mit darauf zurückzuführen, daß sich die meisten Eigenschaften der Kohlen - insbesondere der Steinkohlen - mit dem C-Gehalt verhältnismäßig stetig ändern. Bei den hier untersuchten Kohlen nehmen mit dem C-Gehalt im allgemeinen zu: der Wert für den disponiblen Wasserstoff, der Inkohlungsgrad, die Schwelteerausbeute und im oberschlesischen Revier wohl auch der Chlorgehalt. Mit steigendem C-Gehalt nehmen ab: der Sauerstoffgehalt, der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, an Eisen und die Alkalität. Kein Zusammenhang bestand zwischen

1) geschätzt auf Grund der Analysen der an Ofen genommenen Kohleproben

12091

des C-Gehalt einerseits und dem Gehalt an Schwefel und verständlicherweise an Asche und der Ausbeute an Benzolextrakt (Bitumen) andererseits.

Im Hydrierverhalten zeigten sich folgende Regelmässigkeiten:

1) Alle Kohlen benötigten annähernd die gleiche Reaktionstemperatur von etwa 468 - 474° zur Erreichung einer störungsfreien Fahrweise, worunter das Ingangkommen der Verflüssigungsreaktionen bei genügendem Asphaltabbau und einer ausreichenden Beherrschbarkeit des Ofens zu verstehen ist.

2) Der Abbau der Kohle ist offenbar im wesentlichen eine Funktion ihres Fusitgehaltes. Die Unterschiede der Steinkohlen unter sich sind in dieser Beziehung im allgemeinen nicht gross. Daneben macht sich mit steigendem C-Gehalt eine geringe Verschlechterung des Abbaus bemerkbar.

3) Die Benzin- + Mittelöl-Leistung wird sowohl bei Steinkohlen wie bei Braunkohlen in erster Linie durch den C-Gehalt der Kohlen bestimmt, wie das anliegende Kurvenblatt 1 zeigt. Niedriger als der Normallinie entspricht, war die Leistung der beiden Saarkohlen, die sich von den übrigen durch ihren besonders hohen Gehalt an Asche (6,8 und 6,7 %) von besonderer Zusammensetzung - viel Mg und wenig Ca - unterschieden.

4) Entgegen mehrfach geäusserten Ansichten sinkt der Asphaltabbau mit steigendem Sauerstoffgehalt bei Steinkohlen, d.h. er verschlechtert sich mit steigendem C-Gehalt (s. anliegendes Bild 2). Die an der Braunkohle gewonnene Erfahrung, dass unabhängig von C-Gehalt der Asphaltspiegel mit dem O-Gehalt zunimmt, lässt sich also nicht auf Steinkohle übertragen.

Auch hier fallen die Saarkohlen durch besonders ungünstige Werte auf, die wohl, ebenso wie die Leistung, durch ihre Asche verursacht sind.

Die junge Gelsenbergkohle nimmt mit ihrem besonders niedrigen Asphaltwert eine Sonderstellung auch innerhalb ihres Reviers ein. Sie ist also nicht als Prototyp der Ruhrkohle anzusehen. Ihr so günstiges Verhalten hängt vermutlich mit ihrer besonders niedrigen Alkalität - sie hat den geringsten Gehalt an CaO und MgO von allen Kohlen - vielleicht in Verbindung mit ihrem hohen Schwefelgehalt zusammen.

Die relativ günstigen Asphaltwerte der Kohlen lfd. Nummer 5 und 6 sind durch die verhältnismässig hohe Reaktionstemperatur verursacht.

5) Am kompliziertesten liegen die Verhältnisse bezgl. der Vergasung (s. Bild 3). Eine einfache Beziehung zwischen C-Gehalt und Vergasung besteht nicht. Braunkohlen haben dieselbe Vergasung wie junge Steinkohlen mit 8-14 % mehr C. Innerhalb der Steinkohlen nimmt zwar die Vergasung mit steigendem C-Gehalt in starken Masse zu, aber es zeigen sich erhebliche Unterschiede von Revier zu Revier. Schlesische Steinkohle hat die gleiche Vergasung wie eine Ruhrkohle mit einem um 3-4 % höheren C-Gehalt, oder, anders ausgedrückt, schlesische Kohlen unterscheiden sich von Ruhrkohlen gleichen C-Gehaltes durch eine um 6-7 % höhere Vergasung. Die Saarkohlen scheinen zwischen diesen beiden Grenzwerten zu streuen.

Diese Unterschiede der Reviere bezgl. der Vergasung sind, wie die nähere Prüfung vermuten lässt, offenbar auf das Zusammenwirken mehrerer Ursachen zurückzuführen.

Es wird die Arbeitshypothese aufgestellt, dass der relativ hohe Gehalt der Kurzkohle an disponiblem Wasserstoff und an flüchtigen Bestandteilen, meist verbunden mit verhältnismässig geringem Sauerstoffgehalt, auf das Vorhandensein verhältnismässig langer paraffinischer Ketten (Seitenketten) in der Kohlesubstanz zurückzuführen ist, die bei der Absplaltung in der Hauptsache Molekülle von einer Grösse ergeben, die in das Gebiet der Öle fällt. Bei den anderen Kohlen sind die Seitenketten so kurz, dass bei der thermischen Spaltung im Ofen vorwiegend gasförmige Kohlenwasserstoffe entstehen. Diese Hypothese bestätigt sich auch bei der Betrachtung der Saar-Kohlen unter sich, da dort die Abweichungen der Vergasung von der Durchschnittslinie [illegible] an- oder Abwesenheit des disponiblen H parallel gehen.

Daneben dürfte auch eine hier [illegible] Alkalität bzw. eine relativ geringer Aschegehalt und CaO-Gehalt derselben für die Vergasung günstig sein.

Die Wirkung

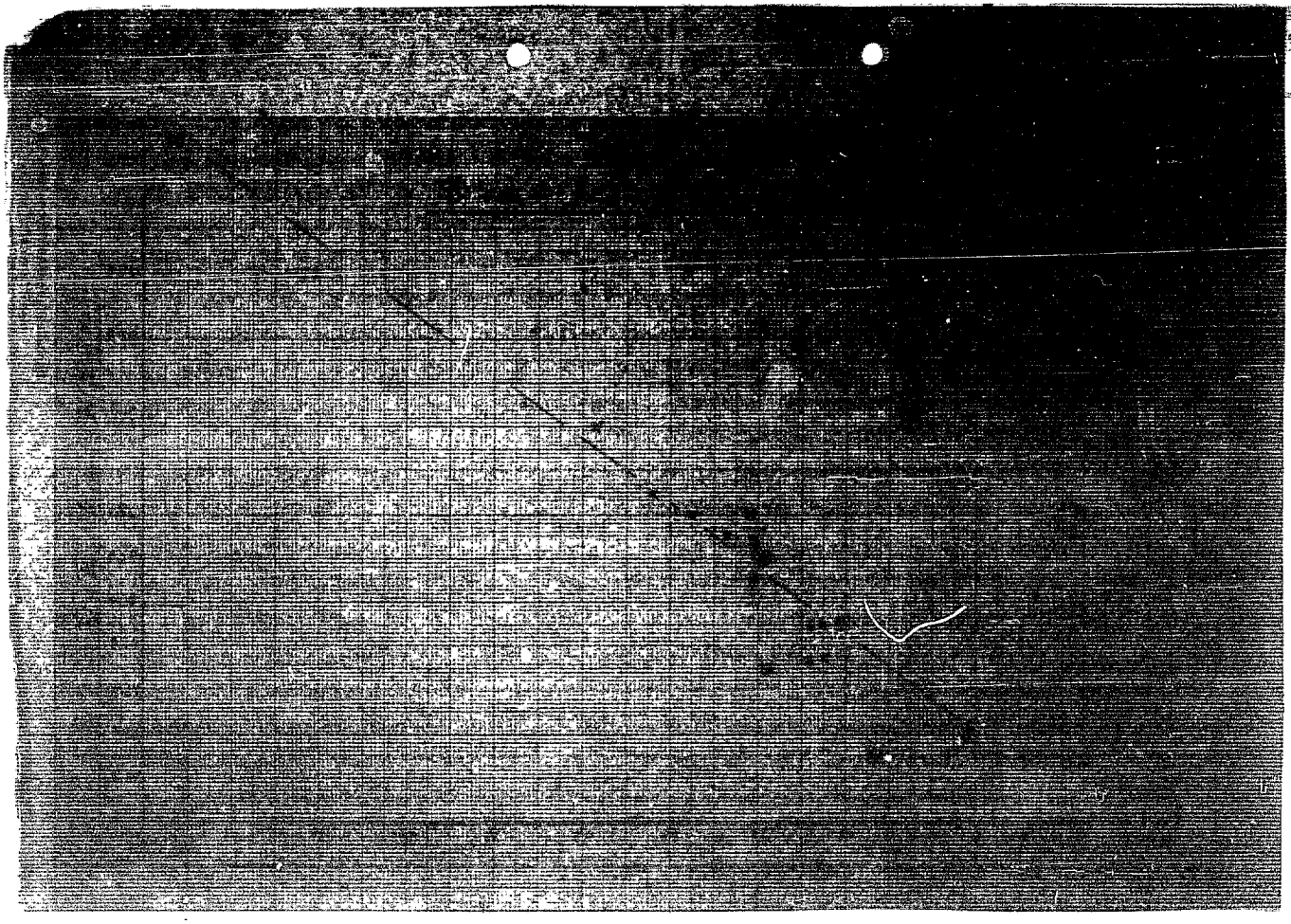
Der Einfluss der Asche ist vermutlich mit der Bestimmung des Glührückstandes und seiner Kurve, ernstzuhr nicht genügend erfasst. Es erscheint richtig, die mineralogische Struktur der anorganischen Substanz der Kohle näher kennen zu lernen, da z.B. das Calcium sicher verschieden sein dürfte, je nachdem, ob dieses als Silikat, als Aragonit oder Doloamit oder als Vaterit, wie dies bei dem Frei werdenden Ca aus der organischen Bindung bei der Hydrierung zunächst entsteht, im Ofen wirksam wird.

Ges. Hupfer.

TITLE PAGE

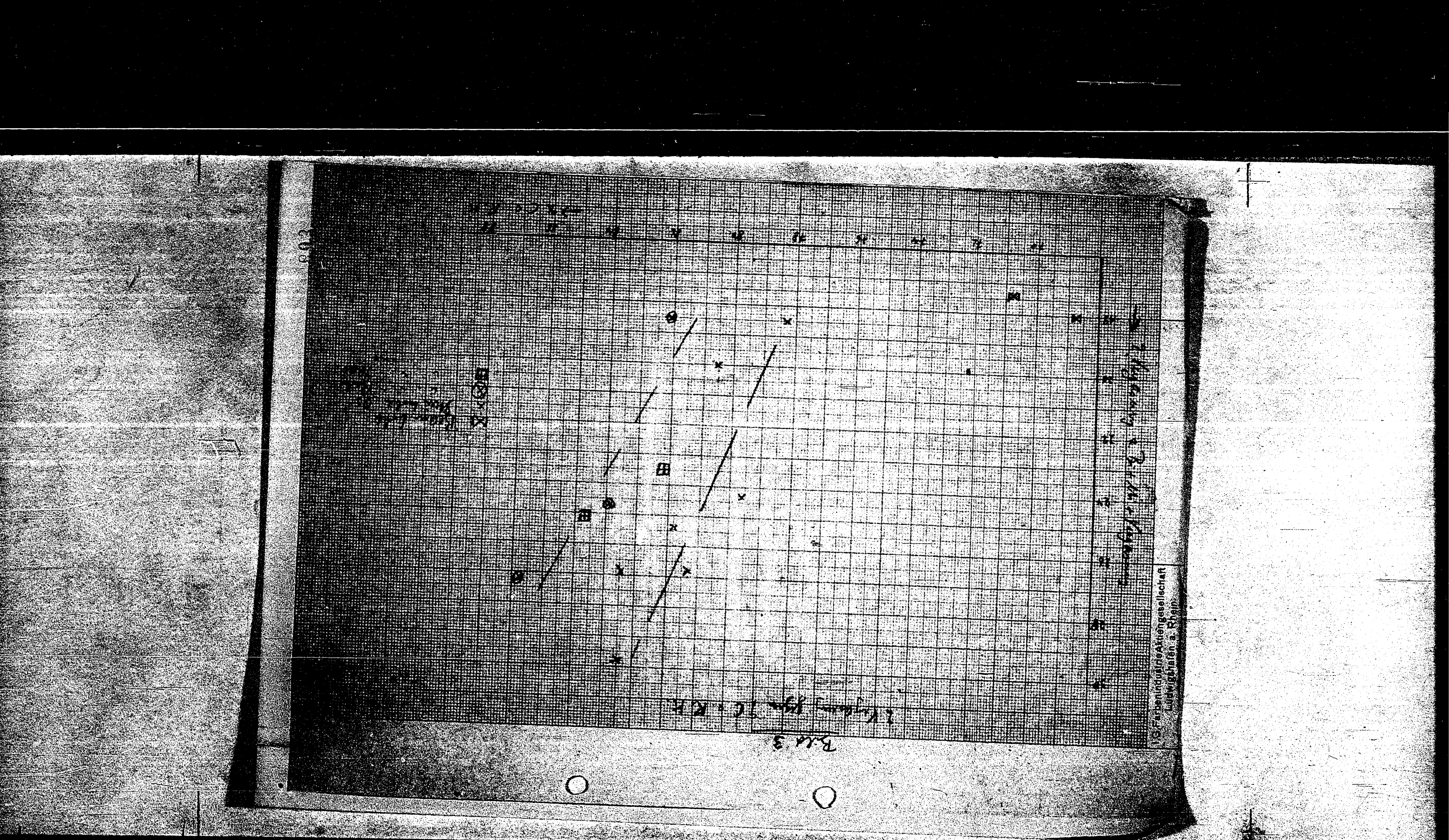
10. Ueber die Aufheizung von Krackrueckständen.
On pre-heating cracking residues.

Frame Nos. 891 - 896



892

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein



Hochdruckversuche
Lu 1

6.Jan.1944 Bu/Bb

Über die Aufheizung von Krackrückständen.

Zusammenfassung.

Die bisherigen guten Ergebnisse bei der Verarbeitung von Krackrückständen im 10- und 100-Ltr.-Ofen wurden mit Vorheizertemperaturen erzielt, die heute unzulässig hoch erscheinen. Neue Versuche erscheinen daher notwendig.

Bei Krackrückständen aus rumänischer Pacura ist gegenüber den innen sonst sehr ähnlichen Krackrückständen aus venezuelanischem Erdöl (P 1307 und P 1314) infolge ihres niedrigeren Schwefelgehaltes und demzufolge höheren Wertes für den disp. Wasserstoff eine etwas geringere Wärmetönung und damit ein etwas schlechteres Anspringen zu erwarten.

Die oben erwähnten Venezuela-Rückstände wurden im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. In dem Versuchsbericht sind nur die Temperaturgrenzen angegeben, innerhalb deren der Bleibad-Vorheizer zu fahren war, nicht aber die Temperaturen, die tatsächlich eingestellt werden mußten. Diese wurden jetzt deshalb nachträglich aus den Ofenbüchern ermittelt und zusammen mit den Ofentemperaturen und der Temperaturdifferenz Bleibad/M_1, die über den Zustand der Vorheizschlange Aussagen erlaubt, in der anliegenden Tabelle verzeichnet.

Hieraus zeigt sich, daß bei allen verarbeiteten Krackrückständen, sowohl denen aus Erdöl wie bei denen aus Gasöl, der Vorheizer im Durchschnitt sehr hoch, nämlich auf 460-465°C gefahren werden mußte, um mit den hohen Durchsätzen von rd. 1,0 Reaktionstemperaturen von 475-485° im Ofen zu erhalten, obwohl die Aufheizschlangen der Temperaturdifferenz Bad/M_1 nach sich in sehr gutem Zustand befanden. Die genannten Bleibadtemperaturen dürften infolge des ausgezeichneten Wärmeüberganges zur Rohrwandung den Ereitemperaturen verhältnismäßig nahe gekommen sein.

Nun können Rückschlüsse bezüglich der Aufheiztemperaturen von Befunden am 10 Ltr.-Ofen mit seiner relativ starken Abstrahlung, der Möglichkeit, ihn von außen zu beheizen, und seinen grundsätzlich anderen Strömungsverhältnissen auf die Großapparatur nur mit großer Vorsicht gezogen werden. Grundsätzlich bestehen aber die gleichen Abhängigkeiten. Bei derjenigen Versuchen, in denen sich eine gute Übereinstimmung der 10 Ltr.-Ofen-Resultate mit denen der Großapparatur herausgestellt hat, wie z.B. bei den Versuchen zur Verarbeitung schlammloser Kondensate, lagen die Temperaturen des letzten auf die Rohlange aufgegebenen Elementes S_4 - im Luftbad-Vorheizer ohne die

1) 736371 Kennziffer v. 17.5.1939.

[1] Siehe S. 4 dieses Berichtes.

Temperaturverhältnisse am Ofen 411 bei Verarbeitung von Crackrückständen.

P.Nr.	Datum	Vorh.°C	Ofen°C	Diff.Vorh./Übergang°C
1290	16.8.37	455	465	8
	25.8.”	456	478	2
	29.8.”	455	478	0
	2.9.”	455	476	4
	7.9.”	456	480	6
1285	12.9.”	467	485	12
	16.9.”	463	484	8
	21.9.”	464	484	10
	25.9.”	462	480	8
	4.10.”	462	480	8
	12.10.”	462	485	8
1307	18.10.”	464	488	8
	22.10.”	464	485	8
	26.10.”	464	485	4
	30.10.”	462	485	12
	1.11.”	464	485	8
1306	8.11.”	480	485	6
	11.11.”	460	485	2
	14.11.”	480	485	2
	18.11.”	460	485	2
	22.11.”	460	485	6
	24.11.”	460	485	4
1314	26.3.38	450	475	0
	27.3.”	456	475	0
	31.3.”	456	475	2
	5.4.”	460	475	2
	10.	465	485	4
	14.	464	477	4
	20.	462	477	6
	24.	465	485	6
	28.	465	482	6

TITLE PAGE

11. Zur Frage der Anspringtemperatur.
The question of incubation temperature.

Frame Nos. 897 - 898

Hochdruckver suche
Ia 1.

6s 36

29. Dezember 19[illegible]

(1)

Zur Frage der Anspringtemperatur

10-l-Ofenversuche von Kohlen der Heinitzkohle (K 1197) und Gl + Fl[1]), der Heinitzkohle + Heissschwelteer Captain-Zentrum (K 1376) (1:0,8) auf geringen Schwerölüberschuss[2]) und von K 1376 allein auf Schwerölüberschuss[3]) zeigten bezüglich der Temperaturverhältnisse der ersten Folgnächte (s. Anlage):

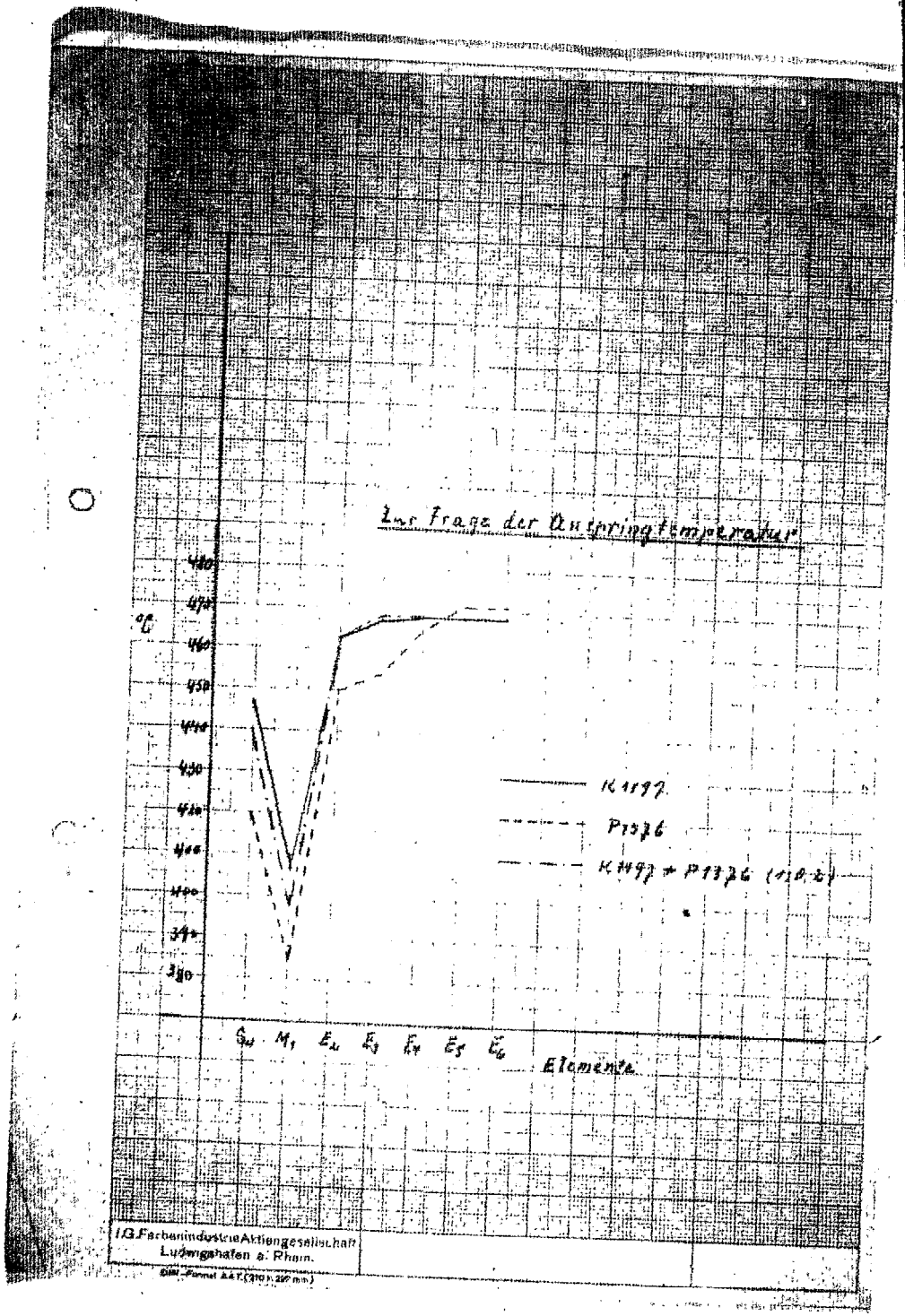
1) Die Kohle bedarf zur Erreichung optimaler Arbeitsbedingungen im Ofen einer um ca. 30° höheren Vorheizertemperatur als der Heissschwelteer. Der Teer ist also bedeutend reaktionsfähiger als die Kohle.

2) Bei der Mischung Kohle + Teer liegt die Vorheizertemperatur zwischen den Temperaturen bei den Einzelkomponenten und zwar wahrscheinlich je nach dem Mischungsverhältnis näher oder tiefer. Die Zumischung eines reaktionsfreudigen Bestandteiles zur Kohle erlaubt also eine Erniedrigung der Vorheizertemperatur und entspricht diesem somit, vermutlich in dem Maße des Zumischungsverhältnisses.

		K 1197	K 1197 + 1376	K 1376
Ofen		451	[illegible]	431
Datum 1940		[illegible]	[illegible]	[illegible]
Durchsatz		[illegible]	[illegible]	[illegible]
Element 4	°C	447	[illegible]	4[illegible]
" 3	"	457	[illegible]	[illegible]
" 2	"	463	[illegible]	450
" 1	"	467	[illegible]	454
" E	"	468	[illegible]	455
" 5	"	468	[illegible]	[illegible]
" 6	"	468	[illegible]	471

gez. Leonhardt
ges. Hupfe

1) Zus. 3. 2441 Fr.Nr. 8.5.42
2) Kls.2.5881 v.Dtm.Nr. 19.7.42
3) Kms.2.2441 Fr. 2.6.42


Zur Frage der Anspringtemperatur
°C
480
470
460
450
440
430
420
410
400
390
380
K 1197
P 1336
K 1497 + P 1336 (1:0,2)
G_M M_1 E_2 E_3 E_4 E_5 E_6
Elemente
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

TITLE PAGE

12. Messungen des Wärmeüberganges von Steinkohlebrei.
Measuring the heat transfer from mineral coal paste.

Frame No. 899

Hochdruckversuche
Lu 1

26. Oktober 1943 Lu/Ki

(12) 899

Messungen des Wärmeüberganges von Steinkohlebrei.

An Steinkohlebreien von der Verarbeitung schlesischer Kohle wurden Messungen des Wärmeüberganges über das Aufheizgebiet (150 - rd. 400°C) vorgenommen. Zweck der Versuche war, von dieser Seite her die Erscheinung der Quellung zu studieren, da zu erwarten war, daß die Viskositätssteigerung im kritischen Gebiet in einer entsprechenden Verschlechterung des Wärmeüberganges zum Ausdruck kommen würde.

Apparatur. Einem normalen 10 Lt-Ofensystem wurde eine weitere Vorheizschlange mit anschließendem Wärmeaustauschrohr vorgeschaltet. Das Meßrohr (10er Hochdruckrohr senkrecht 4 m lang) war von einem Dampfmantel umgeben, durch den im Gegenstrom (von oben nach unten) Hochdruckdampf von derjenigen Menge und Temperatur gefahren wurde, daß das Kohlebrei-Gas-Gemisch um 10-20° aufgeheizt wurde. Die Ein- und Ausgangstemperaturen von Brei und Dampf wurde durch Innenelemente gemessen.

Die Ergebnisse sind in dem anliegenden Kurvenblatt wiedergegeben. Einem allmählichen Anstieg des Wärmeüberganges bis etwa 320° folgte ein schlagartiger Abfall der K-Werte bis zu einem Minimum, das bei rd. 340-350° lag. Der daran anschließende Wiederanstieg der K-Werte wird steiler verlaufen, als er hier zum Ausdruck kommt, da die leichten Anteile des Anreibeöls hier bereits merklich zu verdampfen beginnen. Der Dünnbrei hat von Anfang an einen besseren Wärmeübergang und überdies ein flacheres Minimum. Das Minimum wird bei der selben Temperatur wie bei dem Dickbrei erreicht.

Im kritischen Gebiet und oberhalb davon trat eine allmähliche Verminderung des Wärmeüberganges bei unverändertem Weiterfahren ein, die sich durch Spülen mit Öl wieder beseitigen ließ. Vermutlich bilden sich an der Rohrinnenwand Beläge, die auf Asphaltentquellung zurückzuführen sind.

Die beschriebenen Messungen scheinen die Möglichkeit zu geben, Unterschiede von Kohlen hinsichtlich des Aufheizverhaltens und der Quellung, sowie den Einfluß von Kontakten, Verweilzeiten, Gasmengen, Breikonzentration usw. auf die Aufheizung genauer zu prüfen.

gez. Hupfer

TITLE PAGE

13. Hydrierung der Janinakohle auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm. Erste Ergebnisse.
Hydrogenation of "Janina" coal to gasoline and middle oil at 600 atm. First results.

Frame Nos. 900 - 904

Hochdruckversuche
Lu 1

9 10

8. November 1943 Hu/Eb

1. Postat

Hydrierung der Janina-Kohle auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm.

Erste Ergebnisse.

13

Zusammenfassung.

Die untersuchte Sendung der Janina-Kohle nimmt ihrem Hydrierverhalten nach entsprechend ihrem niedrigen C-Gehalt eine Mittelstellung zwischen Stein- und Braunkohle ein. Vorbehaltlich der Ergebnisse weiterer Versuche ist mit einer Leistung von über 0,35 und einer Vergasung von unter 2o % zu rechnen. Leider zeigt die Kohle ihren Übergangscharakter auch in der Bildung eines wahrscheinlich eisenreichen Kaviars, der bei ihrer technischen Verarbeitung die Oferentsandung nötig machen wird. Hervorzuheben ist ihr gutes Ansprigen, das ein Niedrigfahren des Vorheizers ermöglicht. Der Wärmeübergang des Kohlebreies scheint besser zu sein als bei anderen schlesischen Kohlen, was ebenfalls ihrem niedrigen Inkohlungsgrad entspricht.

gez. Hupfer

Gemeinsam mit:
Dr. Leonhardt
" Fürst.

Eilt!

Versuchsbericht.

Eine Sendung Stückkohle der I.G.- eigenen Janina-Grube, Libiaz, wird z.Zt. im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. Sie ist ihres C-Gehalt von 78,3%, sowie ihrem Inkohlungsgrad von 0,55 nach als besondere junge Steinkohle zu betrachten, wie aus der anliegenden Tabelle 1 hervorgeht. Auch in der Aschezusammensetzung liegt sie in der Mitte zwischen schlesischer Steinkohle und Braunkohle. Bemerkenswert ist der hohe Calciumgehalt, der den der Heinitzkohle um nahezu 100 % übertrifft. Die analysierte Probe enthält mit 5,3 % etwas zu viel Asche, da die gefahrene ungetränkte Kohle im Mittel 4,2 % Asche aufwies. Demnach ist für die Hydrierkohle mit einer Alkalität zu rechnen, die rund viermal so hoch liegt wie die der Heinitzkohle.

Angefahren wurde mit einem Rücklauföl aus dem schlesischen Kohlegemisch K 1242 (Beuthen + Heinitz). Es wurde die normale Kontaktkombination (Eisensulfat, Bayermasse, Sulfigran) verwendet. Die Ergebnisse der ersten Bilanzen sind in der Tabelle 2 aufgeführt.

Bereits in der ersten Fahrzeit (Bilanz 1) wurde deutlich, dass sich die Janina-Kohle erwartungsgemäß besser hydrieren läßt als Heinitz-Kohle. Es wurde eine höhere Leistung und eine niedrigere Vergasung erhalten.

In Bilanz 2 nach 15 Tagen Fahrzeit tritt eine weitere Verbesserung ein, und auch der verbesserte Wärmeübergang in der Vorheizung zeigte, dass nun das im Vergleich zu dem eigenen Rücklauföl ungünstigere Startöl aus dem Kreislauf praktisch verschwunden war. Mit der Benzin + Mittelöl-Leistung 0,37 und nur rd 17 % Vergasung - diese Werte dürfen natürlich noch der Bestätigung durch weitere Versuche - nimmt die Janina-Kohle in der Hydrierung die Mittelstellung zwischen Steinkohle und Braunkohle ein, die ihr ihren analytischen Daten nach zukommt. Besonders erfreulich ist auch ihr gutes Anspringen, da der Vorheizer (3) nur auf rd. 400° gebracht zu werden brauchte. Die Rückstandsaufarbeitung lief anstandslos.

Nach insgesamt 18 Tagen Fahrdauer setzte ohne äußeren Anlaß eine Verschlechterung der Ofenleistung ein, die stetig weiterging und sich zunächst in Bilanz 3 nach 20 Versuchstagen durch ungünstigere Resultate in jeder Beziehung - Leistung, Vergasung, Abbau und Asphaltabbau - äußerte. Schließlich fielen die Temperaturen der unteren Ofenelemente ab, was auf starken Absatz schließen ließ, und die daraufhin vorgenommene Kontrolle ergab, daß der Ofenführer sich nicht mehr bewegte, was vorher nicht bemerkt worden war, weil sich die Kugelwelle noch drehte. Der Versuch mußte dann am 23. Tag unterbrochen werden.

Der Ansatz [illegible] der unteren Kugelwelle am Flügel festgestellt. Die unteren Backenringe [illegible] Rührarm war teilweise herausgebrochen. In Ofen [illegible] wurden rd. 300g abgeschieden, die sich sandig anfühlten und Druck zerfielen, die nur im Ofenunterteil etwas verbacken war. Auch der Ofenabsatz [illegible] sehr viel [illegible] Kontakt.

Die von Dr. Lemme vorgenommene Mikro-Untersuchung des entölten Ansatzes ergab typische Kaviar-Kügelchen, vermischt mit Sandkörnchen und Schwefeleisen, letzteres der Form nach abgefallene Krusten. Nach dem Veraschen zeigten die Kaviar-Kügelchen fast durchweg den Farbton von Fe_2O_3 bzw. Fe_3O_4; nur wenige Körner waren grauweiß. Es handelt sich somit wohl um eine eisenreiche Kaviarform, wie sie schon einmal im 10 Ltr.-Ofen - bei der Verarbeitung von rheinischer Braunkohle mit viel aufgetränktem Eisensulfat - erhalten worden ist. Das mit Benzol entölte Produkt enthielt 97,1 % Asche, deren Zusammensetzung untersucht wird. Die Janina-Kohle zeigt also wie in ihrem günstigen Verhalten, so auch in dieser unerfreulichen Eigenschaft der Kavierbildung die Nähe ihrer Verwandtschaft mit der Braunkohle. Dieser Befund steht im übrigen mit der von uns vertretenen Theorie [1] im Einklang, dass die Alkalität einer Kohle für das Aschearbeitzen bzw. die Kaviarbildung bestimmend ist. Die Versuche werden in einem Ofen mit Bleifußentschlammung weitergeführt.

Im Gegensatz zum Ofeninhalt neigt der Kohlebrei nach Versuchen von Dr. Lemme nicht zum Arbeitzen. Die Vorheizschlange hatte 15% ihres Anfangvolumens verloren, was als normal [2] zu betrachten ist.

gez. Hupfer

1) Zusammenstellung 20 5074, Rank v. 10.6.42.
2) " 19 9891, Hupfer v. 27.2.42.

Tabelle 1

Eigenschaften der Kohle.

		Heinitzgrube [2] K 1197 v. 25.6.40	Janina [2] K 1262 v.12.4.43	Rhein-Union K 229 v.16.12.42
C	a.R.K. %	81,37	78,26	68,73
H	" "	4,83	4,83	4,74
O	" "	12,07	14,66	25,26
N	" "	1,17	1,82	1,19
S flüchtig	" "	0,23	0,42	0,017
S gesamt	" "	0,47	0,99	0,43
Cl	" "	0,04	ca 0,03	0,065
H disp.	H/100C	3,74	3,30	1,90
Inkohlungsgrad [1]		0,583	0,554	0,458
Flüchtiges	a.R.K. %	37,54	38,28	52,53
Urteer	%	9,50	7,21	8,64
Benzol	"	0,48	0,25	1,23
Asche	a.T.K. %	2,61	5,27	6,05
Alkalität	δ H_2SO_4/100g	10,1	48,8	63
Aschezusammensetzung				
SiO_2		26,69	20,27	7,30
Fe_2O_3		8,58	11,74	19,70
Al_2O_3		25,19	16,17	5,55
CaO		12,26	22,15	47,09
MgO		4,15	4,35	6,00
K_2O + Na_2O		2,35	1,33	1,44
SO_3		16,28	22,84	10,86
P_2O_5		1,26	0,12	0,14
TiO_2		-	1,03	-

1) nach Wiehuch
2) entascht

Tabelle 2.

Erste Bilanzen von der Verarbeitung der Janina - Kohle. (K 1262 v.12.4.43) auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm in 10 Ltr. - Ofen 455.

Bilanz Nr. / Tag 1943			1 17.10	2 25.10.	3 29.10.
Kohlevorbehandlung			entascht, getränkt, getrocknet u. gemahlen.		
Kontakte 1161[1]	aufgetränkt	%	1,2	1,2	1,2
6512[2]	koll.z.Brei	%	1,5	1,5	1,5
6709[3]	" "	%	0,3	0,3	0,3
Anreibung			1:1	1:1	1:1
Anreiböl Benzolrestes		%	6,7	5,5	5,5
Asche im Festen		%	28,4	32,9	28,1
im Öl -325		%	6,1	8,6	5,6
s-Asphalt		%	5,4	6,3	6,5
Kohle: Abschlammrückführung			1:0,1	1:0,1	1:0,1
Reinkohledurchsatz kg/tf.Vol./Std.			0,494	0,588	0,548
Gas cbm/kg R.K.			4,45	3,91	4,07
Temperaturen Vorheizer (S_4)		°C	394	400	401
Ofen		°C	471	471	471
Abscheider		°C	459	459	459
Umdrehungen des Ofenrührers pro Min.			40	40	40
Rohbilanz aus/Ein		%	99,7	98,9[4]	100,8
prakt./Theor.Verflüssigung		%	99,3	97,5	99,0
Abbau		%	97,4	96,2	94,2
Hochdrucköl gewinn a.R.K.		%	rd. 70	72,7	70,0
Prakt.Ölgewinn-(Bi+Mi)-Leistung		%	rd. 0,34	0,371	0,295
Benzin -200° im prakt. Ölgewinn		%	27,0	26,0	27,0
Anreiböl-Überschuß v.Hochdrucköl gew.		%	+0,7	+13,2	+23,1
Vergasung a. Bi+Mi+Verl.		%	rd. 20	16,3	21,7
Verg. C a. C in R.K.		%	rd. 17	14,0	16,4
davon C als CO		%	9	9,0	7,2
C als CO_2		%	1,4	5,0	2,7
Wasserneubildung a. R.K.		%	15,7	13,7	15,4
Asphalt:i Neuabschlamm a.R.K.		%	6,5	9,0	8,9
" a. festfreies Rücklauföl		%	4,7	6,5	6,6

1) Eisensulfat
2) ungeschwefelte Bayermasse
3) Sulfigran
4) korrigiert

TITLE PAGE

14. Stand der Versuche an den 10 Ltr.-Ofen.
Status of experiments on the 10 liter furnace.

Frame No. 905

Hochdruckversuche
Lu 558

995

1. September 1943 Dit/Ki

Stand der Versuche an den 10-l-Öfen. (14)

Ofen 411.

Die Spülleitung zum Kurbelzapfen des Ofens 411 wurde bei der Explosion am 29.7. undicht. Der Ofen brannte aus, was vor allem die Zerstörung zahlreicher Kabel zur Folge hatte. Da in der Folgezeit die Elektriker an anderen Stellen eingesetzt wurden, konnte die Installation des Ofens trotz nahezu täglicher Monierung erst in den letzten Augusttagen fertiggestellt werden.

Zur Zeit ist der seinerzeit unterbrochene Versuch zur Verarbeitung von Myslowitzkohle auf Schweröl-Überschuß wieder im Anfahren. Wie sich bereits bei der Verarbeitung der Kohle auf Benzin und Mittelöl [1]) gezeigt hatte, unterscheidet sich die hier geprüfte Sendung der Myslowitzkohle von den bisher untersuchten Hydrierkohlen der Beuthen- und Heinitzgrube vor allem durch etwas schlechteren Abbau und dadurch, daß das entstehende Schweröl zu einem weit höheren Maße aus dem Abscheider in den Abstreifer überdestilliert. Beides hat eine hohe Festekonzentration im Abschlamm zur Folge, der durch Einpumpen von Verdünnungsöl in den Abscheider zur Verhinderung von Störungen begegnet werden muß. Das Gesamtverhältnis Abschlamm : Verdünnungsöl ist auf rund 45 : 55 einzustellen gegen etwa 65 : 35 bei anderen schlesischen Kohlen, was eine Mehrbelastung der Abstreiferdestillation bedingt. Zur Erzielung einer einwandfreien Rückstandsaufarbeitung, d.h. einer ausreichenden Asphaltreduktion, bedarf die Kohle etwa der gleichen Reaktionstemperatur wie die anderen schlesischen Kohlen. Ihr Vorteil, der allerdings bei der Schwerölfahrweise nicht so stark zum Ausdruck zu kommen scheint, liegt in der gegenüber anderen schlesischen Kohlen niedrigen Vergasung. Die bisher von diesem Versuch genommenen Bilanzen und deren Unterlagen sind durch den Brand in Lu 558 und 582 vernichtet worden und nicht mehr beschaffbar. Aus der Erinnerung läßt sich eine Leistung von rund 0,45 - 0,50 angeben, die Vergasung hat 18 - 19 % betragen. Die Kohle dürfte sich demnach auch gut zur Verarbeitung auf Schweröl eignen.

Ofen 451/55.

Hier läuft ein Versuch zur Verarbeitung von Abstreiferschweröl, das in Kammer 804 bei 700 at im Heizölgroßversuch aus schlesischer Steinkohle gewonnen worden war, bei 250 at, um diese Möglichkeit des Einsatzes der italienischen Sumpfphasekammern in Blechhammer zu untersuchen. Erst bei der hohen Temperatur von 26,0 mV, bei der der Ofen noch ruhig liegt, und hoher Kontaktzugabe von 2 % Grude - Eisen + 2 % elementaren Schwefels wurde eine einigermaßen befriedigende Benzin + Mittelölleistung von rund 0,2 erzielt, allerdings bei einer Vergasung von schätzungsweise 27 %. Weder die Verwendung von 7 % elementaren Schwefel anstelle der vorgenannten Kombination noch die Zugabe von etwas Heißschwelteer scheinen eine wesentliche Besserung zu bringen. Das Schweröl läßt sich bei 600 at wesentlich besser spalten. Hierbei wurde eine Leistung von über 0,3 bei nur rund 18 % Vergasung erhalten.

1) 216451 Hupfer-Leonhardt v.29.3.43

gez. Hupfer
gez. Leonhardt

TITLE PAGE

15. Verarbeitung von Erdöl in geraden Durchgang.
Processing petroleum in straight passage.

Frame Nos. 906 - 907

Hochdruckversuche
Lu 558.

30. Juni 1943 Ku/Le

Verarbeitung von Erdöl im geraden Durchgang.

Zusammenfassung.

Neuere Ergebnisse vom Fahren eines paraffinbasischen Schwerölrückstandes in geradem Durchgang bei 600 atm werden mit früheren Versuchen bei 250 atm verglichen. Die Vorteile der Druckerhöhung sind in diesem Falle gering.

Der Topprückstand über 350° eines aus Pölitz gelieferten Probe rumänischen Erdöls (D 1490) wurde im 10 Ltr.-Ofen in einem kurzen Versuch bei 600 atm im geraden Durchgang hydriert, um Abstreifer-schweröl für Versuche zur Verarbeitung über festangeordnetem Kontakt zu liefern. Als Kontakt fanden 0,5 ℓ Eisen-Grude alkalisiert und, da das Abwasser geringe Anzeichen von Chlorikorrosion gezeigt hatte, 0,2 ℓ Sulfigran Verwendung. Auf die anfänglich versuchshalber angewandte Abschlammrückführung konnte im Laufe des Versuches verzichtet werden, da der Ofen sehr ruhig lag und die Preisschlange nicht allzu gefährdet erschien.

Die Temperaturdifferenz 5/Kl nahm jeweils im Verlauf mehrerer Stunden stetig zu, um dann plötzlich abzufallen, eine Erscheinung, die gelegentlich durch Bildung und Abplatzen von Krusten erklärt wurde. Bei dem hier verarbeiteten fast asphaltfreien Erdölrückstand ist eher ein periodisches Abgleiten von Kontakt für wahrscheinlich zu halten. Bei den höheren Strömungsgeschwindigkeiten der Grosse-apparatur sind Schwierigkeiten in dieser Beziehung kaum zu erwarten.

Der Versuch (siehe Anlage) verlief störungsfrei. Es fiel ein braungrüner Abschlamm an. Mit einer geringfügigen Vergasung von 3,4 ℓ wurde bei der Leistung von fast 1,2 ein Ölgewinn erhalten, der zu rund 48 ℓ aus Schweröl über 350° bestand.

In einem älteren Versuch[1] war ein Topprückstand aus dem ähnlichen, d.h. gleichfalls paraffinbasischen Ölwerather Öl bei 250 atm und mit halb so viel Gas gefahren worden; die Verweilzeit im Ofen war also annähernd dieselbe. Es wurde damals eine Leistung von 1,0 bei einem Anteil von 52 ℓ Schweröl im Ölgewinn erzielt. Die Vergasung war dem niedrigeren Druck entsprechend etwas höher als bei dem Versuch mit dem rumänischen Öl. Die weitgehende Ähnlichkeit der Ergebnisse zeigt, dass der Einfluss des Druckes bei der Verarbeitung eines paraffinbasischen Erdöles im geraden Durchgang von geringerer Bedeutung ist, wobei allerdings in den vorliegenden Fällen zu berücksichtigen ist, dass bei 250 at die doppelte Menge eines dann noch aktiveren Kontaktes (Molybdän-Grude) verwendet wurde. Die Wärmetönung war bei dem niedrigen Druck so gering, dass ein Anspringen des Ofens nicht mehr zu erkennen war. Vielmehr trat ein Temperaturabfall vom Vorheizer zum Ofen ein, während bei 600 atm noch ein schwaches Ansprin en erfolgte.

gez. Pier
gez. Leuchard.

---

1) siehe Zusammenstellung 211.01 Leuchardt v 23.2.

Verarbeitung von Erdöl in geradem Durchgang

Erdöl		Rumänien		Elwerath
P-Nr.		1490 getoppt		189 getoppt
Druck	atü	600	600	230
Temperatur Vorheizer	°C	468	473	476
Ofen	°C	471	475	472
Abscheider	°C	459	456	454
Frischöldurchsatz		0,946	1,224	1,035
Abschlammrückführung: Frischöl		0,5:1	0,5:1	0
Gas cbm/kg Frischöl		2,44	2,32	1,6
Kontakte a. Frischöl	%	0,5 8802 1)	0,5 8802	1,0 5475 3)
		0,2 6709 2)	0,2 6709	-
Ofenumdrehrer	U/Min.	40	40	-
Rohbilanz	%	98,3	99,3	-
Ausbeute a. Reinfrischöl + H_2-Verbrauch	%	96,8	99,0	-
Prakt. Ölgewinn a. Frischöl	%	90,8	95,9	97,5
darin Benzin -200°	%	16,3	15,8	10,2
Mittelöl 200/350°	%	42,5	36,4	37,8
Schweröl	%	41,2	47,8	52,0
Prakt. Ölgewinn-Leistung		0,859	1,173	1,01
Vergasung a. Ölgewinn+Verg.	%	6,0	3,4	5,0
Vergastes C a. C im Frischöl	%	5,7	3,4	-
Wasserneubildung a. Frischöl	%	1,3	0,3	-
Abschlamm neu a. Frischöl	%	12,7	8,5	6,9
Schwefelausbeute v. Öl in Abschl.	%	88,7	93,3	-
Asphaltabbau		81,1	82,9	-
Festabbau		12,0	82,6	-
Ofen		451	451	455
Tag		4.6.43	8.6.43	4.5.33
Erdöluntersuchung				
spez. Gewicht/50°		0,9[illegible]		0,904
Festes	%	1[illegible]		0,08
Asche i. Ganzen	%	0,7		0,04
n-Asphalt	%	1		0,09
-325°	%			6,0
-350°	%	9,3		-

1) Eisen-Grude alkal.
2) Na$_2$S, Sulfigran
3) Molybdän-Grude.

TITEL PAGE

16. Versuche im 1 Ltr.-Ofen mit Schwefel als Sumpfphasekontakt.
Experiments in 1-liter furnace with sulfur as "Sumpfphase" catalyst.

Frame Nos. 908 - 913

Hochdruckversuche
Lu 1

938

23.Oktober 1943 Rt/Eb

Versuche im 1 Ltr.-Ofen mit Schwefel als Sumpfphasekontakt.

Zusammenfassung.

Bei der Verarbeitung von getopptem Schwelteer aus oberschlesischer Kohle auf Schweröluberschuß bei 250 atm wurde die Kontaktwirkung von Schwefelzusatz (5 % auf Frischteer bezogen) in Abwesenheit sonstiger Kontakte mit der Wirkung von 1 % Leunaer Grude- Eisen-Alkalikontakt verglichen. Mit Grudekontakt wurde unter gleichen Fahrbedingungen, insbesondere bei gleicher Temperatur eine etwa 20% bessere Leistung bis 325° und möglicherweise ein etwas besserer Asphaltabbau erreicht als mit Schwefel, während in den Eigenschaften der Benzine, Mittelöle und Schweröle keine deutlichen Unterschiede zu erkennen waren.

Da sich Steinkohlenschwelteer bei 250 atm auch bei hoher Temperatur wie in den vorliegenden Versuchen (25,3 MV) nur mit schlechter Leistung und relativ schlechtem Asphaltabbau verarbeiten läßt, erscheint es nicht ausgeschlossen, daß bei einem leichter verarbeitbaren Produkt bzw. unter optimalen Verarbeitungsbedingungen größere Unterschiede zwischen Schwefel als alleinigem Kontakt und Grude-Eisen- Alkali zutage treten.

Im Sumpfofen 302 (Volumen 1445 ccm) wurde in einem etwa 20 tägigen Versuch ein -325° getoppter Steinkohlenschwelteer im geraden Durchgang bei 250 atm verarbeitet, wobei Schwefel als alleiniger Kontakt mit dem Grude-Eisen-Kontakt K 8802 verglichen wurde. Unter sonst gleichen Fahrbedingungen wurden abwechselnd 5% K 4175 (Schwefel) bezogen auf Frischteer und 1% K 8802 (Grude Ch 12 (Leuna) nicht aktiviert- Eisen-Alkali) zugesetzt.

Frischteer: P 1511 v. 11.9.42 (B.T.-Teer aus Oheim-Nußkohle Oberschlesien) getoppt -325° v. 29.7.43 (=45% vom wasserfreien Gesamtteer).

Eigenschaften: Erweichungspunkt 70,0° Krämer-Sarnow.
12,3 % Festes
2,4 % Asche im Festen
87,7 % Öl, spez.Gew. 1,100/120°, 32,7% s-Asphalt, Vakuum-Kurve des Öles steht noch aus.

Fahrbedingungen: 700g Frischteer pro Stunde - Durchsatz 0,485kg/Ltr. Ofenvol.Std.
700g Abschlammrückführung
keine Rückführung von Abstreiferschweröl.
2000 Ltr. Gas/Stunde

9 9

Temperaturen: Vorheizschlange Ausgang 22 MV
Ofen Eingang etwa 24,5 MV
übrige Elemente 25,3 MV (zu Anfang des Versuches 25 MV, dann zur Erhöhung der Leistung vorgefahren; Abscheider (420 ccm) anfangs 24 MV, später 24,5 MV.

Druck: 250 atm ohne Gaskreislauf (entsprechend 243 atm I. Partialgas). Wegen Kompressorausfall wurde einige Tage bei 230 atm gefahren.

Der ausgeschiedene Abschlamm wurde nicht aufgearbeitet.

Über die einzelnen Versuchsbedingungen, Kleine Produkt- und Abschlamm-Untersuchungen, Ausbeuten, Leistung und Vergasung orientiert Tabelle 1. Die Zahlen der Tabelle sind zum Teil nur relative Werte, z.B. wurde die Benzinkonzentration im Anfall bis 3250 nach den Prozentzahlen der Englerdestillation berechnet ohne Korrektur für den Unterschied zwischen Englerdestillation und Kolonnenzerlegung. Da es sich bei den vorliegenden Versuchen in 1. Linie nur um den Vergleich zwischen Schwefel und dem Grudekontakt handelte, erübrigte sich eine solche Korrektur.

In Tabelle 2 sind zur grösseren Übersichtlichkeit noch Mittelwerte aus den Zahlen der Tabelle 1 für die verschiedenen Fahrperioden angegeben und in den beiden letzten Spalten der Tabelle 2 Mittelwerte aus sämtlichen Fahrperioden mit Schwefel bei 25,3 MV einerseits und mit Grudekontakt ebenfalls bei 25,3 MV andererseits.

In Tabelle 3 sind Genauere Produktuntersuchungen aus je einer Fahrperiode mit Schwefel und mit Grudekontakt wiedergegeben.

Aus den Daten der 3 Tabellen geht hervor, dass die Ergebnisse mit beiden Kontakten unter den gewählten Versuchsbedingungen sehr ähnlich sind. Ein deutlicher Unterschied zeigt sich nur in der Leistung - 350°, die bei Grudekontakt um fast 20 % höher ist als bei Schwefel, d.h. zur Erzielung gleicher Leistung wäre bei Schwefel entweder eine höhere Temperatur als beim Grudekontakt oder ein noch höherer Zusatz als 5% erforderlich. Möglicherweise ist auch der Asphaltabbau beim Grudekontakt etwas besser. In Konzentration und Produkteigenschaften sind keine wesentlichen Unterschiede feststellbar. (Die scheinbaren Unterschiede im Phenolgehalt der Benzine und Mittelöle dürften, wenn man die spezifischen Gewichte vor und nach der Raffinierung zum Vergleich heranzieht und ferner berücksichtigt, dass die Effekte bei Leichtöl und Mittelöl in umgekehrter Richtung liegen, nicht oder wenigstens nicht in vollem Umfange reell sein). Ein genauerer Vergleich der Beständigkeiten der Schwerole steht noch aus.

Zu den gefundenen geringen Unterschieden zwischen den Ergebnissen mit Schwefel und mit Grudekontakt ist aber zu bemerken, dass die Versuche unter Bedingungen durchgeführt wurden, die für die Verarbeitung von Steinkohlenschwelteer ungünstig sind (niedriger Druck von 250 atm). Dies äusserte sich vor allem in der trotz hoher Temperatur sehr geringen Leistung und den relativ schlechten Asphaltabbau. Es ist daher nicht ausgeschlossen, dass sich in günstigeren Verarbeitungsbedingungen (z.B. 300 atm) oder gar schon bei 250 atm

leichter verarbeitbaren Produkt wie etwa Braunkohlenteer ein deutlicher Unterschied zwischen Grude und Schwefel zutage treten würde. Versuche in dieser Richtung sollen gelegentlich aufgenommen werden.

Ausbauberfund nach Beendigung des Versuches: Ofen frei, Abscheider unteres Drittel völlig frei, obere Hälfte Anoda, die aber möglicherweise auch aus einem früheren Versuch mit Schieferteer und Schieferkonzentrat stammen kann.

gez. Reite

Gemeinsam mit: Dr. Deigan,
Dr. Rottermacher,
Dr. Rotter.

Untersuchungen: Dr. Schiffmann,
Dr. Meier.

Tabell

Versuchsverlauf und

Frischteer	P 1511 v.11.9.42, getcppt -325° v.23.7.43 (Sendung I)		P 1511 v. 11.9.42, geto			
Druck	250 atm					
Kontakt	5% K 4175		1% K 8802			
Datum 1943	6.8. c	7./8.8. c ab	10.8. b	11.8. be	12.8. ab	12/13. ca
Temperatur MV Ofen	25	25,3	25,3	25,3	25,3	25,
" " Abscheider	24	-	-	-	24,5	-
Gas Ltr./h	2000	-	-	-	-	-
Ein: Frischteer g/h	700	-	-	-	-	-
Abschlammrückführung g/h	700	-	-	-	-	-
Kontakt	35	-	7	-	-	-
H_2O-Spülung	75	-	-	-	-	-
Öl- "	19	-	-	-	-	-
Gesamt	1529	1529	1501	1501	1501	1501
Aus: Produkt g/h	426	488	521	600	453	539
Abschlamm	905	902	836	911	843	917
H_2O	87,5	87	37,5	74,5	77,5	74,
Vergasung	-	63,5	-	-	41,5	58,
Gesamt g/h	1470	1540,5	1460	1640	1415	1588
Produkt						
Spez.Gew./20°	1,020	1,024	1,025	1,032	1,034	1,03
Gew.Engler: Beginn	80	85	110	158	90	80
%-200	5,4	6,7	6,0	4,1	5,2	5,6
325	41,6	48,1	41,8	41,7	37,3	38,0
350	60,6	63,2	65,6	59,8	53,6	56,0
Abschlamm						
% H_2O	0,5	3,2	0,5	1,3	1,3	
% Festes	2,6	3,5	2,4	3,3	2,8	
% Öl	96,9	93,3	97,1	95,4	95,9	
% Asche i. Festen	21,4	12,2	28,9	21,5	29,9	
Öl: s-Asphalt	13,6	11,5	11,6	12,3	10,0	
Spez.Gew./80°	1,086	1,086	1,084	1,090	1,084	1,101
Gew.Engler: Beginn	200	198	235	210	200	
%-200	-	-	-	-	-	
325	7,6	6,0	15,0	8,1	9,2	
350	15,6	19,0	26,4	15,1	17,4	
Neuleistung -325[1]	0,135	0,170	0,179	0,184	0,125	(0,15
%Vergas./Neuleistg.-325+Verg.	-	18,3[2]/22,7[3]	-	-	18,6	20,5
% Bi -200° i.Bi+Mi[1]	12,0	13,3	12,2	9,2	13,1	13,2
% Abschlamm herausgezogen auf Frischöl	293	28,9	19,5	30,2	20,5	31,0

1) nach Gew.Engler berechnet
2) Analyse vom 7.8.ab ; Fahrbedingungen wie 7/8.8.cab
3) " " 8/9.8.ca
4) Spez. Gew. -325° 0,960/20°; >325° 1,034/80°

Tabelle 1

auf u.d Produktuntersuchungen.

r. 11.9.42, getoppt -325° v. 28 7.43 (Sendung II)

			230 atm				250 atm					
02		5% K 4175				1% K 8802				5% K 4175		
3.	12.8. ab	12/13.3. ca	13.8. c	14.8. ab	15.8. bc	15/17.8. c+a	18.8. c	19.8. ab	20.8. abc	21.8. bc	22.8. a	23.8. bc	24.8. a
3,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3	25,3		25,3	25,3
	24,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-			-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-			-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	35	-	-	-	7	-	-	-	35	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1	1501	1501	1529	1529	1529	1529	1501	1501	1501	1501	1529	1529	1529
0	453	559	485	556	473	470	627,5	542,5	689,5	735	546	615	562,5
1	843	917	850	830	829	896	703	873	577,5	700	812	886	767,5
4,5	77,5	74,5	110	83	84,3	73,8	47,5	50,5	46	40,5	75	45	52,5
-	41,5	58,1	-	-	63,1	75,8	-	86,6	-	-	-	66,6	-
0	1415	1588,6	1510	1530	1459,4	1515,6	1440	1552,6	1370	1540	1490	1672,6	1445
	34	1,03	1,020	1,018	1,026	1,033[4]	1,024	1,026	1,020	1,022	1,038	1,038	1,030
	2	80	92	82	85	85	96	80	85	90	90	95	95
	5,2	5,6	60	5,2	4,7	5,6	5,9	5,0	8,6	4,1	4,9	7,8	3,5
	7,3	38,0	42,6	43,0	33,8	39,0	43,8	41,7	48,2	47,7	3,2	39,2	38,8
	5,6	56,0	57,9	58,2	52,8	53,6	58,4	57,5	62,4	60,8	4,7	52,0	53,0
,3	1,3		1,4	2,1	2,3	2,5	0,8	0	1,4	1,6	2,3	3,6	2,8
,3	2,8		3,8	4,3	4,5	5,0	5,5	5,3	8,6	8,1	7,3	6,2	8,0
,4	95,9		94,8	93,6	93,2	92,5	93,7	94,7	90,0	90,1	90,4	90,2	89,2
,5	29,9		35,1	34,2	34,6	30,1	34,3	33,6	34,3	33,5	33,6	35,0	29,5
,3	10,0		9,0	8,3	7,0	12,8	10,6	7,5	8,0	9,3	12,9	10,2	12,6
90	1,084	1,101/50	1,080	1,088	1,064	1,084	1,082	1,056	1,064	1,062	1,076	1,074	1,076
10	200		205	204	208	200	200	206	200	215	210	200	205
-	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
,1	9,2		13,5	10,8	16,8	10,4	15,3	19,8	17,3	17,1	8,4	13,9	10,0
,1	17,4		20,5	18,3	25,1	17,2	21,9	29,8	26,4	25,7	16,8	23,3	17,8
84	0,125	(0,156)	0,156	0,176	0,141	0,140	0,191	0,179	0,217	0,243	0,166	0,185	0,155
-	18,6	20,5	-	-	23,6	27,4	-	25,1	-	-	-	20,2	-
,2	13,1	13,2	12,9	11,4	11,0	13,0	13,4	10,5	19,0	8,6	11,2	18,1	9,0
,2	20,5	31,0	21,5	18,6	18,5	28,0	0,4	24,7	-17,5	0	16,0	26,6	9,7

Tabelle 2.

Mittelwerte zu Tabelle 1.

	K 4175	–	K 8302	K 4175	–	K 8302	–	K 4175	K 4175	K 4175
Kontakt	5%	–	1%	5%	–	1%	–	5%	5%	5%
Druck at	250	–	–	–	230	–	250	–	250	–
Temp. °C	25,0	25,3	–	–	–	–	–	–	25,3	–
Gas Ltr./h	2000	–	–	–	–	–	–	–	2000	–
Eingang:										
Frischöl g/h	700	–	–	–	–	–	–	–	700	–
Absolutdruckführ. g/h	700	–	–	–	–	–	–	–	700	–
Gesamt[1] g/h	1529	–	1501	1529	–	1501	–	1529	1529	1501
Ausgang:										
Produkt g/h	427	488	521	485	500	627,5	656	574,5	512	604
Absolutöl g/h	902	902	874	850	852	703	717	822	854,5	765
Vergasung	–	65,5	49,8	–	69,5	–	86,6	66,6	66,9	60,2
Gesamt	1429	1540,5	1526	1510	1502	1440	1487	1516	1517	1484
Prod. Spez.Gew./20°	1,020	1,024	1,020	1,020	1,026	1,024	1,023	1,035	1,026	1,026
Gew.Anteil: Siedet.	80	85	110	92	84	96	85	93	89	92
% – 200	5,4	5,7	5,2	[illegible]	[illegible]	5,3	5,9	5,8	5,9	5,7
– 250	[illegible]	[illegible]	40,7	42,[illegible]	40,3	43,[illegible]	45,9	40,1	42,8	41,5
– 300	[illegible]	[illegible]	58,9	57,[illegible]	54,9	58,4	60,8	53,2	57,1	53,1
Abschlamm										
% H2O	0,1	2,4	1,0	1,1	2,2	0,1	2,	2,2	2,	2,0
% Fe	3,1	3,5	2,8	3,6	4,6	5,2	7,	7,2	4,	3,1
% Cl	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Asche i.Form	[illegible]	[illegible]	25,8	35,1	33,0	24,3	35,8	32,7	28,3	[illegible]
Öl % G-A	[illegible]	[illegible]	11,3	9,0	9,4	10,6	8,3	11,2	10,2	[illegible]
Spez.Gew./15°	1,0[illegible]	[illegible]	1,086	1,080	1,079	1,082	1,061	1,075	1,080	[illegible]
Ver.Bodensatz	200	[illegible]	215	205	204	200	207	209	203	[illegible]
% – 300	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
– 325	7,[illegible]	[illegible]	10,8	13,5	12,7	5,3	10,1	10,[illegible]	[illegible]	[illegible]
– 350	15,[illegible]	[illegible]	11,6	20,5	20,[illegible]	11,9	27,2	19,[illegible]	[illegible]	[illegible]
Restkoksgehalt – 325	0,1[illegible]	[illegible]	,161	0,80	0,152	0,10	0,213	0,168	0,159	0,10
% Verbrauch g/kWh	[illegible]	[illegible]	19,5	–	25,5	–	25,1	20,2	[illegible]	22,[illegible]
Leistung K – 325 t/Tag	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
% B1 – 200 in Destillat	[illegible]	[illegible]	11,[illegible]	[illegible]	11,[illegible]	13,4	12,7	12,8	[illegible]	[illegible]
% Abschlamm bezogen auf Einsatzöl	29,3	[illegible]	29,[illegible]	[illegible]	21,7	0,4	2,4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Durchsatz t/24 Std.	1		4	[illegible]	3	1	3	3	[illegible]	
Wirtsch. Durchsatz	–									

[1] [illegible]

[2] [illegible]

Tabelle 3.

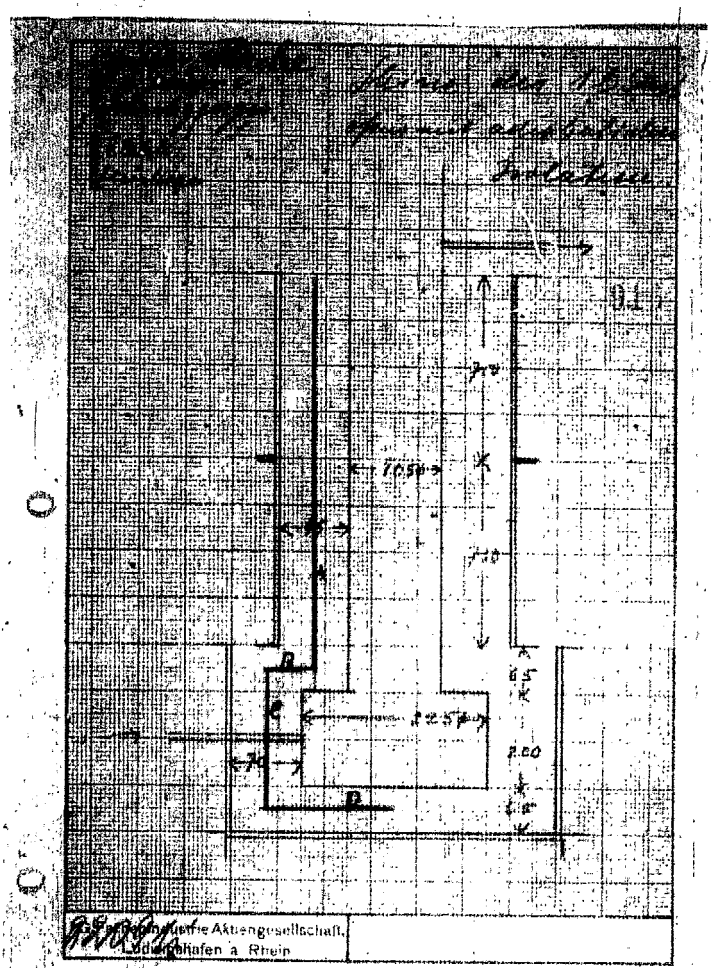
Eingehenderer Produktvergleich.

Kontakt	1% K 8802			5% K 4175	
Druck atm	250			230	
Temperatur MV	25,3			25,3	
Datum	12./13.8. o+a			15.8. bo	
Anfallprodukt					
spez.Gew./20°	1,030			1,025	
Gew.Engler					
Beginn	80			87	
% - 200	5,6			5,2	
250	14,1			14,7	
325	38,0			40,1	
350	56,0			55,1	
Benzin -200° Gew.%	6,2			8,0	
roh Spez.Gew. 20o	0,857			0,865	
A.P. °	+10,0			+ 8,5	
% Phenole	12,2			23,9	
mit Na OH behandelt					
(entphenolt)					
Spez.Gew./20°	0,810			0,814	
A.P. I/Ia	+11,0/15,0			+10,2/13,0	
II	61,0			59,0	
ASTM Beginn	100			92	
% -100	-			1,2	
120	13			11,5	
150	49			43	
170	71			63,5	
180	81			72	
200	94			98,2	
Endpunkt/%	220/99			228/98	
Zusammensetzung					
Gew.% Paraffine	34			31,5	
Naphthene	15,5			18	
Aromaten	42,5			42	
Ungesättigte	8			8,5	
110-140° Spez.Gew./A.P.	0,786/20	+10,0		0,778/20	+12,8
150-180° " " "	0,816/20	+10,0		0,820/20	+ 7,0
180-210° " " "	0,836/20	+15,5		0,845/20	+ 9,2
Mittelöl 200-325° Gew.%	35,4			31,4	
roh Spez.Gew./20°	0,985			0,982	
A.P. in Mischung	+18°			+17°	
Phenole	51%			21%	
Gew.Engler Beginn	185			195	
% -200	0,3			-	
250	32,3			32,5	
300	77,3			82,2	
325	92,4			95,2	
Endpunkt/%	340/97,3			336/98,2	
entphenolt					
spez.Gew./20°	0,962			0,962	
A.P. in Mischung	+18°			+17°	
ungesättigte	14,3%			14,8%	
210-230 Spez.Gew./A.P. in Mischung	0,905/20	+20		-	
240-270 " " "	0,940/20	+18		0,945/20	+17,2
280-310 " " "	0,977/20	+17		0,983/20	+16,8
Schweröl 325° Gew.%	57,9			60,6	
spez.Gew./50°	1,060			1,060	
Vakuumdestillation	(15 mm)			(15 mm)	
Beginn	192			177	
%-225	37,2			40,0	
275	86,2			86,7	
325	97,0			98,0	
-225 Spez.Gew.	1,040/40			1,041/40	
225-275 " "	1,055/60			1,058/60	
275-325 " "	1,075/90			1,076/90	
Heizöluntersuchung	steht noch aus			steht noch aus	

TITLE PAGE

17. Anspringen bei der Kohlehydrierung in Sumpfphase.
"Starting" in coal hydrogenation in the Sumpfphase.

Frame Nos. 914 - 916



Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Hydrierversuche
Lu 1.

2. November 1943. Do/Le

Anspringen bei der Kohlehydrierung in Sumpfphase.

Die Wärmetönung bei Kohlehydrierung an Bi + Mi ist 220 WE/kg Brei, davon fallen in Ofen I 46 %, II 29 %, III 23 % an. D.h. im Ofen I fallen 25 % der Gesamtwärmetönung mehr an als im Ofen III, man kann diesen Teil von 55 WE/kg Brei als verantwortlich für das Anspringen ansehen. Im 1,4 Ltr.-Ofen und Breidurchsatz 0,9 sind das $1,4 \times 0,9 \times 55 = \sim 70$ WE/Std., die man als Anspringwärmetönung bezeichnen kann. Hierdurch wurde der Kohlebrei und Wasserstoff um $\sim 45^{\circ}$C aufgeheizt. Der Ofen hat 35 mm Innen- und 100 mm-Aussendurchmesser und $\sim 1,6$ m Länge des Reaktionsraumes. Es sei weiter angenommen, dass wegen der Wärmeleitung des Druckrohres die Wärmetönung nur in den unteren 1000 mm des Ofens gemessen werden soll und dort $\frac{1}{1,6} = \sim 40$ WE/Std. beträgt. Weiter soll das Druckrohr 75 mm stark $\frac{7,5}{1,8}$ isoliert werden. Der mittlere Querschnitt der Isolation für den Wärmedurchgang ist:

$$\frac{17,5^2 \cdot 3,14}{4} + 17,5 \cdot 3,14 \cdot 100 = 40 + 5500 = 5740 \text{ cm}^2$$

$$= 0,574 \text{ m}^2.$$

Der Wärmedurchgang ist dann bei einer Wärmeleitfähigkeit der Isolierschicht aus Schlackenwolle[1]) von 0,067 $\frac{\text{WE.m}}{\text{m}^2.\text{Std.}^{\circ}\text{C}}$ für 10°C Temperaturdifferenz zwischen Isolation aussen und innen:

$$\frac{10 \cdot 0,067 \cdot 0,57}{0,075} = 5 \text{ WE/Std.}$$

Eine Wärmetönung von rund 40 WE/Std. müsste also ohne weiteres messbar sein.

Es soll nun berechnet werden, wie gross die Wärmeverluste bei einem Ofen mit Flanschen unten mit Maßen nach beiliegender Skizze sind. Der Wärmedurchgang erfolgt durch die mit A, B, C und D bezeichneten Flächen, wobei für A wiederum eine Länge von 1 m angenommen sei. Die Grösse dieser Flächen ist: A = 0,65, B = 0,026, C = 0,25 und D = 0,068 m², die Dicke der Isolierschichten ist bei A = 0,095, B = 0,065, C = 0,07 und D = 0,065 m². Der Wärmedurchgang durch diese Teilflächen ist bei der oben genannten Wärmeleitfähigkeit der Isolation von 0,067 $\frac{\text{WE.m}}{\text{m}^2.\text{Std.}^{\circ}\text{C}}$ und 10° Temperaturdifferenz:

Fläche A =	$\frac{0,65 \cdot 0,067 \cdot 10}{0,095}$	=	4,5 WE/Std.
B =	$\frac{0,026 \cdot 0,067 \cdot 10}{0,065}$	=	0,3 " "
C =	$\frac{0,25 \cdot 0,067 \cdot 10}{0,07}$	=	2,4 " "
D =	$\frac{0,068 \cdot 0,067 \cdot 10}{0,065}$	=	0,7 " "
	Gesamt		7,9

3,4 WE/Std.

1) Nach Angabe von H. Schmitz, Tel. 6042. Dort ist die Isolierung auf Anfrage [illegible] zu erhalten.

Der Anteil des Flansch am gesamten Wärmedurchgang ist also sehr erheblich. Im folgenden soll daher angenommen werden, dass es gelingt, die Reaktionswärme im Ofen all von 1 m Länge zu messen.

Nimmt man nun an, dass bei 400° Ofeneingangs- und Isolatormantelemperatur die Wärmeabfuhr 40 Wa/Std. betrügt, so würden diese 40 Wa/Std. genügen, den Ofeninhalt 7 cm um ca. 30°C aufzuheizen. Bei 44 die Mantelteperatur bei 400° so würden bei einer mittleren Ofentemperatur von 415°C ca. 8 Wa abgeführt. Man würde also noch über ausreichend etwa $\frac{40 \cdot 8}{40} = 24$°C Temperaturanstieg beobachten.

Zusammenfassend ergibt sich, dass auf diesem Wege eine direkte Aussage über das Anbackungsverhalten verschiedener Kohlen im 1 m Ofen möglich sein müsste. Versuche sind in Vorbereitung.

Ges. Donath

---

1) Je Stunde 1.25 kg Brei (Spez. Wa 0.7) und 1.3 cbm K_2 (Spez. Wa 0.5)

TITLE PAGE

18. Verarbeitung der Myslowitzkohle bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl.
Processing "Myslowitz" coal at 600 atm to gasoline and middle oil.

Frame Nos. 917 - 918

K. d. Prüf.

Bearbeiterzeichen:
Ln 930.

30. Juni 1943. Rm/Le.

912 06

Verarbeitung der Kyalowit- ... bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl.

Die Steinkohle aus Kyalowitz kommt für Hochdruckver- als Kyanitsteinkohle vor allem deshalb in Frage, weil die Grube eine eigene Wäsche besitzt, sodass die Frage der Entaschung keine besonderen Schwierigkeiten bereiten würde. Die aus einem Laboratoriumsversuch stammende Probe, die hier im 10 Ltr.-Ofen geprüft wurde, enthielt rund 5,2 % Asche u.T.E. und kam der ersten Analyse nach im C-Gehalt der Kyanitkohle (K 1197) gleich.

Die wurde mit der üblichen Kontaktkombination bei 600 atm zunächst auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. In der nachstehenden Tabelle sind die Werte der beiden gegenübergestellt, die unter den selben Bedingungen ... auf ... bzw. ...) mit der Kohle der Heinitzgrube erhalten wurden.

Überraschend ... diese Resultate ziemlich stark voneinander ab. Die ... kohle ergab eine um 2% % bessere Ausbeute bei wesentlich ... Vergasung (20 : 27 %) und ... etwas höherwertigeren ... Spaltspiegel. Im übrigen ungünstiger verhielt sich die Kyalowitkohle durchgehend im Abbau. Dieser Umstand, der die ihr höherer Asche- ... halt um die letzte Spaltbarkeit führte zum Anfallen einer ... Abschlämme, sodass ... Umpumpen ... Verschlammen des Verbrennungsgutes in dem Abscheider ... dessen Druck ... ein ... Fahren möglich war.

Diese Unterschiede, sowie der höhere ... und ... Gehalt der Vergasung lassen die Kyalowitkohle ... als die Heinitzkohle erscheinen. Ihre Hydriereigenschaften und die erhaltene Übereinstimmung zwischen praktischer und theoretischer Verflüssigung machen es wahrscheinlich, dass ihr C-Gehalt mit 81,5 % zu hoch bestimmt wurde. Der Abbau wird möglicherweise durch eine besonders ungünstige Zusammensetzung der Asche gehemmt.

Zusammenfassend kann die Kyalowitkohle als für die Hydrierung auf Benzin und Mittelöl gut geeignet bezeichnet werden. Ihre Eignung für die Verarbeitung auf Schmieröl ... wird z.Zt. noch geprüft.

gez. Ecker

gez. Leonhardt.

[illegible] aus Kanada und Mitteil.

		Nr.5	Nr.3
% in Reinkohle	%		
Kohle		Kyuquot	Kaizuta
Kohle-Nr.		1269	1197
Anlieferungstag		21.3.43	25.3.40
Vorbehandlung		getrennt, ge-trocknet u. gemah-len	entaschte, ge-trocknet u. gemahlen
Asche s.T.K.	%	5,2	3,0
Kontakte Eisensulfat aufge-tränkt s.T.K.	%	1,2	1,2
Soyabohnenöl kell.s.Brei s.T.K.	%	1,5	1,5
Na_2S kell.s.Brei	%	0,3	0,3
Kohle:Anreiböl		1:1	1:1
in Anreiböl Pasten	%	8,5	5,7
Asche i.P.	%	15,2	7,6
vom 62 -325°	%	5,5	4,7
s-Asphalt	%	7,2	8,0
Kohle:Mischfuhrabschlamm		1:0,1	1:0,1
Reinkohlefeuchtgeh.		0,56	0,43
Gas abm/kg R.K.		4,2	4,2
Ofentemperatur	°C	465	468
Druck	atm	600	600
prakt./theoret.Verflüssigung	%	93,7	98,0
Ausbeute	%	92,5	95,6
Hochdrucköl gewinn a.R.K.	%	57,5	66,6
Prakt.Ölgewinn-(Bi+Mi)-Leistung		0,52	0,26
Vergasung	%	20,0	27,1
% v.vergasten C als CO	%	7,1	5,4
" CO_2	%	1,5	1,1
Asphalt a.R.K.	%	12,1	11,3
a.festefreies Mittel	%	8,3	9,2
Abwasser a.R.K.	%	12,8	9,8
Anreiböl[illegible]verlust a.Hoch-druckölgewinn	%	14,9	11,1
Ofen		411	421
Tag		15.u.20.6.43	22.u.26.7.40

TITLE PAGE

19. Herstellung anhydrierter Kohle aus K 1197 bei 300 atm.
Producing slightly hydrogenated coal from K 1197 at 300 atm.

Frame Nos. 919 - 928

Hochdruckversuche
Lu 558

919

11. 6. 1943. Hu/Pf.

Herstellung anhydrierter Kohle aus X 1197 bei 300 atm.

Zusammenfassung.

In einem kurzen Tippversuch wurde schlesische Steinkohle unter Uhde-Bedingungen mit hohem Durchsatz (0,85) auf anhydrierte Kohle verarbeitet. Der Durchsatz erwies sich bei dieser Fahrweise als von geringem Einfluß auf die Ergebnisse. Es wurde ein Anfall erhalten, der zu 97 % aus Brikettiermittel und zu 3 % aus einem sehr aromatischen Benzin bestand. Infolge zu geringen Mittelölanfalls mußte mit Zusatz von Anreibeöl (Solvay-Öl) gearbeitet werden. Der Destillationsrückstand aus dem Abschlamm hatte einen für ein Brikettiermittel etwas zu hohen Schmelzpunkt. Bei 300 atm hätte demnach der Durchsatz ein wenig gesenkt werden müssen.

Versuchsergebnisse.

Als Vorversuche für die extrahierende Hydrierung und in Ergänzung eines älteren Versuches im Ofen 470, dessen Ergebnisse nicht bilanziert worden waren, sollte die oberschlesische Kohle 1197 (Heinitz) kurz auf Brikettiermittel (anhydrierte Kohle) bei 300 atm verarbeitet werden.

Es wurde Wert auf hohe Durchsätze gelegt; da der Abschlamm nur getoppt wurde, war Filtrierbarkeit nicht erforderlich. Die übrigen Bedingungen (Anreibung mit Mittelöl 200-300°, Ofentemperatur 425°, Gas x 0,9) waren die des Uhde-Extraktionsverfahrens abgesehen von einer Rückführung von Abschlamm 1:0,5, die bei dem dünnen Anreiböl infolge der Strömungsverhältnisse 1) notwendig war. Um ein Absitzen im Ofen zu verhüten, wurde außerdem die Umdrehungszahl des Ofenrührers von normalerweise 36 auf 42/Min. erhöht. Zur Förderung des Abbaues der Kohle bei dem hohen Durchsatz von 0.85 wurden 1.2% Eisensulfat auf die aufgetränkt.

Die beiden gut miteinander übereinstimmenden Bilanzen zeigten, daß bei diesen sehr milden Verarbeitungsbedingungen ein Anfall von rd. 94 % auf eingesetzte Trockenkohle bezogen erhalten wurde, der zu 97 % aus anhydrierter Kohle und zu 3 % aus Benzin - 200° bestand. Der Mittelölanfall reichte zur Anreibung nicht aus, es ergab sich ein Rücklaufuntersohuß von 10-11 %, was im Einklang mit den Versuchen zur Gewinnung filtrierfähiger Produkte unter ähnlichen Bedingungen steht (s. Bilanzen AI und AIII 1-2 der Zusammenstellung 21 375 1 v. Hartmann v. 21.11.42). Der genauere Vergleich mit

---

1) am 10 Ltr.-Ofen.

diesen Versuchen läßt erkennen, daß die Höhe des Durchsatzes bei dieser Fahrweise den Abbau, den Benzinanfall, die Asphaltreduktion und die Vergasung zwar in der vorauszusehenden Richtung, aber nur in überraschend geringem Maße, beeinflußt. Der Abschlamm war erwartungsgemäß nicht filtrierbar.

Das Benzin (200 °) war entsprechend der geringen Aufhydrierung sehr aromatisch und wies den sehr hohen Klopfwert von 81,2 auf. Verglichen mit einem Benzin, das aus der gleichen Fahrweise bei ähnlichem Durchsatz und 600 atm [1] gewonnen war, zeigte sich der Druckeinfluß in der Oktanzahlerhöhung um 2 - 3 Punkte, was mit den Unterschieden im Anilinpunkt und dem disp. H übereinstimmt. Das bei 300 atm anfallende Mittelöl enthielt weniger Phenole, dafür der Destillationsrückstand mehr Sauerstoff als bei 600 atm. Dies zeigt, daß auch die Phenole des Mittelöls, wie dies von den Ölen allgemein angenommen wird, durch <u>hydrierende</u> Spaltung entstehen, da die se Spaltung bei hohem H_2-Teildruck weiter verläuft als bei niedrigem, während die rein thermische Spaltung durch niedrigen Druck begünstigt werden müßte.

Außerdem enthält das Mittelöl bei 300 atm die erstaunliche Menge von 43 % gegen 16 % Olefine. Gegenüber dem ursprünglich als Startöl verwendeten Teermittelöl ist das aus der Kohle stammende leichter, phenol- wasserstoff- und olefinreicher. Der Destillationsrückstand über 300° des Abschlamms hatte einen zu hohen Schmelzpunkt, um als Brikettiermittel ohne weiteres brauchbar zu sein. Auch bei der Herstellung anhydrierter Kohle sind demnach dem Durchsatz verhältnismäßig enge Grenzen gesetzt.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. v. Hartmann
Dr. Hupfer
Dr. v. Wüffling

gez. Hupfer
" Leonhardt

Aufarbeitung: Dr. Gesing

Untersuchungen: Dr. Schiffmann
Dr. Scheiner

---

1) Zusammenstellung 213751 v. Hartmann vom 21.11.42 Bilanz B VII 2.

Versuchsanordnung.

Normales 10 Ltr.-Ofen-System. Übergang zwischen Ofen und Abscheider nicht isoliert und mit einer Luftkühlung versehen. Reaktionsvolumen des Ofens 7.58 Ltr. gelitert. Vorheizschlange gelitert zu 970 ccm. Die Umdrehungszahl des Ofenrührers war 52/ [illegible]

Versuchsverlauf.

13.5. Ofen unter Druck 300 atm. 5000 Ltr. Gas über Dach. Bei 12 mV mit Einlauf: P 1416 [1] s-Mittelöl + 316 (Weyl)[2] (1:1).

Diese Mischung eines Steinkohlenteerpeches mit einem Teermittelöl dürfte zum Anfahren geeignet sein, da sie in ihrer Konsistenz etwa einem Abschlamm entspricht.

Durchsatz 10 kg.

14.5. Umgestellt auf Kohlebrei. K 1197 v. 9.5.41 technisch gewaschen, getränkt mit 1,2 % 1181, getrocknet und gemahlen. Anreibung: Kohle : Anreiböl = 1 : 0,8. Abschlammrückführung 1 : 0,5. Startöl : P 1416 (200-300°). Kohledurchsatz 7,0 kg. Gas 0,7 m³/kg Kohle. Die Temperatur wird auf 22 mV gefahren. Vorheizer: 21,8 mV. Abscheider: konstant 6,5 mV.

Aufarbeitung: Der gesamte Anfall wurde getoppt auf Benzin - 200° und Mittelöl 200-300°, das als Rückführöl diente.

15.5. An MP 2 (Ofen unten) tritt ein Überdruck von 130 at auf, der durch Spülen beseitigt wird. Um diese Störung in Zukunft zu vermeiden, wird die Einspritzung von 200 auf 300 g/h erhöht.

12^{45} fiel der Druck am Ausgang auf 0. Umgestellt auf Öl. Als Ursache der Störung wird eine Verstopfung der Leitung zwischen Abscheider und Abstreifer, wahrscheinlich durch Naphthalin, festgestellt. Durch Beheizung der Abscheiderausgangsleitung wurde die Verstopfung beseitigt. Umgestellt auf Kohlebrei mit eigener Rückführung.

30 kg Anreiböl ergänzt (Startöl).

20.5. 50 " " " " .

Bilanz 1.

Das bisher im Ofen unten mit MP 2 eingespritzte Anreiböl war für diesen Zweck zu dünnflüssig. Es wurde deshalb mit eigenem Destillationsrückstand 1 l vermischt.

21.5. Bilanz 2.

30 kg Anreiböl ergänzt.

---

1) Ruhrkohlenteergemisch.
2) Steinkohlenteerpech Rütgerswerke.

922

22-5. **Zur Beendigung des Versuches mit dem Anfahröl (s. 13.5.) kaltgefahren.**

Das Abschlammen ging gut. Der Mengen nach war der Ofen sauber. Die Vorheizerschlange wurde mit Mittelöl gespült und mit N2 durchgeblasen. Volumen 1000 ccm gegen 970 ccm beim Anfahren

Analyse von Kaltfahröl und Ofenabschlamm I.

	F	A i.F	s-Asphalt i. Öl
Öl	18,1	6,1	15,8
Abschlamm	22,9	12,7	13,0

Tabellenverzeichnis.

Tabelle 1 Bilanzen

" 2 Analysen des Anfalls

" 3 Benzinuntersuchung

" 4 Mittelöluntersuchung und Mittelöluntersuchung von P 1416

" 5 Elementaranalysen

" 6 Abwasseranalyse

" 7 Destillationsrückstandsuntersuchung

Tabelle 1 Bilanzen

Bilanz Nr.	1	2
Datum 1941	20.5.	21.5.
Kohle Art	K 1197 v. 9.5.41 techn.	gewaschen
H_2O %	2,1	1,8
Asche i. T. %	5,0	5,3
Anreiböl Art	P 1416	200 - 300°
Siedebeginn °C		200
- 300° %	94,6	95,5
Anreibung		1 : 0,8
Abschlammrückführung		1 : 0,5
Rienkohle Do	0,86	0,82
Gas m^3/kg RK.	0,87	0,89
Kontakt 1181 %		1,2 aufgetränkt
Temperatur Ofen		425
" Vorheizer		422
Abscheider		158
Druck		300
Umdrehungszahl des Of.-Rührers		52
Rohbilanz %	98,4	101,4
Abbau (Benzol) %	53,3	49,5
(Anr.-Öl)%	77,7	75,6
Abwasser a- RK. %	-0,3	0,3
Ausbeute a.T.K. %	92,2	96,8
darin Bi - 200° %	4,8	0,9
Rückstand %	95,2	99,1
Anreibeölüberschuß %	- 10,8	- 10,4
Asphalt a.RK. %	17,3	20,2
Leistung (Ausbeute)	0,834	0,852
Vergasung C.V.C.d.RK. %	3,3	3,8
Filtration	nicht filtrierbar	

Tabelle [illegible]

Bilanz-Nr.	1	2
Abstreifer + Absohlammgasdestillat		
Spez. Gew. / 20°	0,914	0,906
% H_2O	78,0	68,0
% - 200°	51,2	49,1
% 200-300°	43,2	45,6
Abschlamm		
Spez. Gew. / 50°		1,038
% H_2O	0,2	Spur
% Festes (Bzl.)	27,8	28,4
% Asche i. F. "	12,5	11,2
% Festes (Anr.-Öl)	19,3	15,5
% Asche i. F. "	23,9	20,2
% - 200°	2,9	0
% 200 - 300°	61,0	61,6
% Asphalt	12,5	14,1

Tabelle 3 Benzinuntersuchung.

Benzin roh

% - 200°		47,6
Spez. Gew./20°		0,838
Anilinpunkt	°C	7,6
Phenole	%	10,6
ASTM		
Siedebeginn	°C	64
- 70°	%	1,4
- 80	"	2,5
- 90	"	4,0
-100	"	8,0
-110	"	14,0
-120	"	22,0
-130	"	31,5
-140	"	39,0
-150	"	47,0
-160	"	56,5
-170	"	65,5
-180	"	75,5
-190	"	85,5
-200	"	93,5
-210	"	[illegible]
R		98,5

Benzin mit NaOH beh.

AP. I, II	°C	[illegible]	56,3
ASTM - 80°	%		0,5
- 90°	"		3,0
-100°	"		7,5
-110°	"		13,0
-120°	"		23,0
-130°	"		32,0
-140°	"		42,0
-150°	"		52,5
-160°	"		61,0
-170°	"		69,5
-180°	"		77,5
-190°	"		86,0
-200°	"		94,0
-210°	"		97,0
R	"		[illegible]
Frakt. 80-100 :	Spez.Gew.		0,755
	AP.	°C	21,2
" 110-140 :	Spez.Gew.		0,778
	A.P.	°C	17,0
" 150-180 :	Spez.Gew.		0,834
	A.P.	°C	1,0
Zusammensetzung:	Paraffine	%	25,5
	Naphthene	%	20,5
	Aromaten	%	44,0
	unges.KW	%	10,0
Klopfwert	Res.		81,2

Tabelle 4.

Mittelöluntersuchung und Mittelöluntersuchung von P 1416.

		Mittelöl	P 1416 a-Mittelöl
Spes. Gewicht/20°		0,965	1,046
Phenole	%	10,0	7,1
Gew. Engler			
Siedebeginn	°C	192	
- 200°	%	5,1	
- 225°	%	86,0	
- 250°	%	95,9	
- 300°	%	—	81,4
R	%	100,0	100,0
entphenoliert			
Spez. Gewicht/20°		0,956	1,036
ber. AP.	°C	-24,5	-38,5
unges. KW.	%	43,0	12,0
Fraktion 192-210°			
Spez. Gewicht/20°		0,935	—
ber. AP.	°C	-24,5	—
Fraktion 210-230°			
Spez. Gewicht/20°		0,950	1,028
ber. AP.	°C	-31,5	-34,5
Fraktion 240-270°			
Spes. Gewicht/20°		—	1,064
ber. AP.	°C	—	-48,5

Tabelle 5 Elementaranalysen zu Bilanz 2.

	Kohle	Anreibe-öl	Benzin	Mittel-öl	P 318	Festes aus Dest. Rü	Öl aus Dest.-Rü
% C	79,31	88,60	85,77	88,92	90,68	87,28	87,91
% H	5,25	7,74	11,41	8,36	6,08	4,91	6,85
% O	13,39	2,91	2,29	2,11	1,76	5,66	4,07
% N	1,64	0,47	0,35	0,25	0,94	1,56	0,86
% S fl.	0,41	--	--	--	--	0,60	--
% S ges.	0,75	0,28	0,18	0,36	0,54	0,85	0,31
% N Kjeldahl	1,14	--	--	--	--	--	--
disp. H	4,03	8,20	12,88	9,04	6,21	4,38	3,82

Tabelle 6 Abwasseranalyse zu Bilanz 2

gr/kg	CO_2	16.7
"	CH_3	28,8
"	H_2S	23,9
"	Cl	0,014
"	Phenole	6.5

Tabelle 7 Destillationsrückstandsuntersuchung zu Bilanz 2

Benzol-F	%	44,4
Asche i. " "	%	7,7
s-Asphalt im Öl	%	44,5
Spez. Gew./150°		1 088
- 300°	%	0,4
Anreibeöl - F	%	22,5
Asche i. " "	%	17,9
Schmelzpunkt	°C	174

TITLE PAGE

20. Vergleich von Natriumsulfid--Rohschmelze mit Sulfigran.
Comparing sodium sulfide raw smelting with Sulfigran.

Frame Nos. 929 - 930.

Hochdruckversuche
Lu 558

1. Juli 1943 Hu/Eb

(20)

Vergleich von Natriumsulfid-Rohschmelze mit Sulfigran.

Natriumsulfid-Rohschmelze aus Leverkusen, die als Ausweichkontakt für Sulfigran in Betracht kommt, wurde mit diesem in einem Versuch zur Verarbeitung von Myslowitz-Kohle bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verglichen.

Wie die anliegende Tabelle zeigt, lagen die Abweichungen der Resultate innerhalb der Versuchsfehlergrenzen. Im Bedarfsfalle dürfte demnach das Sulfigran ohne Bedenken durch die Rohschmelze, die allerdings infolge ihres höheren Gehaltes an Verunreinigungen ein geringeres Chlorbindevermögen besitzt, zu ersetzen sein.

gez. Hupfer

Vergleich von Natriumsulfid-Rohschmelze mit Sulfigran.

		Rohschmelze	Sulfigran
Kohle		Myslowitz (1263)	
Eingangstag		21.4.43	
Vorbehandlung		geschroten, getränkt,	getrocknet u. gemahlen
		1,2 %	Eisensulfat
		1,5	Bayermasse
		0,3	Natriumsulfid
		1 : 1	
		1 : 0,1	
Kontakt aufgetr. a.T.K.	%	600	
" koll.z.Brei		5,1	5,2
		9,1	7,9
Kohle: Anreiböl		14,2	16,2
Kohle: Rückführabschlamm		5,3	5,2
Druck	atm	7,3	7,1
Asche in T.K.	%	0,55	0,56
Anreiböl Festes	%	4,03	4,06
Asche i.F.	%	416	418
a.Öl - 325°	%	468	468
s-Asphalt	%	456	456
Reinkohledurchsatz			
Gas obm/kg R.K.			
Temperatur Vorheizer	°C		
Ofen	°C		
Abscheider	°C		
Rohbilanz	%	99,0	99,0
prakt./theoreth. Verflg.	%	93,8	93,5
Abbau	%	93,6	91,4
Hochdruck Ölgewinn a.R.K.	%	68,8	66,2
Prakt. Ölgewinn-(Bi+Mi.)-Leistung		0,318	0,312
Vergasung a. Ölgew. Verg.	%	19,7	20,3
Asphalt a.R.K.	%	12,7	11,6
" a. festefreies Rü-Öl	%	8,7	8,3
Wasserbildung a.R.K.	%	12,6	13,0
Anreibeölüberschuß a. Hochdrucköl gew.	%	15,2	13,8
Ofen		411.	411
Bilanztag 1943		15,6.	20,6

TITLE PAGE

21. Kontaktversuche im 1,5 Ltr.Ofen zur Verarbeitung von Brüxer Teer.
Catalyst experiments in 1.5 liter furnace for processing "Bruex" tar.

Frame Nos. 931 - 936

Hauptdruckverwaltung
Ln 550

19. Februar 1943 Ry.

Kontaktversuche im 1,2 L.-Ofen über Verarbeitung von Brüxer Teer

Zur Abstimmung

Es wurden Vergleichsversuche mit verschiedenen anderen Gruben als Träger für den Grube-Eisen-Alkali-Kontakt bei der Sumpfphasenhydrierung von Brüxer Teer durchgeführt und zwar mit Brüxer Grube nicht aktiviert (K 5661) und 2 Chargen von Dr. Winkler-Oberhausen aktiv unter Zusatz Brüxer Grube (K 5741 Ch 1 und Ch 2) unter Vergleich mit dem normalen Kontakt auf Lehnsser Grube nicht aktiviert (K 7685 Ch 12). Der bis 350° gekochte Teer wurde dabei unter 250 Atm in gleicher Durchgang gefahren. Die Einzelheiten sind aus den Versuchsziffern mit den verschiedenen Kontakten und in der folgenden Tabelle angegeben.

Druck Atm	240	"	"	"	"
Temperatur °C	24,25	24,45	24,5	24,25	24,2
" °C	453	457	465	463	462
Durchsatz Kubikmeter/Liter-Stunde	1,16	"	"	"	"
K [illegible]	7685 Ch 12 (auf Lehnsser Grube nicht aktiviert)	5741 Ch 1 (auf Brüxer Grube aktiviert Charge 1)	5741 Ch 2 (auf Brüxer Grube aktiviert Charge 2)	5661 (auf Brüxer Grube nicht aktiviert)	
Zugesetzte Zusätze	2,5 %	2,5 % Schwefel Kohle	0,5 % Schwefel Kohle	0,5	1,0
Verflüssigung v. 325	0,47	0,48	0,52	0,49	0,44
Mar. an Aufhellung ... Vol %	10,5	10,25	10,5	10,5	10,4
Bz + Bz in Öl (einschl. Abgeschwefelt)	47,3	47,8	50,2	50,0	44,7
% Bz - 200° in B° + Bz	21	20,3	20,4	18,4	21,0
% Ab. schlecht löse Kohlenwasserstoffe (Naphthalin)	2,3	5,6	1,7	3,0	5,6
% Fenole i. Abgeschlamm	2,3	5,7	11,9	11,1	11,1
% Asche "	2,9	3,0	5,9	4,4	5,3
% S-Anteil im Abschlamm	7,3	8,75	8,4	8,7	7,5

Dennoch sind die Unterschiede zwischen den Ergebnissen mit den verschiedenen Kontakten nur gering und liegen gegebenenfalls oder innerhalb der Fehlergrenzen der Prüfung. Generell scheint bei dem Braker Grude der Asphaltgehalt etwas 1 % höher zu liegen als bei Lesumer Grude. Durch Erhöhung der Kontaktmenge von 0,5 auf 1 % konnte der n-Asphaltgehalt bei nicht aktivierter Brüker Grude unter das Werk mit Lesumer Grude gesenkt werden, ohne daß sich sonstige Vorteile daraus als erhöhte Kontaktmenge ergaben. Durch die Aktivierung wurde die Braker Grude nicht merklich verbessert. Zur Erzielung gleicher Raffinierung = 92 % war bei allen Kontakten praktisch die gleiche Temperatur erforderlich. Mit Ausnahme der aktivierten Grude Charge 1 lag diese etwa 0,2 mV höhere Temperatur erforderte. In den Versuchsreihen 3 und 4 Prozentgehaltsunterschiede waren, wurde vermieden. Das [illegible] festgestellt.

Die Versuche

Versuch 1a Ofen 424 mit 2,96 Ltr Grude und 2 Liter Gasöl gefüllt, die drei ersten Kontakten gleichgehaltenen Versuchsbedingungen unterworfen.

Gasöl-Menge 250 Atü entsprechend etwa 242 Atü H$_2$-Partialdruck im Frischgas und 232–239 Atü H$_2$ im Ofengas

Frischgasdurchsatz 1,6 kg pro Stunde = 2,16 kg/Ltr/Std

Abgas-Raumdurchsatz 2,0 kg pro Stunde = 0,725 kg/Ltr Std

[illegible] 400 Ltr/Std entsprechend 3,1 Vol% Gas/kg Frischöl

Kontaktmenge 0,5 % (in einem Falle 1,0 %) bezogen auf Frischöl, aufgerieben in Achatreibschale mit Braker Grude von 20 Ltr. Ofen + 0,5 % Bentonit-Zusatz [illegible]

Ofentemperatur 0,7 mV [illegible]

Brennzahlen maximal 22 mV

Der verwendete [illegible] Asphaltgehalt [illegible]

Das Frischöl (F 1597 Kp. = 320°) hatte folgende Kennzahlen:

Spez. Gew. 100°	1,0[illegible]
H$_2$O	0 %
Phenole	0,0 %
Asche	0,07 %
n-Asphalt	[illegible] %

Gew. [illegible] in %

[illegible] = 320°

[illegible] = 350°

Variiert wurde lediglich die Ofentemperatur (und entsprechend die Abscheidertemperatur) derart, daß stets ein Abscheidergrad von ca. 5 % anfiel. Auf die Abscheidertemperatur während der ganzen Fahrperiode wurde nicht beobachtet. Die Produktkurve wechselte während der 48 h in den Produktbehältern nicht. Größere Unterschiede ergaben sich erst ab etwa [illegible] K 6151 D 2 ein stärkerer Niederschlag der anfänglich gelbbraunen Farbe am Licht auf.

Tabelle 1 enthält eine Übersicht über die Reihenfolge der Versuche und Filtrate einzelner Tage. Die Tabelle der Zusammenfassung soll aus dieser Tabelle durch Mittelung der unter gleichen Kontakt gefahrenen Filtraten erhalten.

Produktuntersuchungen aus den Fahrperioden mit den verschiedenen Kontakten mit Kolonnenzerlegung in Benzin, Mittelöl und Abscheidern sind in Tabelle 2 enthalten. Die verschiedenen Produkte sind danach praktisch identisch.

Tabelle 3 enthält die angewendeten Abscheidertemperaturen. Auch hier sind die Schwankungen nur gering. Der Vergleich der ersten und letzten Spalte (Vergleichsversuche mit K [illegible] 5) zeigt, daß die Schwankungen in Gehalt an Festem und Asche bei den verschiedenen Kontakten offenbar noch innerhalb der Versuchsstreuung liegen und daß zu Anfang noch eine gewisse Anreicherung von Festem in Lösung eintrat. Etwas größer sind schon die Unterschiede im Gehalt an Asphaltverlegung des Abscheiders nach Conradson und zwar ergaben hierbei die mit K 6501 (auf nicht aktivierter Brixer Grude) erhaltenen Abscheider auffallend hohe Asphaltausscheidungen, obwohl bei der n-Asphaltbestimmung kein entsprechender größer Unterschied gegenüber den anderen Abscheidern gefunden wurde. Dieses Ergebnis der Asphaltverlegung, mit parallel mit der direkten Bestimmung der Asphaltgehalte in den Fahrperioden mit K 6501 durchgeführt und in Abscheiderschmelzen auftretenden Verschmutzungen deutlich bestätigt wurde als in den übrigen Fahrperioden, was auch der Anlaß zu der [illegible] Versuche mit 1 % K 6501 war, bei Versuchen im 10-Ltr-Ofen, die ebenfalls nur geringe Unterschiede zwischen nicht aktivierter Lesnaer und Brixer Grude ergaben, wurde bei Brixer Grude (nicht aktiviert) in der Rückstandsaufarbeitung zwar eine etwas geringere Schwelausbeute bezogen auf Asphaltanfall erhalten, das Ergebnis war aber noch so gut, daß eine Aktivierung der Brixer Grude nicht notwendig erscheint. Nach den vorliegenden Versuchen war [illegible] einer Aktivierung, wenn überhaupt vorhanden, nur gering.

Die Verwendung von Brixer Grude anstelle von Lesnaer Grude scheint daher bei der Verarbeitung von Brixer Torf unbedenklich, soweit man eine geringe Erhöhung der Asphaltausscheidung, aber noch keine Schwierigkeiten in der Rückstandsaufarbeitung zu erwarten hat. Möglicherweise ist auch eine geringe Temperaturerhöhung erforderlich.

gez. Roelen

Gen. Direktor Kühn
Dr. Donath
Dr. Konradsheimer
Dr. Rotter
Dr. Schiffgens
Dr. Lemke
Dr. Meier

Tabelle 1: B 4

Datum 1942	23.5. ab	24.5. ab	25.5. ab	28.5. ab	2.6. ab	3
Temperatur aV	24,3	"	"	"	24,4	
Frischöldurchsatz kg/Ltr Std	1,15	"	"	"	"	
Frischöl zu Abschlammrückf.	1,6:1	"	"	"	"	
Abs. Gas/kg Frischöl	2,1	"	"	"	"	
Kontakt Nr.	7685 On 12	"	"	8661	8791	
" % bezogen a/Frischöl	0,5	"	"	"	"	
Rohbiliere %	97,6	97,5	99,0	94	99,3	
Neuleistung - 325°	0,455	0,49	0,49	0,50	0,475	
% Vergasg./Neuleist. + Verg.	9,7	8,4	6,6(-10,5)	7,2	9,4	
% Bi + Mi im Öl[1]	45,2	47,9	46,0	46,3	45,6	
% Bi - 200° im Bi + Mi	20,3	18,7	24,5	22,6	18,1	
% Abschlamm herausgezogen[2]	4,5	5,0	6,6	-10!	6,9	
% Pentes im Abschlamm	4,5	5,7	8,5	11,2	5,5	
% Asche " "	2,0	2,5	5,8	4,9	2,4	
% e-Asphalt im Abschlammöl	7,6	8,6	7,5	8,3	9,0	

[1] einschl. Abschlammöl
[2] bezogen auf Frischöl

Anlage 1

3.6. ab	4.6. ab	5.6. ab	6/7.6.o/a	11.6. ab	12.6. ab	14.6. ab	16.6. ab	17.6. ab
24,4	24,5	24,4	24,3	24,2	24,25	24,3	=	24,15
=	=	=	=	=	=	=	=	=
=	=	=	=	=	=	=	=	=
=	=	=	=	=	=	=	=	=
8751	=	8751 Gl.2	=	8661	=	=	7685	=
=	=	=	=	=	=	1 %	0,5	=
99,3	97,5	99,2	-	97,0	97,3	97,0	99,9	95,9
0,475	0,49	0,525	0,51	0,50	0,49	0,44	0,47	0,47
9,4	11,1	10,5	-	9,3	11,7	10,47	13,4	12,0
45,6	49,9	51,2	50,3	51	49,0	44,7	46,1	48,7
19,1	21,5	19,3	20,6	19	17,8	21,0	22,0	20,6
3,9	3,8	2,6	0,8	6,7	3,4	6,6	8,0	1,0
9,3	7,8	10,7	13,1	10,7	11,5	14,3	14,5	14,8
5,3	5,3	4,5	5,4	4,1	4,7	5,3	5,4	5,6
8,5	8,5	8,6	8,1	9,0	8,4	7,5	8,6	6,9

Tabelle 2: Produktuntersuchungen

Datum 1942	25.5. ab	3.6. ab	6/7.6. c/a	12.6. ab	17.6. ab
Kontakt	7685 Ch 12	8751 Ch 1	8751 Ch 2	8661	7685
%	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Temperatur mV	24,3	24,5	24,3	24,25	24,15
Anfallprodukt Spez.Gew./20°	0,954	0,955	0,957	0,959	0,960
Gew.Engler Beginn	82	85	90	86	88
- 180°	(-170) 4,3	7,8	5,7	4,8	4,8
- 200°	7,8	10,2	7,8	7,1	7,3
- 325°	51,9	49,4	49,2	48,7	45,4
- 350°	65,8	63,1	63,9	62,2	60,2
Benzin - 200° Gew.-%	(11,6)	(10,6)	(9,7)	(8,2)	(9,2)
Spez. Gew./20°	0,792	0,790	0,793	0,796	0,804
A.P. °C	+ 25,6	+ 29	+ 28,6	+ 28	+ 26,5
Phenole %	12,0	9,5	10,1	10,=	12,3
Mit NaOH behandelt Spez.Gew./20°	0,765	0,765	0,763	0,7.1	0,774
A.P. I	+ 30,4	+ 31,8	+ 30,8	+ 30,2	+ 29,2
Ia	+ 41,6	+ 40,0	+ 39,8	+ 40,0	+ 40,2
II	+ 62,5	+ 63,0	+ 62,8	+ 64,0	+ 64,0
ASTM Beginn °C	49	60	62	66	67
% - 70	6	1	0,5	0,3	0,2
- 100	24,5	17	19,5	14,8	13,1
- 120	39,5	34	35	33,5	28,8
- 150	65,5	64	63,8	64,5	59,0
- 170	80	84	83,3	84,0	81,0
- 200	95,5	96,5	96,2	96,5	96,4
Endpunkt °C	214	200	200	200	200
% Rückstand	1,5	2,0	1,0	1,0	1,1
% Verlust	1,0	1,5	2,8	2,5	2,5
Zusammensetzung Gew.% Paraffine	45	48,5	47	49	49
Naphthenen	15				
Aromaten	24	22	22	23	23
Ungesättigte	21	15	16	16	16
Fraktionen					

10	39,0	39,0			39,0
20	80	80			80,0
30	93,0	93,0			93,1
Endpunkt °C	214	200		200	200
% Rückstand	1,5	2,0	1,0	1,0	1,1
% Verlust	1,0	1,5	2,0	2,5	2,5
Zusammensetzung					
Gew.% Paraffine	45	48,5	47	49	49
Naphthene	16				13
Aromaten	24	22	22	25	29
Ungesättigte	21	15	16	16	16
Fraktionen					
80-100° Spez.Gew./20°	(80-110)				
/A.P.	0,701	0,710	0,711	---	---
	+ 32	+34,5	+32,5	---	---
100-140° Spez.Gew./20°	(110-140)				
/A.P.	0,751	0,750	0,754	---	---
	+ 27	+28,8	+28,2	---	---
150-180° Spez.Gew./20°	0,789	0,787	0,787	---	---
/A.P.	+29,6	+ 32,3	+ 32,8	---	---
Mittelöl - 325° Gew.%	(36,0)	(40,1)	(40,5)	(41,2)	(38,8)
von Spez.Gew./20°	0,952	0,951	0,951	0,950	0,952
A.P.	+14,4	+15,5	+15,3	+15,5	+14,5
Phenole %	27,6	23,7	23,4	22,6	23,4
Gew.Engler - Beginn	195	215	215	203	217
% - 225	2,9	3,8	4,5	5,0	1,6
- 250	20,1	32,6	31,1	30,7	28,1
- 275	52,4	58,8	59	56,7	56,0
- 300	78,8	79,5	80,1	77,0	78,7
- 325	92,2	89,9	92,6	90,7	91,4
- 350	97,9	97,4	98,0	97,3	98,0
entphenol. Spez.Gew./20°	0,912	0,910	0,911	0,911	0,915
A.P. °C	+19,0	+24	+21	+21,3	+23,5
Unges. KW %	20,0	14,0	14,6	15,0	16,0
Fraktionen					
210-230 Spez.Gew./20°/A.P.	0,864/+5,8	-	-	-	-
240-270 " " "	0,888/+11,5	0,897/+13,8	0,900/+12,3	0,898/+13	0,901/+11,7
280-310 " " "	0,909/+23,8	0,917/+23,2	0,922/+23,0	0,920/+26,2	0,922/+22,8
Schweröl > 325°; Gew.%	(52,2)	(49,3)	(49,8)	(50,6)	(52,0)
Spez.Gew./50°	0,974	0,977	0,979	0,977	0,980
Vakuumdestillation	(16 mm)	(12 mm)	(12 mm)	(12 mm)	(12 mm)
Beginn	190	175	178	180	185
% - 225°	37,8	41,2	47	45,4	39,8
Spez.Gew./40°	0,964	0,968	0,966/40°	0,964	0,962
225 - 275	32,4	42,6	38	40,0	43,0
Spez.Gew./60°	0,960	0,967	0,968/60°	0,964	0,960
275 - 325	23,7	11,8	10,8	11,2	12,6
Spez.Gew./90°	0,986	1,002	1,012/90°	0,998	0,998
> 325°	5,0	3,6	4,2	3,4	4,6

Tabelle 1 Abschlammberechnungen und Asphaltzerlegungen

Datum 1942	25.5.	3.6. ab	6/7.6.	22.6. ab	14.6. ab	17.6. ab
Kontakt	K 7685 Gh 12	K 8751	K 8751 Cu 2	K 8761	K 8661	K 7685
%	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	0,5
Temperatur °F	24,3	24,3	24,3	24,25	24,2	24,15
Abschlamm:						
% H_2O	0,2	0,4	0,5	0,5	0,6	0
% Pastes	8,5	7,8	15,7	11,5	14,3	14,8
% Öl	91,3	91,8	86,4	88,0	85,1	85,2
% Asche i/Pastem	45,0	44,5	41,3	40,7	36,7	38,0
Öl: % n-Asphalt	7,5	8,5	8,1	8,4	7,5	6,9
Spez. Gew. / 59°	1,026 1)	1,028	1,029	1,020	1,027	1,026
Gew.Engl. Pastes	215	202	226	210	215	236
- 325°	14	13,6	12,9	14,0	11,8	12,6
- 350°	25	24,2	25,0	25,0	21,8	23,6
Asphaltzerlegung:						
Öl	72,7	56,8	-	74,7	68,7	69,35
Ölharz	21,1	31,1	-	11,9	8,8	24,4
Asphaltharz	6	6,2	-	12,0	17,2	1,8
Martesphalt + Carbene	1,5	4,6	-	0,05	2,9	4,15
Verlust	1,1	0,4	-	0,5	2,4	0,3
Pyridin-CS_2-Unlösliches	-	-	-	10,0	12,9	6,7

1) Vakuumdest. (20 mm)

Beginn 90°		
% - 225°	24,8	
Spez.Gew./60°		0,991
225 - 275	27,2	
Spez.Gew./60°		0,978
275 - 325	43,6	
Spez.Gew./90°		1,016
- 325	28,4	

TITLE PAGE

22. Zugabe von Natriumsulfid bei der Steinkohlehydrierung. Aeltere Versuche mit K 1090 (Gelsenberg) im 10 Ltr.-Ofen.
Admixture of sodium-sulfide in mineral coal hydrogenation. Older experiments with K 1090 (Gelsenberg) in 10-liter furnace.

Frame Nos. 937 - 964

Hauptdruckversuche
Lu 556

932 28. Mai 1943 Hu/Fu

Zugabe von Natriumsulfid bei der Steinkohlenhydrierung

Ältere Versuche mit K 1090 (Oelsenberg)

in 10 Liter-Ofen

Ofen 451 vom 10.11 -21.12.1937

Zusatz von Natriumsulfid bei der Steinkohlehydrierung.

Ältere Versuche zur Verarbeitung von K 1090 auf Benzin und Mittelöl.

Zusammenfassung.

In früheren Versuchen mit junger Gelsenbergkohle wurde von Dr. Krönig der Einfluß insbesondere der Kontaktzugabestelle bei Na_2S geprüft. Die Ergebnisse, die infolge häufiger Erkrankungen des Anreibeöls mit Teeröl mit einer gewissen Unsicherheit behaftet sind, lassen folgende Aussagen zu:

1) Die Zugabe des Kontaktes 6063 (Na_2S rein von Marek) in den Übergang zwischen Braunkohle und Öl führt an dieser Stelle zu Verkrustungen. Diese bestehen teils aus Na_2S, teils aus Einlaufverschmutzungen, welche wahrscheinlich aus der Kohle stammen.

2) Auf den Resultate scheint die Wahl der Zugabestelle des Na_2S (Kohle oder gemeinsamem Einlauf) ohne Einfluß zu sein. Eine Verbesserung oder Verschlechterung der Kontaktwirkung in Vorheizer konnte nicht mit Sicherheit festgestellt werden.

3) Mit Na_2S von Leverkusen (5709) wurde eine niedrigere Vergasung als mit 6063 erhalten. Die anfallenden Produkte schienen etwas besser raffinierbar zu sein. Der Kontakt 6703 setzte eine Reihe % auf, wie Kontakt 6063 und wie 32 % aus Na_2S + Mangansulfat, Soda, Polysulfide und Thiosulfat entsteht.

4) Gegenüber der normalen Rückstandsaufarbeitung konnte durch Zugabe des Abschlammes mit gewissen Anteilen der Anteil der Topping des Schleuderöls ergab Anreiben des Asphaltanteils. Lösung und Vergasung wurde mit diesem Stahl- und Kesselanreiböl ein wenig schwieriger, jedoch kaum so viel, daß aber die Mehrkosten dieser Aufarbeitung kaum werden. Die Verwendung des mittelsiedenden Abstreifers anstelle des Abstreiferschweröls [illegible] Topping wesentlich [illegible] Stabilität des [illegible] Schleuderöls [illegible].

5) Der Übergang von der Topping des Schleuderöls auf Abschlammöl bewirkte keine [illegible] Änderungen der Ergebnisse.

6) Die geringe Zugabe von Topping des Abschlamms in einer Konzentration von [illegible] der Destillationsblase führte zu einer Verschlechterung der Resultate.

7) Übergang [illegible] Abschlamm [illegible] Topping des Schleuderöls auf normal [illegible] Abschlamm. Beginn des Pastenöls [illegible] Verschlechterung der Ausbeute [illegible] Verkrustung des Einlaufsiebes.

Die Versuche wurden durchgeführt

von Dr. K[illegible]
Dr. [illegible]
Dr. [illegible]
Dr. [illegible]

Mitarbeiter: Dr. [illegible]
Dr. [illegible]

Laborantinnen: Dr. [illegible]
Dr. [illegible]
Dr. [illegible]
Dr. [illegible]
Dr. [illegible]

Apparatebau:
Dr. Lechtenfeld
Dr. Stinkel

939

Versuchsergebnisse

In einer älteren Versuchsreihe von Dr. Krönig zur Verarbeitung von junger Gelsenbergkohle (K 1090) auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm im 10-Ltr-Ofen wurde das der Chlorneutralisation wegen verwendete Na_2S einmal vor dem Vorheizer, bei anderen Versuchen in den S-Bogen zwischen Vorheizer und Ofen zugegeben. Der Sulfid-Kontakt wurde in der hohen Menge von 0,8 % auf Kohle verwendet, da von ihm - abgesehen von der Chlorbindung - auch günstige katalytische Auswirkungen auf die Hydrierung erwartet wurden. Zunächst wurde Na_2S (rein) von Merck (Kat 6063) benutzt, später das viel reinere Na_2S von Leverkusen (Kat 6709).

In allen Versuchen wurden auf die Kohle 1,2 % Eisensulfat aufgetränkt und 1,5 % Luxmasse kolloidal gemahlen zum Brei gegeben. Von der jetzt üblichen Fahrweise unterschieden sich die Versuche hinsichtlich der Rückstandsaufarbeitung dadurch, daß zeitweise der Abschlamm mit gestripptem Abstreifer verdünnt und das Schleuderöl -325° getoppt wurde, während später das Mittelöl des Abschlammes vor dem Schleudern durch Toppen teils in einer Blasen-, teils in einer Röhrendestillation entfernt wurde. Die Bilanzen wurden nach der jetzt gebräuchlichen Art - unter Einbeziehung der Rückstandsaufarbeitung und auf butanfreies Benzin - gerechnet.

I Mit Zugabe von Kat 6063 hinter der Vorheizung.

Mit Einspritzung des Na_2S-Breies in den S-Bogen und Toppung des Schleuderöles wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Ofentemperatur °C	468	472
Reinkohle-Durchsatz kg/Ltr/H	0,42	0,48
Bi + Mi-Leistung kg/Ltr/h	0,30	0,34
Vergasung %	23,5	23,1
Abbau %	97,7	97,0
Asphalt auf R.K. %	8,7	7,0
Asphalt auf festefr. Rückl'Öl	7,4	6,0
Asphalt im Anreiböl %	8,2	-
Bilanz Nr.	1/2	3

Bilanzen 1 und 2. Bei 468°C wurde im Vergleich zu der normalen Na_2S-Zugabe (0,3 % zum Brei) und Rückstandsaufarbeitung[1]) eine eher ein wenig günstigere Leistung und Vergasung erhalten, doch waren die Unterschiede gering. Auch der Abbau schien ein wenig besser zu sein. Dagegen lag der Asphaltspiegel höher, was wohl auf die Asphaltneubildung beim Toppen des Rücklauföles zurückzuführen ist.

Das Benzin -170° machte rund 14 % vom praktischen Ölgewinn aus und hatte nach Raffination eine Klopfzahl von 69 Res.

1) Die Vergleichsversuche werden noch zusammengestellt. Ofen 451 vom 20.-28.9.1937.

Bilanz 3. Um eine höhere Leistung zu erhalten, wurde die Ofentemperatur auf 472° vorgenommen. Dies erlaubte eine Erhöhung des Durchsatzes und führte zu der beabsichtigten Leistungssteigerung, ohne daß die Vergasung zunahm. Der Abbau verminderte sich ein wenig; der Asphaltabbau wurde durch die höhere Temperatur deutlich verbessert.

Die Zugabe des Kat. 6063 in den S-Bogen führte an dieser Stelle mehrfach zu Verstopfungen. Schließlich mußte wegen einer Druckdifferenz im S-Bogen, die nicht im laufenden Betrieb beseitigt werden konnte, kalt gefahren werden. Die Verstopfung bestand im wesentlichen aus Na_2S und Eisen, letzteres teils oxydisch teils sulfidisch, das vermutlich aus den Kontakten stammt. Die Störung läßt für möglich erscheinen, daß die Vorheizerverkrustungen durch FeS durch die Gegenwart von viel Natriumsulfid, jedenfalls in Form des Merckschen Präparates, begünstigt werden können. Eine Verbesserung des Wärmeüberganges in der Vorheizung durch das Fortlassen des Natriumsulfids, die anfänglich vermutet worden war, konnte bei genauerer Auswertung der Temperaturdifferenzzahlen nicht eindeutig festgestellt werden. Da die Breischlange nach dieser Versuchsreihe nicht gelitert wurde, kann auch über den Verkrustungsgrad nichts ausgesagt werden.

II. Mit Zugabe von Kat 6063 zum Brei.

In den folgenden Versuchen wurde das Na_2S dem Kohlebrei zugemischt, da die Zugabe in den S-Bogen zu Schwierigkeiten geführt hatte. Gleichzeitig wurde zu einer Rückstandsaufarbeitung übergegangen, in welcher der Abschlamm -325° in einer Blase getoppt und der Topprückstand mit Abstreiferschweröl und dem Schweröl vor dem Schleudern verdünnt wurde. Diese Aufarbeitung erschien für Gelsenberg eher durchführbar. Es stellten sich folgende Resultate ein:

Ofentemperatur °C	472	472
Reinkohledurchsatz kg/Ltr/h	0,50	0,56
Bi + Mi-Leistung kg/Ltr/h	0,36	0,34
Vergasung %	23,1	24,5
Abbau %	97,4	96,0
Asphalt auf RK %	7,1	9,9
Asphalt auf festefr. Rückl'Öl	5,9	8,3
Asphalt im Anreiböl %	9,0	6,4 ?
Bilanz Nr.	4	5

Die genaue Erfassung des Einflusses der Kontaktzugabestelle wird leider durch die gleichzeitige Änderung der Rückstandsaufarbeitung erschwert, während umgekehrt auch nicht zu erkennen ist, ob die Abschlamm- oder die Schleuderöltoppung chemisch günstiger wirkt.

Die Verwendung von Schweröl anstelle des getrippten Abstreifers als Verdünnungsöl führte erwartungsgemäß zum Anfallen eines feste- und aschereicheren Rücklauföls. Im Mittelöl- und Asphaltgehalt des Anreibeöls ergaben sich keine wesentlichen Unterschiede. Die Resultate haben sich durch die Variation der Versuchsbedingungen praktisch nicht geändert, woraus man jedenfalls schließen kann, daß bei Verwendung der üblichen fast dreimal kleineren Na_2S-Menge die Wahl der Zugabestelle ohne besonderen Einfluß auf die chemischen Ergebnisse sein wird.

Bilanz 5. Eine weitere Erhöhung des Durchsatzes bei gleichbleibender Temperatur erbrachte keine Steigerung der Benzin- + Mittelöl-Leistung mehr, sondern führte nur zur Vergrößerung des Anreibeölüberschusses. Die Vergasung stieg etwas an, der Asphaltspiegel desgleichen. Auch der Abbau verschlechterte sich. Der optimale Durchsatz bei 472° lag also in der Nähe von 0,50 kg/Ltr/h.

III. Mit Zugabe von Kat 6709 zum Brei.

In den weiteren Versuchen wurde das Natriumsulfid von Merck durch das von Leverkusen ersetzt, das auf Grund seiner Herstellungsweise eine Reinheit von 97 - 98 % aufweist[1]), während der Kontakt 6063 große Mengen von Soda, Natriumsulfat, Thiosulfat und Polysulfide enthält. Alle anderen Bedingungen wurden beibehalten, abgesehen davon, daß in Bilanz 6 der Abschlamm in einer Röhrendestillation anstelle der bisher benutzten Blase vom Mittelöl befreit wurde. Die Ergebnisse sind nachstehend aufgeführt:

Abschlammtoppung	Blase	Pipe Still
Ofentemperatur °C	472	472
Reinkohledurchsatz kg/Ltr/h	0,57	0,56
Bi + Mi-Leistung kg/Ltr/h	0,34	0,37
Vergasung %	23,3	23,9
Abbau %	95,7	97,5
Asphalt auf R.K. %	10,3	7,7
Asphalt auf festefr. Ru'Öl	8,5	6,7
Asphalt im Anreiböl	9,3	7,3
Bilanz Nr.	7	6

Bilanz 7. Diese ist direkt mit Bilanz 5 vergleichbar, da sie sich von dieser - abgesehen von dem neuen Kontakt - nur durch einen geringfügig höheren Kohledurchsatz unterscheidet. Bei praktisch gleicher Leistung und gleichem Festeabbau wurde eine niedrigere Vergasung erhalten. Die Asphaltzahlen liegen geringfügig höher. Der Kat 6709 scheint demnach, wenn man nach dieser einzigen Bilanz urteilen will,

1) Die Verunreinigungen bestehen nur aus Eisensulfid, Natriumsulfat und Feuchtigkeit.

912

dem Kat 6063 etwas Überlegen zu sein. Dieser Befund bestätigt entsprechende Drehbombenversuche.

Die Eigenschaften der anfallenden Produkte sind denen aus Bilanz 2 sehr ähnlich. Das Benzin ist dem Anilinpunkt und der Elementaranalyse nach ein wenig weiter aufhydriert, was sich aber auf den Klopfwert nicht auswirkte. Geringe Unterschiede in der Siedekurve und dem spez. Gewicht und A.P. siedegleicher Fraktionen des Mittelöls können möglicherweise darauf beruhen, daß das Mittelöl aus Bilanz 2 auch die entsprechende Fraktion aus dem Schwelöl enthielt. Die Gesamtschweröle aus Abstreifer + Abschlamm waren praktisch identisch, während sich bei den Anreibeölen etwas größere Unterschiede zeigten, die aber vielleicht als zufallsbedingte Auswirkungen von Ergänzungen des Rücklauföl-Vorrates mit einem Steinkohlenteergemisch anzusehen sind. Die Zusammensetzung der Kohlenwasserstoff-Vergasung war innerhalb der Versuchsfehlergrenzen die gleiche; in Bilanz 7 wurden weniger Olefine erhalten. Es ergibt sich aus diesen Untersuchungen der Eindruck, daß der Kontakt 6709 die Aufhydrierung mehr begünstigt als der Kat 6063.

Bilanz 6. In diesem Versuch wurde der Abschlamm in einer Röhrendestillation getoppt, was in Folge der kürzeren Verweilzeit auf hoher Temperatur eine geringere Asphaltneubildung und damit ein besseres Rücklauföl erwarten ließ. Tatsächlich wurden auch bezüglich Leistung, Abbau und Asphaltzahlen günstigere Werte erhalten.

IV. Sonstiges.

1) Eine Zwischenprobe des Abschlammes vom 23.11.1937 wurde einer Vakuumdestillation mit Wasserdampf bis 200°C unterzogen, um die chemische Auswirkung der Abschlammtoppung festzustellen. 25 % des Abschlamms wurden übergetrieben. Wie die Tabelle zeigt, änderte sich die Menge des Festen nicht, während die Asphalte sich um etwa 10 % vermehrten.

23.11.1937	Festes	Öl	Asphalt
Im Abschlamm 100 %	15,1	84,9	10,3
Im Dest.Rückst. 75 %	14,9	60,1	11,2

2) Entfestetes Schleuderöl aus Abschlamm, das einmal normal mit Abstreiferschweröl und einmal mit benzinfreiem (gestripptem) Abstreifer verdünnt worden war, wurde in Eisen- und Glasgefäßen sowohl mit als auch ohne N_2-Einleitung sechs Tage lang bei 80°C stehen gelassen. Wie die Tabelle zeigt, war die Festeneubildung weder durch die Materialwahl der Gefäße noch durch N_2-Einleitung stark beeinflußt. Auch durch die Zugabe von gestripptem Abstreifer zum Schleuderwurde die Festeneubildung nicht wesentlich verändert. Die Schleuderwirkung ist aber durch die Zugabe von benzinfreiem (gestripptem) besser Abstreifer erwartungsgemäß geworden, was daran zu sehen ist, daß das Feste im Schleuderöl mehr leichtere organische Bestandteile enthält als das mit Abstreifer-Öl verdünnte. (s. Tabelle 14)

3) Der Abschlamm wurde teilweise wie üblich durch die Ventilgruppe am Abscheider direkt auf 0 Atü entspannt, teilweise in ein Schleusengefäß, in dem ein Druck von 200 - 300 Atmosphären gehalten werden sollte. Dieses Gefäß wurde nach Abhängen von der Abscheider-Abschlammleitung auf einen geringen Überdruck von 0 - 3 Atü durch ein Ventil oben entspannt und dann der Schleusenabschlamm unten herausgezogen. Die Abschlämme wurden in wechselndem Verhältnis mit Tetralin oder Dekalin oder mit gestripptem Abstreifer verdünnt und auf der Labornutsche bei 150° filtriert (s. Tabelle 13).

Wie bei den späteren Versuchen zur extraktiven Hydrierung[1] von Steinkohle ergaben die geschleusten Abschlämme wesentlich bessere Filterleistungen. Die kürzesten Filtrierzeiten wurden mit dem Abschlamm erhalten, der völlig druckfrei aus der Schleuse abgelassen worden war. Bereits der Durchgang durch das Schleusenventil unter 0,5 atü führte zu einer Verschlechterung, offenbar durch weitere Zerkleinerung der Feststeilchen. Dieser vor allem hinsichtlich der Stärke des Effekts erstaunliche Befund wurde in 8 Vergleichsversuchen bestätigt.

Von den Verdünnungsmitteln gab Dekalin die beste Filterleistung, dann folgte Tetralin; gestripptes Abstreifer im Anfallverhältnis zugemischt war viel schlechter.

4) Die hier beurteilte Versuchsreihe kann wie alle Versuche mit Steinkohle aus den Jahren 1937/38 nur mit einer gewissen Vorsicht ausgewertet werden. Einmal wurden die Bedingungen verhältnismäßig rasch und manchmal zu mehreren gleichzeitig variiert, außerdem aber wurde auf das Einstellen des Rücklauföl-Gleichgewichtes und auf die Erhaltung des aus der Kohle stammenden Anreiböls seinerzeit nicht der Wert gelegt, der nach heutigen Erfahrungen diesen Faktoren zugemessen werden muß. So wurde das Rücklauföl außerordentlich häufig durch Teeröle und Mischungen von Teeröl mit etwas Steinkohlenteer ergänzt, deren Menge in den Aufzeichnungen nicht festgehalten wurde und deren verbessernde Auswirkungen auf die Versuchsergebnisse somit nur annäherungsweise berücksichtigt werden können. Die Erfassung insbesondere kleinerer Unterschiede von an sich geringfügigen Änderungen z.B. der Kontaktzugabe ist hierdurch mit erheblicher Unsicherheit behaftet.

Versuchsanordnung.

Breischlange 10 x 25 x 10 000, N 8, Inhalt geeichert zu 630 ccm, Anfahrtag 30.10.1937, im Bleibad.

S-Bogen zwischen Breischlange und Ofen mit Kontakteinspritzung

Ofen mit Ringscheibenrührer, 30 U/Min., geeichert zu 10,2 Ltr.

Birne zwischen Ofen und Abscheider

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 451 vom 10.11.-21.12.1937

1) Zusammenstellg. 213751 v.H. vom 21.11.42

Versuchsverlauf.

10.11. Fahrbedingungen.

Kohle K 1090 vom 20.7.37 getrocknet mit 1,2 % 1181[1].

+ Anreiböl = Rücklauföl > 325° 1:1

+ 0,8 % 6063[2], Koll. in Anreiböl in S-Bogen + 1,5 % 2175[3] Koll. in Abstr.S'Öl 50%ig zum Brei

+ 400 g Abschlamm + Anreiböl (1:1) in Birne

Gas: 3 cbm auf 4,6 kg Kohle

Durchsatz : 4,5 kg Kohle/Std.

Temperaturen: Vorheizer: 23,8 - 24,6 mV[4], Ofen 25,6 mV constant, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen

Es wird ohne Rücksicht auf Abschlammprozente gefahren.

Aufarbeitung: Der Abschlamm wird mit Abstreiferschweröl und Schwelöl verdünnt und geschleudert. Der Schleuderrückstand wird geschwelt. Das Schleuderöl wird getoppt bis 325°. Der Topprückstand ist Anreiböl. Der Abstreifer wird destilliert auf Bi - 170, Mi'Öl - 325° und S'Öl über 325°. Das Mittelöl aus Schleuderöl wird zum Ölgewinn gerechnet.

Der Abschlamm enthält als Folge einer vor einigen Tagen vorgenommenen Gasverminderung von 4,0 auf 3,0 cbm/kg RK jetzt mehr Mittelöl. Dieses soll nicht zurückgeführt werden.

11.11.37 Aufarbeitung: Abstreifer gestrippt bis 170°, dann mit Abschlamm und Schwelöl gemischt und geschleudert. Das Schleuderöl wird getoppt bis 325°.

Topprückstand = Anreiböl

Da nach der gestrigen Aufarbeitungsweise ohnehin das gesamte Anreiböl getoppt wird, erscheint es richtiger, das gesamte Mittelöl zur Schleuderverdünnung zu verwenden und damit den Schleudereffekt zu verbessern.

Mit Schleuderschweröl nachgetoppt über 325° vom 10.11. als Anreibung

Frischöl zugesetzt wegen Anreibölmangel

---

1) $FeSO_4 \cdot 7\ H_2O$

2) Na_2S Merck gepanscht

3) Luxmasse ungeschwefelt

4) Klemmentemperatur 20°

12.11.37 50 kg Frischöl (vermutlich Teeröl[1]) ergänzt

13.11. Frischöl ergänzt, da 60 kg Rücklauföl vermutlich für andere Zwecke verbraucht worden sind

14.11. Mit dem neuen Schleuderschweröl getoppt über 325°

Überdruck an MP 3 (S-Bogen). Die Leitung wird durch Entglasen am Ofen-Abscheideraustritt bei geschlossenem Ventil (zum Ofen hin) frei.

Frischöl ergänzt wegen nicht ausreichenden Rücklaufverlaufs.

15.11. Wieder Überdruck an MP 3 (S-Bogen), durch Spülen und bessere Beheizung der Leitung beseitigt

Frischöl zugesetzt, um genügend Anreibung zu haben.

16.11. Bilanz 1

Erneut Frischöl zugesetzt

18.11. Da der Vorrat an Abstreiferschweröl zu Ende gegangen ist, wurden die Spülungen und Kontaktanreibungen mit gestripptem Abstreifer vorgenommen.

19.11. Frischöl zugesetzt

20.11. MP 3 (S-Bogen) zeitweilig in Reparatur. Frischöl zugesetzt

K 2175 jetzt gemahlen in gestr. Abstreifer

Bilanz 2

21.11. MP 3 (S-Bogen) zeitweilig in Reparatur.

22.11. Die Temperaturen werden erhöht um 0,2 mV auf: Schlange 24 - 25 mV, Ofen 25,8 mV, Birne und Abscheider 25,1 mV.

Es sollte versucht werden, die Anreibung zu stärken.

Durchsatz vor auf 4,8 kg;

als Folge der Temperaturerhöhung.

23.11. Der Kohlerei wird ab jetzt in 12-stunden-Gruppen angerieben, um die Entnahme von Rü'Öl zeitlich besser mit der Nachlieferung in Einklang zu bringen.

Frischöl zugesetzt.

24.11. Kohledurchsatz weiter vor auf 5,0 kg

Weitere Auswirkung der Temperaturerhöhung.

25.11. Bilanz 3

Ab Ofenkopf treten Druckdifferenzen von 70 at auf. Es wird deshalb auf Oel umgestellt, wodurch die Differenzen langsam zurückgingen. Der Grund für die Druckunterschiede dürfte in einer Verengerung zwischen Ofeneintritt und Kontaktzugang (S-Bogen) zu suchen sein (Polymerisation durch K 6063). Der Ofen wird kaltgefahren.

---

1) Die Art und ebenso auch die Menge der Anreibeöleinglasung kann nicht mehr festgestellt werden, da die Anreibebücher nicht aufbewahrt wurden.

26.11. Nach dem Umstellen der MP 3 auf Abstreiferschweröl (bei 18 mV) tritt ein Überdruck auf, der durch Einpressen mit HP beseitigt wird. Nach Umschließen auf 200 at wird versucht, abzuschlammen. Es kommt jedoch nichts aus dem Ofen heraus, wahrscheinlich weil der verengte Übergang sich durch Dreck vom Ofen vollends zugesetzt hat. Der Ofen wird deshalb entspannt und der Übergang Schlange - Ofen ausgebaut.
Befund: Schlangenausgang sauber, ebenso das Stück bis zum Kontaktzutritt. Kontaktleitung sauber. Das T-Stück war von der Zusammenstoßstelle an verdreckt. Linsenanschluß zum Ofen zu. Er muß ausgebohrt werden. Die Analyse ergab:

Asche	100 %	
Na_2O	20,3 %	im wässrigen Auszug der Substanz bestimmt
Fe_2O_3	32,0 %	in der Substanz bestimmt
Al_2O_3	2,6 %	" " " "
S gesamt	21,4 %	" " " "
Sulfid-S	16,66%	" " " "

Zu der Verstopfung hatte demnach das Natriumsulfid zusammen mit Eisenkontakt beigetragen, wobei nicht ersichtlich ist, ob das Eisen aus dem Eisensulfat oder aus der Luxmasse stammte.

Nach dem Ablassen des im Ofen stehenden Öles wird der Anschluß wieder hergestellt und der Ofen bei 200 at vollgestellt, um normal entschlammen zu können, was nach einem Versuch, wobei Ventil 3 sich verstopft und ausgewechselt wird, sehr gut geht. Das Abschlammen wird noch einmal wiederholt.

28.11. Ofen unter Druck, 600 at. 8000 Ltr Nullgas über Dach.

Einlauf: 7 kg Rü-Öl

Ab 23,5 mV Kohlebrei, der Kontakt 6063 (0,3 %) wird kolloidal zum Brei gegeben, da seine Zugabe durch den S-Bogen sich nicht bewährt hat und weil im Ofen 424 diese Art der Zugabe gut geht; alles andere wie zuvor.

Aufarbeitung: Um eine auch für Gelsenberg durchführbare Aufarbeitungsweise anzuwenden, wird der Abschlamm - 325° getoppt, das Rü-Öl aus dem Abschlamm kommt zum Abstreifer, der wie früher zerlegt wird. Der getoppte Abschlamm wird nach Verdünnen mit Abstreifer-Schweröl und Schwelöl geschleudert. Schleuderöl = Rü'Öl. Schleuderrückstand wird geschweelt.

29.11. Frischöl zugesetzt;

die neue Rückstandsaufarbeitung hat die Lieferung des Rü-Öls verzögert.

30.11. Um das Elcobnt M 1 auszuwechseln, wird zurzeit auf Öl umgestellt.

1.12. Der Kohledurchsatz wird auf 5,4 kg erhöht.

Der Abschlammanfall ist geringer geworden.

Mit Rü-Öl aus der neuen Aufarbeitung.

Frischöl (P 1195[2] + P 1214[3] zwt. 1:2) zugesetzt

verzögerte Rücklieferung des Anreibeöls aus der neuen Aufarbeitung.

2.12. Die Ofentemperatur wird auf 2?,7 mV [illegible].

Es soll nicht über 2? 4 Bl + Mi [illegible] werden.

Bilanz 1

3.12. Kohledurchsatz vor auf 5,0 [illegible]

4.12. Kohledurchsatz weiter vor auf 6,0 kg

Es wird zu wenig Anreiböl erhalten.

Frischöl zugesetzt.

6.12. Bilanz 5

Die Stopfbüchse an Förderschnecke wird plötzlich stark undicht, sodaß der Gaseingang gesperrt werden muß. Es wird auf Öl umgestellt und bei 230 at kaltgefahren. Die Stopfbüchse hält dabei einigermaßen dicht. Es wird 3 x abgeschlammt, was gut geht. Den Mengen nach ist der Ofen sauber.

7.12. Die Abscheiderförderschnecke wird ausgebaut und dann die Stopfbüchse neu verpackt.

8.12. Ofen hochgeheizt mit 3 kg Anreiböl, 5000 Ltr Mullgas über Dach.

Dann Brei wie zuvor.

Statt 6063 0,8 % 6709[1] kalt.

Dieser von Leverkusen gelieferte Kontakt sollte mit 6063 verglichen werden.

Frischöl zugesetzt.

11.12. Die Förderschneckenstopfbüchse wird wieder stark undicht. Deshalb Umstellen auf Öl und kaltfahren n.V. Das 3-malige Abschlammen geht gut. Die Mengen sind ordentlich. Der Ofen wird 5 mal kräftig mit N_2 durchgeblasen, damit sich in der Birne kein Öl ansammelt. Frischöl zugesetzt.

12.12. Die Förderschnecke wird ausgebaut und die Stopfbüchse neu verpackt. Wegen des schlechten Funktionierens des Abscheiderstandes wird der Abscheiderrührer ausgebaut und seine Stopfbüchse neu verpackt. Im Abscheider unten sitzt etwas Dreck.

---

1) Salflgran
2) Steinkohlenteer von Sinsen
3) Hibernia-Anreiböl von Rütgers

13.12. Hochheizen und 600 at Druck.

Der Abscheider kotzt über. Die Ausgangsapparatur wird dadurch verstopft. Bei 250 at werden Abscheider und Abstreifer entleert. Nach dem Stäbern wird versucht, wieder Stand im Abscheider zu bekommen, der jedoch wieder überkotzt. Durch Spülen in Druckausgleich kommt der Stand endlich in Ordnung. Anscheinend hat sich beim Unterdrückstellen des Ofens eines der Schnellschlußventile geschlossen. Dies soll in Zukunft dadurch vermieden werden, daß beim Unterdrückstellen das Schauglas und damit die Schnellschlußventile kräftig gespült werden.

Wieder unter 600 at Druck und Kohlebrei wie zuvor.

Die Abschlammdestillation wird jetzt in der Pipe-still vorgenommen.

15.12. Frischöl zugesetzt.

16.12. " " . Es wird das aus der Pipe-still gewonnene Schlenderöl verwendet.

17.12. Bilanz 6

18.12. Wieder Rücklauföl, das aus der Blasentoppung stammt, da die Pipe-still anderweitig benötigt wird.

21.12. Bilanz 7

Frischöl zugesetzt.

Die Versuche wurden unter anderen Bedingungen weitergeführt.

Tabellen-Verzeichnis

Tabelle 1 a-c	Bilanzen
" 2	Kinematiken der Kohle
" 3	Benzinuntersuchungen
Kurvenblatt 1	" "
Tabelle 4	Mitteldestuntersuchungen
Kurvenblatt 2	" "
Tabelle 5	Solventdestuntersuchungen
Kurvenblatt 3	" "
Tabelle 6	Anreibedestuntersuchungen
Kurvenblatt 4	" "
Tabelle 7	Elementaranalysen
" 8	Verteilung des als K^+ vergasten C
" 9	Phenolverlegungen
" 10	In Abwasser gelöste Stoffe
" 11	Analysen des Kontaktes 6063
" 12	Asphaltverlegungen
" 13	Filtrations- und Schlammvergasungsversuche mit Normal- und Schleusenschlamm
" 14	Stabilität der Schleueröle

Tabelle 1a

Bilanzen vom Fahren der Kohle 1090 auf Bi + Mi mit Na_2S

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Fahrt Nr.	451						
Datum	10.11.	20.11.	25.11.	2.12.	9.12.	17.12.	21.12.
Kohle	abc	abc	abc	abc	abI	abc	abc
Aschengehalt d.Tr'Kohle %	3,3	3,3	3,8	3,2	3,2	3,3	3,1
Anlieferungstag d.Kohle				29.7.1957			
Art: Reinkohle				83,9			
Vorbehandlung der Kohle	getrankt mit 1,2 % Kont. 1121, getrocknet und gemahlen						
Art (Mengen auf Tr'Kohle berechnet)	0,8% 6063 in S-Bogen	0,8% 6063 in S-Bogen	1,5 % Kont. 2175 koll. auf Kohle zu Brei 0,8% 6063 in S-Bogen	0,8% 6063 a. Kohle z. Brei	0,8% 6063 a. Kohle z. Brei	0,8% 6709 a. Kohle z. Brei	0,8% 6709 a. Kohle z. Brei
Art des Anreibeöls	Schleud.Öl get. -325°	Schleud.Öl get. -325°	Schleud.Öl get. -325°	1:1 Rü'Öl aus Abschl. get. -325°	Rü'Öl aus Abschl. get.-325°	Schl'Öl aus Abschl.Fige get. -325°	Schl'Öl aus Abschl.Blase get. -325°
Spez. Gewicht/50°	1,100	1,100	1,074	1,100	1,094	nicht best.	1,090
% Festes	4,5	5,7	(5,7 Wert v.20.11.)	4,2	4,8	5,6	5,0
Asche im Festen	12,1	19,8	20,1	21,1	28,2	28,2	34,4
im Öl % 170°-325°	2,6	2,4	(2,4 Wert v.20.11.)	3,7	2,1	4,9	0,5
% S-Asphalt	8,5	7,9	(7,9 ")	9,0	6,4	7,3	9,3
Fahrbedingungen							
Temperaturen							
Breischlange °C	438	438	442	442	442	442	442
Ofen °C	468	468	472	472	472	472	472
Abscheider °C	457	457	460	460	460	460	460
Reinkohledurchs. kg/Ltr/h	0,425	0,424	0,480	0,501	0,557	0,555	0,569
Eingangsdruck atü RK/h	4,14	5,99	4,14	5,35	5,78	5,88	5,78
Umdrehungszahl d. Rührers	30	30	30	30	30	30	30

Tabelle 1b

Bilanzen Ergebnisse

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Rohbilanz %	98,0	98,0	98,8	99,0	98,9	98,6	98,8
Prakt./theor.Verflüssig.%	100,2	97,3	96,8	99,6	100,5	97,6	93,6
Abbau	97,8	97,6	97.0	97,4	96,0	97,5	95,7
Theoret.Ölgewinn % a.R.K.	70,2	68,5	68,0	69,9	69,8	74,2	75,5
Hochdruckölgew. % a.R.K.	74,2	70,1	72,4	73,6	74,4	71,8	73,4
Prakt.(Bi+Mi)Ölgew.Leistg.	0,31	0,29	0,34	0,36	0,34	0,37	0,34
% - 70° f.prakt.Ölgew.	12,7	15,6	14,0	16,8	16,0	16,4	18,1
Anreibeölüberschuß							
aus Rückstandsaufarbeitung	-1,7	-1,7	-1,0	+1,8	+15,5	+2,8	+12,6
gerechnet	+1,7	+0,2	-1,3	+1,5	+17,9	+6,0	+19,3
Vergasung %	24,6	24,5	23,1	23,1	24,5	25,9	23,3
Vergastes C % a.C i.R.K.	21,8	22,9	22,6	21,6	20,6	18,0	15,4
davon % als Co	4,2	4,6	3,7	4,8	4,2	4,2	5,1
% als Co_2	0,7	0,6	0,8	0,6	0,7	0,6	0,7
Abwasser % a.R.K.	4,7	7,5	8,0	6,4	5,6	7,9	6,6
Neuabschlamm % a. Tr.K.	93,3	94,7	[illegible]	94,2	100,7	89,5	100,1
darin s-Asphalt % a.R.K.	9,1	8,2	7,0	7,1	9,9	7,7	10,3
s-Asphalt % aus							
festefr. Rü'Öl	7,8	7,0	6,0	5,9	8,3	6,7	8,3
Aschebilanz Aus/Ein	97,3	92,7	[illegible]	104,0	93,0	93,8	102,7

Tabelle 1c

Bilanzen Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Abstreifer							
Spez.Gew./15°	0,980	0,984	0,980	0,982	0,986	nicht best.	0,982
% - 170°	7,4	8,1	8,5	9,2	8,7	9,4	9,9
% 170° - 325°	43,9	47,2	47,9	46,3	44,0	45,4	41,1
Abschlamm							
Spez.Gew./50°	1,126	1,100	1,096	1,094	1,086	nicht best.	1,100
Benzollösliches %	13,5	12,3	14,4	15,2	14,3	15,5	15,4
Asche im Festen %	50,0	51,1	51,0	53,0	48,1	51,9	50,3
in Öl % - 325°	13,0	14,3	15,3	12,8	11,8	13,7	11,8
% s-Asphalt	10,9	9,6	8,9	9,7	11,1	9,8	13,3

Tabelle 2

Eigenschaften der K 1090 vom 29.7.37 entascht

Elementaranalyse	
% C	83,94
% H	5,53
% O	6,98
% N	2,30
% S flüchtig	1,12
% S gesamt	1,20
% Cl	0,13
H disponibel %	4,87
Flüchtige Bestandteile %	37,92
Urteer %	14,97
Bitumen (Benzol-Meth)	0,7
Alkalität g H_2SO_4/kg T.K.	4,64
Asche % a.T.K.	3,00
Ascheanalyse	
SiO_2	36,58
Fe_2O_3	28,64
Al_2O_3	25,90
Ca O	1,89
Mg O	1,29
K_2O + Na_2O	2,13
SO_3	1,33
P_2O_5	0,46
TiO_2	1,00

Tabelle 3

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.	2	7
Untersuchte Mischung		
Benzin a.Abstr.butanfr. %	75,2	82,2
Pentan aus Abgasen %	20,1	13,5
Butan " " %	4,7	4,3
Rohbenzin		red.
Spez. Gew. / 15°	0,747	0,741
Phenole %	2,7	1,2
Anilinpunkt °C	+36,0	+37,0
Dampfdruck		0,583
Raffination 2 x 1 % H_2SO_4 96%ig		
Raffinationsverlust Vol%	1,7	2,1
Waschverlust Vol%	1,7	1,9
Redestillationsverlust Vol%	1,9	1,6
Raffiniertes Benzin		
Spez.Gew./20°	0,736	0,739
Anilinpunkt I °C	38,3	39,5
" Ia °C	38,3	39,7
" II °C	53,0	53,8
Teste: Cu-Streifen	stark angelaufen	schwach angegriffen
-Scale	6,5 farbig	2,2 farbig
Porzellan-Schale	2,0	0,4
Dr-Test	negativ	negativ
H_2SO_4-Test	besser als 2	besser als 2
Dampfdruck	0,471	0,531
Zusammensetzung		
Paraffine %	37,0	39,0
Naphthene %	47,0	44,5
Aromaten %	13,8	13,8
Ungesättigte KW %	2,2	2,7
Klopfwert		
Res	69,0	69,0

s.a. Kurvenblatt 1

Tabelle 4

Mittelölun ersuchungen

Bilanz Nr.	2	7
Untersuchtes Produkt		
Abstr.gestrippt -170° % } im Anfall-	50,8	47,0
Abschlammöl % } verhältnis	49,2	53,0
daraus Mittelöl -325° %	30,8	30,0
Mittelöl roh		
spez.Gew./20°	0,976	0,976
Phenole %	19,4	20,6
Anilinpunkt °C berechnet	-23,0	-24,0
Mittelöl entphenoliert		
spez.Gew./20°	0,958	0,960
Ungesättigte KW %	17,0	15,0
Anilinpunkt °C berechnet	-22,4	-23,0
s.a. Kurvenblatt 2		

Tabelle 5

Schweröluntersuchungen

Bilanz Nr.	2	7
Untersuchtes Produkt		
Schweröl aus -170° gestrippten Abstr. %	50,8	47,0
+ Abschlammöl %	49,2	53,0
% Schweröl über 325° daraus	69,5	70,0
Spez. Gew. v. Gesamtschweröl/50°	1,089	1,090
s.a. Kurvenblatt 3		

Tabelle 6

Anreicherölunterstuchungen

Bilanz Nr./Tag 1937	2 v. 20.11.	7 v. 21.12.
Spez. Gew. / 50°	1,100	1,090
Gew. Engler		
Siedebeginn °C	290	310
% - 325°	2,4	0,5
+ Destillationsrückstand	100,0	100,0
s.a. Kurvenblatt 4		

Tabelle 7

Elementaranalysen

	Bilanz Nr.	% C	% H	% O	% N 1)	% S flüchtig	% S gesamt	% Asche 2)	% H disponibel
ohle 1090, getränkt mit 1181 a.RK	7	82,74	,41	3,18	1,44	1,23	1,15	-	4,58
enzin – 170°	2	84,71	13,86	1,17	0,23		0,035	-	~~5,43~~ 13,86
	7	84,99	14,17	0,58	0,24		0,021	-	~~16,02~~
aus Abstr. + Abschl. 170° – 325°	2							-	
	7	86,45	9,66	2,73	1,07		0,090	-	10,60
Schweröl a.Abstr. + Abschl. über 325°	2							-	
	7	89,58	7,56	1,10	1,57		0,19	-	7,89
Abschlammöl	2	89,77	7,51	0,84	1,54		0,14	-	7,98
Anreiböl feststefrei	2	90,46	7,16	0,62	1,47		0,29	-	~~7,46~~ 7,16
	7	90,29	7,54	0,32	1,57		0,28	-	7,92
Pech im Abschlamm	2	91,41	5,24	-	0,95	13,71	13,06	49,28	~~2,18~~
	7	86,37	3,55	-	1,05 0,93	13,48	17,91	48,73 52,73	~~2,48~~
Pech im Anreiböl	2	91,10	3,76	-	1,42	4,15	5,07	20,52	~~3,20~~
	7	93,38	3,48	-	1,05 1,02	6,58	9,61	35,30 37,58	~~3,84~~

1) nach Kjeldahl-Selen-Methode bestimmt
2) Asche mit H_2SO_4 abgeraucht und dann gewogen

Tabelle 8

Verteilung des als KW vergasten C

Bilanz Nr.	2	7
als C_1 %	34,4	39,2
" C_2 %	33,6	32,6
" C_3 %	18,5	16,4
" C_4 %	13,5	11,8
	100,0	100,0
Ungesättigte		
% von C_2	12,1?	2,8
% von C_3	4,2	2,8
% von C_4	9,2	6,5
% von C_1 - C_4	6,1?	2,1

Tabelle 9

Holzzerlegungen

Bilanz Nr.	2	7
Rohphenole 150-250° redest. im Abstreifer %	10,7	11,5
darin:		
Carbolsäure %	6,36	12,57
o-Kresol %	11,13	10,11
p- u. m-Kresol %	22,87	23,52
Xylenol %	14,85	19,03
nöhere Xylenole %	21,03	16,80

Tabelle 10

Im Abwasser gelöste Stoffe g/kg

Tag 37	Bil.Nr.	Öl	CO_2	NH_3	H_2S	Phenole
15.11.	-	0	-	-	-	-
16.11.	-	Spuren	54,7	-	-	-
17.11.	-	Spuren	-	-	-	-
18.11.	-	Spuren	-	-	-	-
20.11.	2	Spuren	48,3	-	-	-
25.11.	3	Spuren	49,4	-	-	-
2.12.	4	Spuren	49,7	-	-	-
6.12.	5	Spuren	49,5	-	-	-
17.12.	6	-	40,0	-	-	-
21.12.	7	0	41,5	76,5	42,5	5,1

Tabelle 11

Analyse des Kontaktes 6063

		Na_2S v. Merck rein			Na_2S techn.
Na_2S	%	31,04	33,05	29,4	50,95
$NaHS$	%	-	0,00	-	
$Na_2S_2O_3$	%	9,60	4,3	8,9	3,44
Na_2SO_4	%	25,12	30,5	44,7	-
Na_2CO_3	%	16,71	12,4	10,1	5,02
S fls Polysulfid	%	14,25	13,24	9,0+)	-
SiO_2	%	0,01	0,03		0,38
$Al_2O_3 + Fe_2O_3$	%	0,05	0,08		0,40
CaO	%	0,006	0,03		0,06
MgO	%	0,011	-		0,021
Cl	%	0,001	-		0,002
H_2O	%	0,5	6,0		34,0

+) Summe 100: Na_2SO_4 zu hoch durch Oxydation der Sulfide zu Sulfat

Tabelle 12

Asphaltabscheidung

Bilanz Nr.		2			7
		Anreibeöl	Abschlamm	Abscheid. + Abstr. Sül	Anreibeöl
Festen	%	1,91	10,70	9,66	5,73
Asche	%	33,00	45,88	50,30	38,00
Neutralöl	%	45,00	22,65	58,10	58,32
Harzbildner	%	12,90	15,20		
Ölharze	%	7,55	1,79	7,35	7,71
Asphaltharze	%	23,65	31,16		
Asphaltbene	%			14,55	33,97
Carbene	%				
Carboide	%				

Tabelle

Filtrations- und Schleuderversuche mit

Probe: Schicht und Datum bei 180°C	a 11.11.37		a 14.11.37		c 15.11.37	
	Filtrat.	Filter-zeit Sek	Filtrat.	Filter-zeit Sek	Filtrat.	Filter-rückst. g
Normalabschlamm						
Tetralin						
100 g Mischung 1:1	200	12,8	139	10,5	120	8,7
100 g " 1:2	79	8,5	59	6,85	94	5,4
150 g " 1:2	175	12,5	128	10,4	103	9,2
Dekalin						
100 g Mischung 1:1	115	13,1	108	11,3	90	9,2
100 g " 1:2	38	8,6	35	7,5	29	6,1
150 g " 1:2	95	13,9	75	12,6	55	9,7
Gestrippt. Abstr. im Anfall-verh. 100 g 1:1,272	-	-	-	-	465	10,4
100 g Misch. 1:1,233	-	-	-	-	-	-
100 g " 1:1,112	-	-	-	-	-	-
Schleusenabschlamm						
entschlammt bei Atü	0,6	0	0,8	0	1	1	1	1
Tetralin						
100 g Mischung 1:1	92	35	13,2	12,4	93	11,3	80	10,6
100 g " 1:2	40	45	8,4	7,3	2	7,3	25	6,0
150 g " 1:2	109	96	15,5	12,4	71	11,3	-	-
Dekalin						
100 g Mischung 1:1	82	71	13,2	12,4	59	11,7	45	10,6
100 g " 1:2	39	20	8,6	7,3	1	7,3	23	6,8
150 g " 1:2	90	74	15,5	12,4	72	11,1	-	-
Gestrippt. Abstr. im Anfall-verh. 100 g " 1:1,272	-	-	-	-	-	-	120	11,2
100 g " 1:1,233	-	-	-	-	-	-	-	-
100 g " 1:1,112	-	-	-	-	-	-	-	-

$M_1 + M_1$-Schicht 13.11.37 Normalschl. Schleusenschl.

Fester im Schleuderöl	%	2,15	1,3
Asche in "	%	0,03	0,05

Tabelle 13

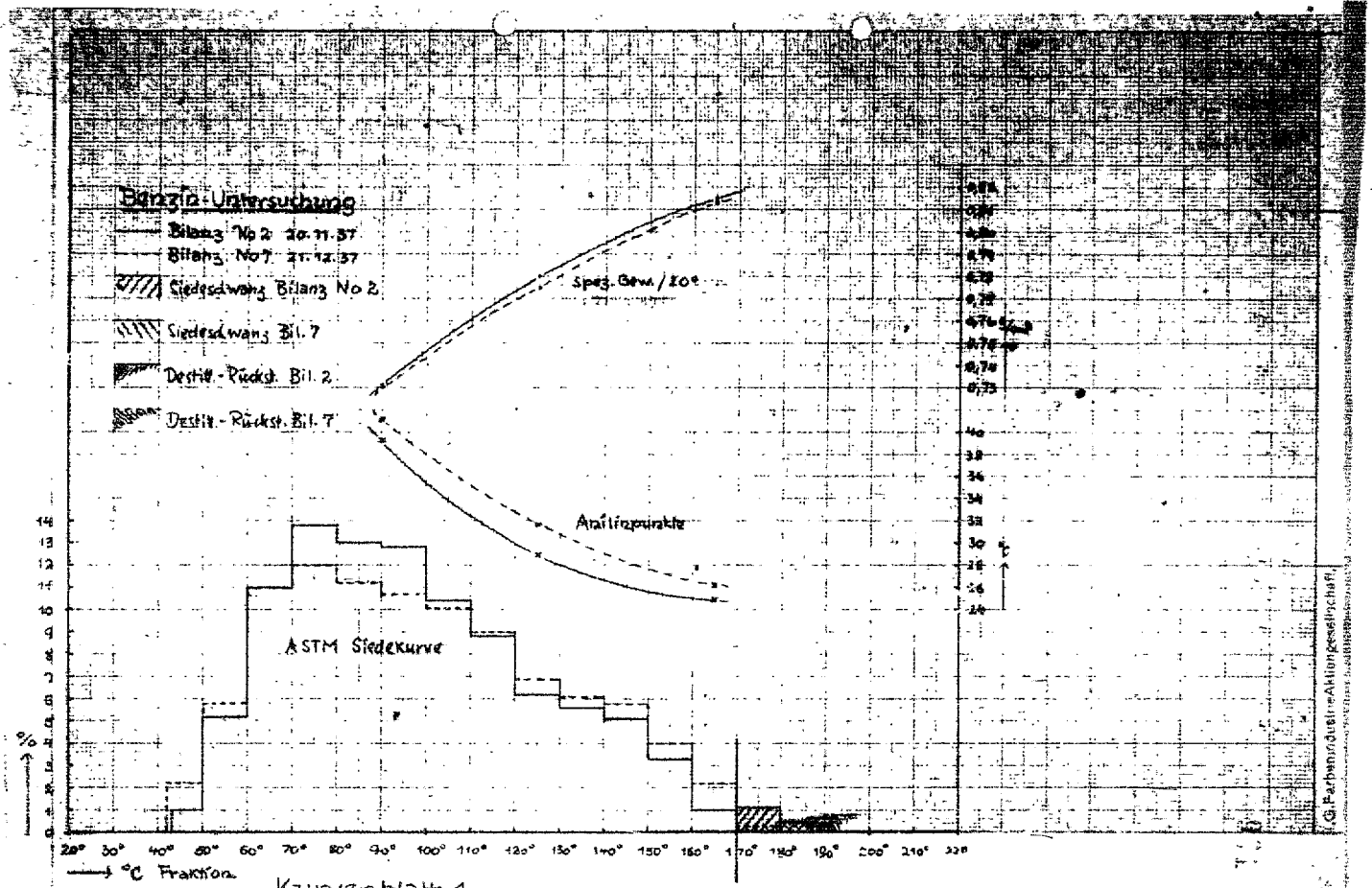
Filterversuche mit Normal- und Schleusenabschlamm

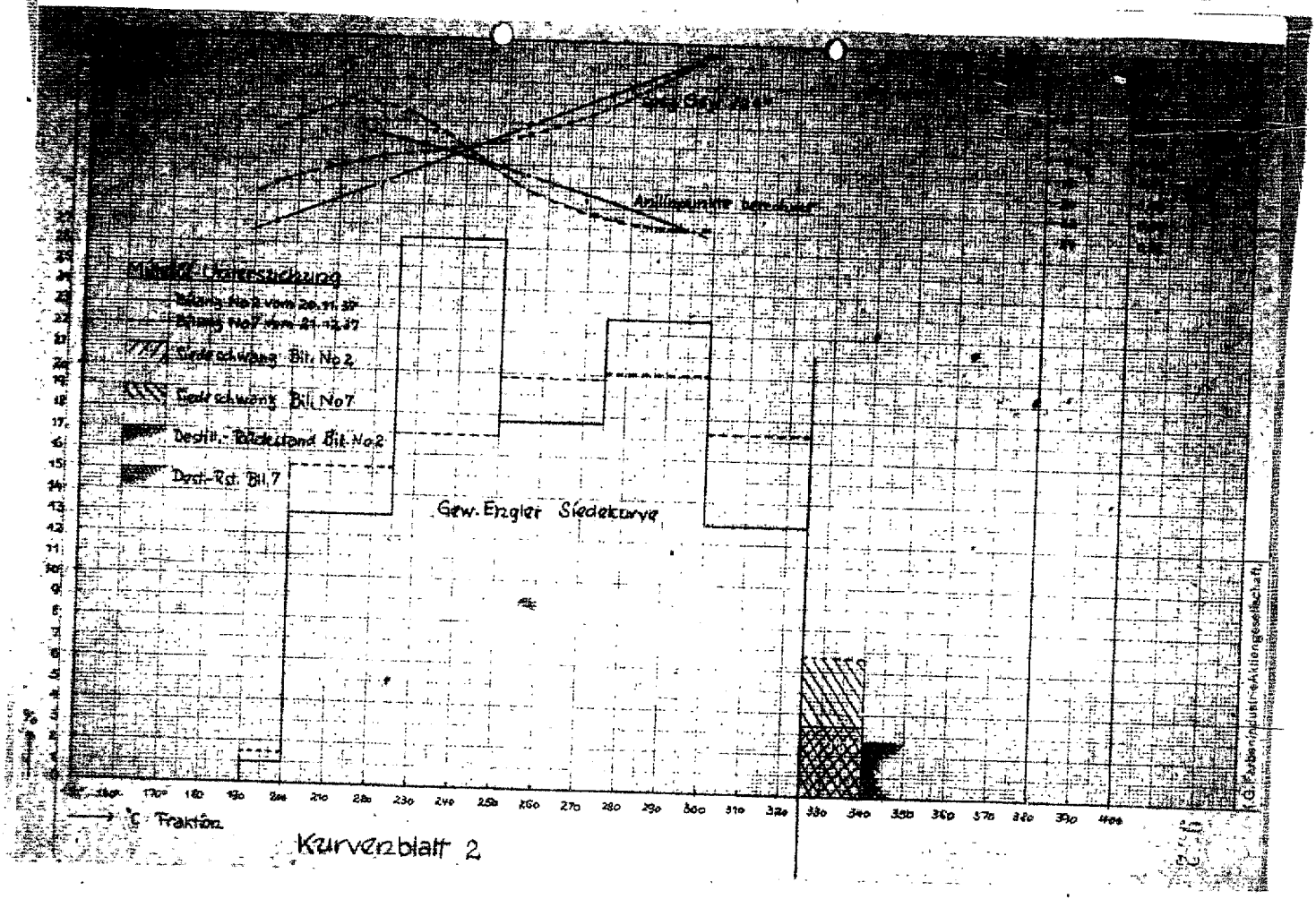
	c 15.11.37		a 17.11.37		c 17.11.37		a 18.11.37		$a_1 + b_1$ 19.11.37	
...g	Filtrat. zeit Sek	Filter-rückst.g	Filtrat. zeit Sek	Filter-rückst.g	Filtrat. zeit Sek	Filter-rückst.g	Filtrat. zeit Sek	Filter-rückst.g	Filtrat. zeit Sek	Filter-rückst.g
	120	8,7	–	–	–	–	–	–	–	–
	54	5,8	–	–	–	–	–	–	–	–
	105	9,3	–	–	–	–	–	–	–	–
	90	9,2	–	–	–	–	–	–	–	–
	29	6,1	–	–	–	–	–	–	–	–
	55	9,7	–	–	–	–	–	–	–	–
	485	10,4	–	–	–	–	–	–	–	–
	–	–	588	10,9	654	9,6	–	–	–	–
	–	–	–	–	–	–	–	–	380	10,9
	1		3-22-11-03-22-11-0		–	–	0	0	?	?
	50	10,6	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	25	6,8	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	–	–	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	45	10,6	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	23	6,8	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	–	–	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	120	11,2	– – – – – –		–	–	–	–	–	–
	–	–	130 127 105 117 114 103		–	–	95	10,9	–	–
	–	–	– – – – – –		–	–	–	–	85	10,5

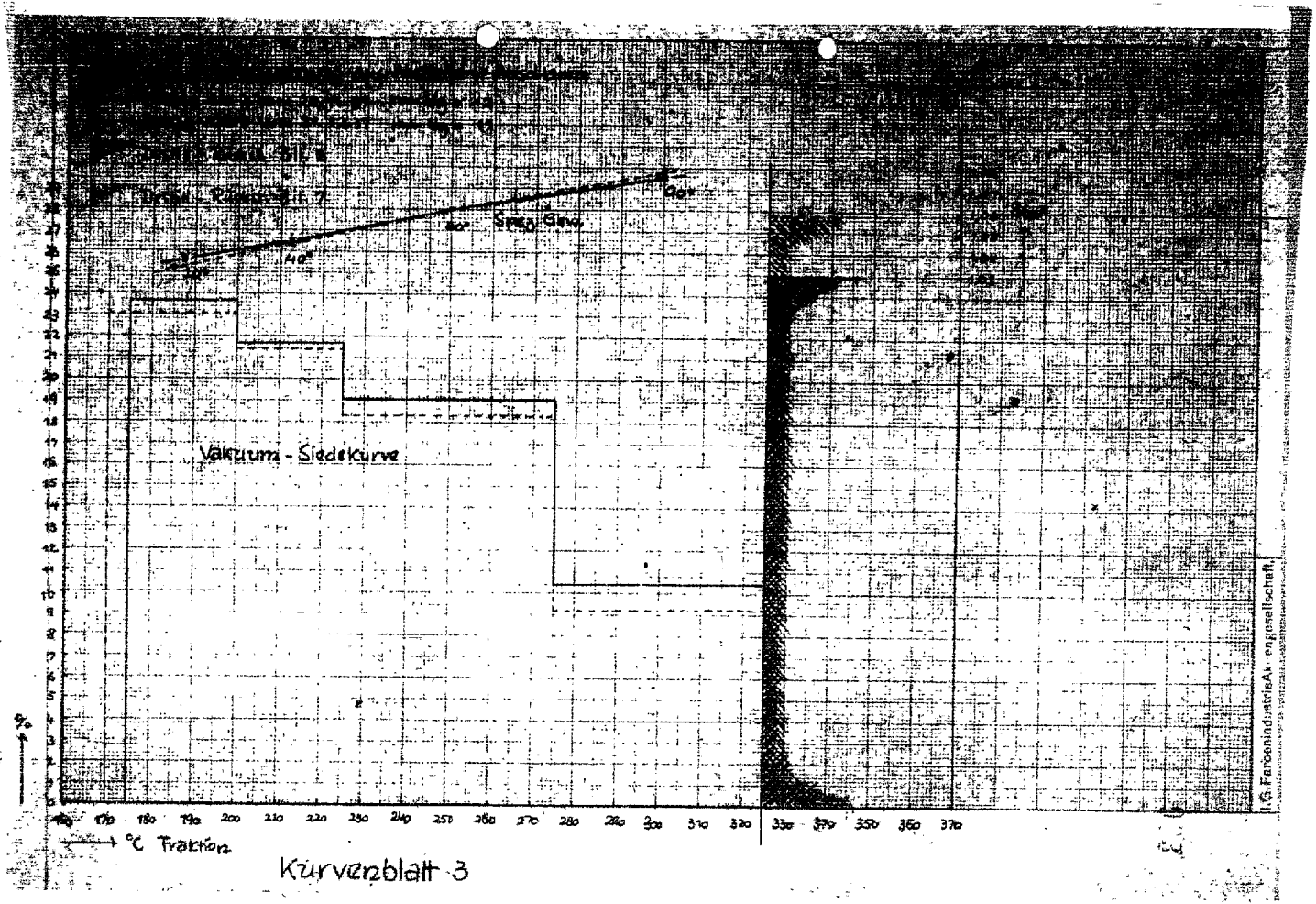
Tabelle 34

Stabilität von Schlammöle

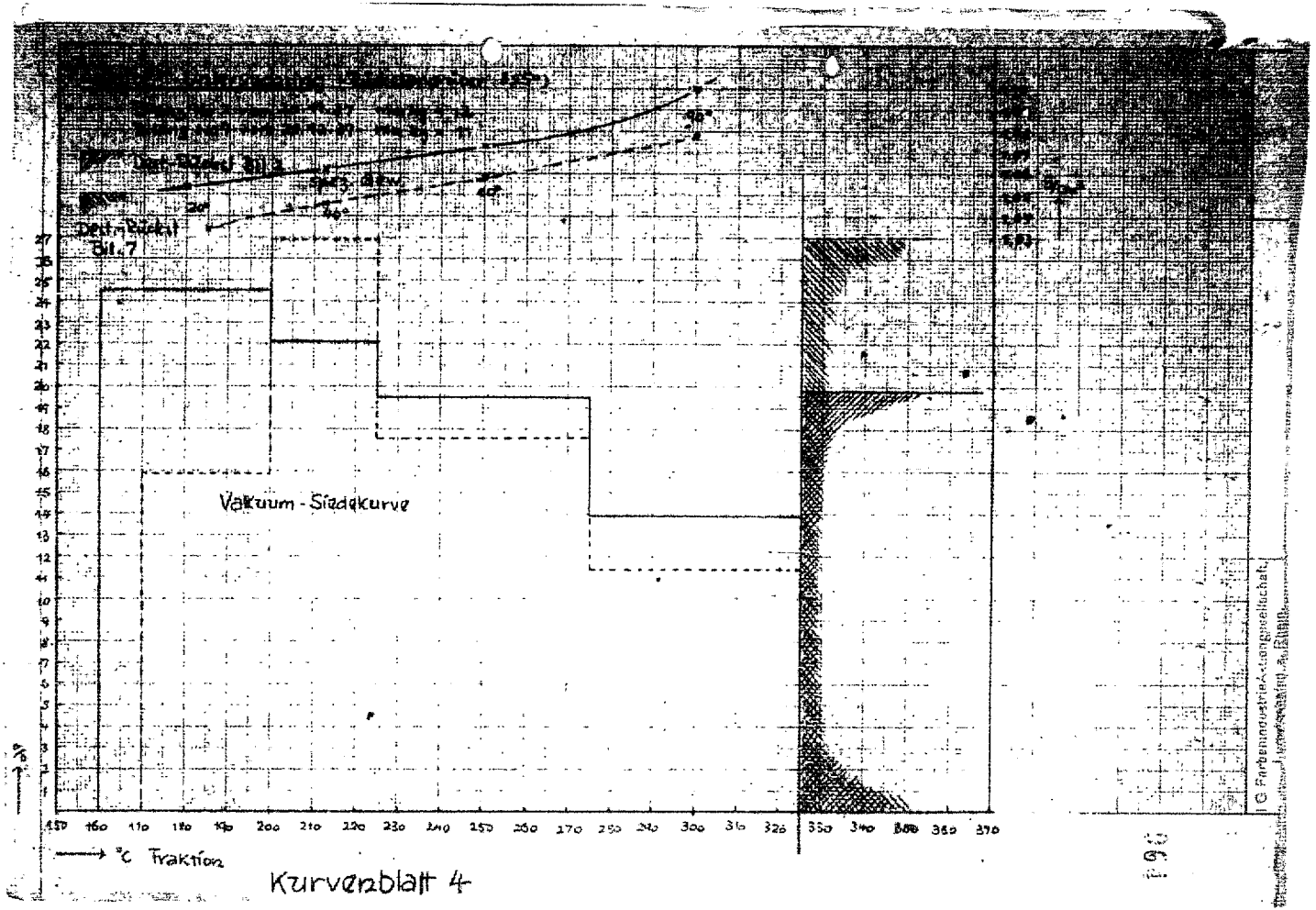
18.11.1937	Sorl.-Öl aus Abschlamm + Absetz.-S-Öl	Schl.-Öl aus Abschlamm + getr. Absetz.
Pentan %	2,1	2,1
Öl %	97,1	97,7
Asche in Pentan %	1,3	12,3
S+Asphalt im Öl %	9,0	0,2
Fleckenausbildung		
Eisengefäß ohne H_2	1,56	1,3
Glasgefäß " "	1,57	1,3
Eisengefäß mit H_2	1,5	1,2
Glasgefäß " H_2	1,59	1,3


Benzin-Untersuchung
Bilanz No 2 20.11.37
Bilanz No 7 21.12.37
Siedeschwanz Bilanz No 2
Siedeschwanz Bil. 7
Destil.-Rückst. Bil. 2
Destil.-Rückst. Bil. 7
Spez. Gew. / 20°
Anilinpunkte
ASTM Siedekurve
%
°C Fraktion
Kurvenblatt 1
© I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft


Gew. Engler Siedekurve
Kurvenblatt 2



Kurvenblatt 3



Kurvenblatt 4

© Farbenindustrie Aktiengesellschaft

TITLE PAGE

23. Gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Steinkohleextrakt.
Processing mineral coal together with mineral coal extract.

Frame Nos. 965 - 966

Hochdruckversuche
Lu 558.

13. Mai 1943 Hu/Le.

Gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Steinkohleextrakt.

Zur Prüfung eines Vorschlages von Dipl.Ing. Schappert, einen Teil der Kohle von Blechhammer der extrahierenden Hydrierung zu unterwerfen und durch Einsatz des dabei erhaltenen Primärbitumens in die Kohlekammer einen regenerierbaren Kohlebrei zu erhalten, wurde ein Gemisch von schlesischer Kohle (K 1197) und aus schlesischer Kohle im Grossversuch erhaltenem Extrakt im Verhältnis 75 : 25 im 10 Ltr.-Ofen auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. Dieses Gemisch wurde in allen Dingen wie Kohle behandelt, sodass die mit ihm erhaltenen Werte mit denen früherer Versuche zur Hydrierung des K 1197 ohne Zusatz in derselben Apparatur direkt vergleichbar sind. Nur die Eisensulfatmenge war um 25 % verringert, da auf das Primärbitumen kein Kontakt aufgetränkt wurde.

Das Gemisch liess sich störungsfrei verarbeiten und lieferte die in der Anlage aufgeführten Ergebnisse. Danach wurden bezüglich Leistung, Vergasung und Abbau etwas ungünstigere Resultate als mit Kohle allein erhalten, und der Asphaltspiegel lag etwas höher. Auch die teilweise zweistufige Verarbeitung von Steinkohle in der Sumpfphase unter gemeinsamer Hydrierung von Extrakt und Kohle bringt demnach chemisch Nachteile mit sich.

Über die mit dem Gemisch durchgeführten Messungen des Wärmeüberganges in der Vorheizung soll gesondert berichtet werden

Gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Primärbitumen

		Kohle + Extrakt	Kohle ohne Extrakt
Kohle		K 1197 v. 9.5.41	
Vorbehandlung		entstaubt	entascht
Kontakt	auf Kohle getränkt a.T.K. %	1,2	Eisensulfat
	kollz.Brei auf TK. bzw. a.T.K. Extr. %	1,5	Bayermasse
	" " " auf T.K. bzw. a.T.K. Extr. %	0,3	Sulfigran
Extrakt		aus K 1242 von Ke.804	-
Kohle : Extrakt		75:25	-
Steinkohledurchsatz (K.K. + Extrakt)- Durchsatz		0,41 0,53	0,50 -
(Kohle + Extrakt) bzw. Kohle: Anreiböl		1:1	1:1
" " " :Rückfluß-			
abschlamm		1:0,1	1:0,1
Ofentemperatur	°C	471	471
Gas cbm/kg (RK + Extrakt) bzw. R.K.		4,1	3,9
Druck	atm	600	600
Feste-Abbau	%	95,8	96,2
Prakt. (Bi+Mi)-Leistung		0,29	0,32
im Ölgewinn Benzin -200°	%	26,5	29,1
Vergasung a. Bi + Mi + Verg.	%	24,3	23,7
v.vergasten C CO	%	9,1	7,7
CO_2	%	6,9	1,3
Asphalt im Neuabschlamm a. (RK + Extr.) bzw. RK.		9,8	8,8
" auf festefreies Rücklauföl	%	7,5	7,1
" im Anreiböl	%	6,9	7,2
Wasserneubildung a. (RK + Extrakt) bzw. RK	%	9,7	11,7
Ofen 455/51 vom		26.3.u.4.4.43	12.u.14.3.43

1) wegen Störung der Entaschungsanlage

TITLE PAGE

24. Verarbeitung von Steinkohlen hochtemperaturteer mit Steinkohlezusatz.
Processing mineral coal high temperature tar with mineral coal admixed.

Frame Nos. 967 - 989

Hochdruckversuche
Lu 558

10. Mai 1943 Hu/Fu

G. v. Hartmann
H. Hupfer
P. Leonhardt

Verarbeitung von Steinkohlenhochtemperaturteer mit Steinkohlezusatz.

Zusammenfassung.

In kurzen Versuchen sollten Erfahrungen über die Wirkung eines Zusatzes von Steinkohle auf die Verarbeitung von Teer und Pech gewonnen werden.

Als Kohle wurde die der Heinitzgrube O/S., getränkt mit 1,0 - 1,2 % Eisensulfat, verwendet.

An einem relativ feste- und asphaltarmen Gemisch aus Steinkohlenteerrückstand und Teeröl wurde gezeigt, daß sich bei Ersatz der Zugabe von 2,0 % des alkalisierten Eisen-Grude-Kontaktes durch 20 % Kohle die gleiche Leistung beim Fahren im geraden Durchgang erzielen läßt. Die Kohle liefert etwas mehr Vergasung und zusätzlichen Asphalt im Abschlamm, ohne daß sich der Festegehalt entsprechend vermehrt. Trotzdem wird das Schwelergebnis etwas verbessert, was darauf schließen läßt, daß der Kohlezusatz den Abbau des Teerasphaltes fördert und daß die aus der Kohle entstehenden Asphalte sich besser als die aus dem Teer verschwelen lassen.

Auch auf Benzin und Mittelöl ließ sich das Teergemisch mit Kohlezusatz störungsfrei hydrieren.

In einem weiteren kurzen Versuch gelang es, ein Steinkohlenteerpech mit 24 % Benzolfestem und 36 % Asphalt, das sich mit Eisenkontakt und selbst mit Molybdän-Grude nicht hatte verarbeiten lassen, mit 20 - 25 % Kohlezusatz auf Benzin und Mittelöl mit der noch brauchbaren Leistung 0,25 zu hydrieren. Auch hier waren die Schwelergebnisse gut.

Auf die Eigenschaften der anfallenden Öle hatte der Kohlezusatz keinen wesentlichen Einfluß.

ges. Hupfer
ges. Leonhardt

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. v. Hartmann
Dr. Hupfer
Dr. v. Müffling

Kohleverarbeitung und Schwelung: Dr. Glos
Dr. Rank

Untersuchungen: Dr. Schiffmann
Dr. Meier
Dr. Wittmann
Dr. Hirschberger

Versuchsergebnisse

I Verarbeitung eines Teergemisches auf Schweröl-Überschuß.

Zunächst wurde ein Teer-Teerölgemisch über 325° geprüft, das in seiner Zusammensetzung mit rd. 7,5 % Benzolfestem und 18,0 % s-Asphalt im Öl ungefähr dem für Pölitz in Betracht kommenden Rohstoffgemisch entsprechen sollte. Es wurde sowohl für sich allein wie in Mischung mit schlesischer Steinkohle K 1197 (Heinitzgrube) bei 480° verarbeitet. Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Teer : Kohle		100:0	100:20	100:20
Kontakt: Eisen-Grude alkalisiert a. Teer	%	2,0	2,0	0
Sulfigran "	%	0,3	0,3	0,3
Eisensulfat (aufgetränkt) a.Kohle	%	-	1,2	1,0
Leistung		0,51	0,53	0,51
Schweröl im Ölgewinn	%	50,4	48,9	42,2
Vergasung	%	10,8	11,5	12,5
Abbau v. Asphalt des Teeres	%	96,7	94,3	91,7
Schwelöl v. Öl d. Abschlamms	%	78,6	87,3	81,7
nach Herausrechnung des Kohleanteils:				
Leistung		0,51	0,49	0,47
Schweröl im Ölgewinn	%	50,4	55,0 ?	47,9
Vergasung	%	10,8	8,7	9,6
Festeabbau	%	80,5	84,1	82,5
Bilanz Nr.		6	5	4

Das Öl-Teer-Gemisch ergab bei der Verarbeitung ohne Kohlezusatz und mit 2,0 % alkalisiertem Eisen-Grude-Kontakt eine etwas geringere Leistung, als den Eigenschaften des Frischöls nach erwartet werden konnte. Auch die Schweröl-spaltung und die Vergasung waren recht niedrig. Die Ölausbeute bei der Schwelung des Abschlamms war unter den gewählten Bedingungen gerade noch ausreichend.

Mit Zusatz von 20 Teilen Kohle (Bilanz 5), die mit 1,2 % Eisensulfat getränkt war, auf 100 Teile Teer bei sonst gleichbleibender Fahrweise, trat eine deutliche Verbesserung der Schwelausbeute aus dem etwas festereicheren, aber auch mehr Asphalt enthaltenden Abschlamm ein. Bei unveränderter Gesamtleistung wurde ein Ölgewinn mit weniger Schwerölanteilen erhalten und die Vergasung nahm etwas zu, was durch den Kohlezusatz ohne weiteres zu erklären ist.

Die Vergasung scheint aber etwas niedriger zu sein, als sich durch Zusammenrechnung aus den Werten der Komponenten für sich errechnen läßt. Immerhin bedürfte dieser Befund noch der Bestätigung, zumal in Versuchen zur Verarbeitung von Kohle mit wenig Teer keine derartige Beeinflussung festzustellen war. 1)

In Bilanz 4 wurde ohne den Grude-Kontakt gefahren und außerdem die auf die Kohle getränkte Eisensulfatmenge von 1,2 auf 1,0 % beschränkt; die letztere Änderung wirkte also in gleicher Richtung wie die erste, war aber sicher von untergeordneter Bedeutung. Naturgemäß ergab sich eine Verschlechterung sämtlicher Bilanzwerte, die aber nicht bedeutend bezw. noch tragbar war. Das Teergemisch hätte sich also mit Steinkohle ohne Grudekontakt/verarbeiten lassen. Das Abstreiferschweröl war noch ein typisches Steinkohlenteerheizöl, der geringe Kohlezusatz hatte also keine wesentliche Wirkung auf seine Eigenschaften.

/recht gut

II Verarbeitung des Teergemisches auf Benzin + Mittelöl.

Von der Fahrweise auf Bi + Mi liegen nur Bilanzen mit Kohlezusatz vor. Die Versuche wurden bei höherer Temperatur durchgeführt, da der Ofen mit der Schwerölrückführung erwartungsgemäß ruhiger lag. Das Verhältnis Kohle : Frischöl blieb unverändert, ebenso die Kontaktmenge (1,0 % $FeSO_4$ auf Kohle, 0,3 % Sulfigran auf Teer). Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt:

Ofentemperatur ° C		484	488
Schwerölrückführung		65:35	65:35
Leistung (Bi + Mi)		0,26	0,27
Schweröl im Ölgewinn	%	8,8	10,2
Vergasung	%	22,3	23,0
Abbau von Asphalt des Teeres	%	93,1	93,1
Schweröl vom Öl des Abdeckschlamms	%	79,2	80,9
nach Herausrechnung des Kohleanteils:			
Leistung		0,23	0,23
Schweröl im Ölgewinn	%	10,1	11,9
Vergasung	%	21,4	22,3
Pechabbau	%	76,5	79,6
Bilanz Nr.		1	2-3

1) Zusatellig. 208251 Hupfer vom 12.11.42.

Bei 484° (Bilanz 1) war das Schwelergebnis ungenügend. Durch Steigerung der Temperatur auf 488° (Bilanz 2-3) konnte eine störungsfreie Abschlammschwelung erreicht werden. Das Verhältnis der Ergebnisse vom Fahren auf Benzin und Mittelöl zu denen, die beim Fahren im geraden Durchgang erhalten wurden (Bilanz 4) entspricht ungefähr dem, das an anderen Steinkohlenteeren[1]) gefunden wurde. Die Öle ähnelten in ihren Eigenschaften weitgehend den aus anderen Teeren erhaltenen, d.h. auch hier war der Kohlezusatz nur von geringem Einfluß. Der Versuch hat jedenfalls gezeigt, daß dieses Teergemisch sich mit Steinkohle anstelle von Grudekontakt auch auf Benzin + Mittelöl verarbeiten läßt.

III Verarbeitung von Steinkohlenteerpech auf Benzin und Mittelöl.

Weitere kurze Versuche wurden mit einem Steinkohlenteerpech von Rütgers, Rauxel (P 316 R) durchgeführt. Dieses ließ sich bei einem Festegehalt von 24 % und einem Asphaltgehalt von 36 % mit dem alkalischen Eisenkontakt (2,0 %) nicht auf Benzin und Mittelöl verarbeiten. Mit 1,5 % Molybdän-Grude schien die Verarbeitung ebenfalls nicht möglich zu sein. Obwohl der Ofen bis zur allerÄußersten Grenze der Beherrschbarkeit (25,7 mV) ausgefahren wurde, fielen über 25 % Neuabschlamm an.

Nach Zusatz von 20 Teilen mit 1,2 % Eisensulfat getränkter Kohle auf 100 Teile Pech (Bilanz 7) lag der Ofen ruhiger und der Abschlammanfall verminderte sich. Es wurden folgende Bilanzergebnisse erhalten:

Teer : Kohle		100:20	100:25
Eisensulfat a. Kohle	%	1,2	1,2
Eisen-Grude alkal. a. Teer	%	1,5	1,5
Natriumsulfid a. Teer	%	0,3	0,3
Ofentemperatur	°C	488	488
Gas cbm/kg Teer + Kohle		3,1	3,5
Leistung (Bi + Mi)		0,26	0,25
Schweröl im Ölgewinn	%	3,7	0,2
Vergasung	%	26,4	27,7
Abbau v. Asphalt des Teeres	%	95,5	94,8
Schweröl v. Öl des Abschlamms	%	90,1	85,6
Nach Herausrechnung der Kohleanteile:			
Leistung		0,23	0,22
Vergasung	%	29,7	28,4
Pestenabbau	%	93,4	90,1
Bilanz Nr.		7	8

1) z.B. P 1094, Zus.stellg. 202251 vom 7.4.42 und 202401 vom 24.4.42.

Das Teerpech ließ sich demnach in Anbetracht seiner analytischen Zusammensetzung bemerkenswert gut mit Kohle verarbeiten. Nur die Vergasung lag höher als bei den bisher untersuchten Teerrückständen. Die Schwelung verlief einwandfrei. Der günstige Einfluß des Kohlezusatzes im Hochdruck ist vermutlich durch seine verdünnende bezw. asphaltverteilende Wirkung zu erklären. Dabei entstehen leichter verschwelbare Asphalte.

Anschließend (Bilanz 8) wurden der Kohlesatz und die Gasmenge erhöht, letzteres um die Verweilzeit im Ofen zu verkürzen und damit die Beherrschbarkeit des Ofens zu verbessern. Chemisch ergab sich hieraus eine geringe Verschlechterung sämtlicher Ergebnisse, woraus man vice versa schließen könnte, daß der beabsichtigte Zweck erreicht wurde.

Die anfallenden Öle ließen auch hier keine wesentliche Auswirkung des Kohlezusatzes auf die Eigenschaften des Anfalls erkennen.

Versuchsanordnung

Normaler 10 Ltr-Ofen

Breischlange gelitert zu 1075 ccm Anfahrtag 9.5.41
1050 " " 12.5.41
1020 " " 27.5.41

Ofen-Reaktionsvolumen gelitert zu 0,16 Ltr.

Umdrehungszahl des Ofenrührers: 38/Min.

Abscheider im Bleibad

Ofen 411 von 21.4.41 -

Versuchsverlauf.

21.4.41 Angeheizt; unter 600 atm, 3000 Ltr Gas über Dach. Ab 11,5 mV[1]) mit Einlauf: P 1214 (Hydrieröl von Rauxel) + P 1416 (Rohrtöl-Gemisch) von 18.10.40, beide getoppt - 325°, 40:60.

22.4. Bei 22,5 mV umgestellt auf Mischung:

K 1197 vom 29.1.41, schles. Steinkohle Heinitzgrube, geschroten, nicht entascht, getränkt mit 1,0 % Ölöl getrocknet und gemahlen.

+ P 1416 get. + P 1214 get. (60:40); Teer zu Kohle 100:20

+ 0,3 % 6709 koll. 50%ig in Abstreifer-Schweröl (Na_2S, Sulfigran) auf Teer bezogen zum Brei.

+ Rückführung von Abstreifer-Schweröl : Teergemisch = 35:65. Zunächst Abstreifer-Schweröl aus der Verarbeitung von Pölitzer Teergemisch im Ofen 411.

+ Rückführung von Abschlamm: Teermischung 0,5 : 1

Durchsatz: 3,6 kg Teergemisch + Kohle. Gasmenge 2,5 cbm je kg Teer.

Die Temperatur war so zu fahren, daß 15 - 20 % Neuabschlamm, bezogen auf Teer, anfielen. Dabei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,0 mV, Ofen 25,5 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen.

Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt. Schweröl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.

---

1) Klemmentemperatur 40°

23.4.41 Gasmenge erhöht auf 2,5 cbm/kg Teergemisch + Kohle; Abschlammrückführung zurück auf 1:0,2 auf Teergemisch + Kohle, Ölrückführung vor auf 65:35 auf Teergemisch + Kohle.

Es wird alles auf Teergemisch + Kohle bezogen, weil die Kohle als zu verarbeitender Bestandteil des Einganges und nicht als Kontaktträger angesehen werden muß. Um schärfere Hydrierbedingungen zu erhalten, wurde die Abschlammrückführung vermindert. Die ruhige Temperaturlage des Ofens schien dies zu erlauben.

Abschlammprozente so niedrig wie möglich, jedoch nicht unter 15 %. Es zeigte sich, daß die angegebene Ofenhöchsttemperatur praktisch ausgefahren werden konnte.

24.4. Mit eigenem Abstreiferschweröl.

27.4. ab Bilanz 1

28.4. Ofentemperatur vor auf max. 25,8 mV

Die Abschlammprozente lagen etwas höher als angestrebt wurde und der Ofen lag bei 25,5 mV mehr ruhig.

29.4. Druck kurzzeitig zurück auf 230 atm wegen Stromausfalls.

3.5. ab Bilanz 2

6.5. ab Bilanz 3

7.5. Ab 22[15] vor auf ohne Abstreifer-Schweröl-Rückführung. Durchsatz 5,4 kg/Std. Teergemisch + Kohle.

Es sollte nun auf Schwerölüberschuß gefahren werden, da der Dichtedifferenz nach die Verarbeitung auf Bi + Mi mit erheblicher Vergasung verbunden war und weil die Möglichkeit bestand, daß die gemeinsame Verarbeitung von Kohle + Teer im geraden Durchgang günstigere Ergebnisse liefert.

9.5. Druckdifferenz von 30 atm zwischen Gaseingang und Ofen. Als Grund dafür mußte eine Verengung der Schlange angenommen werden. Umstellen auf Öl (P 1214 get.) unter Temperaturzurücknahme auf 22,5 mV brachte auch nach 9 Std. keinen Erfolg. Daher kaltgefahren und 3 mal entschlammt, ging gut.

Der Ofen war den Mengen nach sauber. Schlange ausgebaut und gelitert zu 510 gegen 1075 ccm beim Einbau.

Sie hatte also nach 58 Fahrtagen mit Steinkohlenteer, davon 40 Tage mit Pölitzer Teergemisch mit und ohne Schweröl-rückführung, 53 % ihres Anfangsvolumens verloren, ohne daß dies an der Temperaturdifferenz S_4/M_1 erkennbar gewesen wäre. Auch in anderen Versuchen mit Steinkohlenteer hat sich beim Fahren mit Schwerölrückführung eine besonders ausgeprägte Neigung zu Vorheizerverkrustungen beobachten lassen. Außerdem hatten sicherlich die bei Teeren so häufigen Pumpenstörungen mitgewirkt.

Neue Schlange eingebaut, gelitert zu 1050 ccm.

12.5.41 Angefahren nach Vorschrift mit Einlauf von P 1214 get. Bald nach Anfahren trat eine Verstopfung am Ofeneingang auf. Durch Spülen konnte die Störung nicht behoben werden. Daher 2 x Ofen entschlammt und Störung dadurch beseitigt. Möglicherweise waren Krusten, die sich bei der Temperaturänderung des Anheizens gelöst hatten, die Ursache. Wieder hochgefahren mit Kohlebrei wie zuvor.

15.5. ab Bilanz 4

Mit Zusatz von 2 % 8009 (Eisen-Grude alkalisiert) koll. bezogen auf Teergemisch.

Es wurde nun der für Teere übliche Kontakt zugesetzt.

16.5. Kontakt 1191 (auf die Kohle aufgetränkt) vor auf 1,2 %.

Der Kohle wurde damit die übliche Kontaktmenge gegeben.

19.5. ab Bilanz 5

Ab 22^{00} P 1416 + P 1214 (60:40) ohne Kohle. Durchsatz 5,0 kg, alles andere unverändert.

Um den Einfluß der Kohle zu erfassen.

Der Rohstoff-Durchsatz wurde vermindert, um die Abschlammprozente zu erhalten. Hieraus zeigt sich die bessere Hydrierbarkeit der Kohle im Vergleich zum Teer.

22.5. ab I Bilanz 6

16^{00} Analysen abgehängt, da Ofeninnenelemente nicht richtig anzeigten. Die Ursache davon war, daß der Ofen unten an der druckfesten Hülse undicht geworden war. Kaltgefahren. 4 x entschlammt, ging gut.

Die Mengen waren in Ordnung.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	2,2	36,7	3,5
Kaltfahröl	0,2	10,0	1,0

25.5. Ausbaubefund: Der Ofen war hinreichend sauber; nur im unteren Linsenanschluß fand sich etwas harter Ansatz (84,7 % Asche, davon 63,5 % Fe_2O_3), jedoch war der Eingang frei. Am Rührer war die untere Zackenkrone zusammengestaucht auch zeigten die Stege in der Mitte eine geringe Verbiegung. Die druckfeste Hülse war in der Höhe der Zackenkrone von dieser einseitig durchgeschliffen worden.

Vermutlich sind beim Anfahren am 22.4. besonders viel Sulfidkrusten von der Ofenwand abgeplatzt; gegen sie ist der Rührer aufgestossen und hat dabei die Stauchung erhalten.

Hieraus zeigt sich, daß ein Ofen, der eine längere Fahrzeit hinter sich hat, - dieser hatte eine Betriebszeit von 2800 Stunden - bei Kaltfahren ausgebaut und von Sulfidkrusten gereinigt werden muß. Da in diesem Ofen vom 5.-7.3.41 mit erhöhtem H_2S-Partialdruck gefahren worden war, waren möglicherweise besonders starke Krusten entstanden.

Schlange ausgebaut, gelitert zu 830 ccm gegen 1030 ccm. Sie hatte nach 12 Tagen rd. 20 % ihres Volumens verloren, was gerade noch als normal anzusehen ist.

26.5. Neuer Ofenrührer eingebaut. Ofen gereinigt und gelitert zu 8,17 Ltr. Neue Schlange, gelitert zu 1020 ccm, eingebaut..

27.5. Angefahren.

28.5. Ab 12^{00} mit Einlauf: Schweröl von Ofen 411 aus P 1214 get.

Bei 18 mV umgestellt auf Einspritzmischung: P 316 R (Steinkohlenteerpech von Rütgers, Rauxel) vom 7.5.41

+ Abstreifer-S'Öl von Ofen 411 vom vorhergehenden Versuch (1:1)

+ 5 % 8009 koll. in Abstreifer-S'Öl auf Pech bezogen

3 kg/Std. Frischöl-Durchsatz.

Ab 22,5 mV umgestellt auf 2 % 8009 + 0,3 % 6709 beide koll.

3 kg/Std. Frischöl-Durchsatz. Gas 2,5 cbm/kg Frischöl. Abschlammrückführung 1:0,5

Temperaturen wie zuvor. Abschlammprozente möglichst niedrig, jedoch nicht unter 10 %.

29.5. Die Abschlammprozente lagen noch sehr hoch, die Temperatur war in der Gegend von 25,4 zunächst noch nicht beherrschbar.

30.5. S'Öl-Rückführung auf Frischöl: S'Öl = 40:60 erhöht.

Um die Temperatur besser ausfahren zu können.

31.5. Umgestellt auf 1,5 % 5475 Ch 12 (Grude Molybdän) koll. in Abstreifer-S'Öl anstelle von 8009.

Mit dem Eisenkontakt konnte das Pech nicht auf Bi + Mi verarbeitet werden.

1.6. Schwerölrückführung zurück auf 50:50.

Die Abschlamm-Prozente lagen auch mit dem neuen Kontakt über 100%, was der bekannten ungünstigen Wirkung des S'Öls zuzuschreiben ist.

2.6. Mit eigenem Abstreiferschweröl.

4.6. Durchsatz zurück auf 2,5 kg Frischöl. Frischöl : S'Öl = 60:40

Die Abschlammprozente lagen immer noch zu hoch.

5.6. Die Maßnahmen des Vortages hatten zwar zu einer Verbesserung des Abschlammaussehens und zu einer gewissen Verringerung des Abschlammanfalls geführt.

Das Teerpech ließ sich aber auch bei dem geringen Durchsatz nicht verarbeiten, da über 25 % Neuabschlamm anfielen und die Ofentemperatur nicht genügend beherrschbar war. Der Unterschied zum Eisenkontakt war zwar erkennbar, aber auch die Aktivität des Molybdäns hatte für diesen Rohstoff nicht genügt.

6.6. Umgestellt auf neue Mischung: P 316 + K 1197 vom 29.1.41 getränkt mit 1,2 % 1181 (100:20). Frischöl: Abstreifer-S'Öl = 60:40 wie bisher. Frischöl:Abschlamm = 1:0,5 unverändert. + 1,5 % 8009 + 0,3 % 6709, beide koll. zum Brei bezogen auf Pech. Durchsatz 2,5 kg Frischöl. Alles andere wie zuvor.

7.6. Der Ofen war nicht mehr so unruhig wie vorher. Die Abschlammprozente gingen bei der mittleren Ofentemperatur von 25,5 mV auf 25 % herunter.

10.6. Bilanz 7

Die Abschlamm-Prozente lagen bei 25,7 mV mittlerer Temperatur mit 17 % sehr günstig. Der Ofen war dabei gerade noch beherrschbar.

11.6. Kohle : Pech vor auf 25 : 100

Der Ofen war bisher nur schwer gleichmäßig auf der hohen Temperatur (25,5 - 25,8 mV) zu halten. Es wurde für möglich gehalten, daß die Vermehrung der Kohlezugabe dies bessert.

14.6. Gas vor auf 3,0 cbm/kg Frischöl + Kohle.

Es sollte durch Erhöhung der Gasmenge der Abschlammanfall verringert werden. Außerdem sollte hierdurch der Aufenthalt des Breigemisches im Ofen verkürzt und dadurch der Ofen besser beherrschbar werden.

15.6. Bilanz 8

Anschließend an die Analyse sollte der ganze Ofen auf 25,0 mV gehalten werden, während bisher eine Staffelung von 24,2 - 25,7 mV vorlag, was auch eine mittlere Temperatur von 25,0 mV ergab, um festzustellen, wie sich der Ofen hierbei verhält.

16.6. Temperatur vor auf 25,2 mV

Zu viel Abschlamm-Anfall.

Ofen hoch auf 27 mV.

Der Ofen war also unter den verlangten Bedingungen (s.15.6.) nicht beherrschbar. Der Versuch wurde als beendet angesehen.

977

Zur Vorbereitung eines dringlichen Vorversuchs für Ka 804 wurde kaltgefahren. 4 x entschlammt, ging gut.

Menge	I	II	III	IV
Ofen	6 940	10 050	12 000	11 200
Abscheider	1 200	1 500	1 100	1 200

Während des Abschlammens II - IV sind vermutlich noch zusätzliche Mengen Öl nachgedrückt worden; hierdurch erklären sich die großen Mengen.

Ofen gelitert zu 7,94 gegen 8.17 Ltr beim Einbau. Der Ofen war also genügend sauber, ebenso die Schlange, die nach 21 Fahrtagen zu 865 gegen 1020 ccm gelitert wurde.

Tabellen-Verzeichnis

Tabelle 1a - d	Bilanzen
2	Eigenschaften der Rohstoffe
3	Benzinuntersuchungen
4	Untersuchungen der Benzinfraktionen
5	Mittelöluntersuchungen
6	Schweröluntersuchungen
7	Heizöluntersuchungen
8	Phenolzerlegung
9	Elementaranalysen
10	Verteilung des als KW vergasten O
11	iso-Butan-Gehalte
12	Im Abwasser gelöste Stoffe

Tabelle 1a

Bilanzen

von der Verarbeitung von Steinkohlenteeren mit Steinkohle (K 1197 v. 29.1.41) bei 600 atm

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Tag 1941	27.4.	3.5.	6.5.	15.5.	19.5.	22.5.	10.6.	15.6.
Schicht	ab	ab	ab	ab	ab	ab I	ab	ab
Ofen	411	411	411	411	411	411	411	411
Kohle : Vorbehandlung	geschroten, nicht entascht							
Teer:								
P 1416 get. v. 18.10.40 + P 1214 get. (60:40) : Kohle	100:20	=	=	=	=	100:0	100:20	100:25
P 316 R v. 7.5.41 : Kohle								
Katakt: 1181 auf Kohle %	1,0	=	=	=	1,2	-	1,2	1,2
8709 50%ig in Abstr.S'Öl auf Teer %	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
8009 30%ig " " " " " %	0	0	0	0	2,0	2,0	1,5	1,5
Rückführung: Teer+Kohle:Abschlamm	1:0,2	=	=	=	=	=	1:0,5	=
" " :Abstr.S'Öl	65:35	=	=	0	0	0	60:40	=
Fahrbedingungen: Temp. Schlange °C	449	448	452	418	417	419	439	440
Ofen "	484	488	488	480	480	480	488	488
Abscheider °C	473	476	476	469	468	468	476	476
Teer + Kohle Durchsatz kg/Of-Vol/Std.	0,422	0,432	0,425	0,642	0,637	-	0,358	0,369
R.Teer " " " "	0,362	0,368	0,362	0,546	0,546	0,615	0,304	0,301
R.Kohle " " " "	0,060	0,064	0,063	0,096	0,091	-	0,054	0,068
Eingangsgas m^3/kg Teer + Kohle	3,28	3,46	3,37	2,85	2,79	2,97	3,07	3,52
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	=	=	=	=	=	=	=

Tabelle 1b

Bilanzen Fortsetzung Gesamtergebnisse

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8
Rohbilanz	%	99,6	98,7	100,0	99,0 [3]	100,0	98,9	99,2	100,8
org. Feste-Abbau	%	88,9	91,5	89,7	91,5	91,9	80,5	94,1	92,5
Asphalt- "	%	89,1	93,5	92,7	91,7	94,3	96,7	95,5	94,8
Ausbeute auf Teer + RK + H_2-Verbrauch	%	98,9	97,1	99,8	98,3	99,9	98,4	97,8	104,6
Ölgewinn a.Teer + RK aschefrei	%	67,6	69,5	71,7	79,2	82,5	83,1	66,7	67,7
Prakt. (Bi+Mi) Ölgewinn Leistung kg/Ltr Ofen-Vol/h		0,261	0,276	0,268	0,509 [1]	0,526 [1]	0,512 [1]	0,258	0,249
Im prakt. Ölgewinn - 200°	%	18,0	16,4	18,0	10,3	10,3	10,2	24,9	20,4
200-325°	%	73,2	75,5	69,7	47,5	40,8	39,4	33,8	79,4
325°	%	8,8	8,1	12,3	42,2	48,9	50,4	-8,7	0,2
Vergasung / prakt.Ölgewinn + Verg.	%	22,3	22,2	23,7	12,5 [1]	11,5 [1]	10,8 [1]	26,4	27,7
.V.-rg.C als CO	%	3,8	3,4	4,4	6,7	- 6,0	5,3	2,3	3,1
" CO_2	%	0,4	0,0	-0,5	0,2	0,3	0	-0,3	-0,5
Wasser a.RK + Teer aschefrei	%	6,5	6,5	4,2	4,0 [2]	4,0	1,0	4,0	4,0
Abschlamm a.TK + Teer	%	27,3	19,7	20,3	18,1	18,6	16,8	17,1	18,2
Schwelöl auf Öl in Abschlamm	%	73,2	81,8	79,8	81,7	87,8	78,6	90,1	85,6
Aschebilanz aus/ein	%	81,0	73,0	100,0	81,8	91,5	135,3	51,3	46,8

1) Bi + Mi + S'Öl
2) Korrigiert
3) " a.Abstreifergewicht

Tabelle 1c

Bilanzen Fortsetzung **Gesamtergebnisse** nur auf Teer nach Abzug der Werte für Kohle bezogen

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	7	8
Org. Feste-Abbau	%	74,6	83,4	75,9	82,5	84,1	93,4	90,1
Ausbeute auf Teer + H_2-Verbr.	%	97,0	96,4	108,1	100,0	100,1	80,9	107,7
Ölgewinn	%	58,2	70,1	73,1	87,0	89,8	72,2	77,3
Prakt. (Bi+Mi Öl)en.Leistg. kg/Ltr Of-Vol/h		0,226	0,235	0,227	0,474 [1]	0,489 [1]	0,233	0,221
im prakt. Ölgewinn - 200°	%	17,7	15,8	17,8	8,7	9,0	24,5	18,9
200-325°	%	72,2	74,6	68,0	43,4	36,0	81,5	75,2
325°	%	10,1	9,6	14,2	47,9	55,0	-6,0	4,9
Ver./prakt. Ölgew. + Verg.	%	21,4	21,3	23,2	9,5 [1]	8,7 [1]	25,7	26,4
v. verg. C aus CO	%	3,4	3,0	4,2	7,3	6,3	1,9	2,7
CO_2	%	6,3	0	-0,8	-0,2	-0,7	-0,5	-0,9
Abwasser	%	6,0	5,9	5,2	-1,7	-1,1	-2,1	-4,3
Neubachlam.	%	20,8	19,0	20,2	18,2	18,5	16,8	18,4

1) Bi + Mi + Sö

Tabelle 1d

Bilanzen Fortsetzung Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8
Abstreifer + Schweröl									
Spez. Gew. / 20°		1,036	1,038	1,034	1,038	1,038	1,036	1,014	1,024
- 200°	%	7,8	7,4	8,1	7,1	6,9	7,8	9,3	7,8
200 - 325°	%	39,0	40,6	38,2	45,9	38,3	26,2	42,4	40,5
Abschlamm									
Spez. Gew. / 50°		1,088	1,096	1,100	1,086	1,096	1,085	1,072	1,122
Benzolunlösliches	%	16,9	20,1	23,0	21,3	31,6	27,9	27,6	31,7
Asche i. "	%	50,3	53,3	54,2	53,0	55,7	45,4	40,4	38,7
vom Öl - 325°	"	20,9	21,4	18,9	24,6	16,6	16,4	31,6	16,4
s-Asphalt	"	6,8	6,9	6,1	8,1	6,8	4,2	9,1	8,9

Tabelle 2

Eigenschaften der Rohstoffe

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	Mittel 1 - 6	7	8	Mittel 7 - 8
Kohle: K I 97										
% Wasser	1,6	1,3	1,7	1,6	2,4	-	1,7	2,6	2,2	2,4
% Asche	12,0	11,5	11,2	10,7	12,8	-	11,6	12,2	11,0	11,6
Teer:	P 1416 getoppt -325° + P 1214 getoppt (60:40)							P 316 R		
spez. Gew. / 100°	1,142	1,140	1,120	1,122	1,142	1,134	1,133	-	-	-
% Wasser	Spur	=	=	=	=	=	=	1,6	1,9	1,7
% Festes	7,6	8,4	7,0	7,4	7,1	7,6	7,5	23,7	24,3	24,0
% Asche i.F.	6,2	7,0	5,7	5,6	5,1	4,0	5,3	3,9	5,5	4,7
% 300° - 325°	1,9	1,7	2,0	3,3	1,3	2,0	2,0	-	-	-
% s-Asphalt	17,7	21,2	16,4	17,3	18,9	16,3	18,0	38,2	33,5	35,8
Kohle + Teer (errechnet):										
" Festes	22,9	23,5	22,3	22,6	23,3	-	22,7	39,7	39,4	38,0
" Asche i.F.	10,6	10,3	9,4	9,2	10,9	-	10,1	7,7	8,3	8,0

Tabelle 3

Untersuchungen des Benzins - 200°

Bilanz Nr.			2		3	
Rohbenzin + Pentan			89:11		90:10	
Roh Spez.Gew./20°			0,803		0,808	
Ap.	°C		4,8		4,6	
Phenole	%		2,7		3,4	
ASTM Siedekurve						
Siedebeginn	°C		58		62	
- 70°	%		5,5		2,0	
80°	%		7,5		7,0	
90°	%		12,5		15,5	
100°	%		23,0		26,5	
10°	%		33,5		37,0	
20°	%		44,0		44,5	
30°	%		53,0		51,5	
40°	%		62,0		59,0	
50°	%		70,5		65,5	
60°	%		79,0		72,5	
70°	%		86,0		81,5	
80°	%		91,5		88,0	
90°	%		96,5		94,0	
200°	%		98,0		97,5	
R			99,0			
raffiniert Spez.Gew./20°			0,797		0,798	
Ap. I	°C		5,0		5,6	
Ia	"		5,0		3,8	
II	"		52,0		50,5	
ASTM Siedekurve						
Siedebeginn	°C		52		64	
- 70°	%	2,0		4,5		
80°	"	6,5	80-100°	6,0	80-100°	
90°	"	14,5		17,0		
100°	"	26,0	0,734 25,0°	28,5	0,732	29,5°
10°	"	37,0		38,0		
20°	"	48,0	110-140°	47,0	110-140°	
30°	"	57,0		54,0		
40°	"	64,5	0,794 3,6°	60,5	0,792	2,5°
50°	"	71,0		67,0		
60°	"	79,0	150-180°	74,0	150-180°	
70°	"	86,0		80,5		
80°	"	92,0	0,844 -11,0°	88,0	0,852	-19,8°
90°	"	97,0		94,5		
200°	"	98,5		98,5		
R	"	99,0		99,5		
Zusammensetzung: Paraffine	%		22,0		19,0	
Naphthene	%		31,0		34,0	
Aromaten	%		43,0		44,5	
Ungesätt. KW	%		4,0		2,5	
Klopfzahl Res.			84,8		83,5	

Tabelle 4

Untersuchungen der Benzinfraktionen

Benzin - 200 + Pentan mit NaOH beh.

Fraktion		- 90°		90°-150°		150°-180°		180°-200°	
Bilanz Nr.		2	8	2	8	2	8	2	8
Gew.%		23,6	18,5	45,9	36,8	20,0	19,5	8,0	7,1
Spez.Gew./20°		0,719	0,700	0,799	0,803	0,856	0,872	0,882	0,889
Ap. I	°C	34,0	39,0	1,0	-5,4	-14,4	-29,4	-19,0	-39,4
Ia	"	33,8	38,3	3,4	0,6	-14,0	-29,0	-18,4	-39,0
II	"	50,5	53,2	51,5	50,3	59,5	54,5	61,0	55,0
ASTM									
Siedebeginn	°C	50	40	92	94	153	156	176	176
- 60°	%	15,5	34,0						
70°	"	41,5	55,0						
80°	"	66,5	71,0						
90°	"	89,0	86,5						
100°	"	94,5	93,5	3,0	3,5				
108	"	97,0	96,0	26,0	31,0				
20	"			52,5	53,5				
30°	"			72,0	71,0				
40°	"			86,0	85,0				
50°	"			92,5	92,0				
60°	"			95,5	96,0	17,5	15,0		
70°	"					64,0	65,0		
80°	"					90,0	90,0	10,0	7,0
90°	"					97,0	98,0	67,0	60,0
200°	"							96,0	92,0
10°	"							97,5	99,0
R	"	98,0	97,0	98,5	98,2	99,0	99,5	99,5	100,0
Zusammensetzung									
(nur ungefähr)									
Paraffine	%	29,0	37,5	25,5	17,5	21,5	9,0	16,5	9,0
Naphthene	"	52,5	46,0	16,0	32,5	11,0	10,0	7,0	9,0
Aromaten	"	15,5	13,5	53,0	45,0	63,0	74,0	72,0	72,0
Ungesätt. KW	"	3,0	3,0	5,5	5,0	4,5	7,0	4,5	10,0
Klopfwert									
Research		78,9	79,5	89,1	83,8	93,0	90,8	91,9	95,8
Motor		75,2	74,8	74,0	75,5	81,5	89,0	81,8	85,0

Tabelle 5

Untersuchungen des Mittelöls

Bilanz Nr.	2	8
Abstr. 200° + Schweröl	90,5:9,5	
Mittelöl - 325° %	41,7	
Roh Spez.Gew./20°	1,004	0,992
Phenole	2,1	2,3
Gew. Engler		
Siedebeginn °C	216	225
- 250° %	5,1	13,9
275° "	34,3	44,7
300° "	74,5	78,0
325° "	92,5	96,3
330° "		98,6
340° "	97,7	
R "	100,0	99,9
entphenoliert		
Spez.Gew./20°	1,002	0,989
Ap. ber. °C	-47,0	-36,5
unges. KW %	10,5	10,0
Fraktion 240-270°		
Spez.Gew./20°	0,972	0,964
Ap. °C	-52,5	-41,5
Fraktion 280-310°		
Spez.Gew./20°	1,003	0,998
Ap. °C	-39,5	-37,5

Tabelle 6

Untersuchungen des Schweröls

Bilanz Nr.	2	8
Schweröl 325° %	58,	52,5
Spez. Gew. / 50°	1,068	1,078
Vak.Dest. bei mm	22	22
- 225° %	33,5	25,7
Spez.Gew./40°	1,047	1,048
- 275° %	75,5	78,6
Spez.Gew./80°	1,055	1,062
- 325° %	88,3	91,3
Spez.Gew./50°	1,062	1,078
R %	99,9	99,8

Tabelle 7

Heizöluntersuchungen

Bilanz Nr.	4	4	5
Schweröl 325° aus Prod. + Schweröl 200° %	61,5		60,2
Schweröl : Mittelöl		87:13	
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün
Spez.Gew./50°	1,076	1,082	1,073
Stockpunkt °C	- 8	- 18	- 7
Flammpunkt "	172	146	172
Brennpunkt "	231	198	224
Koksrest %	0,58	0,55	0,52
n-Asphalt "	0,5	0,4	0,6
Asche i.G. "	Spuren	Spuren	Spuren
Heizwert cal.	9179	-	-
Viskosität bei 20° °E	80,2	55,51	72,5
" 50° °E	5,37	3,60	5,1

Tabelle 8

Phenolzerlegung

zu Bilanz 2

Phenole im Abstreiferprodukt		%	2,3
davon	Carbolsäure	"	29,9
	o-Kresol	"	10,4
	p+m- "	"	21,2
	Xylenol	"	18,5
	höhere Xylenole	"	6,8

Tabelle 9

Elementaranalysen

Bilanz Nr.	Rohbenzin		Mittelöl 200°-325° aus Abstr. + Schwelöl		Rückstand > 325° aus Abstr. + Schwelöl		Heizöl
	2	8	2	8	2	8	4
C %	87,43	87,40	89,60	89,61	89,44	91,[illegible]	90,47
H "	12,13	12,00	9,64	8,66	7,55	7,18	7,25
O "	0,14	0,24	0,84	0,95	1,95	0,70	1,58
N "	0,27	0,30	0,78	0,51	0,86	0,53	0,36
S "	0,03	0,058	0,14	0,065	0,17	0,16	0,34
Verh. H %	13,87	13,64	9,33	9,42	7,96	7,62	7,68

Tabelle 10

Verteilung des als KW vergasten O

Bilanz Nr.		2	8
als C_1 - KW	%	20,9	20,0
" C_2 - "	"	23,5	26,6
" C_3 - "	"	42,8	35,8
" C_4 - "	"	12,8	17,6
ungesättigt von C_2 - KW	%	2,9	1,6
" " C_3 - "	"	3,2	1,9
" " C_4 - "	"	2,7	2,4
" " C_1-C_4 "	"	2,4	1,5

Tabelle 11

Isobutangehalt

Bilanz Nr.		2	8
von Butan im Ofengas	%	11	10
" Prod. gas.	"	10	10
" Abschl.	"	--	10
" Prod. gel.	"	9	10
vom Gesamtbutan	%	10	10

Tabelle 12

im Abwasser gelöste Stoffe

Bilanz Nr.	3	4	5	6
CO_2 g/h	3,84	1,35	1,34	0,524
NH_3 "	-	-	-	5,42
H_2S "	-	-	-	3,42
Öl "	Spur	0,0013	Spur	Spur
Phenole g/h	-	-	-	0,482

TITLE PAGE

25. Verarbeitung von Mischungen aus Böhlener Teer und Erdöl.
Processing mixtures of "Böhlen" tar and petroleum. (August 1939).

Frame Nos. 990 - 1007

990

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 2. 1943. Hu/Pf.

V. Rank
W. Krönig
H. Hupfer
P. Leonhardt

Verarbeitung von Mischungen aus Böhlener Teer und Erdöl.

(August 1939)

Zusammenfassung.

Mischungen aus Topprückständen von Böhlener Teer und Nienhagener Erdöl bezw. Reitbrooköl ließen sich im 10 Ltr.-Ofen bei 250 atm störungsfrei auf Benzin und Mittelöl verarbeiten. Bei gleichbleibender Ofentemperatur wurden unter Zusatz von Nienhagener Öl in Leistung und Vergasung bessere Ergebnisse erhalten als mit Böhlener Teer allein. Durch Zugabe von Reitbrooköl zum Teer änderten sich die Resultate praktisch nicht. Zur Erzielung eines guten Asphaltabbaues verlangen die Mischungen eine Erhöhung der Kontaktzugabe gegenüber der Verarbeitung des Teeres.

Die anfallenden Öle lagen bezüglich ihrer Eigenschaften zwischen denen der aus den Mischungskomponenten entstehenden Produkte.

Reitbrooköl ergab trotz gesteigerter Kontaktmenge eine geringere Leistung und höhere Vergasung als Nienhagener Öl. Der iso-Butananfall war niedriger.

gez. Hupfer
" Leonhardt

Die Versuche wurden ausgeführt von
Dr. Rank

gemeinsam mit Dr. Krönig
Dr. Mohr
Dr. Scheiner

Rückstandsaufarbeitung Dr. Gieg

Untersuchungen Dr. Schiffmann
Dr. v. Füner
Dr. Meier
Dr. Lemme
Dr. Doente.

2/11 9 43

Versuchsergebnisse.

Zu der seinerzeit geplanten Vorarbeitung deutscher Erdöle auf Benzin sollten Hydrierwerke herangezogen werden, die Braunkohlenteer verarbeiten. Da es in diesen Anlagen nicht möglich ist, eine Trennung der Einspritzprodukte vorzunehmen, sollten die fahrtechnischen Bedingungen für Gemische aus Teer und Erdöl ermittelt werden. Untersucht wurden Mischungen aus Teerrückständen über 325° von Böhlener Teer und Nienhagener Öl einerseits und Reitbrooköl andererseits, jeweils im Verhältnis 1:1. Die Komponenten ließen sich homogen vermischen und störungsfrei bei 250 atm sowohl mit Eisen-Grude wie mit Molybdän-Grude verarbeiten. Bilanzen wurden nur von der Fahrweise mit Molybdän-Kontakt genommen, da die Umstellung der Anlage auf Eisenkontakt damals noch nicht vollzogen war. Bei 476° C Ofentemperatur und mit 3 cbm Gas/kg Frischöl wurden folgende Ergebnisse erhalten:

	Böhlener Teer + Nienhagener Öl	Böhlener Teer + Reitbrooköl
Kontakt 5475 Ch. 12 % a.Fr.Öl	0,5	0,7
Rückführung Frischöl : Abstreifer-schweröl	60 : 40	57 : 43
: Abschlamm	1 : 0,45	1 : 0,4
Neuleistung - 325°	0,57	0,50
Prakt. Ölgewinn (Bi + Mi) a. Frischöl %	77,3	79,8
Schweröluberschuß " " %	11,5	5,2
Vergasung a. Neubildung + Verg. %	12,3	14,2
Asphaltabbau %	98,7	99,1
Neuabschlamm a. Frischöl %	4,0	5,4
Bilanz-Nr.	1 a - b	2 b

Böhlener Teer + Hienhagener Öl.

Für einen guten Asphaltabbau reicht eine Kontaktmenge von 0,5 % aus. Die Leistung 0,57 neu ist etwas höher, als sie sich aus den Versuchen mit den Komponenten allein errechnen ließ. Möglicherweise sorgt die höhere Wärmetönung des Braunkohlenteeres für eine bessere Temperaturlage des Ofens als bei der Verarbeitung des Erdöls für sich allein.

Die anfallenden Öle liegen ihren Eigenschaften nach ziemlich genau in der Mitte zwischen denen, die bei der Hydrierung der Einzelkomponenten erhalten wurden.

Böhlener Teer + Heitbrooköl.

Infolge des größeren Asphaltgehaltes des Heitbrooköls mußte zur Einstellung einer guten Abschlammfarbe die Kontaktzugabe auf 0,7 % erhöht werden. Trotzdem machte sich die geringere Spaltbarkeit des Heitbrooköls gegenüber dem Hienhagener Öl in einer niedrigeren Leistung bei höherer Vergasung bemerkbar. Allerdings ist der Unterschied nicht so groß, wie er in den Bilanzen zum Ausdruck kommt, da die Versuche mit Hienhagener Öl einen etwas zu hohen Hohwerölüberschuß anfallen ließen, d.h. vom Gleichgewicht etwas weiter entfernt waren. Bei den Versuchen zur Verarbeitung des reinen Erdöls 1) waren diese Unterschiede des Öls infolge der verschiedenartigen Kontakte nicht so klar erkennbar.

Auch hier entsprach der Anfall dem einer Mischung der aus den Einzelkomponenten erhaltenen Öle. Die bereits bei der Verarbeitung des Erdöls für sich gemachte Beobachtung, daß im Buten aus Heitbrooköl besonders wenig iso-Buten enthalten ist, bestätigt sich auch hier.

---

1) Zusammenstellung 21 096 1 v. 5.2.43.

Versuchsbericht.

Versuchsanordnung

Normales 10 Ltr.-Ofensystem.

s. Bericht v. 5.2.43 Zusammenstellung 210961
Deutsche Erdöle

Ofeninhalt: 7,8 Ltr.

Schlange : 10 x 23 x 1200 N 8, 930 cc Inhalt, Anfahrtag 20.6.39

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 8.8.39 - 28.8.39.

Versuchsverlauf.

8. 8. 39 Im Anschluß an einen Versuch mit P 1393 [1] wird umgestellt auf P 1393 get. bis 325° + P 1238 [2] get. bis 325° (1:1) + 1 % K 6612 Ch. 12 [3]. Rückführung : Frischöl : Abstr. S'01 - 325° = 70 : 30.

Frischöl : Abschlamm = 1 : 0,3.

Temperaturen: Ofen max. 25,0 mV, Vorheizer max. 25,0 mV.

Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen innen. (Klemmentemperatur 40°)

Abschlammprozente: 6 - 12, danach Durchsatz fahren.

Nullgas 250 at 2,5 cbm/kg Frischöl.

9. 8. 39 Die Abschlammprozente wurden von 6-12 auf 3-9 heruntergesetzt.

Die im neuen Versuch verringerte Kontaktmenge (1% gegen 1,5 % im vorherigen Versuch) ermöglicht diese Maßnahme.

Der Frischöldurchsatz wird auf 6,0 kg erhöht.

Der Abschlammanfall ist zu niedrig.

Der Ofen springt mit dem Gemisch leichter an als mit dem Erdöl allein, was zu erwarten war. Die Staffelung der Ofentemperatur beträgt nunmehr nur noch 0,2 mV gegen 0,3-0,4 mV früher.

---

1) Nienhagener Erdöl.
2) Böhlener Teer.
3) Eisen-Grude.

10.8. Der Frischöldurchsatz wird weiter auf 6,2 kg erhöht.

Der niedrige Anfall des Abschlamms erlaubt dies.

Die Rückführung wird von 70 : 30 auf 65 : 35 geändert.

Es fällt zuviel Abstreiferschweröl an.

Die Kontaktmenge wird auf 0,7 % herabgesetzt.

Die gute Abschlammfarbe scheint dies zu erlauben.

Die Abschlammrückführung wird von 1 : 0,3 auf 1 : 0,4 geändert.

Der Ofen liegt etwas unruhig (wegen der größeren Reaktionsfähigkeit der Mischung), dadurch ist der Abschlammanfall unregelmäßig.

Die Abschlammprozente werden auf 2-6 zurückgenommen.

Entsprechend der verringerten Kontaktmenge.

Der Frischöldurchsatz wird wieder aus demselben Grund wie oben auf 6,4 kg vorgenommen. Die Tatsache, daß der Durchsatz so stark erhöht werden kann, ist auch in der weniger gestaffelten und also höheren Temperaturlage des Ofens, die durch das bessere Anspringen des Teer-Erdölgemisches gegenüber Erdöl allein verursacht wird, begründet.

11.8. Frischöldurchsatz wird weiter auf 6,6 kg erhöht.

Die Abschlammprozente sind trotz der bisher vorgenommenen Durchsatzerhöhungen negativ.

Der Frischöldurchsatz wird wieder auf 6,3 kg zurückgenommen

Der Abschlammanfall steigt zu hoch an.

Durchsatzerhöhung auf 6,5 kg.

Die Abschlammprozente sind wieder negativ geworden.

Es wird umgestellt auf Kontakt 5475 Ch. 12 [1] (0,7 %).

Bei der Brabag kann wegen der Kürze der Zeit nicht auf K 6612 umgestellt werden, dort wird K 5475 verwendet.

12.8. Die Rückführung wird auf 62 : 38 erhöht.

Es fällt zuviel Abstreifer-Schweröl an.

Die Kontaktmenge wird auf 0,5 % erniedrigt.

Die gute Abschlammfarbe erlaubt dies.

Die Abschlammprozente werden aus demselben Grund auf 1,5 - 5,5 gesenkt.

13.8. Der Frischöldurchsatz wird auf 6,2 kg zurückgenommen.

Die vorgeschriebenen Abschlammprozente werden nicht erreicht. Es ist dies eine Auswirkung der höheren Schwerölrückführung und der Verminderung der Kontaktzugabe.

Bisher wird in das Kohlebreianreibegefäß und das Abschlammgefäß zur Vermeidung von Luftzutritt Stickstoff eingeleitet. Da sich aber reichliche Produktdämpfe entwickeln, kann angenommen werden, daß diese Maßnahme hier überflüssig ist. Sie soll deshalb, zunächst versuchsweise, unterlassen werden.

14.8. Der Frischöldurchsatz wird weiter auf 6,0 kg erniedrigt.

Grund wie am 13.8.

Die Rückführung wird auf 60 : 40 erhöht.

Grund: Die hohe Anlieferung von Schweröl.

15.8. Bilanz 1 a.

16.8. Frischöldurchsatz zurück auf 5,8 kg.

Wegen des hohen Abschlammanfalls.

Rückführung wird weiter auf 59 : 41 erhöht.

Grund s. 14.8.

Der Frischöldurchsatz wird wieder auf 6,0 kg erhöht.

Die Abschlammprozente sind negativ.

17.8. Abschlammrückführung vor auf 1 : 0,5.

Der Abschlammanfall schwankt sehr stark. Da die Prozente z.T. negativ sind, soll durch diese Maßnahme ein Austrocknen des Abscheiders vermieden werden. Die Ursache für die Schwankungen in der Abschlammenge sind geringe Temperaturschwankungen. Die dauernden Durchsatzänderungen sind bedingt durch diese Unregelmäßigkeiten.

19.8. Bilanz 1 b.

20.8. Es wird umgestellt auf eine 1:1-Mischung von P 1238 [1] -325° und P 1338 [2] get. -325°. Unter sonst gleichbleibenden Bedingungen wird die Kontaktmenge auf 0,8 % erhöht.

Es ist anzunehmen, daß das asphaltreichere P 1338, das ebenfalls für die großtechnische Verarbeitung in Frage kommt, sich schlechter fahren lassen wird als P 1393 [3]; deshalb wird die Kontaktmenge gesteigert.

21.8. Die Kontaktmenge wird wieder auf 1,5 % zurückgenommen.

Die Abschlammfarbe ist so gut, daß das gerechtfertigt erscheint.

Der Frischöldurchsatz wird auf 5,8 zurückgenommen.

Der Abschlammanfall ist etwas zu hoch.

23.8. Der Durchsatz wird aus demselben Grund wie am 21.8. weiter auf 5,6 erniedrigt. Die Abschlammrückführung wird auf 1:0,4 verringert.

Der Abschlammanfall ist ziemlich regelmäßig, sodaß diese Maßnahme möglich erscheint.

24.8. Bilanz 2 a.

25.8. Die Rückführung wird auf 57:43 erhöht.

Es liegt ein Schwerölüberschuß vor.

Die Kontaktmenge wird auf 0,7 % erhöht.

Die Abschlammnote ist, wohl als Folge der verspäteten Auswirkung der Umstellung auf das asphaltreichere P 1338, schlechter geworden.

Der Durchsatz wird auf 5,4 kg erniedrigt.

Zu hoher Abschlammanfall, da sich P 1338 schwerer hydrieren läßt als P 1393.

27.8. Frischöldurchsatz zurück auf 5,2 kg.

Grund wie am 25.8.

28.8. Bilanz 2 b.

Anschließend Versuch mit P 1238 allein.

---

1) Böhlener Teer.
2) Heitbrook-Erdöl.
3) Nienhagener Erdöl.

Tabellenverzeichnis.

Tabelle	1 a - b	Bilanzen
	2	Frischölunter suchungen
	3	Benzi: unter suchungen
	4	Benzinfraktionen
	5	ttelölunter suchungen
	6	Schweröl unter suchungen
	7	Gasöl unter suchurger
	8	Heizöl unter suchungen
	9	Elementaranalysen
	10	als KW vergaster C
	11	Abwasseranalysen
	12	Siebanalyse des Abschlamms
	13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
	14	Abschlammschwelung
	15	Isobutangehalt.

Tabelle 1a

Bilanzen.

Bilanz-Nr. / Tag 1939 / Schicht	1a 15.8. a b c	1b 19.8. a b c	2a 24.8. a b c	2b 28.8. a b c
Produkte 1:1	P 1393 v. 5.7.39 get. -325° + P 1238 v. 12.11.38 get. -325°		P 1338 v. 13.7.39 get. -325° + P 1238 v. 12.11.38 get. -325°	
Kontakt 5475 Ch. 12 %	0,5		0,5	0,7
Rückführung Fr. Öl : Abstr. 3'Öl	60 : 40	59 : 41	59 : 41	57 : 43
" " : Abschlamm	1 : 0,4	1 : 0,5	1 : 0,4	
Bedingungen				
Druck at			250	
Vorheizertemperatur °C	476	476	476	476
Ofentemperatur "	476	474	476	476
Abscheidertemperatur "	464	464	464	464
Durchsatz kg/l/h	0,79	0,78	0,72	0,65
Gas cbm/kg Öl	3,02	3,04	2,88	3,04
Umdrehungszahl des Ofenrührers			38	
Ergebnisse 1)				
Rohbilanz aus/ein %	100,3	99,5	98,9	99,8
Ausbeute auf R.Fr.Öl + H_2-Verbrauch %	100,0	98,5	97,4	99,1
Prakt. Ölgewinn (Bi + Mi) Leist.	0,60	0,60	0,57	0,54
" " " Neu- "	0,57	0,57	0,53	0,50
" " auf R.Fr.Öl"	77,0	77,5	80,0	79,8
darin Benzin -200° %	32,3	29,9	32,4	30,9
Schwerölüberschuß auf R.Fr.Öl %	12,5	10,4	5,3	5,2
Vergasung auf prakt. Ölgew. + Verg. %	12,3	11,1	12,4	13,4
" " Neubildung " %	12,9	11,6	13,2	14,2
Vom vergasten O vergast als CO %	6,6	6,6	5,6	4,3
" " " " " CO_2 "	0	-1,2	2,9	3,6
Asphaltabbau %	98,3	99,1	98,3	99,1
"neuschlamm auf R.Fr.Öl "	3,3	4,7	5,4	5,4
Wasserneubildung" " " "	1,5	1,9	1,9	1,6

1) Gerechnet auf butenfreies Benzin.

Tabelle 1 b

Bilanzen

Analysen des Anfalls.

Bilanz-Nr.		1a	1b	2a	2b	
Abstreifer + Schweröl						
spez. Gewicht / 20°			0,888		0,891	
- 200°	%	14,3	13,2	15,0[1)]	13,6	[1)] Betriebs-zahlen
200-325°	%	34,4	35,4	36,0[1)]	35,4	
Schweröl						
spez. Gewicht / 50°			0,932		0,925	
200-325°	%		14,4		17,0	
Abschlamm						
spez. Gewicht / 20°		0,970	0,9[illegible]0	0,982	0,964	
Benzolfestes	%	15,4	16,1	13,6	18,3	
Asche i.Benzolfes	%	42,1	43,5	44,9	43,1	
- 200°	%	1,4	1,0	1,4	0,7	
200-325°	%	18,5	16,2	15,2	13,2	
s-Asphalt	%	1,0	0,6	1,5	0,7	

Tabelle 2

Frischölunterauchungen.

Bilanz-Nr.	1 b P 1393 get. + P 1238 get. 1:1	2 b P 1338 get. + P 1338 " 1:1
Spez. Gewicht/50°	0,918	0,948
Festes %	0,15	0,1
A. i. Gs. %	0,08	0,03
- 325° %	4,0	5,6
R	100,0	100,0
Asphalt %	1,8	4,1
Vakuumkurve bei mm	26	
-225° %	10,0	
Spez. Gew. / 40°	0,895	
-275° %	32,8	
Spez. Gew./60°	0,888	
-325° %	56,8	
Spez. Gew./90°	0,884	
R %	99,9	

Tabelle 3

Benzinuntersuchungen.

Bilanz-Nr.			1b	2b
Benzin 200° + Pentan + Butan			90 : 5 : 5	89 : 6 : 5
Spez. Gew. / 20°			0,747	0,736
A.P.		°C	47,2	48,5
Phenole		%	1,7	0,8
Raffination	Benzin entphenoliert und mit 5% Dr. Lösung + Schwefel behandelt. Mit 2 x 1 % H_2SO_4 96%ig raff. und mit NaOH nachgewaschen und mit Dampf über NaOH destilliert.			
Raff.-Verl.		%	2,0	2,4
Wasch- "		"	0,5	0,7
Red. "		"	2,9	2,5
Benzin raff.	Spez. Gew./20°		0,742	0,736
	A.P. I	°C	50,0	50,3
	" Ia	"	50,5	50,7
	" II	"	65,0	65,3
	Dampfdruck		0,471	0,564
	Cu-Streifen		gut	gut
	"-Schale	mg	12	60
	Porz.-"	"	4	0
	Dr.-Test		schwach +	schwach +
	H_2SO_4-Test		2	2
ASTM	Siedebeginn	°C	48	35
	- 50	%	--	5,0
	60	"	2,8	6,8
	70	"	5,5	11,0
	80	"	8,5	14,5
	90	"	22,0	19,0
	100	"	16,0	24,0
	110	"	22,0	30,0
	120	"	30,0	37,0
	130	"	42,0	45,0
	140	"	52,0	53,0
	150	"	61,0	61,0
	160	"	70,0	70,0
	170	"	78,0	79,0
	180	"	85,0	87,0
	190	"	90,0	91,5
	200	"	93,8	93,5
	211	"	95,8	95,0
	R	"	96,8	95,5
Fraktion 80-100°	spez. Gew./20°		0,680	0,675
	A.P.	°C	53,2	55,0
" 110-140°	spez. Gew./20°		0,737	0,728
	A.P.	°C	50,0	48,5
" 150-180°	spez. Gew./20°		0,775	0,765
	A.P.	°C	47,6	47,5
" 180-210°	spez. Gew./20°		0,787	0,786
	A.P.	°C	48,6	47,3
Zusammensetzung	Paraffine	%	68,5	40,5
	Naphthene	"	13,5	13,0
	Aromaten	"	14,0	14,0
	unges. KW	"	4,0	2,5
Klopfwert	Res.		52,5	48,0

Tabelle 4

Benzinfraktionen

Benzin - 200° incl. Gasbenzin raffiniert:

Fraktion	Temp. Gew.%	I - 81° 20,1%	II 81-115° 20,3 %	II 115-14[illegible]° 20,1 %	IV 146-171° 20,3 %	V >171° 19,1 %
Spez. Gew./20°		0,640	0,715	0,746	0,767	0,789
A.P. I	°C	--	+ 50,0	+ 48,6	+ 49,0	+ 49,4
" II	"	--	+ 60,6	+ 63,5	+ 66,5	+ 70,0
unges. KW	%	--	5,0	5,0	4,5	6,0
Klopfwert						
Res.		83,0	54,0	50,0	43,0	41,0
Motor		79,0	53,0	44,5	35,0	29,0

Tabelle 5

Mittelöluntersuchungen.

Bilanz-Nr.			1 b	2 b
Abstreifer >200°		%	97,3	97,3
Schwelöl		"	2,2	2,5
Spez. Gew./20°			0,888	0,925
Mittelöl 200-325°		%		31,8
Spez. Gew./20°			0,872	0,875
A.P.		°C	48,5	46,6
Phenole		%	0,69	0,4
unges. KW		%	7,5	6,2
Gew. Engl. Siedebeginn		°C	215	224
- 225		%	2,2	—
250		"	20,9	27,4
275		"	51,[illegible]	5[illegible],1
300		"	73,[illegible]	78,0
325		"	88,[illegible]	92,3
340		"	95,0	97,6
R		"	100,0	100,0
Fraktion 240-270	spez. Gew./20°		0,858	0,857
	A.P.	°C	44,5	44,3
" 280-310°	spez. Gew./20°		0,884	0,888
	A.P.	°C	49,5	47,0

Tabelle 6

Schweröluntersuchungen.

Bilanz-Nr.				
Schweröl >325°		%		61,2
Spez. Gew./50°			0,925	0,938
Vakuumkurve bei mm			23	18
Siedebeginn		°C	170	192
- 225		%	19,5	34,4
- 275		"	76,3	85,8
- 325		"	94,9	95,7
R		"	99,8	100,0
Prakt. - 225°	spez. Gew./40°		0,906	0,925
" 225-275°	" " /60°		0,910	0,927
" 275-325°	" " /90°		0,920	0,945

Tabelle 7

Gasölunterauchungen.

Bilanz-Nr.		1 b	2 b
Produkt >200° + Schweröl			
Mittelöl	%	54,8	52,6
Farbe		d'rot	gelb
Spez. Gew./20°		0,832	0,886
A.P.	°C	52,0	45,5
Cu Streifen		gut	gut
Cetenzahl		51,0	--
Stockpunkt	°C	+ 1	- 1
Trübungspunkt	"	zu dunkel)	+ 4
Viskosität bei 20°	°E	1,31	1,27
" " 38°	"	1,15	1,13
Gew. Engler 220-250°	%	11,5	10,2
275°	"	31,7	37,6
300°	"	50,6	54,4
325°	"	75,8	77,0
350°	"	93,6	92,5
356°	"	--	95,8
360°	"	97,4	--
R	"	99,9	100,0

Tabelle 8

Heizölunterauchungen.

Bilanz-Nr.		1 b		2 b	
		Frischöl	Schweröl	Frischöl	Schweröl
Farbe		schwarz-braun	d'grün	d'braun	grün
Spez. Gew. / 20°		0,955	0,948	0,977	0,959
Stockpunkt	°C	+ 22	+ 26	+ 33	+ 26
Flammpunkt	"	178	177	197	180
Brennpunkt	"	228	218	250	219
Koksteat	%	5,3	0,2	7,9	0,2
n-Asphalte	"	2,5	0,2	3,5	0,2
Festes	"	0,6	--	--	--
Asche i. Gz.	"	0,2	Spur	0,2	Spur
Jodzahl		60,9			
Viskosität bei 50°	°E	19,42	1,89	41,24	1,89
" " 80°	"	4,74	1,23	7,87	1,31
Gew. Engler					
310-350°	%			3,2	
360°	"			7,4	
R	"			100,0	

Tabelle 9

Elementaranalysen.

Bilanz-Nr.			1 b	2 b
Frischöle 1:1				
C		%	85,16	84,46
H		"	11,13	10,83
O		"	2,31	2,57
N		"	0,21	0,22
S		"	1,17	1,92
UHW	Cal		9720	9488
disp. H		%	12,59	12,32
Rohbenzin - 200°				
C		%	85,42	85,35
H		"	14,27	14,35
O		"	0,20	0,21
N		"	0,05	0,05
S		"	0,062	0,043
disp. H		"	16,65	16,75
Mittelöl 200-325°				
C		%	86,99	87,04
H		"	11,97	12,10
O		"	0,67	0,39
N		"	0,20	0,22
S		"	0,17	0,25
disp. H		"	13,60	13,82
UHW	Cal		10013	
Schweröl > 325°				
C		%	87,70	88,27
H		"	10,60	10,33
O		"	0,97	0,68
N		"	0,36	0,26
S		"	0,37	0,46
disp. H		"	11,96	11,52
U H W	Cal		9762	

Tabelle 10

als WK vergastes C

Bilanz-Nr.		2 b
C_1	%	27,9
C_2	"	14,3
C_3	"	34,2
C_4	"	23,6
Ungesättigte von	C_2 %	4,4
	C_3 "	7,3
	C_4 "	13,3
	C_1-C_4 "	6,3

Tabelle 11

Abwasseranalysen.

Bilanz-Nr.		1a	1 b	2 a	2 b
CO_2	g/kg	0	0,3	5,69	5,12
NH_3	"	--	18,9	--	37,2
H_2S	"	--	9,3	--	26,35
Cl	"	0,38	0,51	0,46	0,46
Phenol	"	--	1,5	--	2,4

Tabelle 12

Siebanalyse des Abschlamms zu Bilanz 2 b

Rückstand auf	4900er Sieb	1,2
"	" 10000er "	2,9
"	" 12000er "	1,7
"	" 16900er "	1,7
Durchgang durch	"	92,5

Tabelle 13

Organisch gebundener Schwefel im Abgasen.

Bilanz-Nr.	1 a	2 b
mg/m³ Produktgas	28,85	16,65
Abschlemmgas	18,25	14,15
Ofengas	11,22	10,90

Tabelle 14

Abschlemmschwelung.

Bilanz-Nr.	1a		1b		2a		2b	
	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb
Öl	76,4	72,0	77,3	75,0	76,0	77,0	74,7	65,0
Koks	22,3	24,0	21,0	17,0	20,7	18,0	23,9	30,0
H_2O + Gas + Verl.	1,3	4,0	1,7	8,0	3,3	5,0	1,4	5,0
Schwelausbeute	90,2	85,0	92,1	89,4	88,0	89,0	91,5	79,6

Tabelle 15.

Isobutangehalt im Produkt gelösten Gas.

Bilanz-Nr.	1 b	2 b
i-C_4 %	25,3	11,3

TITLE PAGE

26. Versuchsbericht. Verarbeitung von Panuco-Öl im 10 Ltr.Ofen.
Report on experiments: Processing of Panuco-oil in 10 liter furnace.

Frame Nos. 1008 - 1028

23. Febr. 1943. Hu/Le.

Versuchsbericht.

V.Rank, V.Krönig, F.Leonhardt u. H.Hupfer

Verarbeitung von Pappe-Öl

im 10 Ltr. Ofen.

Orion 411 vom 16.2. - 23.3.1939.

V.Rank, W.Krönig, P.Leonhardt und H.Hupfer

Verarbeitung von Panuco-Öl.

Ein Topprückstand aus dem asphalt- und schwefelreichen mexikanischen Panuco Öl liess sich bei 250 atm mit 1,5 % Molybdän-Grude-Kontakt Ch 15 störungsfrei auf Benzin und Mittelöl 350° hydrieren. Es wurde bei einer Vergasung von 13,4 % die Höchstleistung 0,4 erhalten, die wahrscheinlich durch Erhöhung der Reaktionstemperatur über 475° hinaus noch etwas hätte verbessert werden können. Die Ergebnisse der deutschen Öle wären allerdings nicht erreicht worden.

Ein kurzer Versuch deutet an, dass sich das Öl wohl auch mit Eisen-Grude-Kontakt, wenn auch mit schlechteren Ergebnissen, hätte verarbeiten lassen. Die Sicherheitsspanne für die Rückstandsaufarbeitung wäre indessen wohl recht klein.

HF-Behandlung des Molybdän-Grude-Kontaktes erhöht die Vergasung erheblich und verschlechtert den Asphaltabbau.

HF-behandelte Tertuna als Träger für Molybdän ergibt geringere Ölspaltung (Leistung) und höhere Vergasung als aktivierte Grude.

Bayermasse mit aufgetrunkter Kieselflußsäure war wenig wirksam und führte zur Bildung von Knollen im Abschlamm.

Aus dem Mittelöl, das die Cetenzahl 40 aufwies, das also nur einer geringen Aufnydrierung bedürfte, um ein gutes Dieselöl zu werden, wird durch Extraktion mit 80 g ein Dieselöl mit der Cetanzahl 46 erhalten.

gez. Hupfer
gez. Leonhardt.

Die Versuche wurden ausgeführt von:

Dr. Rank
Dr. Krönig

Aufarbeitung. Dr. Clos
Untersuchungen. Dr. Schiffmann.
Dr. Meier
Dr. v. Pliner
Dr. Hirschberger
Dr. Boente
Dr. Lemme.

Versuchsergebnisse.

Das asphaltbasische Panuco-Öl (Mexiko) wurde als Topprückstand über 325° bei 250 atü mit verschiedenen Kontakten auf einen Ölgewinn -350° hydrierend verarbeitet. Zur Verhütung der hier an sich nicht sehr hohen Austrocknungsgefahr wurden 0,3 Teile Abschlamm auf 1 Teil Frischöl zurückgeführt. Die Gasmenge betrug 2,5 cbm/kg Frischöl. Es wurden folgende Bilanzergebnisse erhalten:

Kontakt	Eisen-Grude aktiviert	Molybdän-Grude akt. HF-behand.	Molybdän-Grude aktiviert	Molybdän-Terrana HF-behand.
Kat.Menge %	2,0	1,5	1,5	1,5
Schwerölrückführung %	90:10	80:20	75:25	80:20
Ofentemperatur °C	460	473	473	473
Bi + Mi-Leistung neu	0,38	0,38	0,40	0,33
Bi + Mi auf Frischöl %	71,3	76,8	85,1	79,5
Schwerölüberschuß a.Frischöl %	14,4	4,5	- 1,9	4,5
Vergasung a.Neubildung + Vergasung %	14,9	15,5	13,4	14,4
Asphaltabbau %	92,6	93,5	95,3	94,9
Bilanz Nr.	1	2	3-4	5

1) Molybdän-Grude aktiviert (Bilanz 3-4)

Mit dem Kontakt 5475 Oh 16 wurde bei 473° Ofentemperatur das Rückführgleichgewicht eingestellt. Dabei ergab sich gegenüber deutschen Erdölen (Nienhagen und Reitbrook)[1] eine niedrigere Leistung bei höherer Vergasung. Der Einfluss der Rohstoffbeschaffenheit kam auch in den Eigenschaften der Produkte zum Ausdruck, da sämtliche aus dem schweren mexikanischen Erdöl gewonnenen Öle schwerer und wasserstoffärmer waren. Das entkostete Abschlammöl enthielt 40-50 % Vakuumrückstand gegen 20-30 % bei deutschen Erdölen. Den Heizölanforderungen entsprach es vor allem im Kokstest nicht, doch waren seine Heizöleigenschaften (Stockpunkt, Kokstest und Viskosität) besser als die des getoppten Frischöls. Aus dem Mittelöl, das mit der Cetenzahl 39 als Dieselöl kaum noch brauchbar erschien, konnte durch Extraktion mit SO$_2$ in einer Ausbeute von 55-60 % ein guter Dieselkraftstoff (Cetenzahl 76) gewonnen werden. Wie bei den deutschen Erdölen waren die siedegleichen Fraktionen das Anfalls gegenüber den Straight-run-Produkten weniger wasserstoffreich. Der Gehalt der Abgase an organisch gebunde-

1) Zusammenstellung 210961 vom 5.2.1943

nem Schwefel scheint bei diesem über 5 % S enthaltenden Erdöl recht hoch zu sein. Der Isooctangehalt wurde mit 5,7 % vom Gesamtbutan abnorm niedrig gefunden.

2) Eisen-Grude aktiviert (Bilanz 1)

Mit Eisensulfat auf aktivierte Grude (5612 Ch 16) bei verhältnismässig niedriger Temperatur und Schwerölrückführung 90 : 10 (Bilanz 1) war das Rückführgleichgewicht noch nicht erreicht. Der Vergleich mit Molybdän auf aktivierter Grude (Bilanz 3-4) lässt erkennen, dass unter gleichen Fahrbedingungen der Eisenkontakt eine wesentlich höhere Vergasung ergeben hätte. Auch war die Abschlammfarbe mit Molybdän wesentlich besser. Gegenüber den Versuchen mit Molybdänkontakt zeigte sich der Anfall wenig verschieden, d.h. für die Qualität der Produkte der Sumpfphase ist der Ausgangsstoff von grösserer Bedeutung als die Kontaktwirkung. Das Schweröl war etwas leichter und die Cetenzahl des Mittelöls lag ein wenig höher, da mit zu wenig Rückführung gefahren worden war.

3) Molybdän-Grude HF-behandelt (Bilanz 2)

Die HF-Behandlung des Grude-Molybdän-Kontakts erwies sich als nachteilig, da in Bilanz 2 gegenüber Bilanz 3-4 trotz geringerer Schwerölrückführung ungünstigere Ergebnisse in Leistung, Vergasung und Asphaltabbau gefunden wurden.

4) Molybdän-Terrana HF-behandelt (Bilanz 5)

Auch dieser Kontakt, der ebenso wie der 5475 2 % MoO_3 enthielt, war ungünstiger (Bilanz 5) als der Grude-Kontakt. Vor allem die Spaltleistung sank stark ab bei etwas höherer Vergasung im Asphaltabbau wurde bei verminderter Durchsatz fast die Zahl des Grudekontaktes erreicht. Die Abschlammfarbe war aber deutlich schlechter.

5) Bayernoase mit 2,4 % H_2SiF_6.

Dieser Kontakt erwies sich als unbrauchbar, da im Abschlamm Knollenbildung auftrat. Nach Umstellung auf Grude-Molybdän erholte sich der Ofen nur langsam.

Versuchsverlauf.

Versuchsanordnung.

Normales 10 Ltr.-Ofensystem.

Ofen gelitert zu 7,85 Ltr. ohne Bleifuss.

Vorheizer gelitert zu 1100 ccm. Anfahrtag: 16.12.38.

Beim Vorheizer wurde Eingang und Ausgang vertauscht, d.h. der wagerechte Teil wurde Eingang. Bei dem vorhergehenden Versuch mit K 177 hat sich das wagerechte heissste Stück der Schlange hinsichtlich Absetzungen besonders ungünstig verhalten. Das sollte mit der neuen Anordnung gebessert werden.

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.
Ofen 411 vom 16.2.1939 bis 23.3.39.

Versuchsverlauf.

16.2.39 Unter Druck, 600 at. 8000 Ltr. Nullgas über Dach.
ab 12 mV Einlauf: P 158[1]) get. - 325° + P 1338[2]) Druckdestillat get. -350° (80 : 20)
+ 5 % 6612[3]) Oh 16 koll. in Druckdestillat von P 1338 zum Öl
+ Rückführabschlamm 1 : 0,3 (ab 17.2.).
Durchsatz 5 kg Frischöl/h. Gasmenge 1,8 cbm/kg Frischöl.
Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange: max. 24,3 mV[4]), Ofen max. 24,5 mV. Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen innen.
Abschlammprozente: 5 - 15, danach Temperatur fahren.

Auferbeitung: Abschlammschwelung. Schweröl zusammen mit Abstreifer destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl -350°, Schweröl > 350°.

Es wäre an sich logisch gewesen, das Mittelöl nur bis 325° abzuschneiden, da das Frischöl 325° getoppt worden war, aber mit Rücksicht auf die Qualität des herzustellenden Dieselöls wurde der Endpunkt des Abstreifer-Mittelöls auf 350° heraufgesetzt. Dabei wurde erwartet, dass die so verringerte Schwerölmenge noch eine genügende Verdünnung des hoch asphaltigen get. Frischöls ergibt.

17.2. Zwischen Abschlammventil 3 und 4 wurde versuchsweise ein Beruhigungsstück mit 2 der Strömung angepassten Verengungen eingebaut, um ein vorsichtiges Abschlammen zu ermöglichen. Unmittelbar ist zwar kein Effekt erkennbar, doch ist wohl auch das Fahren von Öl für das Erkennen von solchen Effekten wenig geeignet, vor allem nicht bei den bald angewandten 250 at.

Umstellung auf 250 at.
600 at interessierten bei diesem Öl nicht.

Durchsatz der Druckerniedrigung entsprechend zurück auf 4,5 kg.
Kontaktmenge zurück auf 2 %.

---

1) Panuco-Erdöl
2) Reitbrook-Erdöl
3) Eisen-Grude aktiviert
4) Klemmentemperatur 40°

Die erforderliche Kontaktkonzentration im Ofen hatte sich nun eingestellt.

18.2. Durchsatz weiter zurück auf 3,5 kg.

Mit Rücksicht auf den niedrigen Druck und vor allem weil zunächst noch zu wenig Frischöl vorhanden war.
Abschlammprozente zurück auf 4 : 12.

Höherer Abschlammanfall macht das Verfahren wegen der Verluste der Rückstandsaufarbeitung unwirtschaftlich.

Die Kreiselpumpen arbeiteten nicht einwandfrei.

19.2. Durchsatz vor auf 4,5 kg.

Es war wieder genügend Frischöl vorhanden.

20.2. Durchsatz stufenweise weiter vor auf 5,5 kg.

21.2. Mit eigenem Abstreifer Schweröl Rückführung jetzt 90 : 10.

entsprechend dem vorläufigen Schwerölvorrat.

22.2. Bilanz 1.

23.2. Ofen und Abscheidertemperaturen um 0,3 mV erhöht.

Diese Massnahme war erforderlich, um die Abschlamm-Prozente ohne Zurücknahme des Durchsatzes halten zu können. Mit der nun gefahrenen Ofentemperatur von 24,8 mV war die früher mit Erdölrückstände bei 250 at als höchstzulässig erkannte Temperatur erreicht.

Kontakt: 2 % 7247[1] Ch 16 koll. in Abstreifer Schweröl 25 %ig an stelle des 6612.

Die Abschlammfarbe war bisher mit K 6612 Ch 16 nicht gut. Es sollte nun ein Kontakt gesucht werden, mit dem ein besserer Asphaltabbau zu erzielen ist.

Die Schweröl Rückführung wurde erhöht auf 85 : 15

Die Kontaktmenge wurde auf 1,5 % erniedrigt.

2 % kommen aus wirtschaftlichen Gründen nicht in Frage.

25.2. Die Rückführung wurde weiter auf 80 : 20 erhöht.

26.2. Bilanz 2.

27.2. Aus wirtschaftlichen Gründen wurde die obere Grenze der Abschlamm Prozente auf 10 heruntergesetzt.

Durchsatz zurück auf 5,2 kg.

Die schlechte Spaltbarkeit des Abstreifer-Schweröls zwang zu dieser Massnahme, da bei 250 at die Ofentemperatur nicht weiter gesteigert werden konnte.

Durchsatz weiter zurück auf 4,9 kg.

Die Abschlamm Prozente konnten noch nicht gehalten werden.

Rückführung vor auf 75 : 25.

Kontakt: 1,5 % 7203[2] 50 %ig anstelle des 7247.

---

1) Molybdän-Grude mit HF behandelt.
2) Bayermasse mit H_2SiF_6 behandelt.

Es sollte versucht werden, mit diesem Kontakt, der sich in ähnlicher Zusammensetzung in Kleinversuchen bei der Anic bewährt hatte, eine Leistungsverbesserung und vor allem eine Verbesserung der Asphaltreduktion zu erzielen.

28.2. Durchsatz zurück auf 4,6 kg.

Wegen abnehmender Spaltung.

Wegen Undichtigkeit der Förderschnecke musste der Ofen abgestellt werden. Deshalb kaltgefahren nach Vorschrift, das Entschlammen ging gut. Die Mengen waren ausreichend. Ölschlamm I: 5,4 % Feststoff mit 56,0 % Asche, 12,5 % n-Asphalt im Öl.

1.3. Die Undichtigkeit der Stopfbüchse rührte daher, dass die Welle der Förderschnecke sich verbogen hatte und dadurch die Grundbüchse der Welle ausgeschlagen war. Die Stopfbüchse wurde nach dem Ausrichten und Neuausbüchsen der Welle neu verpackt.

Der Ofen wurde wieder angeheist und unter Druck gestellt, 5000 Ltr über Dach 250 at, sonst alles wie bisher.

2.3. Kontakt 5475[2] Charge 16. 1,5 % anstelle 7203.

Der Kontakt 7203 hat sich bisher, soweit in der kurzen Zeit erkennbar, als nicht sehr brauchbar erwiesen. Er wurde deshalb durch 5475 ersetzt, der der beste Normalkontakt ist, und zwar ohne Rücksicht auf Beschaffungsschwierigkeiten. Man hoffte mit dieser Massnahme nun den Erdölrückstand in bezug auf Leistung und Asphaltabbau wirklich kennen zu lernen.

5.3. Bilanz 3.

6.3. Rückführung vor auf 72 : 28.

7.3. Durchsatz zurück auf 4,3 kg.

Die Abschlamm-Prozente lagen zu hoch.

Rückführung wieder 75 : 25.

Um dem Rückführgleichgewicht noch näher zu kommen.

9.3. Bilanz 4.

10.3. Kontakt: 7151[2] 1,5 % anstelle des 5475.

Dieser Kontakt ist preisgünstiger als 5475 und soll auch nach Anic-Versuchen besser sein.

Abschlamm-Prozente 6-12.

Zum Einhalten der bisherigen Abschlammvorschrift (4-10 %) musste die Ofentemperatur scharf ausgefahren werden; trotzdem wurden die Abschlamm-Prozente in geringem Masse überschritten. Da aber der Ofen recht ruhig lag und ausserdem der Schwerölvorrat gering war, wurde davon abgesehen, den Durchsatz zu verringern.

---

1) Molybdän-Grude aktiviert.
2) Molybdän-Terrana mit HF behandelt.

21.3. Durchsatz zurück auf 4,0 kg.

Die Abschlamm Prozente konnten doch nicht eingehalten werden.

Rückführung erniedrigt auf 80 : 20.

Es war nicht genügend Schweröl vorhanden. Auch bestätigten die Bilanzen, dass 75 : 25 bereits ausserhalb des Rückführgleichgewichtes lag.

23.3. Durchsatz zurück auf 3,8 kg.

Der Abschlammanfall lag hart an der oberen Grenze.

Die Abschlamm Prozente wurden wieder auf 4-10 herabgesetzt.

Um den grosstechnischen Verhältnissen möglichst nahezukommen.

24.3. Durchsatz wieder vor auf 4,0 kg.

D niedriger gewordene Abschlammanfall liess dies zu.

25.3. Bilanz 5.

26.3. Die Rückführung wurde auf 78 : 22 erhöht.

Es stand genügend Abstreifer-Schweröl zur Verfügung.

Kontakt: 1,5 % 7203[1] 90%ig anstelle des 7151. Dieser Kontakt ist ebenfalls von der Anic vorgeschlagen und sollte noch einmal geprüft werden.
Die Farbe des Abschlamms, die recht schlecht war, liess die Verwendung des bisherigen Kontaktes für den Grossbetrieb als nicht zweckmässig erscheinen.

27.3. Rückführung zurück auf 80 : 20.

Die zur Verfügung stehende Schweröimenge war zu gering.

Durchsatz zurück auf 3,7 kg.

Es fiel zuviel Abschlamm an.

30.3. Kontakt 5475 Ch. 16 1,5 % anstelle 7203.

Dieser Kontakt hatte mit dem vorliegenden Frischöl die bisher besten Ergebnisse gebracht. Die Abschlammfarbe und besonders die starke Knollenbildung im Abschlamm zeigten die völlige Nichteignung des Kontaktes 7203. Zur Erholung des Ofens wurde deshalb 5475 angewendet.

29.3. Durchsatz vor auf 4,0 kg.

Der niedrige Abschlammanfall erlaubte dies.

Die Abschlammfarbe war trotz Umstellung auf 5475 immer noch recht schlecht.

22.3. Abschlammfarbe immer noch schlecht. Es hatte den Anschein, als ob der Ofen beim Fahren mit 7203 geschädigt worden sei und sich nur sehr langsam erholen könne.

23.3. Der Versuch musste wegen anderweitiger dringenderer Versuche (mit K 1060) abgebrochen werden. Es wurde deshalb nach Vorschrift kaltgefahren. Das Entschlammen ging gut, den Mengen nach war der Ofen sauber. Ofenabschlamm I: 3 % Festes mit 54,1 % Asche. 13,2 % n-Asphalt im Öl.

---

1) Bayermasse mit H_2SiF_6 behandelt

Tabellenverzeichnis.

Tabelle	1a - b	Bilanzen
	2	Frischöluntersuchungen
	3	Benzinuntersuchungen
	4	Benzinfraktionen
	5	Mittelöluntersuchungen
	6	Schweröluntersuchungen
	7	Abschlammöluntersuchungen
	8	Gasöluntersuchungen
	9	Heizöluntersuchungen
	10	SO_2-Mittelölraffination
	11	Verteilung des als KW vergasten C
	12	org.geb.Schwefel in Abgasen
	13	Siebanalysen
	14	Abwasseranalysen
	15	Schwelung des Abschlamms und Frischöls
	16	i-Butan.

Tabelle 1a.

Bilanzen.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5
Tag 1939	22.2.	26.2.	5.3.	9.3.	15.3.
Schicht		abo			
Produkt			P 158 get.)		
Kontakt 30 %ig-6612 Oh 16 %	2			325°	
25 %ig-7247 " "		1,5			
30 %ig-5475 " "			3,5	1,5	
40 %ig-7151					1,5
Rückführung					
Frischöl: Abstr.Schweröl>350°	90:10	80:20	75:25	75:25	80:20
" : Abschlamm			1 : 0,3		
Bedingungen					
Druck at			250		
Vorheizertemp. °C	459	461	462	464	462
Ofen " "	468	473	473	473	473
Abscheider " "	456	461	461	461	461
Durchsatz kg/l/h	0,65	0,64	0,55	0,51	0,49
Gas cbm/kg	24,7	2,51	2,46	2,43	2,35
Umdrehungszahl des Ofenrührers			38		
Ergebnisse[1]					
Rohbilanz aus/ein %	100,6	99,1	99,8	100,6	100,0
Ausbeute a. R.Fr.Öl + R.Verl.%	103,3	100,0	101,5	102,0	101,3
Prakt.Ölgew.(Bi+Mi[2]) Leistung	0,46	0,43	0,47	0,43	0,38
" " " Neu "	0,38	0,38	0,42	0,39	0,33
" " a.R.Fr.Öl %	71,3	76,8	85,0	85,3	79,5
Darin Benzin -200° %	29,0	30,6	32,2	30,3	29,1
Schweröl-Überschuss auf R.Fr.Öl %	14,4	4,5	-1,4	-2,3	4,3
Verg. auf prakt.Ölgew.+Verg. %	12,6	13,9	12,0	12,2	13,0
" " Neubildung + " "	14,9	15,5	13,2	13,5	14,4
Vom verg.C vergast als CO "	4,0	1,9	2,4	1,5	2,4
" " " " " " CO_2 "	-0,8	0,4	1,2	0,1	0,1
Asphaltabbau %	92,6	93,5	96,0	94,7	94,9
Neuabschlamm a.R.Fr.Öl "	15,4	13,2	8,2	12,1	9,4
Wasserneubildung a.R.Fr.Öl "	0,6	0,4	1,2	1,4	0,2

1) Gerechnet auf butanfreies Benzin
2) -350°.

Tabelle 2.

Untersuchung des Frischöls.

P 158 - 325°	
Spez. Gew./100°	0,974
H_2O %	0,2
Festes %	0,18
Asche i. Gz. "	0,12
>325° "	1,5
n-Asphalt "	15,4
Vakuum-Kurve	
bei mm	9
Beginn °C	179
- 200° %	3,7
Farbe	gelb
Beschaffenheit	flüssig
Spez. Gew./20°	0,902
-225° °C	10,3
Farbe	gelb
Beschaffenheit	flüssig
Spez. Gew./40°	0,917
-275° %	21,5
Farbe	rotgelb
Beschaffenheit	dickflüssig
Spez. Gew./60°	0,926
-325° °C	35,6
Farbe	rotbraun
Beschaffenheit	dickflüssig
Spez. Gew./90°	0,931
Rd. %	100,0
Farbe	schwarz
Beschaffenheit	fest

Tabelle 3.

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.		3	5
Benzin -200° + C_5 + C_4		87,8:7,2:5,0	90,4:4,4:5,2
Spez.Gew./20°		0,742	0,741
Phenole	%	1,2	0,4
Anilinpunkt	°C	47,5	48,2
entphenoliert mit 5 % Dr.Lösung und 8, dann 2 x 1 % H_2SO_4 96 %ig, dann mit NaOH gewaschen, dann über NaOH redest.			
Raff.Verl.	%	2,3	1,3
Wasch. "	"	0,6	0,4
Red. "	"	3,2	1,4
Benzin -200° raffiniert			
Spez.Gewicht/20°		0,740	0,738
Anilinpunkt I	°C	49,0	49,0
" Ia	"	49,5	49,2
" II	"	65,5	54,5
Dampfdruck		0,643	0,512
Cu-Streifen		gut	gut
" Schale mg Harz		45	44 gut
Porz. "		braun	braun
H_2SO_4-Test		5	2,3
Df-Test		+	+
ASTM 40-50°	%	1,5	0,5
60°		3,0	1,8
70°		6,5	4,8
80°		10,0	8,0
90°		14,0	12,0
100°		19,0	16,8
10°		24,0	23,0
20°		30,0	31,0
30°		37,5	40,0
40°		43,7	49,8
50°		53,7	58,2
60°		63,0	69,0
70°		72,7	78,0
80°		81,0	86,8
90°		87,8	91,9
200°		93,0	94,0
10°		94,0	96,0
20°		95,5	
R.		96,0	96,2
Fraktion 80-100°	Spez.Gew./20°	0,678	0,678
	AP. °C	54,0	55,5
" 110-140°	Spez.Gew./20°	0,723	0,733
	AP.	49,5	49,5
" 150-180°	Spez.Gew./20°	0,769	0,775
	AP.	47,0	45,6
" 180-205°	Spez.Gew./20°		0,788
	AP.		47,6
Zusammensetzung:	Paraffine %	69	77
	Naphthene %	12	15
	Aromaten "	14,5	15
	unges.KW "	4,5	3
	Klopfwert Res.	54,0	52,0

Tabelle 4.

Benzinfraktionen zur Bilanz 3.

Fraktion	I 20.0 % 28°-81°	II 19.4 % 81°-109°	III 19.9 % 109°-133°	IV 20.0 % 133°-162°	V 20.5 % > 162°
Spez.Gew./20°	0.648	0.708	0.737	0.762	0.786
Anilinpunkt I °C	-	+ 54.5	+51.5	+49.5	+ 47.0
" II °C	-	+ 62.3	+63.0	+66.5	+ 69.5
unges.KW. %	2.1	3.1	3.3	2.9	2.6
Klopfwert:					
Res.	75.5	58.5	47.5	44.0	35.0
Motor.	76.0	55.0	45.0	40.0	33.0

Tabelle 5

Mittelöluntersuchungen.

Bilanz Nr.		1	2
Abstr. >200° + Schwelöl		87,5:12,5	94,6:5,4
Mittelöl	%	52,5	55,1
Spez.Gew./20°		0,888	0,885
Anilinpunkt	°C	45,5	44
Phenole	%	0,7	0,1
unges.KW	%	12,5	8,0
Gew.Engler. Beginn	°C	215	200
- 250	%	11,0	15,5
- 75	"	40,4	42,1
- 300	"	64,6	61,6
- 25	"	82,6	80,5
- 50	"	93,2	93,6
- 60	"	97,2	97,2
R.	"	99,8	99,9
Handprobe		verharzt	Spur
Fraktion 210-230°	Spez.Gew./20°	0,817	0,830
	Anilinpkt. °C	46,5	43,3
" 240-270°	Spez.Gew./20°	0,866	0,854
	Anilinpkt. °C	42,0	43,0
" 280-310°	Spez.Gew./20°	0,893	0,890
	Anilinpkt. °C	45,3	44,0

1922

Tabelle 6.

Schweröluntersuchungen.

Bilanz Nr.	1	3
Spez.Gew./20°	0,974	0,996
Vak.Kurve bei mm	17	18
Siedebeginn °C	180	200
-225° %	15,3	24,5
Farbe	rotgelb	rotgelb
Beschaffenheit	flüssig	flüssig
Spez.Gew./40°	0,930	0,950
-275° %	2,3	81,6
Farbe	rotgelb	rotgelb
Beschaffenheit	dickflüssig	flüssig
Spez.Gew./60°	0,934	0,962
-325° %	94,0	94,8
Farbe	rotgelb	gelb
Beschaffenheit	fest	fest
Spez.Gew./90°	0,950	0,992
Rü. %	49,9	99,8
Farbe	schwarz-braun	dunkel-braun
Beschaffenheit	fest	fest

1923

Tabelle 7.

Untersuchungen der Abschieröle.

Bilens Nr.			
Spes.Gew./20°		1,022	1,026
Gew.Engler			
Siedebeginn	°C	90	140
-200°	%	3,8	0,5
350°	"	22,2	22,3
R.	"	100,0	100,0
Mittelöl 200-350°	%	24,3	24,6
Spez.Gew./20°		0,913	0,910
Anilinpunkt	°C	43	41
Phenole	%	0,8	Spur
unges.KW.	%	32,5	10,0
Gew.Engler			
Siedebeginn	°C	219	223
-250°	%	4,9	5,2
275°	"	20,3	17,6
300°		40,7	41,0
25		63,8	65,9
50°		87,1	89,1
60°		94,3	96,9
R.		99,8	99,9
Handprobe	cm^3	0,3	0,2
Fraktion 240-270°	Spez.Gew./20°	0,870	0,860
	Anilinpkt. °C	37	35,5
" 280-310	Spez.Gew./20°	0,902	0,900
	Anilinpkt. °C	40	37,5
Schweröl > 350°			
Spez.Gew./100°		1,030	1,042
Vak.Kurve bei	mm	17	20
Siedebeginn	°C	200	210
-225°	%	2,7	0,9
Farbe		rotgelb	d'gelb
Beschaffenheit		flüssig	dickflüssig
Spez.Gew./40°		0,935	
-275°	%	31,5	38,0
Farbe		rotgelb	dunkelgelb
Beschaffenheit		dickflüssig	dickflüssig
Spez.Gew./60°		0,954	0,968
-325°	%	50,7	55,5
Farbe		dunkelgelb	dunkelgelb
Beschaffenheit		fest	fest
Spez.Gew./90°		0,972	0,992
Rü.	%	99,8	100,0
Farbe		schwarz-braun	schwarz-braun
Beschaffenheit		fest	fest.

Tabelle 8.

Gasöluntersuchungen.

Mittelöl aus Abstreifer + Schweröl 200-350°

Bilanz Nr.	1	3
Mittelöl -350° : Schweröl	87,5:12,5	94,6:5,4
Farbe	dunkelrot	dunkelgelb
Spez.Gew./20°	0,888	0,885
Anilinpunkt °C	45,5	44
Cu-Streifen	gut	gut
Phenole %	0,3	0,1
Cetenzahl	42	39
Stockpunkt °C	-19	-17
Trübungspunkt °C	-15	-10
Viscosität/20° °E	1,29	1,22
" /38° "	1,16	1,10
Gew.Engler		
Beginn °C	215	200
-225		5,5
50	11,0	15,5
75	40,4	42,1
300	64,6	61,8
25	82,6	80,5
50	93,2	93,6
60	92,7	97,2
R.	99,0	99,9

Tabelle 9.

Kogas-Untersuchungen.

Bilanz Nr.	1		3	
Produkt	Frischöl get.	Abschl.Öl	Frischöl get.	Abschl.Öl
Farbe	schwarz	dunkelbraun		schwarzbraun
Spez.Gew./20°	1,026	1,022	1,024	1,037
Stockpunkt °C	+ 25	+9	+ 25	+10
Flammpunkt "	205	147		139
Brennpunkt "	250	176		167
Koketest %	18,3	15,3	18	13,7
Asche i.Gs. "	0,12	1,0		1,0
n-Asphalt "	15,4	8,6		7,3
Viskos. 20° °E	-	165	-	94,2
" 50° "	-	11,7	-	6,93
" 80° "	165	-	218	-
" 100° "	55,3	-	73	-
Gew.Engler				
240-250° %				0,7
300°				7,0
25°				13,2
50°				22,3
R.				100,0
RU > 350 %				
Spez.Gew./80°				1,032
Visco. 80° °E				5,40
" 100° "				2,63

Tabelle 10.

Mittelölraffination mit SO_2 bei -25°.

Zu Bilanz 3

Behandlung	1 x 100	2x50 Teile SO_2		2x50 Teile SO_2		
Produkt	Gesamt-prod.	Raffinat	Extrakt	Gesamt-Prod.	Raffinat	Extrakt
% v. Mittelöl	100	54,8	45,0	100	60,5	39,5
spes. Gew./20°	0,862	0,808	0,950	0,862	0,820	0,952
Anilinpunkt I °C	+ 41,7	+73,0	-26,0	+41,7	+67	-27
Stockpunkt °C	-32	-25	-	-32	-27	
Cetenzahl		76	-	39	-	-
ASTM:						
Beginn °C	171	180	186	171	180	180
180° %	2,0	-	-	2,0	-	-
200° "	9,5	8,0	5,0	9,5	8,0	5,0
225° "	28,0	29,0	24,0	28,0	28,0	24,0
250° "	47,0	48,0	39,0	47,0	45,5	40,0
275° "	68,0	68,5	61,0	68,0	69,0	63,0
300° "	85,0	85,0	79,0	85,0	86,0	80,0
325° "	96,5	95,0	94,0	96,5	95,5	94,0
Endpunkt "	99,0	98,8	99,0	99,0	99,0	98,6
Rü "	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Endpunkt °C	332	330	348	332	332	344
Elementaranalysen						
% C	86,33	85,83	87,35			
" H	12,22	14,18	9,75			
" O	0,38	-	0,67			
" N	0,24	-	0,50			
" S	0,83	0,074	1,73			
g H/100°C	14,15	16,52	11,16			
% H disp.	13,97	16,51	10,82			
Viskosität/20° °E		1,095				

Tabelle 11.

Verteilung des als KW vergasten C.

Zu Bilanz 3.

Als C_1	%	22.3
" C_2	"	21.2
" C_3	"	32.7
" C_4	"	24.8
Ungas. von C_2	%	3.1
" " C_3	"	4.8
" " C_4	"	12.4
" " C_1-C_4		5.0

Tabelle 12

Org. gebundener Schwefel in Abgasen.

Zu Bilanz 3.

Produktgas mg S/m³	56.8
Ofengas "	37.9

Tabelle 13

Siebanalysen.

Zu Bilanz 3.

	Abschlamm	Kontaktbrei
Rückstand auf 2500er Sieb %		0.3
" " 4900er " "		3.7
" " 10000er " "	2.2	4.4
" " 12000er " "	-	2.2
" " 16900er " "	3.4	4.1
Durchgang durch " "	94.4	85.3

Tabelle 14.

Abwasseranalysen.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5
CO_2 g/kg	12,8	1,87	2,07	2,11	4,4

Tabelle 15.

Schwelung des Abschlamms und Frischöls.

Fischer-Analysen.

Bilanz Nr.	1	1[x)]	2	4	5
Teer %	71,6	72,8	67,0	68,2	68,5
Koks "	26,8	16,9	29,8	28,8	28,2
H_2O + Gas + Verl. %	1,6	10,3	3,2	3,0	3,3
Schwelausbeute %	83,3	73,0	81,2	81,4	82,0

x) Frischö 81

Tabelle 16.

i-Butan.

Zu Bilanz 3.

Ofengas	% d. Ges.Butan	1,00
Produktgas	% "	5,72
Abschl. Gas	" "	2,16
im Produkt gek.	% "	12,6
v.Gesamtbutan	%	5,7

TITLE PAGE

27. Verarbeitung von Böhlener Teer bei 250 atm im 10 Ltr.Ofen.
Processing "Böhlen" tar at 250 atm in 10 liter furnace. August 1939.

Frame Nos. 1029 - 1043

Hochdruckversuche
Lu 558

1029

8. 2. 1943. Hu/Pf.

Verarbeitung von Böhlener Teer bei 250 atm im 10 Ltr.-Ofen.

(August 1939)

In einem kurzen Versuch wurde Topprückstand über 325° aus Böhlener Teer (P 1238 v. 12.11.38) bei 250 atm mit Grude-Molybdän-Kontakt hydriert. Der Rückstand enthielt 4,4 % Asphalt und nur 0,05 % Benzolfestes. Der Versuch, dessen Ergebnisse nachstehend aufgeführt sind, verlief störungsfrei.

Bilanz-Nr.		1	2
Kontakt a. Frischöl	%	0,4	0,4
Frischöl : Abstreifer-schweröl		57 : 43	57 : 43
Frischöl : Abschlamm		1 : 0,5	1 : 0,5
Temperatur Vorheizer	°C	476	461
" Ofen	°C	476	480
Frischöldurchsatz		0,69	0,82
Gas cbm/kg Frischöl		3,0	3,1
Bi + Mi-Leistung neu		0,51	0,64
Vergasung a. Neubildung + Ver-	%	14,2	11,4
Asphaltabbau	%	100	100

Der Teer ergab mit verhältnismäßig geringer Kontaktmenge eine ausgezeichnete Leistung und einen restlosen Abbau des Asphaltes. Die Steigerung der Ofentemperatur von 476 auf 480° führt zu einer Erhöhung der Leistung um 25 %, die Vergasung auf Neubildung + Vergasung wurde dadurch gesenkt. Mit 480° schien die oberste Grenze der Fahrbarkeit im 10 Ltr.-Ofen erreicht zu sein.

		10 Ltr.-Ofen	Böhlen
Kontakt	%	0,4	unter 0,2
Vorheizer	°C	469	448 - 458
Ofen	°C	478	476 - 488
Leistung		0,61	0,35
Vergasung	%	12,8	13 - 14

Zu der wesentlich höheren Leistung des 10 Ltr.-Ofens haben beigetragen die höhere Kontaktmenge, die höhere Vorheizertemperatur und das etwas höhere Abschneiden des Ölgewinns (in Böhlen wurde auf 315 - 325° destilliert). Möglicherweise waren die in Böhlen verarbeiteten Teere auch etwas schlechter als die hier geprüfte Probe.

Das Benzin - 200° lag mit dem Klopfwert 50,5 Res. in der Gegend der Erdölsumpfbenzine und weit unter dem der Benzine aus der Verarbeitung von Brüxer Teer (72), von denen es sich durch seinen geringen Gehalt an Naphthenen, Aromaten und Ungesättigten unterschied. Der Einfluß des Rohstoffes war auch am Mittelöl zu erkennen, das wasserstoffreicher war und nur 0,6 % Phenole enthielt, sowie am geringen spezifischen Gewicht der Abstreiferschweröl-fraktionen.

Einer überschlägigen Rechnung nach wurden in einem einmaligen Durchgang durch den Ofen rd. 40 % des gesamten eingehenden Paraffins zerstört.

Die Versuche wurden durchgeführt
von Dr. Krönig — gez. Hupfer

gemeinsam mit Dr. v. Hartmann — " Leonhardt
Dr. Rank
Dr. Scheiner

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg

Untersuchungen: Dr. Schiffmann
Dr. Meier
Dr. v. Füner
Dr. Lemme.

Versuchsverlauf.

Versuchsanordnung.

Normales 10 Ltr.-Ofensystem

s. Versuchsbericht v. 5.2.43

Schlange 10 x 23 x 1200 V 8, 930 ccm Inhalt, Anfahrtag 20.6.39

Ofeninhalt: 7,8 Ltr.

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 29.8.39 - 5.9.39.

Versuchsbericht.

29.8.39 Im Anschluß an Versuche mit Mischungen des P 1235 mit Erdölen (P 1338 bezw. P 1393) wird umgestellt auf P 1238 allein. Einfüllmischung: P 1238 v. 12.11.38 get. - 325°. Frischöl : Abschlamm = 1 : 0,5, Frischöl : Abstreifer 8'Öl = 57 : 43. Kontakt: 0,5 % 5475 1) Oh 12 30%ig im Abstreiferschweröl auf Teer zum Brei gegeben. Durchsatz 5,2 kg/h Frischöl. Gas 2,5 cbm je kg Frischöl, Druck 250 atm, Ofen- und Vorheizertemperatur maximal 25,0 mV 2). Abscheider 0,7 mV tiefer. Abschlammpro... 1-5. Demnach evtl. Durchsatz ändern. Rückstandsaufarbeitung: Abschlamm geschwelt, Schweröl mit Abstreifer zusammen destilliertauf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Rückstand 32 %.

30.8. Die Abschlammrückführung wird auf 1 : 0,4 zurückgenommen. Der Abschlamm fällt in gleichmäßiger Menge an, der Ofen schien danach sehr ruhig zu liegen.

Die Kontaktmenge wird auf 0,4 % vermindert.

Der Abschlamm hat ein sehr gutes Aussehen

31.8. Die Abschlammrückführung wird wieder auf 1 : 0,5 vorgenommen.

Die Abschlammprozente liegen nun sehr unruhig. Das Fahren des dünnen Teeres erforderte eine reichlichere Abschlammrückführung, als das Fahren in Mischung mit Erdölen.

1.9. **Bilanz 1**

2.9. Der Frischöldurchsatz von 5,2 kg erscheint sehr niedrig. Um ihn erhöhen zu können, muß die Ofentemperatur vorgenommen werden. Sie wird erhöht auf 25,2 mV, obgleich damit die optimale Temperatur überschritten wird. Der Durchsatz kann infolge der Temperaturerhöhung auf 5,4 kg vorgenommen werden.

---

1) Crude-Molybdän.
2) Klemmentemperatur 40°.

3.9. Der Durchsatz wird stufenweise weiter auf 6,0 kg vergenommen.

Die Abschlammprozente bleiben niedrig und die Farbe ist gut.

4.9. Der Durchsatz wird weiter auf 6,2 kg erhöht.

Die Abschlammprozente sind negativ.

5.9. Bilanz 2

Die Temperatur von 25,2 mV scheint für diesen Rohstoff die alleroberste Grenze zu sein, da sich der Ofen bei dieser Temperatur nur schwierig fahren läßt, während er bei 25,0 mV ruhig liegt.

Anschließend umgestellt auf neuen Versuch.

Tabellenverzeichnis:

Tabelle 1 a - b Bilanzen

2 Untersuchung des Frischöls

3 " " Benzins

4 " " Mittelöls

5 " " Schweröls

6 " der Abschlammöle

7 Benzinfraktionen

8 Elementaranalysen

9 Elementarbilanz

10 Verteilung des als KW vergasten C

11 Abwasseranalysen

12 Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

13 Schwefelanalyse des Abschlamms

14 Paraffinbestimmungen

15 Siebanalyse des Abschlamms

Tabelle 1 a Bilanzen.

Bilanz-Nr.	1	2
Tag 1939	1.9	5.9
Schicht	a b c	a b c
Frischöl	P 1239 get. - 325	
Kontakt	v. 12.11.38	
% 5475 Oh. 12 30%ig	0,4	
Rückführung		
Frischöl : Abstreiferschweröl	57 : 43	
" : Abschlamm	1 : 0,5	
Bedingungen		
Druck atm	250	
Vorheizertemperatur °C	476	461
Ofentemperatur °C	476	480
Abscheidertemperatur °C	464	468
Durchsatz kg Frischöl/Ltr./h	0,69	0,82
Gas cbm/kg Frischöl	3,03	3,13
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	
Ergebnisse [1]		
Rohbilanz aus/ein %	100,1	99,7
Ausbeute auf R. Fr.-Öl + H_2-Verbrauch %	100,0	98,2
Prakt. Ölgewinn-(Bi + Mi) Leistung	0,54	0,68
" " " Neuleistung	0,51	0,64
" " auf R. Fr.-Öl %	80,3	83,8
darin Bi -200° %	24,6	21,2
Schwerölüberschuß auf R. Fr.-Öl %	6,1	3,2
Vergasung auf prakt. Ölgew. + Verg. %	13,6	10,9
" " Neubildung " " %	14,2	11,4
Vergastes C auf C. V. Fr.-Öl %	12,9	10,4
davon als CO %	5,8	6,4
" " CO_2 %	0,2	1,1
Asphaltabbau %	100,0	100,0
Neuabschlamm auf Frischöl %	2,7	2,8
Wasserneubildung auf Frischöl %	2,7	2,9

1) gerechnet auf butanfreies Benzin

Bilanzen

Tabelle 1 b Analysen des Anfalls.

Bilanz		1	2
Abstreifer + Schweröl			
Spez. Gewicht/20°		0,894	0,895
Wasser	%	0,4	0,6
- 200°	%	13,6	11,8
200 - 325°	%	35,6	39,4
Abschlamm			
Spez. Gewicht/50°		0,940	0,922
Festes	%	13,0	11,6
Asche im Festen	%	44,4	46,6
200 - 325°	%	16,1	19,5
n-Asphalt	%	0,5	0,2

Tabelle 2 Untersuchung des Frischöls zu Bilanz 2

Spez. Gewicht/50°		0,950
Gew. Engler 280-325	%	4.1
R	"	100,0
Vakuumkurve bei mm		17
178-225°	%	14,5
Spez. Gew./40	%	0,934
225 - 275	%	42,3
Spez. Gew./60°		0,911
275 - 325	%	67,0
Spez. Gew./90°		0,900
R	%	100,0
Benzolfestes	%	0,05
Asche i. G.	%	0,02
Asphalt		4,4
325°	%	4.1

Tabelle 3 **Benzinuntersuchung**
zu Bilanz 2

Benzin - 200° + Benzin + Butan
90 : 5 : 5

Spez. Gew./20°		0,750
Phenole	%	1,5
A.P.	°C	44,5
entphenoliert		mit 5% Dr.-Lösung + Schwefel, 2 x 1% H_2SO_4 96%ig, dann NaOH, über NaOH destilliert
Raff. Verl.	%	1,0
Wasch "	%	1,0
Red. "	%	5,1
Spez.-Gew./20°		0,742
A.P. I	°C	48,0
" Ia	"	49,7
" II	"	66,0
Dampfdruck		0,598
Cu-Streifen		corridiert
"-Schale		0,19 g Harz
Porz. Schale mg		2,4
Dr.-Test		negativ
H_2SO_4		2 - 3
ASTM	35-40	1,0
	50	2,0
	60	6,0
	70	9,0
	80	12,0
	90	16,0
	100	20,0
	110	24,5
	120	30,0
	130	35,5
	140	43,0
	150	51,0
	160	58,5
	170	67,0
	180	75,0
	190	84,0
	200	91,0
	210	92,0
	218	93,0
	R	94,5

Fraktion 80-100°		
Spez.Gew./20°		0,681
A.P.	°C	53,0
Fraktion 110-140°		
Spez.Gew./20°		0,724
A.P.	°C	48,2
Fraktion 150-180°		
Spez.Gew./20°		0,768
A.P.	°C	46,0
Fraktion 180-210°		
Spez. Gew./20°		0,786
A.P.	°C	45,5
Zusammensetzung		
Paraffine	%	71,0
Naphthene	%	10,5
Aromaten	%	15,5
unges.KW	%	3,0
Klopfwert Res.		50,5

Tabelle 4 Mittelöluntersuchung zu Bilanz 2

Produkt >200° + Schweröl		98,6 : 1,4
Spez. Gew./20°		0,921
Mittelöl - 325°	%	39,8
Spez. Gew./20		0,889
A.P.	°C	41,0
Phenole	%	0,6
unges. KW	%	8,5
Gew. Engler 236-250°		14,7
275°		51,2
300°		79,7
325°		94,5
333°		97,5
R		100,0
Fraktion 240-240°		
Spez. Gew./20°		0,875
A.P.	°C	38,1
280-310°		
Spez. Gew./20°		0,897
A.P.	°C	44,1

Tabelle 5 Schweröluntersuchung zu Bilanz 2

Schweröl >325°		60,2 %
Spez. Gew./50°		0,925
Vakuumkurve bei mm		17
200-225°	%	40,1
Spez. Gew./40°		0,922
-275°	%	88,4
Spez. Gew./60°		0,912
-325°		97,7
Spez. Gew./90°		0,913
R	%	100,0

Tabelle 6 Untersuchung der Abschlammöle
zu Bilanz 2

Abschlammöl		
Spez. Gew./50°		0,922
Gew.Engler		
195-325°	%	19,5
R	%	100,0
Mittelöl -325° (22,1%)		
Spez. Gew./20°		0,885
Phenole	%	0,1
unges. KW	%	8,0
A.P.	°C	38,8
Gew. Engler		
194-225°		7,6
250°		23,7
275°		51,0
300°		79,7
325°		95,1
332°		97,5
R		100,0
Fraktion 210-230°		
Spez. Gew./20°		0,841
A.P.	°C	37,7
Fraktion 240-270°		
Spez.Gew./20°		0,874
A.P.	°C	36,8
Fraktion 280-310°		
Spez.Gew./20°		0,901
A.P.	°C	41,3
Schweröl >325° (77,9 %)		
Vakuumkurve bei mm		17
192-225°	%	27,3
Spez.Gew./40°		0,928
225-275°	%	74,2
Spez. Gew./60°		0,924
275-325°	%	89,4
Spez.Gew./90°		0,929
R	%	100,0

Tabelle 7 Benzinfraktionen.

Benzin - 200° + Pentan + Butan (1221 : 62 : 67) raff.

Fraktion	I	II	III	IV	V
Temperatur	-79°	79-124°	124-154°	154-180°	> 180
Gew. %	20,0	19,9	20,1	19,8	20,1
Spez. Gew.	0,644/10	0,716/20	0,754/20	0,777/20	0,803/20
A.P. I °C	--	+ 50,0	+ 46,5	+ 46,8	+ 47,5
" II "	--	+ 62,5	+ 65,2	+ 68,0	+ 71,6
unges. KW %	--	4,0	4,0	3,0	5,5
Klopfwerte:					
Res.	80,0	54,5	43,0	39,5	20,5
Motor	78,0	52,5	45,5	38,0	30,0

Tabelle 8 - Elementaranalysen.

Produkt	Frisch-öl P 1238	Benzin -200	Mittel-öl 200-325°	S'Öl aus Abstreifer + Sahwel-öl >325°	S'Öl aus Abstreifer >325°	Abschlamm-öl	Festes aus Abschlamm
Asche %							44,75
C "	84,36	85,15	87,45	88,27	88,47	88,13	49,91
H "	10,67	14,27	11,81	10,33	10,78	10,58	1,91
O "	3,36	0,38	0,37	0,68	0,38	0,83	0
N "	0,24	0,15	0,20	0,26	0,12	0,22	0,83
S fl. "							4,09
S ges."	1,36	0,048	0,17	0,46	0,25	0,24	9,87
H disp."	12,00	16,68	13,38	11,47	12,10	11,83	--

Tabelle 9

Elementar-Bilanz

zu Bilanz 2

	C g/h	H g/h	O g/h	N g/h	S g/h
Ein:					
Frischöl	5405	684	215	15,4	87,1
Kontakt	16	1	5	0,2	4,2
Eingangs-Gas	35	169	11	—	—
Gesamteingang	5456	854	231	15,6	91,3
Aus:					
Benzin	1150	193	5	2,1	0,7
Mittelöl	3055	412	13	3,7	5,9
Schweröl	442	39	3	0,6	3,5
Abschlammöl	140	17	1	0,4	0,4
Abschlammfestes	10	1	—	0,2	2,1
Abwasser	1	20	180	78	7,8
Gas im Prod. gelöst	50	10	—	—	—
Ofengas	444	122	27	—	34,7
Abstreifergas	152	37	2	0,5	34,2
Abschlammgas	12	3	—	0,3	2,0
Gesamtausgang	5456	854	231	15,6	91,3
% Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	100,6		35,0	131,5	99,4

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten

O- " : Abwasser

N- " : Ausgang H_2O und Mittelöl

S- " : Abstreifergas.

Tabelle 10 Verteilung des als KW vergasten C [1]

zu Bilanz 2

als C 1 - KW	%	31,5
" C 2 - "	"	15,7
" C 3 - "	"	31,3
" C 4 - "	"	21,5
Ungesättigte von C_2	%	4,1
" " C_3	"	7,3
" " C_4	"	11,4
" " C_1-C_4	"	5,4

1) berechnet auf butanfreies Benzin

Tabelle 11 Abwasseranalysen

Bilanz	1	2
CO_2 g/kg	8,36	10,8
NH_3	--	51,5
H_2S	--	31,8
Cl	0,135	0,18

Tabelle 12

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

zu Bilanz 2

1913

	mg S/m³
Ofengas	31,05
Abschlammgas	14,67
Produktgas	verunglückt

Tabelle 13

Abschlammschwelung

Bilanz-Nr.	Labor 2	Betrieb 1	Betrieb 2
Teer	84,3 %	80,0	75,0
Koks	11,7 %	16,0	22,0
H_2O	1,0 %	4,0	3,0
Gas und Verlust	3,0 %		
Schweröl a. Öl in Abschlamm	95,6	91,8	85,0

Tabelle 14

Paraffinbestimmungen zu Bilanz 2

Frischöl	18,2 %
Abstreifer + Schweröl	15,0 %
Abschlammöl	16,5 %

Tabelle 15

Siebanalyse vom Abschlamm zu Bilanz 2

Rückstand auf 4900er Sieb	%	0,9
" " 10000er "	%	1,8
" " 12000er "	%	0,9
" " 16900er "	%	1,8
Durchgang durch "	%	94,6
	%	100,0

TITLE PAGE

28. Verarbeitung deutscher Erdöle im 10 Ltr.Ofen. Versuchsbericht.
Report on experiments: Processing German petroleum in 10 liter furnace.

Frame Nos. 1044 - 1077

5. Februar 1945 [illegible]

(28)

Versuchsbericht

W. Krönig, H. Hupfer und F. Leonhardt

Verarbeitung deutscher Erdöle

in 10-Ltr.-Öfen.

Ofen 411 vom 20.[illegible].-9.3.39 und vom 4.9.-22.9.39

5. Februar 1943

(28)

Versuchsbericht

W. Krönig, H. Kupfer und P. Leonhardt

Verarbeitung deutscher Erdöle im 10-Ltr-Ofen.

Ofen 411 vom 20.6.-3.8.39 und vom 6.9.-22.9.39

Hochdruckversuche
Lu 556

5. Februar 1943 Kl/Fu

W. Krönig
H. Hupfer
P. Leonhardt

Verarbeitung deutscher Erdöle

Topprückstände einiger deutscher Erdöle wurden im 10-Ltr.-Ofen bei 600 und 250 atm mit Grudekontakten verarbeitet. Die Frischöle unterschieden sich den Analysendaten nach wie folgt:

P-Nr.	Wietze schwer 225	Nienhagen 1393		Reitbrook 1358
getoppt bis °C	300	250	325	325
" 325° %	-	-	0,9	3,7
" 350° %	7,4	3,6	-	-
spez.Gew./50°	0,945	0,919	0,919	0,930
n-Asphalt %	2,4	0,5	0,6	2,1
Vakuumrückstand %	69,8	63,6	58,8	62,6
disp. H	12,40	13,20	13,07	12,72

Das Reitbrook-Öl war danach dem schweren Wietzer Öl sehr ähnlich, während das Nienhagener Erdöl rückstand etwas paraffinischer war. Groß erscheinen diese Unterschiede nicht. Auch die Elementaranalysen sind nicht sehr voneinander verschieden.

Die erhaltenen Ergebnisse[1] sind nachstehend aufgeführt:

P-Nr.		225		1393		1358
Druck	atm	600	600	250	250	250
Temperatur	°C	483	484	476	476	476
Eisen-Grude Ch 12	%	1,0	1,0	1,5	1,5	0
" " Ch 16	%	0	0	0,5	0	0
Molybdän-Grude	%	0	0	0	0	2,0
Siedende d. Mittelöl	°C	350	350	350	325	325
Mi- + Mi-Belastung genau		0,83	0,76	0,60	0,47	0,58
Mi- + Mi-Belastung n.L.		0,78	0,73	0,55	0,47	0,56
Vergasung auf Gesamt-Lstg. + Verl.	%	11,0	10,7	3,8	13,1	12,0
Vergasung auf Netz-Lstg. + Verl.	%	11,6	11,2	10,4	13,3	12,5
Asphaltabbau	%	95,7	97,5	75,9	85,4	98,2
Bilanz Nr.		1c	2a	2c	2c	3c

1) berechnet auf butanfreies Benzin

Die beste Leistung wurde mit dem -350° getoppten schweren Witzer Öl bei 600 atm (1b) erhalten, während das Kienhagener Öl unter praktisch gleichen Bedingungen (2a) etwas schwerer zu spalten schien. Dem Abschlamm nach, der weit besser war als notwendig, wäre man bei dem Kienhagener Öl mit weniger Kontakt ausgekommen.

Der Übergang zu 250 atm führte bei dem Kienhagener Öl (2e) trotz verdoppelter Kontaktzugabe unter teilweiser Verwendung der wasserdampfaktivierten Grude zu einer Leistungsminderung um rd. 20 % bei etwas geringerer Vergasung und stark verschlechtertem Asphaltabbau. Letzterer stellte aber die Verschwelbarkeit des Abschlammes nicht in Frage.

Wie bei Steinkohle wurde auch hier bei niedrigem Druck ein an wasserstoffreicherer Ölgewinn (Bl + Ml) erhalten, was wohl vor allem auf die tiefere Reaktionstemperatur zurückzuführen ist. Das Schweröl und besonders das Abschlammöl wurden dagegen bei 250 atm in niedrigsiedenden Fraktionen wahrscheinlich vor allem deshalb, weil bei diesen die Reaktionsgeschwindigkeit also mit der durch den niedrigen Druck bedingten tieferen Temperatur stark verlangsamt. Die schweren Öle waren zwar wasserstoffärmer als das Frischöl, der Gehalt an disponiblem H lag aber höher als der des Propanasphalts aus Elwerath oder albanischem Erdöl.

Die Verarbeitung auf einen Ölgewinn - 325° (2c) statt -350° war erwartungsgemäß mit einem Rückgang der Leistung und mit einem Ansteigen der Vergasung und einer technisch nicht ins Gewicht fallenden Verbesserung des Asphaltabbaues trotz Verdoppelung der Zugabe des aktivierten Kontakts verbunden. Auf den Aufhydrierungsgrad niedriggesiedener Fraktionen hatte das verschiedene Abschneiden keine merkliche Wirkung.

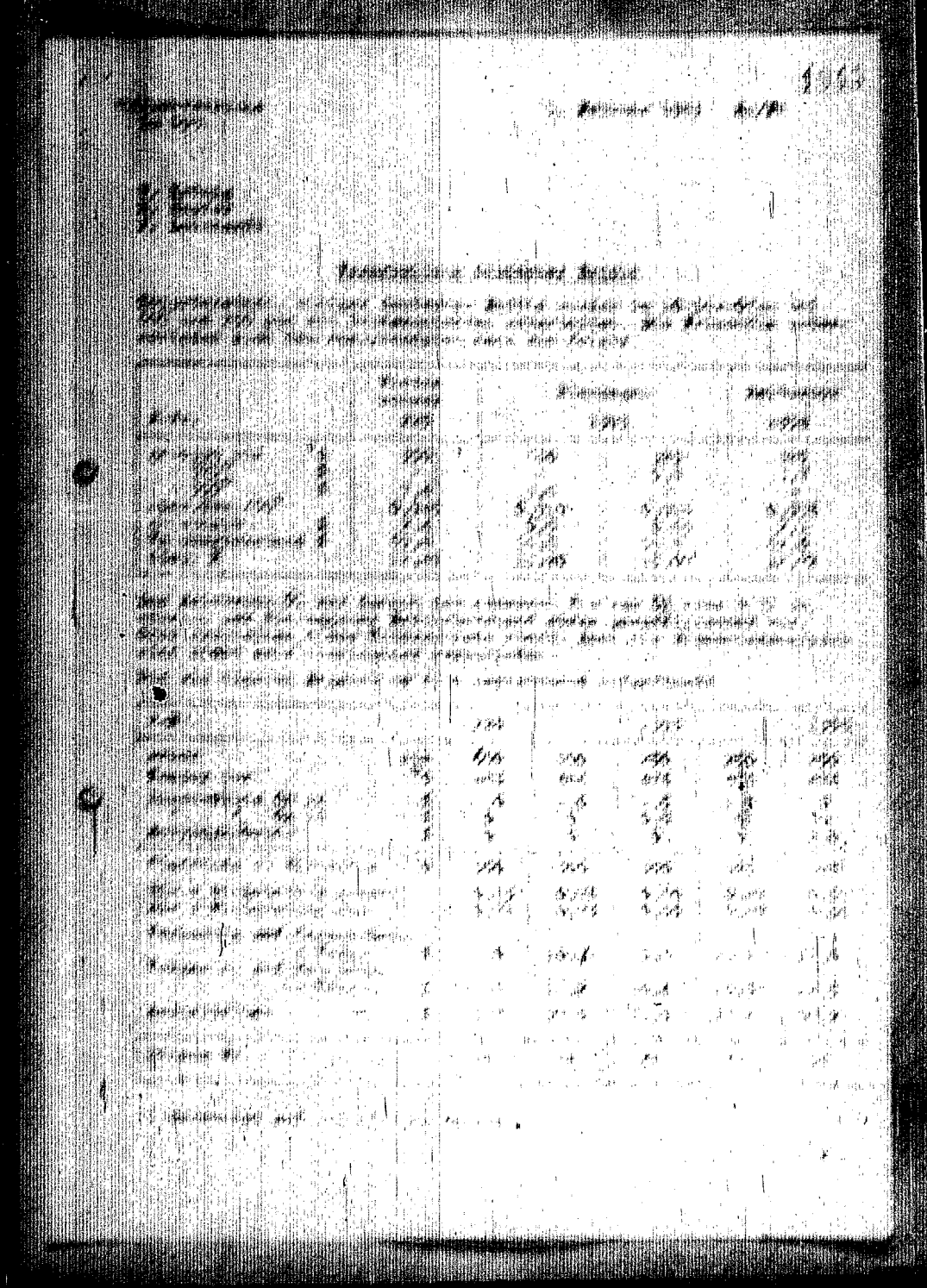
Bei gleicher Temperatur, aber mit Molybdän-Grude-Kontakt, wurden mit Heitbrook-Öl (3c) in jeder Hinsicht bessere Resultate erhalten, was vor allem der größeren Kontaktaktivität zuzuschreiben ist. Auch kann die in diesen Versuchen durchgeführte Verminderung der Ölmenge von 3 auf 2,5 ccm je kg Frischöl den Füllungsgrad des Ofens verbessert haben.

Der Klopfwert der Benzine -200° lag bei Verwendung von Eisenkontakten bei rd. 55 Roz, mit Molybdän bei 250 atm rund 65 auf 41,5.

Die Mittelöle waren der Cetenzahl nach als Dieselöle brauchbar. Die Stockpunkte lagen unter 0° (-7 bis -16°), die Cetenzahlen jeweils nur wenig unter denen der a-Mittelöle aus dem betreffenden Erdöl.

Den Heizölanforderungen entsprach keines der untersuchten Öle in Bezug auf den Stockpunkt und das spezifische Gewicht. Das im Labor entgaste oder geschleuderte Abschlammöl lag mit dem Koksrest zu hoch (5,6 - 5,0). Die unverdünnten Abschlammöle waren technisch filtrierbar.

Die Zusammensetzung der KW-Vergasung unterscheidet sich von der aus Kohle durch niedrigeren Äthan- und höheren Butangehalt. Der Iso-Butangehalt scheint bei der Erdölverarbeitung recht unterschiedlich zu sein.



Die beste Teilung wurde mit dem -350° getoppten schweren Fischer Öl bei 600 atm (1a) erhalten, während das Nienhagener Öl unter praktisch gleichen Bedingungen (2a) etwas schwerer zu spalten waren. Dem Abschlamm nach, der weit besser war als notwendig, wäre man bei dem Nienhagener Öl mit weniger Kontakt ausgekommen.

Der Übergang zu 250 atm führte bei dem Nienhagener Öl (2e) trotz verdoppelter Kontaktzugabe unter teilweiser Verwendung der wasserstoffreicheren Gase zu einer Leistungsminderung um rd. 20 %, bei etwas geringerer Vergasung und stark verschlechtertem Asphaltgehalt. Letzterer stellte aber die Verschwelbarkeit des Abschlamms nicht in Frage.

Bei der Steinkohle wurde auch hier bei niedrigem Druck ein aber wasserstoffreicheres Öl gewonnen (B1 + M1) erhalten, was wohl vor allem auf die tiefere Reaktionstemperatur zurückzuführen ist. Das Schweröl und besonders das Abschlammöl wurden dagegen bei 250 atm in wiederum gleichen Fraktionen wenig weiter aufhydriert, vermutlich vor allem deshalb, weil bei diesen die Reaktionsgeschwindigkeit schon mit der durch den niedrigen Druck bedingten tieferen Temperatur stark verlangsamt. Die schwereren Öle waren zwar wasserstoffärmer als das Frischöl, der Gehalt an disponiblem H lag aber höher als der des Propanasphalts aus Elwerather oder albanischem Erdöl.

Die Verarbeitung auf einen Ölgewinn - 325° (2c) statt -350° war erwartungsgemäß mit einem Rückgang der Leistung und mit einem Ansteigen der Vergasung und einer technisch nicht ins Gewicht fallenden Verbesserung des Asphaltabbaues trotz Verdoppelung der Zugabe des aktivierten Kontaktes verbunden. Auf den Aufhydrierungsgrad niedrigsiedender Fraktionen hatte das verschiedene Abschneiden keine merkliche Wirkung.

Bei gleicher Temperatur, aber mit Molybdän-Grude-Kontakt, wurden mit Heidbrook-Öl (3c) in jeder Hinsicht bessere Resultate erhalten, was wohl vor allem der größeren Kontaktaktivität zuzuschreiben ist. Auch kann die in diesen Versuchen durchgeführte Verminderung der Ölmenge von 3 auf 2,5 ohm je kg Frischöl den Füllungsgrad des Ofens verbessert haben.

Der Klopfwert der Benzine -200° lag bei Verwendung von Eisenkontakten bei rd. 55 Roz., mit Molybd n bei 250 atm sank er auf 41,5.

Die Mittelöle waren der Ostersalz nach als Gasöle brauchbar. Die Stockpunkte lagen unter 0° (+7 bis -16°), die Cetenzahlen jeweils wie wenig unter denen der n-Mittelöle aus dem betreffenden Erdöl.

Den Heizölanforderungen entsprach keines der untersuchten Öle in Bezug auf den Stockpunkt und das spezifische Gewicht. Die im Labor entfesselten oder gemischten Abschlammöle lagen [illegible] Koksteer zu noch 5,6 - 4,0). Die unverdünnten Abschlammöle waren nicht technisch filtrierbar.

Die Zusammensetzung der KW-Vergasung unterscheidet sich von der aus Kohle durch niedrigeren Äthan- und höheren Butangehalt. Der iso-Butangehalt schwankt bei der Erdölverarbeitung recht unterschiedlich zu sein.