Bezüglich der Kontakte ergab sich abgesehen von der bekannten Überlegenheit des Molybdäns über Eisen, daß die Anwendung wasserdampfaktivierter Grude anstelle der nicht aktivierten zwar trotz geringerer Kontaktmenge den Asphaltabbau und etwas auch die Spaltung des Rheingrenzer Öls verbessert, daß diese Vorteile aber mit einer rd. 5 % höheren Vergasung erkauft werden mußten. In diesem Falle erschien demnach die Verwendung des teureren Kontaktes nicht lohnend.

Gegenüber dem Fahren mit Steinkohle sprang der Ofen schlechter an und war nur verhältnismäßig schwer auf Temperatur zu bringen. Der Vorheizer mußte sehr hoch - evtl 250 atm sogar praktisch auf Crackhöchsttemperatur - ausgefahren werden. Die bei Beendigung der Versuche festgestellte Verkrustung wird auf die zeitweilige Verschmutzung des Rückführöls infolge von Betriebsstörungen zurückgeführt. Der Temperaturmessung nach hat nur in dieser Zeit eine entscheidende Verschlechterung der Schlange stattgefunden.

Grundsätzliche Schwierigkeiten dürfte die ...rierende Verarbeitung der unter 1 genannten Erdöle daher wohl nicht bieten.

gez. Kupfer

gez. [illegible]hard

Die Versuche wurden ausgeführt

von Dr. Erdmann

gemeinsam mit

Dr. v. Hartmann

Dr. Ra...

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gl...

Unterstützt durch: ... Schiffmann

Dr. Meier

Dr. v. Pfüner

Ing. Lemme

## Versuchsergebnisse.

### Versuchsdurchführung.

Es war von Interesse, einige deutsche Erdöle auf ihr Verhalten bei der Hydrierung unter 600 und 250 at Druck bei der Fahrweise auf Benzin-Mittelöl zu prüfen. Verwendet wurden Topproduktenöle eines schweren Erdöls aus Wietze und asphaltfreie aus Erdöl von Nienhagen und Reitbrook. In allen Versuchen wurden 2,5 cbm Gas je kg Frischöl verwendet und zur Verdünnung der Anstreichmassegefäße 0,3 kg Abschlamm je kg Frischöl zugegeben.

### Versuchsergebnisse.

Zuerst wurde der Topdruckstand aus schwerem Wietzer Rohöl untersucht, der 0,1 % Anteile unter 350° und 2,4 % C-Asphalt enthielt. Der Paraffingehalt betrug 69,8 %, das spezifische Gewicht das Gesamtöls 0,945/50°, das Visk. H 12,69. Die Versuche wurden bei 600 at durchgeführt. Die Hauptergebnisse enthält die nachstehende Tabelle.

| Versuch Nr. | | 1a | 1b | 1c |
|---|---|---|---|---|
| Temperatur | °C | 482 | 483 | 483 |
| Frischöldurchsatz | | 2,3 | 1,1 | 1,0 |
| Fl. Phase : Schwerölrückführung | | 90:20 | 65:35 | 50:40 |
| Katalysator 5612 Cr 16 a. Frischöl % | | 1,5 | 1,5 | 0 |
| " " Cr 2 " " " | | 0 | 0 | 1,0 |
| Öl Ml-Leistung gesamt | | 0,79 | 0,84 | 0,83 |
| " " " netto | | 0,66 | 0,76 | 0,73 |
| Schwerölüberschuß a. Frischöl % | | 24,5 | 10,1 | 3,9 |
| Vergasung % Öl + Ml ges. + Verg. % | | 10,0 | 10,3 | 11,0 |
| " " " " netto " " | | 12,3 | 11,3 | 11,6 |
| Ausbeute Benzin | | % 97,4 | 92,0 ? | 95,7 |

Versuch 1a. Der Ofen lag bei diesem Versuch mit Schwerölrückführung (1:20 Gew.-Teile) 1,5 % Eisensulfat-Grude Cr 16 zur Nacht im Gleichstrom. Da der Schwerölüberschuß 24,5 % ausmachte, war

Versuch 1b. Der Durchsatz wurde etwas zurückgenommen, die Temperatur um 10° erhöht und die Schwerölrückführung auf 65:35 geändert. Durch diese Maßnahmen hatte sich der Ofen dem Rückführgleichgewicht entsprechend eingestellt. Die niedrige Kontaktbadtemperatur hat trotz der verstärkten Rückführung und der verschärften Durchsatzes eine bessere Raffinierung ergeben, während auch die Vergasung etwas zurückging wurde. Der Asphaltgehalt ist auffallend niedrig bestehen, obwohl eine verbesserte Schwerölrückführung erhalten wurde. Vergleiche mit Kohle war der Temperatur nach 1a Ofen unter die Reaktion v. Verlustvergasung

Das raffinierte Sumpfbenzin -200° enthielt nur 11,5 % Aromaten und wies dementsprechend einen niedrigen, mit 56,5 Mes. [illegible] doch etwas zu gut bestimmten Klopfwert auf. Das Sumpfmittelöl war schwerer und wasserstoffärmer als das a-Mittelöl des Erdöls, und auch die siedegleichen Fraktionen des Abscheider-Schweröls erschienen gegenüber denen des Frischöls etwas weniger aufhydriert. Das Mittelöl war mit der Cetanzahl 44,5 und dem Stockpunkt -16° als Dieselöl brauchbar. Das entfestete Abschlammöl hatte zwar in seiner Viskosität, nicht aber bezüglich des Koksrestes (4,1 %) und des spezifischen Gewichtes (0,956/20°) den Anforderungen an ein Marinedieselöl entsprochen.

Die Zusammensetzung der KW-Vergasung unterscheidet sich von der aus Kohle durch niedrigeren Äthan- und höheren Butangehalt. Auch wurde mehr iso-Butan gefunden.

Bilanz Ic. Bei gleichbleibender Temperatur und fast gleichem Durchsatz wurde die billigere, nicht aktivierte Charge 12 des Kontaktes in geringerer Menge (1,0 %) verwendet und die S'Öl-Rückführung noch etwas erhöht. Der aus der Abschlammfarbe zu erschließende gute Asphaltabbau schien diese Kontaktänderung zu rechtfertigen. Bei praktisch gleichbleibender Leistung erhöht sich die Vergasung um rd. 1 %. Der Asphaltabbau lag im Vergleich zu Bilanz Ia etwas niedriger.

Sämtliche bei diesem Versuch erhaltenen Öle waren etwas schwerer und H-ärmer als die aus Versuch Ib, was aber nicht zu einer Verbesserung des Klopfwertes von Benzin führte. Die Heizölunterschreitung des Abschlammöls bestätigte den Befund aus Versuch Ib.

Versuchsgruppe 2. F 1393 getrocknet.

Weiter wurde der Topfrückstand aus Niennagener Erdöl untersucht, der nach der Analyse nach vom dem Wietzer Rückstand durch niedrigere Dichte und durch einen etwas höheren Gehalt an disp. Wasserstoff und an leichteren Schwerölfraktionen unterschied, von dem also etwas noch etwas besseres Ergebnisse erwartet werden konnten. Die Hauptversuchsdaten sind in folgender Tabelle aufgeführt:

| Versuchsnummer | | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Druck | at | 600 | 250 | " | " | " |
| Temperatur | °C | 484 | 476 | " | " | " |
| Frischöl gepumpt bis | °C | 350 | 325 | 325 | 350 | 350 |
| Frischöldurchsatz | | 1,0 | 0,5 | 0,6 | 0,75 | 0,75 |
| Schwerölrückführung | | 60:40 | " | " | 70:30 | " |
| Kontakt 6512 Ch 15 | % | - | 1,0 | - | 1,5 | 0,5 |
| " " " " 12 | " | 1,0 | - | 1,5 | - | 1,5 |
| Ölgewinn bis | °C | 350 | 325 | 325 | 350 | 350 |
| Bi + Mi-Leistung gem. | | 0,76 | 0,49 | 0,47 | 0,61 | 0,60 |
| " " " neu | | 0,73 | 0,48 | 0,47 | 0,57 | 0,55 |
| Schwerölrückstand | % | 11,2 | 7,7 | 6,1 | 7,3 | 5,6 |
| Vergasung/gesamt | " | 10,7 | 16,1 | 13,1 | 11,1 | 9,6 |
| " /neu | " | 11,2 | 16,3 | 13,3 | 11,9 | 10,4 |
| Asphaltabbau | " | 87,5 | 87,1 | 85,4 | 85,5 | 79,9 |

1050

600 atm

Bilanz 2a. Verglichen mit der Bilanz 1c des Wietzer Öles, bei der praktisch die gleichen Bedingungen herrschten, zeigt sich an der niedrigeren Leistung, daß das Nienhagener Öl schwerer spaltet. Die Vergasung war ein wenig geringer, der Asphaltabbau etwas besser.

250 atm

Da seinerzeit die meisten für die Verarbeitung von Erdöl in Frage kommenden Hydrieranlagen niedrigen Druck verwandten, wurden weitere Versuche bei 250 atm unternommen.

Bilanz 2b. Bei dem niedrigen Druck mußte die Ofentemperatur gesenkt werden. Es war indessen möglich, mit 476° eine Temperatur durchzuhalten, die im rührerlosen Ofen zu starkem Absitzen von Pechkoksen führt infolge der Viskositätsabnahme des Ofeninhalts geführt hatte. Um auch bei 250 atm einen ausreichenden Asphaltabbau zu erhalten, d.h. um schärfere Hydrierbedingungen anzuwenden, wurde auf einen Ölgewinn ~325° (bisher 350°) gearbeitet und dementsprechend ein Kopfstand über 325° verwendet. Aus dem gleichen Grund wurde an dem aktivierten Kontakt Oh 16 übergegangen. Unter diesen Bedingungen mußte gegenüber Versuch 2a bei 600 atm der Durchsatz um 40 % gesenkt werden. Entsprechend verringerte sich die Leistung. Der Einfluß des Druckes zeigte sich in der Erhöhung der Vergasung und in der Verschlechterung des Asphaltabbaues. Im Verlaufe des Versuches zeigte es sich, daß eine Ölmenge von rd. 2,5 cbm/kg Fischöl nötig war, um eine ausreichende Destillation im Abscheider zu erzielen.

Bilanz 2c. Da der Ofen unten nicht mehr auf Temperatur zu bringen war, wurde der Vorheizer ($S_4$) auf 476° vorgefahren. Ferner wurde nun der billigere Kontakt Oh 12 in großer Menge (1,5 %) verwendet. Hierdurch ergab sich bei fast unveränderter Leistung eine deutlich niedrigere Vergasung. Die Schwerölausbeute blieb sehr gut, sodaß sich der etwas geringere Asphaltabbau praktisch kaum auswirkte. Die Anwendung des nicht aktivierten Grudekontaktes führt also zu einer gewissen Leistungsminderung, die bei gleicher Vorheizertemperatur deutlicher in Erscheinung getreten wäre, dürfte aber der Vergasung wegen trotzdem eher vorteilhaft sein.

Vergleicht man die in diesem Versuch erhaltenen Öle mit denen, die mit dem verhältnismäßig ähnlichen Wietzer Öl und gleichem Kontakt bei 600 atm anfielen, so zeigt sich folgendes:

Benzin und Mittelöl sind bei 250 atm sowohl dem spezifischen Gewicht wie dem Anilinpunkt nach weiter aufhydriert. Dies macht sich auch in dem niedrigeren Klopfwert des Benzins bemerkbar. Im Mittelöl sind auch weniger ungesättigte KW enthalten. Das bei 250 atm gewonnene Abstreiferschweröl enthält zwar mehr tiefersiedende Bestandteile, die siedegleichen Fraktionen sind aber hier bis beim Abschlammöl schwerer. Letzteres enthält auch mehr Vakuumrückstand.

Bei 250 atm und tieferer Temperatur geht also die Aufhydrierung der niedrigsiedenden Öle eher weiter als bei 600 atm. +)

+) Die paraffinischere Struktur des Nienhagener Öles ließ auch von vornherein ein wenig wasserstoffreicheres Öle erwarten.

- 7 -

Man wird annehmen können, daß bei diesen Ölen, die im Ofen in dampfförmigem Zustand vorhanden sind, sich ein Endzustand verhältnismäßig rasch einstellt, und daß dieser bei der tieferen Temperatur trotz des niedrigeren Druckes mehr nach der Hydrierseite hin verschoben ist. Die schweren Öle reagieren dagegen so langsam, daß die schweren Endprodukte dem Ausgangsprodukt um so ähnlicher sind, je tiefer die Reaktionstemperatur gewählt wird. Diese Anschauung läßt also die Temperatur als das wichtigste Moment hervortreten und sieht in der Erhöhung des Druckes im erster Linie das Mittel, höhere Reaktionstemperaturen und damit raschere Umsetzung erreichen zu können.

Wenn auch allgemein die Druckverminderung die Dehydrierung begünstigt, so besteht doch kein Grund dafür, anzunehmen, daß in diesen Versuchen Dehydrierreaktionen in nennenswertem Umfang stattgefunden haben, und daß dadurch die Unterschiede in den Schwerölen bei 250-600 atm zu erklären sind. Abstreiferschweröl und Abschlammöl entstehen wohl vorwiegend aus den wasserstoffärmeren und dadurch schwerer spaltbaren Bestandteilen des Rohstoffes. Diese, die sich z.B. in den Propanasphalten konzentrieren lassen, weisen einen niedrigeren Gehalt an disp. Wasserstoff als die Abstreifer- und Abschlammschweröle auf (10,8 bei Propanasphalt aus Elwerather Rohöl gegen 11,4 - niedrigster Wert - bei Abschlammöl).

Der wesentliche Vorteil der 600 atm für die hydrierende Spaltung der schweren Öle, nämlich neben der höheren Temperatur und dem höheren $H_2$-Teildruck die größere Verweilzeit, läßt sich in seiner Auswirkung kaum abschätzen, da Kenntnisse über den Füllungsgrad des 10-Ltr-Ofens nicht vorhanden sind. Im vorliegenden Falle verhielten sich die bei 250 und 600 atm pro Zeiteinheit durchgesetzten Volumina Gas + Brei etwa wie 4:3.

Entsprechende Unterschiede der Öleigenschaften wie hier wurden auch bei der Hydrierung von Steinkohlen bei 250 und 600 atm gefunden.

Gegenüber den Straight-run-Produkten aus demselben Erdöl waren die hier erhaltenen Öle etwas schwerer und wasserstoffärmer, was auch in einer besseren Oktanzahl und höheren Aromatengehalt des Benzins, sowie in einer niedrigeren Cetenzahl des Dieselöls zum Ausdruck kam. Am größten waren die Unterschiede bei siedegleichen Fraktionen des Schweröls.

Bilanz 2d. Es sollte nun festgestellt werden, ob sich bei 250 atm wie bei 600 atm auch auf einen Ölgewinn -350° arbeiten läßt. Dementsprechend wurde das Ladöl -350° getoppt. Da die Abschlammfarbe mit dem Grune-Eisen-Kontakt Ch 12 auch bei Steigerung der Zugabe auf 2,0 % sehr schlecht geworden war, wurde zu dem aktivierten Kontakt (1,5 %) gegriffen. Da auf nicht so hohe Spaltung gefahren wurde, stellte sich bei gleichbleibender Temperatur eine erheblich höhere Leistung und eine niedrigere Vergasung ein. Dabei wurde der Asphalt nur etwa zur Hälfte abgebaut, sodaß die Schwelaus beute großtechnisch kaum noch genügt hätte.

Bilanz 2e. Man wurde versucht, die Kontaktzugabe dadurch zu verbilligen, daß nur noch 0,5 % Ch 36 und dazu 1,5 % Ch 12 verwendet wurden. Auch hier zeigte sich wieder die ein wenig geringere Aktivität der Charge 12 in der Leistung und der Vorteil ihrer

Anwendung im Sinken der Vergasung. Der gegenüber Bilanz 2d bessere Asphaltabbau, der mit dem Anstieg der Schwefelausbeute korrespondierte, läßt vermuten, daß die ungünstige Abschlammzusammensetzung der Bilanz 2d als Zufallsergebnis - möglicherweise wurde dort die Temperatur etwas zu hoch gemessen - anzusehen ist.

Die anfallenden Öle [illegible] denen aus dem Versuch 2c (bei 325° abgeschnitten) sehr ähnlich. Das verschiedene Abschneiden hat demnach auf die Eigenschaften gleichartiger Produkte nur geringen Einfluß. Abstreiferrecyclingöl und Abschlammöl zeigten eine höhere Viskosität und einen höheren Stockpunkt. Die Gase enthielten weniger ungesättigte.

Versuchsgruppe 3 P 1338 getestet.

Es wurde Topprückstand über 325° aus Ref-Brook-Rohöl bei 250 at geprüft. Den Analysen nach lag dieses in seinen Eigenschaften in der Mitte zwischen Nienhagener und schwerem Wietzer Topprückstand. Als Kontakt fand Molybdän auf-Grude in Mengen von 2,0 % Anwendung, da vermutet wurde, daß das Ref-Brooköl sich schwerer verarbeiten lassen würde. Die Ofentemperatur lag in allen Versuchen bei 4[illegible]°. Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

| Bilanz Nr. | | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|
| Frischöldurchsatz | | 0,77 | 0,63 | 0,68 |
| Gasmenge cbm/kg Frischöl | | 3,2 | 2,3 | 2,7 |
| Bi + Mi = Gesamtleistung | | 0,52 | 0,55 | 0,56 |
| " " = Neuleistung | | 0,50 | 0,53 | 0,56 |
| Schwerölüberschuß a.Reinfrischöl | % | 4,1 | - 5,0 | 0,9 |
| Vergasung a.prakt.Ölgew. + Verg. | % | 12,9 | 12,0 | 12,6 |
| " a.Neubildung + " | % | 13,4 | 12,5 | 12,5 |
| Asphaltabbau | % | 97,6 | 99,1 | 98,2 |

Bilanz 3a.

Da das erste Rückführschweröl aus den vorangegangenen Versuchen mit Böhlener Teer stammte, wurde zunächst eine zu ungünstige Leistung erhalten.

Bilanz 3b.

Um eine höhere Bi- + Mi-Konzentration im Abstreifer zu erhalten, wurde die Gasmenge reduziert. Der Durchsatz mußte vermindert werden, da sich nun die eigene Rückführung auswirkte. Gegenüber Bilanz 2b mit Nienhagener Öl ergaben sich sowohl bezüglich der Leistung wie der Vergasung und des Asphaltabbaues günstigere Werte. Dies ist vor allem, wenn man von den verschiedenen Strukturbildern absieht, auf den besseren Kontakt zurückzuführen. Möglicherweise hat sich aber auch die Verringerung der Gasmenge vorteilhaft auf den Füllungsgrad des Ofens ausgewirkt.

1953

Bilanz 30.

Da das zurückgeführte Schweröl beträchtliche Feststoffmengen enthielt, die wahrscheinlich durch Betr. fehler in der Destillation eingebracht waren, und die der Temperaturdifferenz S./M. nach eine rasche Verkrustung der Schlange verursachten, wurde es nun filtriert. Der Durchsatz konnte etwas erhöht werden, vermutlich deshalb, weil sich die Verminderung der Gasmenge noch nachträglich auswirkte und weil die Schwerölrückführung noch etwas zurückgenommen werden konnte.

Abgesehen von der dadurch erhöhten Leistung wurden praktisch unveränderte Ergebnisse erhalten.

Die Unterschiede der Benzineigenschaften gegenüber Bilanz 29 als Mannheimer Öl waren nicht erheblich. Das Benzin war den Anilinpunkten nach etwas weiter aufhydriert und dementsprechend im Klopfwert (A1,5) schlechter. Das Mittelöl war dagegen etwas schwerer und wasserstoffärmer.

Einer überschlägigen Schätzung auf Grund der Paraffinbestimmungen nach, die keinen Anspruch auf besondere Genauigkeit erheben können, wurden in einem einmaligen Verarbeitungsgang einschließlich Schwelung des Abschlammes rd. 20 % des gesamten eingesetzten Paraffins (einschließlich dem der Rückführung) abgebaut.

/

Besondere Beobachtungen:

Die Abwässer ließen sich nicht gut filtrieren, doch zeigte es sich, daß durch geringe Steigerung der Mittelölmenge die Filtrierbarkeit stark verbessert werden kann.

Die Gruda-Kontakte, d.h. die besonders nachgereinigten Teilchen daraus neigten etwas zum Abbinden, sodaß sich die Ofenabsaugleitung verstopfte, während der Ofen angenehm sauber blieb. Durch Erwärmung der Spülmenge hätte sich diese Störung vermutlich vermeiden lassen.

---

1054

## Versuchsanordnung

Normal.. 10-Ltr-Ofensystem

Schlange 10 x 23 x 1200, N 8 , gelitzert ca 930 ccm

Anfahrtag 20.6.1939

Ofen gelitzert mit 7,8 Ltr

Abscheider im Dienst ständig mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 20.6.-8.9.39 und 6.9.-22.9.39

## Versuchsverlauf

I. F 422 Diesel (Kleinlos 31) ast. -350° bei 600 atm

20.6.39 Angefahren unter 600 atm, 5000 Ltr. Nullgas über Dach

Ab 10 mV als Einlauf: F 103 schwer, getoppt bis 350°

+ 5 % Kontakt 6812 Gh 16 kolloidal in Frischöl.

Zunächst mit viel Kontakt, um rasch eine genügende Anreicherung im Ofen zu erhalten.

Frischöldurchsatz 5 kg/Std., Gasmenge 2,5 X.

Spülungen wechselnd mit Frischöl und a-Mittelöl.

21.6. Ab 21 mV mit dem endgültigen Einfüllgemisch:

Frischöl + 1,5 % 6812 Gh 16

+ Abscheiderrückführung 1:0,3

Zunächst mit viel Kontakt, da das Verhalten des schweren Einlaufs zuerst beobachtet war.

Die Temperatur war in 24 Stunden, und 5-15 % Normalschwankungen, [illegible] gegen folgende Mittagstemperaturen einzuhalten. Schlange 240 mV-°, Ofen 25,0 mV, Abscheider 2 mV kühler als Ofen.

Aufbereitung Vorlage + gesammt, Schwerölkammer mit dem Abscheider destilliert auf Di - 200°, [illegible] 200-350°, und Schweröl.

Durchsatz stufenweise erhöht auf 7,5 kg.

Bei nicht voll ausgefahrener Temperatur viel Gas, bei gut ausgefahrener Abscheidung an.

Der Abscheiderrührer blieb stecken, da [illegible] die Antriebswelle im Grundgetriebe festgefressen war. Reparatur. Temperatur zurück auf 14-15 mV, Druck [illegible] auf 230 atm, Durchsatz senken auf 5 kg/Std..

1) Kühlwassertemperatur 40°

22.6. Lager der Antriebswelle ausgewechselt. Hoch gefahren wie zuvor.

Durchsatz schwankend von auf 9,0 kg/Std.

Der Abschlammanfall war bei ausgefahrener Temperatur zu niedrig.

23.6. Prischöldurchsatz stufenweise weiter vor auf 11,0 kg/Std.

Der Abschlammanfall war zu niedrig und die Temperaturlänge des Ofens zuviel. Die Abschlammfarbe war gut (Karte 120).

Das Produkt zeigte eine gewisse Trübung nach Fluorescenz.

Temperaturen vor auf Sohllänge max. 24,5 mV, Ofen max. 23,2 mV

Um den Durchsatz weiter steigern zu können.

Darauf hin Durchsatz vor auf 12,0 kg/Std.

24.6. Abstellungen ungenügend auf eigenen e-Mitte. und Abstreifer- schwenkl.

25.6. Mit Schwerölrückführung 30:10

Prischöldurchsatz konstant auf 11,0 kg/Std.

Die Einhaltung der Abschlammprozente, Auswirkung der Schwerölrückführung.

26.6. Temperatur vor auf Ofen max. 25,4 mV, Kantelelemente der Vorheizung max. 28 mV.

Um auch bei höherer Schweröl-Rückführung den Durchsatz steigern zu können

Schweröl-Rückführung vor auf 60:120

Der Schwerölanfall war zu hoch.

Darauf hin Prischöldurchsatz gedrosselt auf 10 kg/Std.

Die Temperaturverteilung sowie zum Ausgleich der geringeren Spaltung den Abschlammprozentsatz leicht geändert.

Der Ofen hat einen durch die Schwerölrückführung bedingt.

27.6. Bilanz In

28.6. Schweröl-Rückführung vor auf 70:10

Es setzt [illegible] an.

Deshalb Durchsatz erhöht auf 13 kg/Std.

Schweröl-Rückführung wieder vor auf 12:50

Um den Gleichgewichtszustand [illegible]

Durch [illegible] Abschlammprozente, sowie [illegible] Schwerölrückführung [illegible] Abschlammanfall [illegible] Durchsatz [illegible] Schwerölrückführung [illegible]

Es wurden [illegible] in der Fürkammerdrucke [illegible] da der Kondukt der [illegible] nicht zu groß [illegible] der Abschlamm [illegible]. In der Nachtschicht war [illegible] Abschlamm [illegible] wurden.

29.6. Frischöldurchsatz stufenweise zurück auf 9,0 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente

Der Ofen ist im unteren Teil mit 24.6 mV recht kalt, d.h. er springt schlecht an, obwohl die Vorheizung ($E_4$) voll ausgefahren ist. Bei starker Erhöhung der Temperatur des Ofens unten neigt er oben zum Durchbrechen.

30.6. Schlangentemperatur vor auf 25,0 mV durch Ausfahren der Mantelelemente auf 28 mV.

Auf diese Weise gelang es, den bisher im unteren Teil schlecht arbeitenden Ofen auf 25 mV ($E_2$) zu bringen und somit die Temperaturstaffelung auf 0,4 mV zu beschränken. Dadurch lagen nun die Abschlammprozente innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen. Immerhin war die Reaktion im Ofen unten auch jetzt noch viel schwächer als bei Kohle.

Schwerölrückführung vor auf 65:35

Es fiel ein Schwerölüberschuß an.

Gleichzeitiger Ausfall bei der KBP. Da mit der hP zu wenig Öl eingedrückt wurde, ging der Ofen kurzzeitig hoch auf 26 mV. Vermutlich wurde er hierbei nicht geschädigt. In den Ventilen der KBP wurde "Sand" gefunden, obwohl die Kontaktmahlung einwandfrei war. Die Ventile waren etwas ausgeschlagen. Es wurden daraufhin engere Siebe zur Einfüllung des Breies in die Ausgangsgefäße verwendet.

1.7.a
- 2.7.b Bilanz 1b

Anschließend Frischöldurchsatz zurück auf 8 5 kg/Std.

Es fiel zuviel Abschlamm an.

3.7. Standstörung am Abscheider, durch Entschäumen auf Gas und Spülen behoben.

Vermutlich lag wieder eine Verstopfung der Förderschnecke wie am 28.6. vor.

Ofentemperatur vor auf max. 25,6 mV.

Um weniger Abschlamm zu erhalten. Infolge der hohen Schwerölrückführung lag der Ofen auch bei dieser Temperatur ruhig.

Frischöldurchsatz vor auf 9,0 kg/Std.

Auswirkung der Temperaturerhöhung.

4.7. Mit 1,0 % 3612 Ch 12 anstelle der 1,5 % 6612 Ch 16.

Der Asphaltabbau war der Abschlammfarbe nach so weitgehend, daß es möglich erschien, den billigeren Kontakt in geringerer Menge zu verwenden.

Abschlammprozente zurück auf 4 - 12 %.

Da weniger Festes aus dem Ofen zu entfernen war.

5.7. Gasvorwärmer vor auf 15 mV.

Der Vorheizer sollte entlastet und die Differenz $S_4/M_1$ vermindert und dadurch der Ofen unten besser auf Temperatur gebracht werden.

Frischöldurchsatz zurück auf 8,7 kg/Std.

Es war zuviel Abschlamm angefallen, vermutlich infolge der Änderung und Verminderung der Kontaktzugabe.

6.7. Schwerölrückführung vor auf 60:40

zur Erreichung des Rückführgleichgewichtes. Auch hierin ist die Verschlechterung der Kontaktwirkung zu erkennen.

Frischöldurchsatz zurück auf 8,1 kg/Std.

Infolge der Erhöhung der Schwerölrückführung war zuviel Abschlamm erhalten worden.

7.7. Frischöldurchsatz zurück auf 7,8 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Temperatur Gaseingang vor auf 18 mV, entsprechend Gasvorwärmer vor auf max. 25 mV.

Zur weiteren Entlastung der Dreischlange (s. 5.7.)

8.7. Gaseingang weiter vor auf 21 mV, Gasvorwärmer vor auf max. 25 mV.

Die Vorerhitzung des Gases hatte sich bewährt.

9.7. Bilanz 1c

10.7. Abschlammprozente zurück auf 4 - 10.

Der Festgehalt des Abschlamms ließ dies zu.

Der Versuch wurde durch Umstellen auf ein neues Öl beendet.

---

II. P 1393 (Mannheimer Erdöl).

Es wird umgestellt auf Mannheimer Öl P 1393, getopft bis 350° vom 5.7.1939, weil dieses Öl von weitaus größerem Interesse ist als P 225.

Bedingungen unverändert. Die Abschlammprozente steigen stark an auf 24 %.

11.7. Durchsatz zurück auf 7,5 kg Frischöl.

Die Abschlammprozente sollten dadurch besser eingehalten werden.

Die Differenz $S_4/M_1$ hat sich gegen vorher etwas gebessert, was auf die geringere Viskosität des neuen Öles zurückgeführt wird. Auch lag der Durchsatz etwas niedriger.

13.7. Durchsatz weiter zurück auf 7,2 kg Frischöl.

Die Abschlammprozente lagen noch immer zu hoch.

14.7. Bilanz 2a

15.7. Der Ofen kotete aus unbekannten Gründen über. Durch Entschlammen des Abscheiders auf Gas und verstärktes Spülen konnte die Störung beseitigt werden. Möglicherweise hatte wieder Kontaktabsitzen stattgefunden.

Der Deckel des Klopfschlagventils am Gaseingang hielt, weil wegen $H_2$-Angriffe, der hohen Temperatur (s. 8.7.) nicht stand und wurde undicht, sodaß Gas herausbrannte. Der Ofen wurde kalt gefahren.

16.7. Das Entschlammen des Ofens ging nicht, weil das Ventil 1 verstopft war. Es wurde, nach Entspannen des Ofens Ventil 1 und die Abschlammleitung abgeschraubt. Dabei zeigte sich eine Verstopfung des Abschlammstutzens. Sie wurde ausgebohrt.

Auch diese Störung deutet auf Kontaktabsitzen hin. Da auch für möglich gehalten wurde, daß das in den Ofen unten eingepumpte Frischöl leicht verkokt, wurde H P 1 von nun ab auf Abtreiber-Schweröl umgestellt.

Nach Reparatur des Abschlammstutzens wurde der Ofen wieder unter Druck vollgestellt und entschlammt, was gut ging. Die Ofenabschlamm-Mengen waren mit 6560 g (einige kg gingen verloren) und 7720 g etwas knapp. Trotzdem wurde der Ofen als sauber angenommen.

Ofen unter 250 atm gestellt.

Die meisten Großanlagen, die seinerzeit zur Hydrierung von Erdöl in Frage kamen, arbeiten mit einem $H_2$-Druck von 250 atm.

Ab 11 mV mit Einspritzung: 5 kg Frischöl + ..,0 % 6612 Ch 12, 5000 Ltr Gas. Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 24,5 mV, Ofen max. 24,6 mV; Gasmenge 1,2 cbm/kg.

Temperatur und Durchsatz wurden entsprechend dem niedrigen Druck verändert. Die Gasmenge wurde zurückgenommen, da es sich im bisherigen Verlauf des Versuchs gezeigt hatte, daß die Gasvorwärmung auf 21 mV am Gaseingang gesenkt werden mußte (entsprechend 25 mV der Schlange) erhöht werden mußte. Für diese hohe Temperatur waren die Gasvorwärmer der 10 Ltr-Öfen nicht gebaut. Es wurde beschlossen, in Zukunft alle Heizkreise so zu bemessen, als ob mit ihnen bis zur Reaktionstemperatur aufgeheizt würde.

17.7. Kontakt: 1 % 6612 Ch 16 (Eisensulfat ... mit Wasserdampf aktivierter Grude).

Um bei 250 atm noch einen genügenden Asphaltabbau zu erzielen, wurde der bessere Kontakt gewählt.

F 1393 get. bis 325° (v. 5.7.39).

Da nicht sicher war, ob mit F 1393 get. bis 350° bei 250 atm ein genügender Asphaltabbau erzielt werden kann, wurde wie in früheren Versuchen das Brenn jetzt bis 325° getoppt. Außerdem wurde das Produkt nun bis 325° abgeschnitten, weil ein höherer Fraktionen enthaltendes Mittelöl in der Gasphase Schwierigkeiten verursachen kann.

Durchsatz zurück auf 4,7 kg.

Die Abschlamm-Prozente waren zu hoch.

18.7. Durchsatz weiter zurück stufenweise auf 3 kg.

Grund wie oben.

Der Härtedurchgang war etwas schlechter als bei 600 atm.

19.7. Gas vor stufenweise auf 2,5 cbm/kg.

Das ist die Menge, die bei 600 atm gefahren wird. Entgegen den früheren Erfahrungen destillierte das spezifischen Gewicht des Produktes nach bei 250 atm und 1,0 cbm Gas weniger über als bei 600 atm und 2,5 cbm Gas. Deshalb wurde die Gasmenge erhöht. Eine weitere Durchsatzverminderung hätte die Leistung auf einen nicht mehr interessierenden Wert sinken lassen.

20.7. Ofentemperatur vor auf max. 25,0 mV, Vorheizer auf 24,7 mV. Durchsatz stufenweise vor auf 4,5

Die hohen Abschlammprozente machten eine Temperatursteigerung nötig. Diese ließ eine Erhöhung des Durchsatzes zu.

Mit 25,0 mV wurd. erstmalig die Temperatur überschritten, die früher in den Öfen ohne Rührer als maximal zulässig erkannt worden war, da oberhalb von 24,8 mV die Viskosität so stark abnimmt, daß Absitzen von Pechen im Ofen eintrat. Der Rührerofen verhindert dagegen ein Absitzen und ermöglicht die Anwendung von durch Anhalt verlebten Pechen, weshalb die Anwendung einer höheren Temperatur erlaubt erscheint. Auch war die Abschlammfarbe bei 24,8 mV noch sehr gut, so daß auch von dieser Seite einer Temperatursteigerung keine Bedenken entgegengestellt werden können.

21.7. Durchsatz vor auf 4,7 kg.

Die Abschlammprozente lagen noch zu niedrig.

23.7. also Bilanz 2b

24.7. Schlangentemperatur vor auf 25,0 mV

Der Ofen unten war trotz Einhaltung [illegible] Manteltemperatur von 0,5 mV schwer auf Te[illegible]r zu bringen.

Umgestellt auf den billigeren Eisensulfat-[illegible]a-Kontakt 6612, Ch 12. Die Kontaktmenge wurde auf 1,5 % erhöht. Der Durchsatz wurde auf 4,5 zurückgenommen.

Die geringere Aktivität des neuen Kontaktes ließ dies notwendig erscheinen.

27.7. Bilanz 2c

28.7. Einspritzprodukt jetzt bis 350° getoppt (P 1393 gut. -350° vom 5.7.)

Es sollte versucht werden, ob sich auch bei 250 atm ebenso wie bei 600 atm das bis 350° getoppte Öl fahren läßt.

29.7. Die Rückführung wurde auf 70:30 geändert.

Durch das Einsetzen des bis 350° getoppten Öles fiel weniger Abstreiferschweröl an.

Durchsatz vor auf 5,5 kg (stufenweise).

Durch das neue Rückführungsverhältnis gingen die Abschlammprozente zurück.

30.7. Durchsatz weiter vor auf 6,0 (stufenweise).

Grund wie oben.

31.7. Die Motorpumpe 1 (Ofen unten) hatte Überdruck und mußte abgestellt werden. Die Ofenabschlammleitung war verstopft. Es wurde trotzdem weiter gefahren.

Die Verwendung von Abstreiferschweröl (s. 16.7.) hatte also nichts genützt. Ursache der Störung war demnach zu hoher Kontaktabsitzen.

Die Kontaktmenge wurde auf 2,0 % erhöht.

Die Abschlammfarbe war schlecht geworden.

Die Abschlammprozente wurden auf 6 - 12 % erhöht gegen 4 - 10 %.

Es sollte eine zu große Feststoffkonzentration, die durch die Erhöhung der Kontaktmenge eintritt, vermieden werden.

Rückführung jetzt mit Schweröl > 350°.

Entsprechend dem bis 350° getoppten Frischöl.

1.8. Umstellung auf Kontakt 6612 Ch 16 (1,5 %).

Die Abschlammfarbe war mit dem weniger wirksamen Kontakt der Ch 12 sehr schlecht trotz der Erhöhung auf 2 %. Der Asphaltabbau enthält dabei keine Reserve mehr für die Großapparatur.

Die Abschlammprozente werden auf 5 - 11 % zurückgenommen.

Die durch die geringere Kontaktmenge verursachte geringere Feststoffkonzentration im Abschlamm erlaubt diese Maßnahme.

3.8. Bilanz 2d

4.8. Umgestellt auf 0,5 % 6612 + 1,5 % 6612 Oh 12.

Abschlammprozente vor auf 6 - 12 %.

Beim Fahren mit 1,5 % des guten Kontaktes Oh 16 war die Abschlammfarbe sehr gut. Es soll deshalb versucht werden, durch die Kombination die Kontaktzugabe zu verbilligen und trotzdem gute Wirkung zu erzielen.

Durchsatz zurück auf 5,7 kg.

Es fiel etwas zu viel Abschlamm an.

Durchsatz wieder vor auf 6,0 kg.

Die Abschlammprozente waren wieder zu niedrig geworden.

7.8. Durchsatz zurück auf 5,8 kg.

Die Abschlammprozente konnten bei ausgefahrener Temperatur nicht gehalten werden. Anscheinend ist die Kontaktkombination doch etwas schlechter als die Oh 16.

Bilanz 2e

8.8. Umstellung auf neuen Versuch mit F 1238 + P 1393

III. P 1338 (Reitbrook) get. - 325°

6.9. P 1358 get. - 325° :

+ Kontakt 1,5 % 5475 Oh 12 30 % im Abstreiferschweröl

Frischöldurchsatz: 6,2

Rückführung: Frischöl : Abschlamm = 1 : 0,3

" : Abstreiferschweröl = 57 : 43

Ofentemperatur 25,0 mV, Schlange 24,6 mV

Druck zeitweise zurück auf 230 atm wegen Arbeiten an der 250er Leitung. Die Temperatur wurde deshalb auf 24,5 mV zurückgenommen, nach Anschluß an die 250er Leitung jedoch wieder auf 25 mV hochgefahren.

Kontakt erhöht auf 2 %.

Die Abschlammfarbe war schlecht.

7.9. Zeitweise Umstellung wie am Vortage.

8.9. Zeitweise Umteilung wie am Vortage.

Blockierung erhöht auf 56 : 44

Der Schwerölverbrauch war zu hoch.

9.9. Durchsatz zurück auf 5,0 kg.

Die Abschlammprozente lagen an der oberen Grenze.

Die Temperaturdifferenzen $S_4/M_4$ und $S_4/B_4$ oben lassen durch ihr Ansteigen eine zunehmende Verkrustung der Schlange erkennen. So schnelles Ansteigen der Temperaturdifferenzen wurde bisher zum ersten Mal beobachtet. Es ist möglich, daß die höhere Kontaktkonzentration daran schuld ist, wahrscheinlich liegt es aber an der Art des Öls.

10.9. Bilanz 3a

11.9. Blockierung vor auf 54 : 46

Das Ziel zuviel Schwerölmenge.

Durchsatz zurück auf 5,8 kg.

Wegen zu hoher Abschlammprozente.

Daß der Grad des Abschlammprozente und größerer Schwerölmengen im Abstreifer langsam schmelzender wird, ist daraus zu erklären, daß sich infolge des großen Abstreiferschwerölvorrates vom vorhergehenden Versuchen ergibt, jetzt die Anfärbung der Umteilung auf $\vartheta$ 1338 gat. - 325° zeigt. Insofern liegen auch die Werte der Bilanz 3a zu günstig.

12.9. Gas zurück auf 2,2 cbm/kg Öl.

Es soll damit eine höhere Bi- + Mi-Konzentration im Abstreifer erreicht werden. Bei einer Konzentration unter 50 % wird die Niederdruckkolillation zu teuer.

Durchsatz erhöhen auf 5,4 kg.

Die Abschlammprozente waren zu hoch.

Die Temperaturdifferenzen zeigen gestern, daß trotz der geringeren Belastung (weniger Gas) die Verschlechterung der Schlange durch die Krustenbildung hat

14.9. Durchsatz erhöhen [illegible] auf 5,0 kg.

Die Abschlammprozente waren noch zu hoch.

15.9. Die Temperaturdifferenzen wurden in etwa gut.

Bilanz 3

16.9. Es wurde die Destillation des Abstreiferschwerölgehaltes begonnen.

Bei Destillation des Abstreiferschwerölgehaltes [illegible] Fraktionen entnommen. Die erste [illegible] Fraktionierkolonne eingebracht worden war.

Dadurch ist [illegible] Verdunstung der Temperaturdifferenzen [illegible]

19.9. Rückführung zurück auf 58:42

Es fiel eine geringere Menge Schweröl an, vermutlich, weil sich die verminderte Gasmenge langsam auswirkte.

Durchsatz nur auf 5,2 kg.

Da die Einspritzung weniger von dem schwer spaltenden Abstreiferschweröl enthielt, fiel weniger Abschlamm an.

20.9. Filme 2a

Eine weitere Verschlechterung der Temperaturdifferenz war, nachdem das Abstreiferschweröl filtriert wurde, nicht mehr eingetreten. Die Verkrustung der Schlange beruhte also nicht auf der Eigenart des Frischöles, sondern auf dem Festgehalt der Rückführung.

21.9. Zur Beendigung des Versuchs wurde der Ofen kalt gefahren.

22.9. Da die Ölabschlammabgöffnung verstopft war, mußte der Abschlamm unten am Ofen freigebohrt werden.

Darüber wurde 18 Std. mit Öl ohne Kontakt gefahren und dann völlig entspannt.

Das anschließende Entschlammen ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber.

Die Schlange wurde ausgeglüht und zu 550 ccm gegen 910 ccm Inhalt gelitert. Die Kohle dampfte in 95 Tagen [illegible] ab. Der größte Teil der Verkrustungen ist wohl während der letzten Zeit durch das festehaltige Rückführöl entstanden.

1064

## Tabellen-Verzeichnis


| | | |
|---|---|---|
| Tabelle | 1 a - c | Bilanzen |
| | 2 | Untersuchungen der Frischöle |
| | 3 | Benzinuntersuchungen |
| | 4 | Untersuchungen der Benzinfraktionen |
| | 5 | " " Abschlammöle |
| | 6 | " " Mischungen: Produkt 200° + Schmelzöl |
| | 7 | Gasölanalysierungen |
| | 8 | Heizölunterschungen |
| | 9 | Kennzahlanalysen |
| | 10 | Verteilung des als KW vergasten C |
| | 11 | Jod-Zahlengehalte |
| | 12 | Abschlammölerhitzung |
| | 13 | Im Abwasser gelöste Stoffe |
| | 14 | Org. gebundener Schwefel im Abgasen |
| | 15 | Abschlammfiltrationszeiten |
| | 16 | Farbreaktionsmessungen |

Tabelle ...

## Bilanzen

Von Fahren deutscher Ernte auf Benzin + Mittelöl (Ofen 4/5)

| Bilanz Nr. | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Tag 1939 | 27.6. | 1.7.+2.7. | 9.7. | 14.7. | 23.7. | 7.8. | 3. | 7.8. | 10.9. | 15.9. | 20.9. |
| Schicht | abc | cab | abc | abc | a.. | c | .. | abc | abc | abc | abc |
| Frischöl | F 225[1] get.- 350° | v.13.6.39 - - | - - | F 13,5[2] v.5.7.39 get.- 350° | - get.- 325° | - - | - get.- 350° | - - | F 1338[3] v.13.7.39 get.- 325° | - - | - - |
| Katalysator Ammoniumdichromat % in Ammoniumchlorid Ofen 12 einzig Ofen 12 einzig | 1,8 | 1,4 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,5 | 1,5 (25%ig) | 0,5 (25%ig) 1,5 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Rückführung Frischöl:Abstr.-Öl " :Abscheidung | 40:60 - | 45:55 - | 40:60 - | - - | - - | - - | 70:30 - | - - | 56:44 - | 54:46[6] - | 50:42[6] - |
| Fahrbedingungen Druck atm | - | - | - | - | 200 | - | - | - | - | - | - |
| Temp. Schlange °C | 476 | 476 | 476 | 474 | 459 | 475 | 476 | 476 | 469 | 476 | 476 |
| Ofen " | 481 | 483 | 482 | 484 | 476 | 476 | 476 | 476 | 476 | 476 | 476 |
| Abscheider " | 465 | 473 | 471 | 472 | 464 | 464 | 464 | 464 | 464 | 464 | 464 |
| Durchsatz kg Frischöl /Ltr Kat./Std | 1,22 | 1,13 | 1,02 | 0,75 | 0,61 | 0,59 | 0,76 | 0,75 | 0,77 | 0,63 | 0,68 |
| Gas cbm/kg Frischöl | 3,08 | 2,91 | 3,14 | 2,75 | 3,15 | 3,12 | 3,00 | 3,03 | 3,25 | 2,32 | 2,74 |
| Endsiedezahl n D 20 | 50 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

1) Zistler Erdöl
2) Klenkendorf
3) Reitbrook Erdöl
4) Grude-Kupfersulfat
5) Grude-Molybdänsäure
6) mit filtriertem Abstr.-Schweröl

Tabelle 1:

Einzel-Fraktionen [1]

| Silane Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ausbeute g/min | g | 32,9 | 77,2 | 93,3 | 100,2 | 97,2 | 93,3 | 4,6 | 95,3 | 96,9 | 93,2 | 99,3 |
| Ausbeute kumuliert auf $(CF_3)_2 + H_2$ Verbrauch | g | 32,9 | 77,2 | 93,3 | 96,2 | 91,6 | 94,1 | 4,3 | 94,4 | 97,8 | 98,4 | 98,4 |
| [illegible] | | 0,79 | 0,84 | 0,83 | 0,15 | 0,43 | 0,57 | 2,60 | 0,60 | 0,44 | 0,55 | 0,55 |
| [illegible] | | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | 0,51 | 0,53 | 0,53 | 0,55 | 0,55 |
| [illegible] | g | 85,- | 85,3 | 97,9 | 93,3 | 95,2 | 93,0 | 2,7 | 5,2 | 96,1 | 94,5 | 97,- |
| [illegible] | g | 10,7 | 23,4 | 23,3 | 25,0 | 30,0 | 31,1 | 6,5 | 24,7 | 27,5 | 22,3 | 27,- |
| [illegible] | g | 0,2 | [illegible] | 2,0 | 1,4 | [illegible] | 4,3 | 1,3 | 3,2 | 1,1 | 3,0 | 0, |
| [illegible] | g | 0,5 | 10,3 | 11,0 | 20,4 | 30,4 | 33,4 | 2,1 | 3,- | 12,2 | 12,0 | 12,- |
| [illegible] | g | 11,3 | 11,3 | 13,6 | 11,2 | 14,3 | 15,5 | 1,0 | 10,6 | 11,4 | 12,3 | 12,- |
| [illegible] | g | 7,- | 7,0 | 10,4 | 9,3 | 6,9 | 12,2 | 16,2 | 10,3 | 9,2 | 9,3 | 9,0 |
| [illegible] | g | 1,1 | 0,8 | 0,3 | 0,2 | 1,2 | 0,2 | 0,1 | 4,7 | 2,2 | 1,2 | 1,0 |
| [illegible] | g | 0,- | 1,3 | 2,0 | 2,2 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0 | 0,4 | 1,3 | 0,3 |
| [illegible] | g | 1,1 | 90,0 | 99,7 | 97,3 | 97,1 | 83,4 | 21,3 | 73,3 | 97,0 | 99,1 | 95,2 |
| [illegible] | g | 12,4 | 21,6 | 13,0 | 0,4 | 0,3 | 0,6 | 2,1 | 19,7 | 0,0 | [illegible] | 3,0 |
| [illegible] | g | 0,4 | 0,4 | 0,2 | 0,4 | 0,2 | 0,2 | 0,4 | 0 | 1,2 | 0,2 | 0,2 |

1) entspricht nur einer Fraktion

Tabelle 1c

Bilanzen Analyse der Aerosole

| Bilanz | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2f | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Aerosolfeuchte | | 0,87 | | | | 0,812 | | | | | | |
| Wasser | % | 0,7 | 0,5 | | | | | | | | | |
| – 200° | % | 19,2 | | | | 18,5 | | | | | | |
| 200 – 350° (350°=) | % | 47,0 | | | | 42,2+ | | | | | | |
| Aerosol + Sonde(1) | | 0,884 | 0,887 | 0,894 | 0,892 | | 0,881 | 0,881 | 0,875 | 0,885 | 0,882 | 0,883 |
| Sonde(2) | % | | | 0,2 | 0,3 | | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,3 | 0,1 | 0,1 |
| – 200° | % | 14,8 | 14,4 | 12,6 | 14,1 | | 17,5 | 17,4 | 16,3 | 15,7 | 16,9 | 15,5 |
| 200 – 350° (350°=) | % | 47,0 | 44,4 | 40,8 | 38,0 | | 32,7+ | 42,8 | 43,7 | 32,4+ | 34,4+ | 34,4+ |
| Aerosol + Sonde(1) | | 0,939 | | | | 0,956 | | | | | | |
| 200 – 350° (350°=) | % | 51,6 | 54,0 | 56,6 | 42,0 | 19,4+ | | | | | | |
| Aerosol + Sonde(1) | | 0,956 | 0,952 | 0,960 | 0,954 | 0,952 | 0,974 | 0,964 | 0,956 | 0,964 | 0,966 | 0,954 |
| Bromidfreies | % | 12,9 | 7,4 | 17,7 | 10,5 | 10,6 | 11,7 | 13,5 | 20,6 | 15,2 | 14,7 | 19,4 |
| Anorganisches Bromid | % | 42,8 | 47,0 | 58,8 | 40,2 | 40,5 | 33,4 | 30,4 | 40,1 | 43,0 | 33,5 | 36,7 |
| – 200° | % | 1,5 | 0,2 | 1,8 | 1,1 | 1,7 | 2,1 | | | 0,9 | 1,3 | 1,4 |
| 200 – 350° (350°=) | % | 28,2 | 43,8 | 28,0 | 22,4 | 15,3+ | 14,5+ | 16,7 | 19,9 | 15,2+ | 20,3+ | 23,4+ |
| Aerosol | % | 1,4 | 0,2 | 1,2 | 0,8 | 1,2 | 1,4 | 3,8 | 1,5 | 0,8 | 0,5 | 0,6 |

Tabelle 2

Untersuchungen der Frischöle

| Produkt | F 225 v. 19.6.39 | | | | | F 1393 v. 5.7.39 | | | F 3358 v. 13.7.39 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bilanz Nr. | -a | 1' | 1o | mittel | 2a | 2o | 2a | mittel 2a + 2a | 3o |
| Erstarrt bis °C | 150° | = | = | = | 350° | 325° | 350° | 350° | 325° |
| Spez. Gew./20° | 0,948 | 0,947 | 0,943 | 0,945 | 0,920 | 0,915 | 0,918 | 0,919 | 0,938 |
| Benetzungszahl | 0,3 | 0,5 | 0,4 | 0,4 | 0,1 | 0,1 | 0,05 | 0,08 | 0,4 |
| Asche in Gewichts % | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,05 | 0 | 0,03 | 0,05 | 0,1 |
| Schwefel % | 2,7 | 2,3 | 2,3 | 2,3 | 0,5 | 0,55 | 0,5 | 0,5 | 2,1 |
| Farbe | | | | | | | | | |
| Brechungsindex °C | | | | | | 308 | 310 | | 305 |
| Jodzahl | | | | | | 0,9 | | | 3,7 |
| - 20° % | | | | | | | | | |
| - 150° % | 1,7 | 7,4 | 9,2 | 7,4 | 1,6 | - | 5,1 | 4,8 | |
| R | | | | | | | | | |
| Verseifungszahl | | | | | | 20 | 19 | | 18 |
| Säurezahl | | | | | | 190 | 214 | | 184 |
| Gelatinierung | | | | | | 0,7 | 0 | | 13,2 |
| - 15° % | | | | | | gelb | | | gelb |
| Farbe | | | | | | flüssig | | | flüssig |
| Brechungsindex | | | | | | 0,944 | | | 0,864 |
| spez. Gew./15° | | | | | | 21,9 | 19,5 | | 24,5 |
| - 175° % | | | | | | hellbraun | gelb | | gelb |
| Farbe | | | | | | flüssig | flüssig | | flüssig |
| Brechungsindex | | | | | | 0,939 | 0,939 | | 0,863 |
| spez. Gew./20° | | | | | | 41,2 | 34,4 | | 37,4 |
| - 200° % | | | | | | braun | gelb | | rotgelb |
| Farbe | | | | | | dick- | fest | | dick- |
| Beschaffenheit | | | | | | flüssig | | | flüssig |
| spez. Gew. 15° | | | | | | 0,961 | 0,959 | | 0,965 |
| Rd. % | | | | | | 100,0 | 100,0 | | 100,0 |
| Farbe | | | | | | schwarz- | dunkel- | | schwarz- |
| | | | | | | braun | braun | | braun |
| Beschaffenheit | | | | | | fest | dick- | | fest |
| | | | | | | | flüssig | | |

Tabelle 3

## Benzol-Untersuchungen

| Bilanz Nr. | 1b | 1c | 2c | 2e | 3c |
|---|---|---|---|---|---|
| Benzole = $C_4 + C_5$ | 85:5:10 | 82:5:13 | 90:5:5 | 89:5:6 | 91:5:4 |
| Siedebereich | - 200° | - 200° | - 200° | - 180° | - 200° |
| Spez.Gew./20° | 0,728 | 0,732 | 0,718 | 0,707 | 0,738 |
| Phenole % | 3,4 | 0,34 | Spur | Spur | Spur |
| Ab °C | 49,5 | 49,2 | 49,5 | 52,5 | 50,5 |

Raffination: Benzin entphenoliert, mit Dr-Lösung (5%) und Schwefel behandelt, mit 2 x 1 % 96%iger $H_2SO_4$ raffiniert, mit NaOH ausgewaschen und mit Dampf über NaOH redestilliert.

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| NaOH, Verl. % | 3,6 | 1,8 | 3,5 | 3,7 | 2,0 |
| Wasch " " | 0,6 | 1,3 | 0,6 | 0,6 | 0,5 |
| Red. " Ges.% | 4,0 | 2,3 | 3,3 | 3,1 | |
| Benzin raffi: | | | | | |
| Sp.G.Ges./20° | 0,735 | 0,734 | 0,726 | 0,712 | 0,742 |
| Ap I °C | 51,5 | 51,2 | 50,5 | 54,0 | 51,2 |
| Ap Ia " | 52,3 | 51,8 | 50,5 | 54,7 | 52,5 |
| Ap II " | 65,0 | 64,7 | 54,5 | 64,0 | 66,0 |
| Dampfdr.,k | 0,390 | 0,542 | 0,641 | - | 0,557 |
| Cu-Streifen | gut | gut | gut | gut | schwach |
| -Schale ag NO | 3,9 | 50,5 | 10,8 | rot | 20,6 |
| rest. " ( " ) | 4 | gut | 9,6 | gut | 5 |
| Dr-Test | schwach + | schwach + | + | + | |
| $H_2SO_4$-Test | 3 - 4 | 2 | 4 | 2 - 3 | 2 |
| A S T M | | | | | |
| Siedebeginn °C | 55 | 40 | 30 | 55 | 37 |

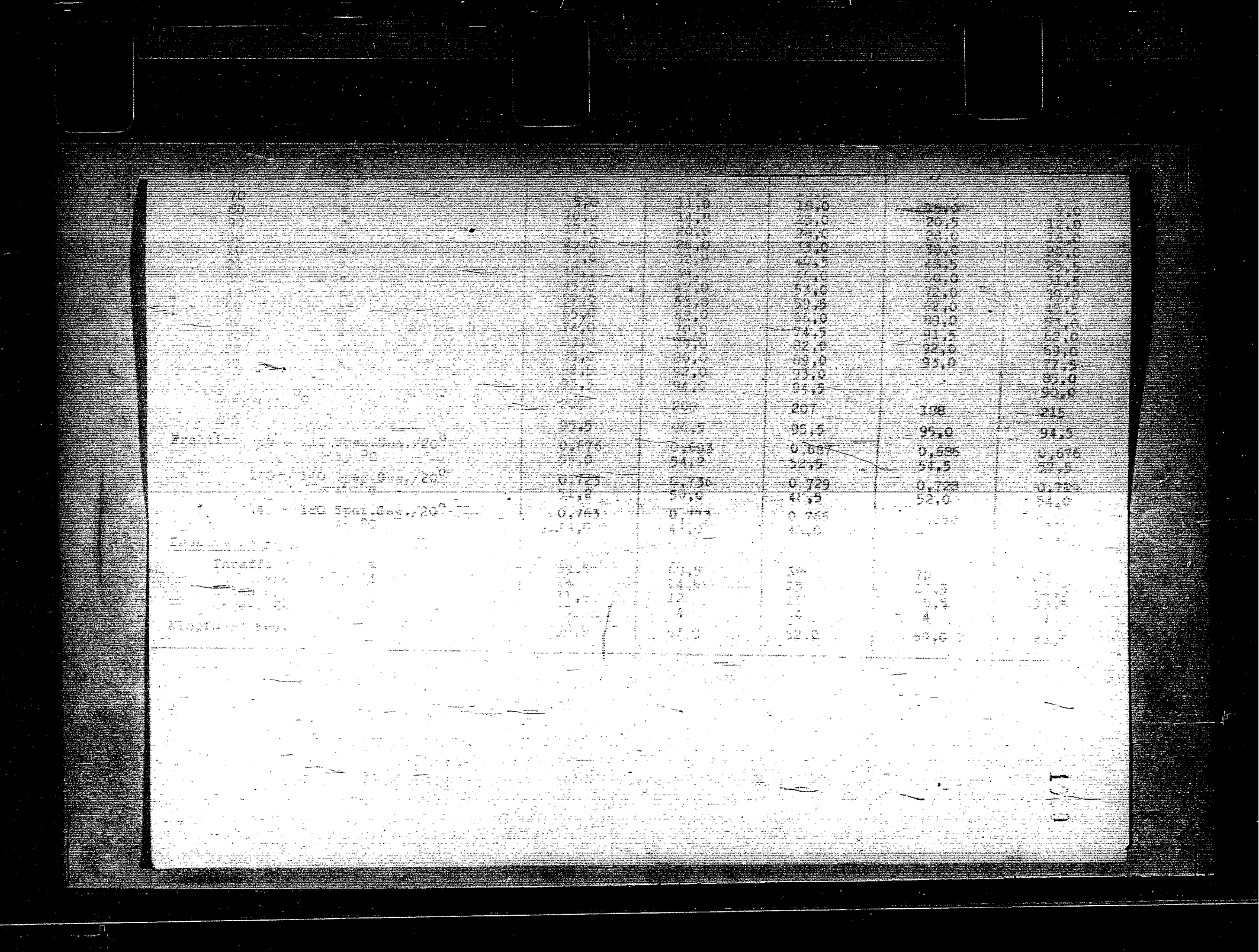


Tabelle 1

Übersicht der Versuchsvariationen

| Reihen Nr. | 1a | 2a | 3a | 1b | 2b | 3b | 1c | 2c | 3c | 1d | 2d | 3d | 1e | 2e | 3e |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| mittl. Barrel-Ø in mm | 150 | 150 | 150 | 200 | 200 | 200 | 150 | 150 | 150 | 200 | 200 | 200 | 150 | 150 | 150 |
| Barrelform Nr. | 1 | 1 | 1 | 11 | 11 | 11 | 21 | 21 | 21 | 31 | 31 | 31 | 41 | 41 | 41 |
| Barrellänge in mm | 97-103 | 97-103 | 97-103 | 129-135 | 129-135 | 129-135 | 140-145 | 140-145 | 140-145 | 132-142 | 132-142 | 132-142 | 137-143 | 137-143 | 137-143 |
| Barrelvolumen in ml | 20,2 | 20,0 | 20,0 | 34,2 | 34,2 | 34,2 | 29,2 | 29,2 | 29,2 | 39,1 | 39,1 | 39,1 | 29,4 | 29,4 | 29,4 |
| Barrelgewicht in kg | 0,498 | 0,498 | 0,498 | 0,829 | 0,829 | 0,829 | 0,733 | 0,733 | 0,733 | 0,947 | 0,947 | 0,947 | 0,739 | 0,739 | 0,739 |
| Barrelmaterial | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 | 1.4104 |
| Barrelmaterial Härte HRC | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 |
| Barrelmaterial Härte HV | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 | 520 |
| Barrelmaterial Härte HB | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 | 495 |
| Barrelmaterial Härte HS | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 |
| Barrelmaterial Härte HSD | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 | 81,5 |
| Barrelmaterial Härte HSC | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 | 63 |
| Barrelmaterial Härte HSB | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 | 48 |
| Barrelmaterial Härte HSA | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 | 52,0 |
| Barrelmaterial Härte HSS | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 | 54,5 |
| Barrelmaterial Härte HSH | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 |
| Barrelmaterial Härte HSL | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 | 34,0 |
| Barrelmaterial Härte HSM | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 | 69 |
| Barrelmaterial Härte HSP | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 | 69,4 |
| Barrelmaterial Härte HSK | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 | 5,0 |
| Barrelmaterial Härte HSN | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 | 4,2 |
| Barrelmaterial Härte HSQ | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Barrelmaterial Härte HSR | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 |
| Barrelmaterial Härte HST | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 | 27,5 |
| Barrelmaterial Härte HSU | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 |
| Barrelmaterial Härte HSV | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |
| Barrelmaterial Härte HSW | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |
| Barrelmaterial Härte HSX | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |
| Barrelmaterial Härte HSY | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |
| Barrelmaterial Härte HSZ | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |

Untersuchungen der Abgasgase

Datum: [illegible]

| Klima Nr. | 1a | 1c | 2c | 2e | 3c |
|---|---|---|---|---|---|
| Brennst. [illegible] | 0,952 | 0,960 | 0,974 | 0,956 | 0,924 |
| Abs. Druck | | | | | |
| Strömungsgeschw. [illegible] | 200 | 245 | 215 | 230 | 182 |
| [illegible] % | 0,6 | | 1,1 | | 2,4 |
| [illegible] | 12,8 | 25,0 | 18,2 | 19,9 | 23,0 |
| [illegible] | 200,0 | [illegible] | 200,0 | 200,0 | 200,0 |
| [illegible] | - | | - | - | 3,6 |
| [illegible] % | 20,9 | 20,9 | 18,0 | 22,6 | 21 |
| [illegible] % | 99,0 | 97,5 | 82,0 | 77,4 | [illegible] |
| Benzin - 250° | | | | | |
| Spez. Gew. / 20° | | | | | 0,7 |
| Ab [illegible] | | | | | 42,5 |
| [illegible], Ka % | | | | | 2,0 |
| Mineral- [illegible] | | | | | |
| Spez. Gew. / 20° | 0,8[illegible] | 0,882 | 0,868 | 0,894 | 0,881 |
| [illegible] % | 47,0 | 45,1 | 49,6 | 50,3 | 45,1 |
| Smarole % | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,5 | 0,2 |
| [illegible] % | 6,5 | 7,0 | 7,5 | 8,3 | 5,9 |
| Gas. Chiller | | | | | |
| Siedebeginn °C | 210 | 150 | 160 | 205 | 220 |
| [illegible] % | 31,6 | 28,2 | 46,8 | 3,7 | 15,2 |
| 75% | 20,3 | 43,8 | 50,6 | 22,7 | 41,3 |
| 90% | 45,8 | 58,8 | 77,2 | 46,4 | 74,7 |
| [illegible] | | | | | |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Endpunkt °C | 360 | 385 | 334 | 350 | 332 |
| % | 99,8 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| Destillat 240 - 270°/760 Torr, Gew.-% | 0,054 | 0,042 | 0,850 | 0,860 | 0,867 |
| | 46,6 | 41,5 | 47,2 | 47,5 | 44,6 |
| | | | 0,880 | 0,887 | 0,893 |
| | | | 41,1 | 43,4 | 46,2 |
| | | | | | |
| | 0,875 | 0,884 | 0,939 | 0,909 | 0,913 |
| | | 20 | 22 | 16 | 18 |
| | 335 | 226 | 207 | 212 | 195 |
| - 295° % | | | 14,4 | | 24,4 |
| Farbe, Beschaffenheit | | | gelbgrün, fl | | gelb, fl |
| | | | 0,925 | | 0,929 |
| - 275° % | 27,1 | 38,0 | 50,7 | 44,6 | 59,9 |
| Farbe, Beschaffenheit | rötgelb, fl | hellgelb, fl | gelbgrün, fl | | gelb, fl |
| | 0,774 | 0,784 | 0,842 | 0,8 | 0,845 |
| | 33,5 | | 77,4 | 80,6 | 78,2 |
| | | gelbbraun, fest | braun, fest | braun, fest | hellbraun, fest |
| | 0,8 | 0,84 | 0,965 | 0,966 | 0,972 |
| | | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| | | | dkelbraun, fest | dkbraun, fest | schwarzbraun, fest |

Tabelle 6

Untersuchungen der Mischungen Produkt + 200° + Schwefel

| Bilanz Nr. | 1k | 1o | 2o | 2e | 3o |
|---|---|---|---|---|---|
| Prod. + Schwefel | 100,12 | 98,5+7,5 | 95,2+4,2 | 94,3+5,7 | 95,6+4,4 |
| [illegible] / 20° | 0,930 | 0,925 | 0,917 | 0,905 | 0,919 |
| [illegible] | 43,0 | 43,3 | 36,5 + | 58,5 | 43,2 + |
| [illegible] | 54,6 | 56,7 | 61,5 | 44,5 | 56,7 |
| [illegible] | | | | | |
| [illegible] | 0,875 | 0,878 | 0,867 | 0,861 | 0,877 |
| [illegible] | 47,0 | 47,0 | 50,0 | 54,3 | 45,9 |
| [illegible] | 0,5 | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| [illegible] | 7,0 | 7,1 | 5,2 | 6,1 | 5,7 |
| [illegible] | | | | | |
| [illegible] | 220 | 214 | 214 | 190 | 232 |
| [illegible] | 14,5 | 29,3 | 32,8 | 31,7 | 15,6 |
| [illegible] | 29,4 | 39,6 | 41,7 | 46,1 | 45,1 |
| [illegible] | 55,6 | 64,2 | 81,5 | 69,2 | 73,7 |
| [illegible] | 73,6 | 83,4 | 95,7 | 74,3 | 85,2 |
| [illegible] | | | | 15,6 | |
| [illegible] | 340 | 367 | 374 | 337 | 332 |
| [illegible] | 0,0 | 0,0 | 190,4 | 166,0 | 190,0 |
| [illegible] | | | | 0,780 | |
| [illegible] | | | | 52,5 | |
| [illegible] | | | 0,830 | 0,714 | |
| [illegible] | | | 53,5 | 53,5 | |
| [illegible] | 0,857 | 0,852 | 0,843 | 0,841 | 0,857 |
| $A_1$ [illegible] | 46,6 | 46,5 | 52,5 | 53,2 | 46,3 |
| [illegible] | 0,876 | 0,874 | 0,870 | 0,871 | 0,886 |
| [illegible] | 50,5 | 49,6 | 54,8 | 55,2 | 50,3 |

| Kohlenart | | 350 | 100 | 50 | 350 | 350 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Spez. Gew. | | | | | 0,946 | |
| Farbenabgabe | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | 20 | | 10 | |
| | | | | | 210 | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | 60,0 | | 67,0 | |
| | | | Gelbbraun | Gelbbraun | Rotbraun | Dunkelrot |
| | | | klumpig | klumpig | fest | klumpig |
| | | | | | | |
| | | | 97,0 | | 97,0 | |
| Farbe; Beschaffenheit | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| Farbe; Beschaffenheit | | schwarzbraun | dunkelbraun | schwarzbraun fest | schwarzbraun fest | schwarzbraun fest |

Tabelle 7

Benzol-Untersuchungen

| Rohöl Nr. | 1a | 2a | 2a | P 1/55 Orig. | P 2/55 Orig. |
|---|---|---|---|---|---|
| Ausb. in Destillaten % | 55,2 | 71,2 | 75,5 | 75,9 | 71,4 |
| Ausb. aus Rk. (Destillate) | 12,1 | | | | |
| Farbe | [illegible] | [illegible] | [illegible] | | |
| Dest.Ber./20° | 0,875 | 0,858 | | 0,861 | |
| Ap °C | 49,8 | 55,2 | | | 68,1 |
| Geruch | gut | gut | gut | gut | gut |
| S % | 0,5 | 0,1 | 0,15 | 0,15 | Spur |
| Ber. aus | 44,5 | 54,0 | 50,5 | 45 | 50,0 |
| Phenol bei °C | -16 | -11 | -7 | -40 | -43 |
| Thiophen | + | + | + | | |
| Viskosität /20° °E | 1,41 | 1,40 | 1,43 | 1,42 | 1,42 |
| /50° °E | 1,12 | 1,10 | 1,09 | 1,11 | 1,11 |
| Gew. Anteile | | | | | |
| Destillation °C | | | | | |
| - 200 % | 14 | 10 | 21,7 | 20,3 | 21,0 |
| - 250 " | 45,4 | 43,2 | 43,5 | 43,5 | 46,9 |
| - 300 " | 58,4 | 58,0 | 58,8 | 58,8 | 61,3 |
| - 350 " | 70,4 | 70,4 | 71,3 | 72,- | 74,6 |
| 50° " | 80,2 | 80,6 | 81,1 | 82,4 | 84,- |
| 400 " | 90,- | [illegible] | [illegible] | [illegible] | 94,7 |
| E " | 97,6 | 97,0 | 96,0 | 96,0 | 100,0 |

| | | |

Tabelle 9

Olsenentaram Lyaen

| Bilanz Nr. | | | 1b | 2c | 2e | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Friedöl | % | C | 85,01 | 88,03 | 86,71 | 86,62 |
| | " | H | 11,06 | 11,51 | 11,61 | 11,08 |
| | " | O | 2,40 | 1,22 | 1,33 | 1,63 |
| | " | N | 0,27 | 0,22 | 0,22 | 0,15 |
| | " | S | 1,25 | 1,02 | 1,13 | 2,12 |
| Heizwert cal | | | 9750 | 9900 | 9857 | |
| diap. H % | | | 12,49 | 13,47 | 13,20 | 12,72 |
| Benzin - 200° | % | C | 85,01 | 84,97 | 84,70 | 85,51 |
| | " | H | 14,91 | 14,97 | 14,93 | 14,49 |
| | " | O | 0 | 0 | 0,30 | 0,0 |
| | " | N | 0,05 | 0,0 | 0,05 | 0,01 |
| | " | S | 0,043 | 0,06 | 0,04 | 0,12 |
| Heizwert cal | | | 10770 | | 10460 | |
| diap. H % | | | 17,52 | 17,52 | 17,52 | 16,95 |
| Mittelöl 200-350° (+=325°) | % | C | 87,23 | | 86,79 | 87,09 |
| | " | H | 12,24 | | 12,66 | 12,09 |
| | " | O | 0 | 0,1 | 0 | 0,37 |
| | " | N | 0,23 | 0,1 | 0,21 | 0,22 |
| | " | S | 0,41 | 0,36 | 0,35 | 0,25 |
| Heizwert cal | | | 10025 | 10070 | 10062 | 10013 |
| diap. H % | | | 13,91 | 14 | 14,50 | 13,78 |
| Rö 351 - 350° (+= 325°) | % | C | | 87,1 | 86,37 | 88,15 |
| | " | H | | 10,5 | 10,55 | 11,0 |
| | " | O | | 0,1 | 0,05 | 0,33 |
| | " | N | | 0,1 | 0,45 | 0,07 |
| | " | S | | 0,3 | 0,58 | 0,45 |
| Heizwert cal | | | | 9710 | 9724 | 9786 |
| diap. H % | | | | 11,9 | 11,80 | 12,40 |
| Rö 61 bei | °C | | | 142 - 15 | | |
| | % | C | | 87,1 | | |
| | " | H | | 12 | | |
| | " | O | | 0 | | |
| | " | N | | 0,1 | | |
| | " | S | | 0,3 | | |
| diap. H | % | | | 11,4 | | |
| Kreosotöl | % | C | 87,58 | 88,45 | 87,36 | 87,91 |
| | " | H | 10,83 | 10,28 | 10,26 | 10,44 |
| | " | O | 0,82 | 0,72 | 0,87 | 0,85 |
| | " | N | 0,53 | 0,32 | 0,48 | 0,38 |
| | " | S | 0,24 | 0,21 | 0,07 | 0,42 |
| Heizwert cal | | | 9750 | 9836 | 9836 | |
| diap. H | % | | 12,13 | 12,42 | 11,42 | 11,94 |
| Farbes aus Absorptionsmm | % | Asche | 48,93 [1] | 40,30 | 44,38 | 52,46 |
| | % | $H_2O$ | 1,28 | 0,63 | 0,56 | 1,29 |
| | % | C | 49,80 | 57,80 | 58,62 | 56,03 |
| | " | H | 0,71 | 1,07 | 1,36 | 1,73 |
| | " | N | 0,30 | 0,40 | 0,47 | 0,44 |
| | " | S | 0,28 | 1,94 | 3,16 | 4,41 |
| | " | Asche | 48,93 | 7,40 | 5,49 | 8,72 |
| | H | [illegible] | | 7 | 5,49 | |

1) Aus [illegible] Pflanze Schiff-Bunsen [illegible].

Tabelle 10

Verteilung der als KW vergasten C

| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2e | 3a |
|---|---|---|---|---|---|
| im $C_1$ - KW | % | 21,0 | 17,0 | 21,0 | 21,5 |
| " $C_2$ " | " | 15,- | 13,8 | 16,7 | 16,2 |
| " $C_3$ " | " | 32,7 | 32,8 | 26,9 | 30,2 |
| " $C_4$ " | " | 31,2 | 34,4 | 25,4 | 32,1 |
| von $C_2$ - KW ungen. | % | 5,3 | 8,9 | 8,7 | 2,8 |
| " $C_3$ " " | " | 14,2 | 20,8 | 10,4 | 5,0 |
| " $C_4$ " " | " | 13,9 | 23,9 | 7,3 | 7,3 |
| " $C_1$ - $C_4$ " | " | 8,3 | 16,1 | 6,2 | 5,6 |

Tabelle 11

iso-Butan-Gehalt

| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2e | 3a |
|---|---|---|---|---|---|
| Im Frischgas | % | 45,0 | 44,0 | 30,0 | 0 |
| Im Kreislaufgas | " | 59,0 | 44,0 | 39,0 | 25,0 |
| Im Abgas | " | 21,5 | 32,0 | 24,0 | 25,0 |
| Im Produkt gelöst | " | 19,5 | 17,0 | 14,0 | 12,0 |
| Vom Gesamtbutan | % | 29,3 | 24,0 | 17,0 | 0 |

Tabelle 12

Abschlammschwelung

| Versuch Nr. | 1a | 1a | 1b | 1b | 1c | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 3a | 3b | 3c | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Öl im Abschlamm % | 84,7 | = | 92,9 | = | 82,5 | = | 89,5 | 89,4 | 88,3 | 80,5 | 79,4 | 84,8 | 85,5 | 82,6 | = |
| Asphalt: Festes = 1: | 21,8 | = | 7,0 | = | 17,7 | = | 35,0 | 8,8 | 8,4 | 5,9 | 13,7 | 19,0 | 29,4 | 32,4 | = |
| Schwelerabnis | | | | | | | | | | | | | | | |
| Schwelöl % | 70,3 | 78,5 | 77,2 | 85,9 | 81,6 | 77,0 | 91,0 | 84,5 | 81,0 | 61,0 | 69,6 | 66,7 | 74,0 | 65,0 | 73,7 |
| Koks % | | 20,0 | 21,6 | 11,8 | 16,3 | 21,7 | 15,2 | 12,5 | 17,0 | 34,8 | 29,2 | 29,0 | 23,5 | 30,0 | 25, |
| $H_2O$ % | 2,0 | 0,8 | 1,2 | 0,8 | 2,1 | 0,4 | 3,8 | 3,0 | 2,0 | 4,2 | 1,2 | 4,3 | 2,5 | 5,0 | 0, |
| Gas + Verlust % | | 0,7 | | 1,5 | | 0,9 | | | | | | | | | 0,6 |
| Lebnr + | | + | | + | | + | — | | | | | | | | + |
| Schwelöl auf Öl im Abschlamm % | 83,1 | 82,7 | 83,0 | 92,5 | 92,2[1] | 93,3 | 90,7 | 94,6 | 91,7 | 75,8 | 87,7 | 78,6 | 86,7 | 80,7 | 91,4 |

1) lt. Betriebsergebnis

Tabelle 12

Im Abwasser gelöste Stoffe g/kg

| Bilanz Nr. | $CO_2$ | $NH_3$ | $H_2S$ | Cl | Phenole |
|---|---|---|---|---|---|
| 1a | 2,18 | | | | |
| 1b | 2,18 | | | | 0,05 |
| 1c | Spur | 24,9 | 23,3 | 0,01 | 0,05 |
| 2a | Spur | | | 0,14 | |
| 2b | Spur | | | Spur | |
| 2c | 0 | 25,2 | 15,0 | Spur | 0,05 |
| 2d | | | | 0,23 | |
| 2e | Spur | 14,6 | 14,0 | Spur | 0,05 |
| 3a | 1,57 | | | 0,03 | |
| 3b | 0,54 | | | 0,21 | |
| 3c | 1,10 | 32,6 | 40,5 | 0,22 | |

Tabelle 13

Organisch gebl. Schwefel in Abwasser
mg S / l

| Bilanz Nr. | Ofenraum | Produktion | Absolutkammer |
|---|---|---|---|
| 2b | 2,90 | 6,95 | 7,46 |
| 2c | 4,36 | 7,85 | 18,73 |
| 3a | 7,82 | 38,70 | 11,1 |
| 3b | 6,72 | 17,30 | 14,3 |

Tabelle 14

Abscheidewirkungsgrade

| Bilanz Nr. | 2b | c |
|---|---|---|
| Filtration bei 180° | 1724 mval. | 250 mval. |
| Filterrückstand % | 81,5 | 90,3 |

Tabelle 15
zu Bilanz 3c

Ausschleusbilanz

| | |
|---|---|
| Frischöl | 5,6 % |
| Abstreifer + Schwefel in Abs.-Verz. | 4,5 % |
| Absolutöl | 5,1 |

TITLE PAGE

29. Verarbeitung von Steinkohle und Schwelteer auf Brikettiermittel und asphaltfreies Oel.
Processing mineral coal and carbonization tar to briquet binder and asphalt-free oil.

Frame Nos. 1078 - 1121

Hochdruckversuche
Lu 558

25. Januar 1943 Ha/Pa

(29)

Vorgutbericht.

Verarbeitung von Steinkohle u. Steinkohlenteer

auf Brikettiermittel und asphaltreiches Öl.

E. v.Hartmann
H. Hupfer
F. Leonhardt



# Herstellung von Brikettiermittel und asphaltfreiem Öl durch gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Schwelteer.

## Zusammenfassung.

Zur Herstellung von Bindemitteln für die Brikettierung von Steinkohle vor der Schwelung wurde Steinkohlenschwelteer gemeinsam mit Kohle bei 700 atm hydrierend verarbeitet. Diese Fahrweise verbindet die Brikettiermittelerzeugung mit der Raffination des Teeres in einem Gang. Der vorgesehene Kreislauf zwischen Schwelung und Hydrierung verlangt ungefähr eine Anreibung Kohle:Teer = 1:1, wenn eine dem Teer entsprechende Menge an asphaltfreiem Destillatöl bei der Toppung des Anfalls auf einen Rückstand mit rd. 75° Erweichungspunkt gewonnen wird, d.h. wenn die Ausbeute etwa zu gleichen Teilen aus Öl und Brikettiermittel besteht.

Einige Tippversuche mit verschiedenen Teeren ließen erkennen, daß die hohen Kohledurchsätze, wie sie bei dieser vom Asphaltabbau weitgehend unabhängigen Fahrweise möglich sind, Temperaturen in der Gegend von 480° und Gasmengen über 1 cbm/kg Kohle erfordern, um einen ausreichenden Ölgewinn zu erhalten. Oberhalb 479 - 480° war der Ofen nicht mehr gut beherrschbar.

Die Hauptversuche wurden mit Lurgi-Spülgasteeren aus schlesischer Kohle, und zwar mit Gesamtteer (P 1504), mit Heißteer (P 1376) und mit Topprückstand aus Gesamtteer, alle in Mischung mit schlesischer Kohle, durchgeführt. Die wesentlichsten Ergebnisse zeigt die nachstehende Tabelle:

| Teer: | P 1504 | P 1376 | P 1504 | getoppt |
|---|---|---|---|---|
| Kohle : Teer | 45:55 | 50:50 | 50:50 | 50:50 |
| Kohle : Abschlammrückführung | 1:0,5 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kontakte Eisensulfat auf Kohle getränkt % a.T.K. | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 |
| Bayermasse % a.T.K. | 0 | 0 | 0 | 1,5 |
| Reinkohledurchsatz | 1,01 | 0,69 | 0,69 | 0,67 |
| Gas cbm/kg Kohle | | | | |
| Ofentemperatur °C | 479 | 478 | 478 | 478 |
| Ausbeute a. Kohle + Teer % | 85,6 | 83,6 | 83,8 | 87,3 |
| Ölgewinn - Leistung | 0,98 | 0,62 | 0,61 | 0,72 |
| Brikettiermittel - Leistung | 0,97 | 0,61 | 0,63 | 0,54 |
| Ölgewinn auf Teer % | 77,7 | 84,5 | 82,1 | 100,0 |
| davon Schweröl über 325° % | 20,1 | 30,9 | 20,5 | 27,7 |
| Vergasung a.Ausb.+Vergasung % | 7,4 | 10,4 | 7,7 | 7,8 |
| " " Ölgewinn + " % | 13,7 | 18,8 | 14,3 | 12,9 |
| Versuch Nr. | 2 c-d | 3 a-b | 4b | 4c |

Mit Gesamtteer-Anreibung läßt sich eine Ausbeute-Leistung von rd. 2,0 (Versuch 2c-d) erreichen.

Mit getopptem Teer (Versuch 4b), der ebenso wie der Heißteer wegen seiner Zähigkeit und Temperaturempfindlichkeit eine höhere Abschlammrückführung verlangt, wurde eine Gesamtleistung von 1,2 erzielt bei geringfügig höherer Vergasung. Aber die Verarbeitung des Topprückstandes, der rund 70 % des Gesamtteeres ausmacht, läßt einschließlich des a Mittelöls einen Ölgewinn in Höhe von 112 % vom Gesamtteer gegenüber 78 % bei der ersten Fahrweise erhalten.

Mit Heißteer (Versuch 3a-b) stellen sich ähnliche Ergebnisse wie mit getopptem Teer ein; er verhielt sich insofern ungünstiger, als der Ölgewinn mehr schwere Anteile enthielt und die Vergasung höher lag.

Mit Schwelheißteer wurde überraschenderweise ein allen Anforderungen genügendes Heizöl (Schweröl:Mittelöl = 9:1) erhalten. Die mit getopptem und ungetopptem Gesamtteer anfallenden Öle hatten einen ungenügenden Stockpunkt. Das Benzin -200° lag mit dem Klopfwert 70 Res. in der Mitte zwischen Steinkohlen- und Steinkohlenschwelteer-Sumpfbenzin. Die Destillationsrückstände eigneten sich gut als Brikettiermittel.

Als Kontakt wurden in allen Versuchen der Kohle 1,2 % Eisensulfat aufgetränkt. Die zusätzliche Verwendung von Bayermasse führt bei getopptem Teer (Versuch 4c) und vermutlich auch bei Heißteer zu einer Steigerung der Ausbeute und des Ölgewinns; der Zusatz würde demnach eine Erhöhung des Durchsatzes bei gleichbleibender Ausbeuteverteilung erlauben. Bei der Anreibung mit Gesamtteer ergab die Zugabe von Bayermasse keinen so starken Effekt. Sie wirkte sich jedoch in einer deutlichen Stockpunktverbesserung des Öles aus.

In einem weiteren Versuch wurde gezeigt, daß durch Rückführung des Schwelöls bei geringer Verminderung der Teermenge eine nur aus Benzin, Mittelöl und Brikettiermittel bestehende Ausbeute unter Inkaufnahme einer etwas höheren Vergasung erhalten werden kann.

Den Versuchen nach dürfte die Fahrweise störungsfrei durchzuführen sein. Bei Anreibung mit dem sehr dünnen Koppersteer neigte die Kohle zum Absitzen.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. v.Hartmann

gemeinsam mit

Dr. Hupfer
Dr. v. Müffling

Kohlevorbereitung:
Dr. Gieg/Dr. Rank

Untersuchungen:
Dr. Schiffmann
Dr. Bähr
Dr. Meier
Dr. Wittmann
Dr. Lemme
Dr. Pfirrmann

gez. Hupfer
gez. Leonhardt

/ kohlenschwelteer-Sumpfbenzin

- 3 -

## Versuchsergebnisse

Die Steinkohleschwelung wird in absehbarer Zeit zur Gewinnung eines Kokses von genügender Festigkeit größere Mengen Bindemittel benötigen, als sie in Form von Kokerei- oder Schwelteerpech zur Verfügung stehen werden. Die destillative Aufarbeitung eines Spülgasschwelteeres auf Öl und Brikettiermittel (vgl. Tabelle 16) ist im übrigen nicht von Vorteil, weil sie ein Ölgemisch ergibt, das weder im spezifischen Gewicht noch im Stockpunkt den Heizölanforderungen der Marine genügt.

Es wurden deshalb auf Anregung von Dr. Bähr Versuche zur gemeinsamen Verarbeitung von Steinkohle und Schwelteer unternommen mit dem Ziel, die Kohle in Brikettiermittel umzuwandeln und gleichzeitig den Teer hydrierend zu raffinieren. Die Anmaischung Kohle:Teer 1:1 würde dabei nach überschlägiger Berechnung dem zu erwartenden Verhältnis Bindemittelbedarf:Schwelteeranfall ungefähr entsprechen.

Die Aufarbeitung mußte im Toppen des gesamten flüssigen Anfalls auf einen Rückstand mit dem für Brikettiermittel erforderlichen Erweichungspunkt (rd. 70° Krämer-Sarnow) bestehen. Da diese Fahrweise also weitgehend unabhängig vom Asphaltabbau ist, sollten hohe Durchsätze eingestellt werden. Um dies zu ermöglichen, d.h. um den Kohleabbau zu erleichtern, wurden die Versuche bei 600 atm Druck angestellt und der Kohle 1,2 % Eisensulfat als Kontakt aufgetränkt. Als Kohle wurde K 1242 (Oberschlesische Mischkohle Beuthen- und Heinitzgrube) gewählt, deren Hydriereigenschaften aus Versuchen im 10-Ltr-Ofen und der Großapparatur bekannt waren. Der Abscheider wurde kalt gefahren, da eine getrennte Destillation von Abschlamm und Abstreifer nicht nötig war, und da eine Regeneration des flüssigen Gesamtanfalles damals für möglich gehalten wurde. Die Wasserspülung hinter dem kalten Abscheider mußte der Ammonsalzniederschläge wegen verstärkt werden.

### Versuchsgruppe 1

### Verschiedene Teere (P 1496)

Zuerst wurden kurze Tippversuche mit verschiedenen Teeren (P 1496) angestellt. Die Anreibung wurde für alle Versuche auf Kohle:Teer = 45:55 festgesetzt. Die wichtigsten Versuchsdaten sind nachstehend aufgeführt:

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c |
|---|---|---|---|---|
| Teer Art | | Lurgi | Keller | Koppers |
| Benzolfestes | % | 12,8 | 11,8 | 0,5 |
| Tetralin-Kresol-Festes | % | 5,0 | 3,5 | - |
| im Öl -325° | % | 17,6 | 16,7 | 27,5 |
| a-Asphalt | % | 10,0 | 10,5 | 9,4 |
| Bedingungen: Temperatur | °C | 466 | 473 | 480 |
| Reinkohledurchsatz | | 0,69 | 0,68 | 0,71 |
| Kohle:Abschlammrückführung | | 1:0,3 | 1:0,5 | 1:0,5 |
| Gas cbm/kg R.K. | | 0,9 | 0,9 | 3,6 |
| Abbau des Festen | | | | |
| Asphalt a.R.K. im Ausgang | % | 70,5 | 79,2 | 80,8 |
| Prakt.Ölgewinn a.Gesamtausbeute | % | 29,9 | 26,2 | 17,4 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 21,6 | 31,3 | 55,7 |
| Vergasung a. Ausb. + Vergasung | % | 11,0 | 36,0 | 33,9 |
| | | 4,6 | 4,1 | 3,4 |

**Versuch 1a.**

Zunächst wurde versucht, mit milden Hydrierbedingungen auszukommen, d.h. es wurde mit geringer Gasmenge wie bei der extrahierenden Hydrierung und mit niedriger Temperatur gefahren. Dabei wurde mit Anreibung von Lurgi-Spülgasteer bei 450° ein zu geringer Ölgewinn erhalten, der nur rd. 10 % vom flüssigen Anfall ausmachte. Die Steigerung der Temperatur auf 466° (s. Bilanz) ließ den Ölanteil der Ausbeute auf 22 % anwachsen, was ebenfalls noch nicht genügt. Der Ölgewinn bestand größtenteils aus Mittelöl. Störend machten sich bei diesem Versuch die Wärmepolymerisationen des Spülgasteeres bemerkbar, wodurch die Breileitungen häufig zugingen. Verdünnung der Anreibung auf 40:60 bewährte sich nicht. Dagegen hätte eine Erhöhung der Abschlammrückführung vermutlich Abhilfe geschaffen. Die Temperaturempfindlichkeit dieser Teerart zeigte sich auch in der Ofenlage. Auch hier hätte eine stärkere Abschlammrückführung Besserung gebracht.

**Versuch 1b.**

Es wurde nun mit Kokereigasteer gefahren, der sich analytisch von dem Lurgi-Teer durch seinen geringeren Asphaltgehalt unterschied. Die Reaktionstemperatur wurde zur Erhöhung des Ölgewinns auf 473° gesteigert und, um den Ofen dabei beherrschen zu können, die Abschlammrückführung auf 1:0,5 vorgenommen. Hierbei stieg der Ölgewinn, vor allem durch Mehrbildung von Schweröl auf 31 % vom Anfall, und auch der Festeabbau und die Asphaltzahlen ließen den günstigen Einfluß der Temperaturerhöhung erkennen.

**Versuch 1c.**

Bei der Verwendung des mittelölreicheren Koppersteeres wurde die Temperatur weiter (auf 480°) gesteigert und gleichzeitig die Gasmenge auf die für die Kohleverarbeitung normale Höhe (x 3) eingestellt, da der Ölgewinn immer noch zu gering gewesen war. Hiermit wurde nun eine genügende Ölausbeute erzielt, die mit 56 % vom Anfall sogar etwas über das Ziel hinausschoß, weil der Destillationsrückstand etwas zu hoch getoppt worden war (Krämer 95°). Infolge der niedrigen Viskosität des Koppersteeres neigte die Kohle zum Absitzen im Ofen, sodaß auf die Dauer mit höherer Abschlammrückführung hätte gefahren werden müssen.

---

Alle bei diesen Versuchen aus dem Abschlamm herausgetoppten Öle hatten, da sie überwiegend aus Mittelöl bestanden, eine niedrige Viskosität und mit -30° einen ausgezeichneten Stockpunkt. Ihr spezifisches Gewicht lag jedoch mit 0,97 - 1,01/20° für ein Bordheizöl zu niedrig. Das Benzin war infolge der Schwelteeranreibung wasserstoffreicher als reines Kohlebenzin und wies auch einen niedrigeren Klopfwert auf. Die Vergasung war in allen Fällen mit 3,5 - 4,5 % auf Ausbeute + Vergasung niedrig, am niedrigsten mit dem aromatischeren Koppersteer.

## Versuchsgruppe 2.

## P 1504 Original

Eine größere Versuchsreihe wurde mit Schlesag-Gesamtteer (Lurgi-Spülgas) aus Carsten-Zentrum-Kohle ausgeführt. Dieser Teer unterschied sich von dem in Versuch 1a verwendeten Lurgi-Teer durch seinen hohen Gehalt an leichten Anteilen (35,5 % - 325°) und seinen niedrigen Gehalt an Pestem (2,4 %) und an Asphalt (12,7 %). Die Anreibung Kohle:Teer wurde bei 45:55 belassen, ebenso die Abschlammrückführung 1:0,5 und die hohe Gasmenge (3 cbm je kg Kohle). Auch wurden die hohen Temperaturen eingestellt, wie sie sich in den bisherigen Versuchen als zur Ölbildung notwendig herausgestellt hatten. Die wichtigsten Zahlen sind nachstehend aufgeführt, ebenso zum Vergleich diejenigen, die in Ka 804[1]) in der Zeit vom 27.-29.6.1942 erhalten wurden. In diesem Großapparaturversuch war mit Anreibung Kohle:Teer 40:60, ohne Abschlammrückführung und mit 2,5 cbm Gas/kg R.K. bei 700 atm gefahren worden.

| Bilanz Nr. | | 2a-b | 2c-d | 2e-f | Groß-apparatur |
|---|---|---|---|---|---|
| Reinkohledurchsatz | | 0,71 | 1,01 | 0,69 | 0,82 |
| Kontakte Bayermasse a.T.K. | % | 0 | 0 | 1,5 | 1,5 |
| Eisen-Grude a.Teer | % | 0 | 0 | 1,5 | 0 |
| Sulfigran | % | 0 | 0 | 0 | 0,3 |
| Ofentemperatur | °C | 479 | 479 | 477 | 476 |
| Pesteabbau | | | | | |
| Asphalt a.R.K. | % | 85,5 | 82,7 | 87,1 | 89,4 |
| | % | 14,9 | 16,6 | 13,8 | 10,8 |
| Ausbeute auf Kohle + Teer | % | 85,6 | 85,6 | 88,5 | 94,7 |
| davon Öl | % | 60,7 | 50,3 | 52,4 | 48,2 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 23,2 | 20,1 | 18,3 | 20 |
| Ölgewinn auf Teer | % | 92,9 | 77,7 | 83,7 | 76 |
| Vergasung a. Ausbeute + Verg. | % | 9,2 | 7,4 | 7,2 | 4,1 |

### Versuch 2a-b.

Mit dem Kohledurchsatz 0,7 wurde bei 479° ein zu hoher Ölanteil an der Gesamtausbeute erhalten. Dies sowie der im Vergleich zu Versuch 1a viel bessere Asphalt- und Pesteabbau zeigen den günstigen Effekt vor allem der Temperaturerhöhung.

Aus dem Ölgewinn ließ sich ein brauchbares Heizöl nicht erhalten, da bereits das Öl über 200° mit + 7° einen zu hohen Stockpunkt bewies, und da das Schweröl mit 1,02/20° ein zu niedriges Gewicht aufwies. Die vorgeschriebene Höchst-Viskosität von 30°E/20° wäre durch Abschneiden bei 290° zu erreichen gewesen.

---

1) Zusammenstellung 20533i Rank v. 15.8.42

**Versuch 2c-d.**

Mit Kohledurchsatz 1,0 stellte sich die Ausbeuteverteilung richtig ein. Wie zu erwarten war, ergaben sich etwas ungünstigere Werte hinsichtlich Peste- und Asphaltabbau und eine niedrigere Vergasung. Das Toppöl aus Abschlamm war zwar schwerer als das aus Versuch 2b, aber mit 1,01 für ein Heizöl noch zu leicht. Sein Stockpunkt war mit +13° noch ungünstiger. Eine weitere kurzzeitige Durchsatzsteigerung auf 1,25 ließ rd. 120 % Brikettiermittel a. Kohle anfallen.

**Versuch 2e-f.**

Um den Ölgewinn zu steigern, wurden der Kohle 1,5 % ungeschwefelte Bayermasse und dem Teer 1,5 % alkalisierter Grude-Eisenkontakt zugesetzt. Der Durchsatz wurde mit 0,7 ebenso hoch eingestellt wie bei den Versuchen 2a-b, die Temperatur lag um 2° niedriger. Diese relativ geringe Temperaturverminderung führte trotz der Kontaktzugabe zum Absinken des Ölanteils der Ausbeute von 60,7 auf 52,4 %. Demgegenüber fallen die chemisch erkennbaren Auswirkungen der Kontakte, nämlich eine geringe Verbesserung des Peste- und Asphaltabbaus, nicht ins Gewicht. Die bessere Vergasung ist vielleicht mehr der Temperaturänderung zuzuschreiben. Ein deutlicher Kontakteffekt zeigte sich dagegen in der Senkung des Stockpunktes bei dem Toppöl über 200° aus Abschlamm von +7° auf rd. -5°. Das spezifische Gewicht und die Viskosität blieben unverändert. Da somit der Ölgewinn als Heizöl nicht verwendet werden kann, ist die Zugabe der Eisenkontakte bei dieser Fahrweise nicht lohnend.

Die verhältnismäßig geringen Abweichungen der 10-Ltr-Ofen-Resultate von denen des Großversuches können im wesentlichen zwanglos durch die Unterschiede der Fahrweisen erklärt werden. Die dünnere Anreibung und der Verzicht auf die Abschlammrückführung lassen von vornherein trotz des ein wenig höheren Durchsatzes etwas bessere Peste- und Asphaltabbauzahlen erwarten. Das Fahren bei um 1° niedrigerer Temperatur mit höherem Durchsatz und ohne Rückführung hat eine geringere Vergasung ergeben; im 10-Ltr-Ofen wäre allerdings diese Senkung vermutlich nicht ganz so weit gegangen. Im Kleinversuch ist die Ausbeute infolge der höheren Aufarbeitungsverluste wohl etwas zu niedrig, im Großversuch vielleicht ein wenig zu hoch bestimmt.

## Versuchsgruppe 3

## P 1376

Weitere Versuche wurden mit Lurgi-Heißteer von der Schlesag aus Carsten-Zentrum-Kohle (P 1376) durchgeführt. Um den Kohlebrei pumpbar zu machen und den Ofen besser zu beherrschen, wurde die Abschlam[illegible]ckführung auf 1:1 erhöht. Der unverdünnte Teer eignete sich infolge seiner Zähigkeit und seiner Neigung zu Polymerisationen in der Wärme nicht als Anfahröl und als Spülöl. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle denen mit Gesamtteer (2a-b) bei praktisch gleicher Temperatur und gleichem Kohledurchsatz gegenübergestellt.

| Teer | | P 1376 | P 150⁴ Orig. |
|---|---|---|---|
| Anreibung Kohle:Teer | | 50:50 | 45:55 |
| Kohle:Rückführabschlamm | | 1:1 | 1:0,5 |
| Temperatur | °C | 478 | 479 |
| Kohledurchsatz | | 0,69 | 0,71 |
| Festeabbau | | | |
| Asphalt a.R.K. | % | 84,1 | 85,5 |
| | % | 13,4 | 14,9 |
| Ausbeute auf Kohle + Teer | % | 83,6 | 85,6 |
| davon Öl | % | 42,8 | 60,7 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 30,9 | 23,2 |
| Ölgewinn auf Teer | % | 84,5 | 92,9 |
| Vergasung auf Ausbeute + Verg. | % | 10,4 | 9,2 |
| Bilanz Nr. | | 3a-b | 2a-b |

Der Abbau des Festen und des Asphaltes wird durch die Art des zugesetzten Teeres nicht wesentlich beeinflußt. Der etwas bessere Asphaltabbau bei P 1376 ist wahrscheinlich auf dessen hohen Chlorgehalt zurückzuführen. Infolge der etwas höheren Vergasung und Wasserbildung ist die Ausbeute auf Teer + Kohle ein wenig geringer. Vor allem aber ist, wie vorauszusehen, der Ölgewinn aus dem dicken Heißteer um fast 50 % geringer und besteht zu einem größeren Teil aus schweren Ölen. Um genau gleiche Teile Öl und Brikettiermittel zu gewinnen, hätte der Durchsatz vermutlich etwas vermindert werden müssen, da eine wesentliche Steigerung der Ofentemperatur nicht ohne Gefahr gewesen wäre. Um den Ofen ruhiger zu legen, wurde die Temperatur im Versuch 3b etwas gestaffelt; dies hatte auf die Ergebnisse keinen erkennbaren Einfluß.

Im Vergleich zu dem Anfall aus Versuch 2b+) war das in diesem Versuch erhaltene Benzin seinen Eigenschaften nach fast unverändert. Das Mittelöl, das hier zu einem größeren Teil aus neugebildeten Anteilen besteht, war wasserstoff- und phenolärmer. Das Schweröl enthielt weniger niedrigsiedende Bestandteile und hatte ein höheres spezifisches Gewicht. Überraschenderweise hatte der Ölgewinn über 200° einen besseren Stockpunkt, und durch Stellen des Schweröls mit 10 % Mittelöl wurde sogar ein allen Testen genügendes Heizöl (Stockpunkt -5°) erhalten. Bei der Hydrierung des Schwelheißteeres ohne Kohle ++) bei etwas niedrigerer Temperatur (474°) waren Abstreiferschweröle mit Stockpunkten bis zu + 19° angefallen.

---

+) (mit Gesamtteer)

++) z. Zusammenstellung 203441, Hu vom 2.6.42 (P 1376 auf Schweröl) Heizöluntersuchung

## Versuchsgruppe 4

## P 1504 getoppt

In grundsätzlich gleicher Weise wie der Heißschwelteer wurde der Topprückstand aus dem Gesamtteer P 1504 untersucht, der sich von dem P 1376 analytisch nur wenig unterschied. Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

| Versuch Nr. | | 4a | 4b | 4c | 4d |
|---|---|---|---|---|---|
| Kohle:Teer | | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:0,75 |
| Kohle:Rückführabschlamm | | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle:Schweröl-Rückführung | | 0 | 0 | 0 | 1:0,25 |
| Bayermasse a.T.K. | % | 0 | 0 | 1,5 | 1,5 |
| Temperatur | | 477 | 478 | 478 | 478 |
| Kohledurchsatz | | 0,60 | 0,69 | 0,67 | 0,68 |
| Festeabbau | % | 84,3 | 85,2 | 88,6 | 89,2 |
| Asphalt a.R.K. | % | 18,8 | 15,1 | 13,7 | 14,0 |
| Ausbeute a. Kohle + Teer | % | 89,2 | 83,8 | 87,3 | 85,8 |
| davon Öl | % | 40,0 | 41,2 | 50,0 | 47,4 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 29,0 | 20,5 | 27,7 | -7,5 |
| Ölgewinn auf Teer | % | 80,3 | 82,1 | 100,0 | 100,7 |
| Vergasung auf Ausbeute + Verg. | % | 8,3 | 7,7 | 7,8 | 8,9 |

### Versuch 4a und b.

Der Vergleich der beiden Bilanzen miteinander zeigt, daß bei dieser Fahrweise bezüglich des Feste- und Asphaltabbaues einer auch geringfügiger Temperaturerhöhung mehr Einfluß zukommt als dem Durchsatz. Das Gleiche zeigt sich im Schwerölanteil des Ölgewinns. Dieser ist übrigens in Versuch 4b geringer als im Versuch 3a-b mit P 1376 bei gleichen Bedingungen, d.h. der Topprückstand des Gesamtteeres enthält leichter spaltende Bestandteile als der Heißteer. Die Vergasung ist mit Topprückstand deutlich niedriger. Die Öle zeigen keine charakteristischen Verschiedenheiten; das Mittelöl ist in siedegleichen Fraktionen etwas schwerer, das Schweröl etwas leichter und dünnflüssiger als das aus Versuch 3. Das Schweröl war im Gegensatz zu dem aus Schwelheißteer infolge seines hohen Stockpunktes (+ 19°) und seines etwas zu niedrigen spezifischen Gewichtes als Heizöl nicht brauchbar.

### Versuch 4c.

Durch Zugabe von 1,5 % Bayermasse zur Kohle bei sonst gleichbleibenden Bedingungen wurde eine Verbesserung des Feste- und Asphaltabbaues und des Ölgewinns erhalten. Letzterer vermehrte sich allerdings überwiegend um Fraktionen über 325°. Bei der Verarbeitung des Teerrückstandes scheint somit die Kontaktzugabe wirkungsvoller zu sein als bei der Verwendung des Gesamtteeres.

**Versuch 4d:**

Da das erhaltene Schweröl sich nicht als Heizöl eignet, wurde es zurückgeführt unter Beibehaltung der bisherigen Kohlekonzentration im Brei, d.h. der zur Anreibung verwendete Teer wurde um die gleiche Menge vermindert. Die übrigen Bedingungen blieben unverändert. Für den Abbau von Benzolunlöslichem und den Asphaltspiegel wurden dieselben Werte wie im Versuch 4c erhalten. Dagegen stieg durch die erzwungene Schwerölspaltung die Vergasung um 1 % an, was auch in der Verringerung der Ausbeute zu merken war. Die Schwerölrückführung war mit Kohle:Schweröl = 1:0,25 etwas zu hoch gegriffen; es stellte sich ein geringer Schwerölunterschuß ein. Der Versuch, der nicht länger ausgedehnt werden sollte, hat jedenfalls gezeigt, daß das entstandene Schweröl auch im gleichen Prozeß ohne wesentliche Verschlechterung der Ergebnisse weiterverarbeitet werden kann.

In der Versuchsgruppe 4 trat ein gewisses Asche-Absitzen auf. Vermutlich handelte es sich hierbei um eine durch zufällige Störungen bedingte Erscheinung, da mit dem mittelölreichen Gesamtteer in Versuchsgruppe 2 keine derartige Beobachtung gemacht wurde.

---

Die beim Toppen des Absohlamms erhaltenen Brikettiermittel hatten im Mittel folgende Zusammensetzung:

8,3 % Asche (es wurde Kohle mit Aschegehalten von 5 - 6,5 % verwendet)

12,4 % nicht abgebaute Kohle (Tetralin-Kresol-Festes minus Asche)

6,7 % hochmolekulare Asphalte (Benzolfestes minus Tetralin-Kresol-Festes)

21,7 % s-Asphalt

49,0 % asphaltfreies Schweröl.

Nach Untersuchungen von Dr. Bähr sind sie zur Herstellung von Briketts für die Steinkohleschwelung gut geeignet.

Im Erweichungspunkt ergaben sich erhebliche Streuungen (siehe Tabelle 7), die auf die Primitivität der benutzten Blasendestillation zurückzuführen sind. Zwischen Erweichungspunkt und Gehalt an Tetralin-Kresol-Festem besteht kein Zusammenhang. Dagegen nimmt der Erweichungspunkt mit steigendem Gehalt an Asphalten zu. Ein Zusammenhang zwischen Erweichungspunkt, den hier genannten Asphaltzahlen und den Ergebnissen der Asphaltzerlegung nach Suida-Motz war nicht aufzufinden. Dies verstärkt den auch aus anderen Ergebnissen gewonnenen Eindruck, daß die Zerlegungsmethode Suida-Motz auf die Untersuchung von Produkten der Hydrierung nicht ohne weiteres anwendbar ist.

Die Destillationsrückstände ergaben bei der Laborschwelung Ölausbeuten von rund 47 % (s. Tabelle 17). Die Schwelgase enthielten rund 65 % Wasserstoff.

Die Abschlämme erwiesen sich als praktisch nicht filtrierbar, wie dies auf Grund der Versuchsbedingungen (hohe Durchsätze) vorauszusehen war.

## Versuchsanordnung.

Normaler 10-Ltr-Ofen

| Breischlangen | Ofen | Anfahrtag | gelitert zu |
|---|---|---|---|
| | 451 | 25. 9.41 | 905 ccm |
| | 455 | 20.12.41 | 950 " |
| | 451 | 28. 1.42 | 1170 " |
| | 451 | 10. 2.42 | 1100 " |
| | 455 | 30. 4.42 | 1070 " |

| Ofen | Reaktionsvolumen | gelitert zu | Versuchsgruppe |
|---|---|---|---|
| 451 | 8,50 | Ltr | 1 |
| 455 | 8,00 | " | 2 |
| 451 | 8,20 | " | 2-3 |
| 455 | 8,20 | " | 4 |

Abscheider

Übergang zwischen Ofen und Abscheider ohne Isolation

Luftkühlung am Übergang und am Abscheider

elektrisch beheizt.

---

Ofen 451 vom 22.10. - 8.11.41
455 " 20.12.41 - 18. 1.42
451 " 28. 1. - 18. 2.42
455 " 30. 4. - 21. 5.42

---

## Versuchsverlauf.

### 1. Versuch mit P 1496

### Ofen 451

22.10.41 Unter Druck, 600 atm, 8000 Ltr Nullgas über Dach

Ab 12 mV mit Einlauf: P 1496, Sendung I (Lurgi Spülgas-teer aus Kohle Hohenzollerngrube, T.S.R. Kissen-briketts)

Ab 22 mV mit Kohlebrei:
K 1242 vom 28.4.41 geschroten, getränkt mit 1,2 % 1181 ($FeSO_4 \cdot 7\,aq$), getrocknet und gemahlen
+ P 1496 Sendung I Kohle:Teer 45:55

Eine solche Mischung war nach der Beurteilung von Anreibeproben pumpbar.

+ Rückführabschlamm 1:0,3

Kohledurchsatz 6,3 kg/Std, Gasmenge 0,5 cbm/kg Kohle

Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 23,5 mV[1], Ofen konstant 23,5 mV, Abscheider 7,5 mV

Aufarbeitung: Abschlamm + Abstreifer getoppt bis auf einen Rückstand mit 75° Krämer-Sarnow nach Labor-probe, Destillat zerlegt in Benzin - 200°, Mittelöl 200 - 325° und Schweröl.

23.10. 3 x Druckdifferenzen bis zu 400 atm zwischen Abscheider und 10-Ltr-Gefäß, durch Wasserspülung behoben. Die regelmäßige Spülung wurde von 8x50 auf 8x100 g/Schicht erhöht und die Ausgangsleitung des Ab-scheiders zusätzlich mit Dampf beheizt.

Infolge der kalten Temperatur des Abscheiders hatten sich größere Ammonsalzmengen vor der Wasserspülung abgesetzt.

24.10. Abscheiderausgang zu. Verstopfung durch Wasserspülung beseitigt.

Die Verstopfung trat nun in der Produktabzapfventil-gruppe auf.

Offenbar hatte sich auch organischer Druck an der Verstopfung beteiligt.

Zur Auswechslung der Ventile umgestellt auf Öl (P 1496), Ofen und Abscheider ausgeschaltet und Druck auf 50 atm zurückgenommen.

Druck wieder vor auf 600 atm, hochgefahren.

Mit Kohlebrei wie bisher.

Ofentemperatur vor auf 24,5 mV.

Die Ölausbeute war zu gering.

---

1) Klemmentemperatur 40°

25.10. 2 x Ausfall der K B P 1, da die Saugleitung zuging.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung des Abscheiders erhöht auf 200 g/Std. mit M P 4

Zur Vermeidung der Ammonkarbonatansätze.

26.10. Beheizung der Kohlebreigefäße und der K B P umgeschlossen auf Mitteldruckdampf.

Um das Verstopfen der Breileitung zu verhindern (s. 25.10.) Ausfall bei der K B P, da die Saugleitung sich wieder verstopfte. Leitung freigemacht.

27.10. Druckleitung zwischen K B P und Teereingang ging zu. Der Rührer des Anmaischgefäßes blieb stehen, da der Brei zu dick wurde.

Der Teer polymerisierte bei längerem Erhitzen so stark, daß er beim Abkühlen fest und glashart wurde.

Ofendruck auf 230 atm und Temperatur auf 15 mV zurückgenommen. Ofen und Schlange mit Hilfe der H P mit P 1496 gespült. Trotz Vorfahren der K B P auf 900 atm gelang es nicht, die Druckleitung freizudrücken. Daher wurden der Ofen leergeschlammt, die Druckleitung gelöst und ihre einzelnen Teile durch Erhitzen und Durchblasen frei gemacht. Die Verstopfung begann am Element-T-Stück und erstreckte sich auf eine Länge von 1 m.

Auch die Druckleitung und die Ansauggefäße wurden nun mit Mitteldruckdampf beheizt.

Nach Zusammenbau wieder angefahren.

Mit Kohlebrei ab 22,5 mV; das Anreibeverhältnis wurde auf 40:60 geändert, um einen weniger zähen Brei zu erhalten.

28.10. Mehrfach Ausfälle der K B P infolge Verstopfung der Saugleitungen. Dabei zeitweise mit Öl gefahren.

Anreibung wieder vor auf 45:55. Mit Abschlammrückführung 1:0,3.

Die Anreibung 40:60 hatte sich nicht bewährt.

29.10. Ausfall des Mitteldruckdampfes. Daher zeitweilig umgestellt auf Öl und die Temperatur zurückgenommen auf 22,5 mV. Nach Anlegen eines Anschlusses mit Drossel an das Hochdruckdampfnetz wieder mit Kohlebrei wie zuvor.

31.10. ab <u>Bilanz 1a</u>

Anschließend Ofentemperatur vor auf 25,0 mV konstant.

Der Ölgewinn sollte gesteigert werden.

1.11. Ofen kurzzeitig hoch auf 27 mV infolge einer Pumpenstörung.
Eine Wohnädigung war nicht anzunehmen.
Abschlammarbeitsrührung vor auf 1:0,5

Der Ofen war trotz niedrig gefahrenen Vorheizers sehr temperaturempfindlich gewesen.

Mit P 1496 Sendung II (Übergangsteer Largi Spülgas aus T.S.H.- und Anko-Kleinbriketts)

2.11. Mit P 1496 Sendung III (Kollergangteer aus Anko-Eierbriketts)

3.11. ab

Bilanz 1b

Während der Bilanzzeit wie täglich Pumpenausfälle

Anschliessend mit P 1496 Sendung IV (Koppersteer aus Anko-Kleinbriketts)

Standstörung an Abscheider aus unbekannten Grund, durch Spülen behoben.

4.11. 300 ata Überdruck an M P 2 (Ofen unten), mit HP durchgerissen.

Möglicherweise neigte der Kohlebrei in dem dünnen Teer zum Absitzen.

5.11. Behälzung der KBP umgestellt auf Niederdruckdampf.

Der Kohlebrei wurde mit der neuen Teersendung sehr dünn. Es sollte die Bildung von Gasblasen in der Pumpe vermieden werden.

Gasmenge vor auf 3,0 cbm/kg Kohle.

Die Olausbeute war noch zu gering.

7.11. Ofentemperatur vor auf 25,2 mV
um mehr Öl zu erhalten.

8.11. ab

Bilanz 1c

Zur Vornahme einer dringenden Vorversuchen für Ka 904 wurde umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 3 x abgeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

| Analyse | % Rostan | % Asche i.T. | % o-Anteil i.Öl |
|---|---|---|---|
| Ofenatmosphäre I | 22,6 | 64,3 | 6,9 |
| Kaltfahröl | 4,6 | 13,0 | 11,1 |

Die Mahlfeine wurde zu 1000 cem gegen 905 cem beim Einlauf geliefert. Sie war also sauber, und die erste Lieferung war falsch gewesen.

Der Ofen wurde mit 7,9 Ltr gegen 3,5 Ltr beim Einlauf geliefert. Vermutlich hatte der dünne Kohlebrei einen zum Absitzen geneigt.

## 2. Versuche mit P 1504 Orig.

### Ofen 455

20.12.41 Ofen angeheizt unter 600 atm, 8000 Ltr Nullgas über Dach

/Karsten-Zentrum Ab 12 mV mit Einlauf: P 1504 (Schwelteer aus der schlesischen Kohle/~~xxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxx~~) Original vom 4.11.41 (aus KW 515 643), Durchsatz 5 kg/Std.

Der Versuch sollte nun mit dem richtigen Schwelteer, wie er in Schlesien anfallen wird, wiederholt werden.

21.12. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei:

K 1242 vom 28.4.41, getränkt mit 1,2 % 1181 ($FeSO_4 \cdot 7$ a getrocknet und gemahlen + P 1504 45:55 + Abschlamm-rückführung 1:0,5

Kohledurchsatz 6,0 kg/Std.; Gasmenge 3,0 cbm/kg Kohle

Es waren folgende Temperaturen vorgeschrieben: Schlange max. 23,5 mV, Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider konstant 10,0 mV

$E_3$ und $E_4$ von Ofen hoch auf 30 - 31 mV durch Versehen der Bedienung.

gestellt auf P 1504 und kaltgefahren.

Es mußte eine Verkokung in der Mitte des Ofens befürchtet werden.

22.12. Ofen 3 x leergeschlammt, ging gut. Den Abschlamm-Mengen nach war der Ofen weitgehend [illegible]ber. Der aus Sicherheitsgründen trotzdem vorgenommene Ausbau zeigte koksartige Ablagerungen am mittleren Teil des Rührers in Menge von 110 g (91,6 % F, 25,3 % Asche i.F., 68,26 % C, 4,35 g H/100 C).

Der Ofen erwies sich beim Ausleuchten im übrigen als sauber.

23.12. Nach Wiedereinbau des Rührers angefahren wie am 20. und 21.12.

24.12. Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor.

31.12. ab

Bilanz 2a

4.1.42 ab

Bilanz 2b

Anschließend Kohledurchsatz vor auf 8,0 kg/Std.

Es wurde erhofft, die Leistung ohne zu weitgehendes Absinken der Spaltung erhöhen zu können.

7.1. Ausfall beider KBP infolge einer Verstopfung der Ansaugleitung. Dadurch ging der Ofen hoch auf 29 mV. Es wurde auf Öl (P 1504) umgestellt. Nach 5 Std. wieder umgestellt auf Kohlebrei.

Es wurde angenommen, daß sich der Ofen durch das Ölfahren weitgehend gereinigt habe, zumal er durch das Hochgehen auf höhere Temperaturen am 21.12.41 auch nicht wesentlich geschädigt worden war.

5.1. ab — **Bilanz 2c**

Anschließend Kohledurchsatz weiter vor auf 10,0 kg/Std.

Die obere Grenze des Durchsatzes sollte ermittelt werden.

10.1. Kohledurchsatz wieder zurück auf 8,0 kg/Std.

Es waren auf Kohle bezogen nun 120 % Destillationsrückstand anstelle der angestrebten 100 % angefallen.

12.1. ab — **Bilanz 2d**

Später Ofen hoch auf 26,5 mV infolge Ausfalls einer KBP

13.1. 1,5 % auf Kohle bezogen 6512 (ungeschwefelte Bayermasse) und 1,5 % auf F 1504 bezogen 7685 (Grude-Eisen alkalisiert), beide Kontakte kolloidal in Schweröl gemahlen zum Brei.

Es wurde eine Steigerung des Ölgewinns ohne zusätzliche Vergasung angestrebt.

15.1. Umgestellt auf Öl wegen Reparatur der Schalttafel.

Kaltgefahren wegen Defektes des Abscheiderrührers, an dem die Hülse undicht war. Ofen 3 x leergeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

| Analysen | % Festes | % Asche im Festen |
|---|---|---|
| Ofenabschlamm I | 18,0 | 1,8 |
| Kaltfahröl | 63,2 | 0,1 i. Qz. |

16.1. Nach Beendigung der Reparatur wieder angefahren.

17.1. Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.

Der Ofen wurde an der druckfesten Hülse undicht und brannte. Alles ausgeschaltet, umgeschlossen auf $N_2$. Die Schlange hatte beim Versuch, sie durchzublasen, nur wenig Durchgang.

18.1. Wie der Ausbau zeigte, war die druckfeste Hülse, offenbar infolge unrichtigen Einbaus des Rührers, durch dessen Ringscheiben an mehreren Stellen fast und an einer ganz durchgeschliffen. Der Ofeninhalt hatte sich durch das plötzliche Entspannen in harten Koks verwandelt, sodaß es nicht gelang, den Rührer zu ziehen. Der Ofen wurde ausgebohrt.

Ofen 451

28.1. Zur Weiterführung des bisherigen Versuches angefahren wie bisher.

29.1. Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie bisher.
Kohledurchsatz 8,0 kg/Std.
Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider verstärkt von normal 50 g/Schicht auf 200 g/Std.

Durch das Kaltfahren des Abscheiders verstärkten sich die Ammonsalzablagerungen in der Ausgangsleitung (s. 23. und 24.10.41)

3.2. ab Bilanz 2e

Anschließend Kohledurchsatz zurück auf 6,0 kg/Std.

Der Anfall an Destillationsrückstand überstieg den Kohleeingang.

4.2. Ofen 2 x hoch auf 27 - 27,5 mV

Da es gelang, den Ofen jedesmal rasch herunterzukühlen, wurde angenommen, daß er nicht geschädigt war. Da die Untersuchung ergab, daß die Ofenheizkreise richtig angeschlossen waren, war ein besonderer Grund für die Störungen zunächst nicht zu sehen. Später stellte heraus, daß die Temperaturmessung des Vorheizer-elementes $S_4$ nicht zuverlässig war.

5.2. Ofen ($E_4$)wieder 2 x hoch auf 27,5 mV
$S_3$ der Breischlange max. 22,5 mV

Die Temperaturmessung von $S_4$ erschien nicht richtig. Durch Niedrigerfahren der Vorheizung sollte die Lage des Ofens stabilisiert werden.

6.2. ab Bilanz 2f

Anschließend Kohledurchsatz vor auf 8,0 kg/Std.

Es sollte noch einen Tag weitergefahren werden, um Abschlamm für das Anfahren des nächsten Versuches zu erhalten.

7.2. Umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 4 x abgeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber. Dies war auch deshalb zu vermuten, weil die Temperatur beim Hochgehen 27,5 mV nie überschritten hatte.

Die Schlange wurde ausgebaut und zu 1100 ccm golitert. Da sie somit nur 6 % ihres Anfangsvolumens eingebüßt hatte, wurde sie wieder eingebaut. Das Element $S_4$ hatte zu weit vom Ausgang entfernt gesessen; durch die infolgedessen zu niedrige Temperaturanzeige veranlaßt war der Vorheizer anfänglich zu hoch gefahren worden; dies hatte zu der Instabilität des Ofens geführt.

## 3. Versuch mit P 1376.

### Ofen 451

10.2. Angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr Nullgas über Dach
Ab 10 mV mit Einlauf: P 1504
Der Schwelheißteer war als Startöl zu dick.

11.2. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei.
K 1242 vom 28.4.41, getränkt mit 1,2 % 1181, getrocknet und gemahlen
+ P 1376 vom 17.10.40 1:1
+ Abschlamm, zunächst vom vorigen Versuch, 1:1
Die hohe Abschlammrückführung diente dazu, den Brei besser pumpbar zu machen.
Kohledurchsatz 6,0 kg/Std. Gasmenge 3,0 cbm/kg
Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 23,5 mV, Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider konstant 10 mV

12.2. Überdruck an M P 2 (Ofen unten) bis zu 400 atm. Spülung deshalb umgestellt auf Abstreiferschweröl.
Das bisher in den Ofen eingedrückte P 1376 war zu dick für die engen Leitungen.
Mit eigener Abschlammrückführung.

13.2. Vorübergehend Druckabfall auf 500 atm infolge einer Kompressorstörung.

14.2. ab Bilanz 3a

Höchsttemperatur der Schlange zurück auf max. 22,5 mV, Luftbadboden-, Bad- und Mantel-Elemente zurück von max. 26 auf max. 24 mV.
Diese Vorschriften bedeuteten keine Änderung der Fahrweise, sondern nur eine Vorsichtsmaßnahme, die nötig erschien, weil P 1376 in früheren Versuchen in der Vorheizung empfindlich zu sein schien, und weil auch hier die Temperaturdifferenz $S_4/M$ 1 sehr hohe Werte annahm.

15.2. Ofen hoch auf 28,5 mV.
Vermutlich wurde er nicht geschädigt.
Stromausfall, solange mit H P Schweröl in den Toreingang gedrückt. Der Nullgasdruck fiel zeitweise bis auf 180 at ü. Nach Beendigung der Störung wieder umgestellt auf Kohlebrei.

16.2. Ofen hoch auf 27,5 mV
Auch vorher hatte die Temperatur unruhig gelegen.

1693

17.2. Spülung des Abscheiderstandschauglases (M P 1) verstärkt von 200 auf 300 g/Std.

Das Schauglas wurde immer wieder dunkel, wogegen die Reinigung mit der Bürste nichts half.

Zulässige Staffelung der Ofentemperatur erweitert von 0,3 - 1,5 auf 0,3 - 2,5 mV

Die bisherige Angabe ließ sich nicht ausführen, da der Ofen bei zu geringer Staffelung nicht beherrscht werden konnte.

ab 18.2. Bilanz 3b

Das Abscheiderstandschauglas wurde wieder dunkel. Ein Versuch, es mit Kresol sauber zu spülen, blieb erfolglos.

Umgestellt auf Öl (P 1504) und kaltgefahren.

Es sollte im gleichen Ofen ein eiliger Versuch mit Brüxer Teer durchgeführt werden.

Ofen 3 x leergeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber.

| Analysen | % Festes | % Asche i.F. | % s-Asphalt |
|---|---|---|---|
| Ofenabschlamm I | 5,2 | 60,4 | 12,2 |
| Kaltfahröl | 1,7 1) | 0,5 i.G. | 28,7 |

1) mit Benzol und Alkohol 80:20

1.- Die hohe Temperaturdifferenz S/M 1 war möglicherweise dadurch entstanden, dass das Element M 1 nicht bis zum Anschlag eingeschraubt war.

4. Versuch mit P 1504 getoppt.

Ofen 455

30.4.42 Angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr Nullgas über Dach

Ab 10 mV mit Einlauf P 1504 Qrlg.

Um den getoppten Teer zu sparen.

1.5. Abscheider am Ausgangsstutzen undicht.

Schuld war, wie die Untersuchung ergab, ein Schweißfehler.

Kaltgefahren und Abscheider ausgewechselt.

2.5. Erneut angefahren.

Stromausfall infolge einer Störung in Oppau. Da außerdem die Nullgaszufuhr ausfiel, wurde umgeschlossen auf $N_2$ und leergeschlammt.

Nach Beendigung der Störung wieder angefahren.

3.5. Ab 22 mV mit Kohlebrei:

Kohle und aufgetränkter Kat. 1181 wie zuvor

+ P 1504 getoppt - 325° 1:1

+ Abschlammrückführung 1:1

Kohledurchsatz 6,0 kg/Std., Gasmenge wie bisher.

Vorgeschriebene Temperatur: Schlange max. 22,5 mV, Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider 16 mV

Die Bedingungen sind also die gleichen wie bei dem Versuch Nr. P 1376.

4.5. Ofen hoch auf 29 mV infolge Pumpenstörung

5.5. Ausfall der beiden KBP, durch Spülen behoben

ab Bilanz 4a

6.5. Abscheiderstandschauglas wurde dunkel, mit Kresolspülung gereinigt

7.5. Kresolspülung (s. 6.5.) wiederholt.

8.5. ab Bilanz 4b

Anschließend mit 1,5 % Kat 6531 (geschwefelte Bayermasse) 50%ig kolloidal in Schweröl über 325° aus Ofen 455 zum Brei.

Der Ölgewinn sollte gesteigert werden.

10.5. Überkotzen des Ofens, da das Abscheiderstandschauglas dunkel war. Auch durch Spülen mit Kresol war keine entscheidende Besserung mehr zu erzielen. Infolge dadurch unregelmäßigen Abschlammens ging der Ofen kurzzeitig hoch auf 27,5 mV.

Es konnte angenommen werden, daß er nicht geschädigt sei.

13.5. Beim Durchreißen einer Verstopfung des Produktabzapfventils zerbrachen beide Tauchgläser. Deshalb wurden 17,15 die Produkt- und Abschlammgasanalysen abgehängt und die Tauchgläser repariert.

13-13$^{45}$ ins Freie entschlammt wegen Auswechselung des undicht gewordenen Abschlammventils 4

abl

**Bilanz 4c**

1993

19$^{00}$ Ofen hoch auf 27 mV, da der Stand schlecht zu erkennen war.

Umgestellt auf neue Anmaischung: Anreibung 1:1, Anreiböl = Teer + Destillatschweröl über 325° 6:1 + Abschlammrückführung 7:6. Kohledurchsatz vor auf 7,0 kg/Std.

Das anfallende Schweröl sollte zur bisherigen Einspritzung zusätzlich dazu gefahren werden und im Anreibeverhältnis 1:1 dazu Kohle, da eine weitere Verarbeitungsstufe für das als Heizöl sicher nicht ohne weiteres verwendbare Schweröl das Verfahren zu sehr komplizieren würde.

14.5. Umgestellt auf P 1214 get. und kaltgefahren

Mit dem völlig undurchsichtigen Standschauglas konnte nicht mehr weitergefahren werden.

Beim Kaltfahren hatte der Ofenrührer Widerstand und kratzte.

4 x abgeschlammt. Zuerst verstopfte sich die Abschlammleitung zwischen Ventil 3 und 4 und Ventil 4 selbst. Der Zwischenbogen wurde ausgebaut und die Abschlammleitung an Ventil 3 angeschlossen. Daraufhin ging das Abschlammen gut. Die Abschlammventile 1-3 wurden undicht. Die Mengen waren nicht allzu befriedigend.

| Mengen | I | II | III | IV |
|---|---|---|---|---|
| Ofen | 4 600 | 7 400 | 6 800 | 8 000 |
| Abscheider | 600 | 1 200 | 1 800 | 4 200 |

Im Ofenabschlamm I hatte sich viel kohleartiger Dreck abgesetzt, auch wurde sandiger Dreck im ausgebauten Ventilbogen gefunden, der zu 95,8 % aus Asche mit 7,38 % Fe bestand.

| Analysen | % Festes | % Asche i.F. | % n-Asphalt i.Öl |
|---|---|---|---|
| Ofenabschlamm I | 5,9 | 66,7 | 3,2 |
| " III & IV | 1,2 | 0,1 : $G_3$ | 2,3 |
| Kaltfahröl | 0,2 | 0,02 : $G_3$ | 1,4 |

Alles deutet daraufhin, daß ~~xxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxx~~ ein gewisses Absitzen der Kohle-Asche im Ofen ~~xxxxxxxxxx~~ eingetreten war, vermutlich bedingt durch die häufigen Standstörungen.

15.5. Nach Auswechselung des Standschauglases wurde wieder angefahren.

Zweifellos neigte der Schwelteer dazu, das Schauglas zu verschmieren. Außerdem aber hatte die aus synthetischem Material angefertigte Bürste versagt.

16.5. Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.

Umgestellt auf neue Mischung: Kohle:Anreiböl:Abschlamm 1:1:1

Anreiböl = Teer + Schweröl 75:25

Kohledurchsatz zurück auf 6,0 kg

Mit 7,0 kg Durchsatz wäre zuviel Destillationsrückstand angefallen.

20.5. ab Bilanz 4d

Anschließend zur Beendigung des Versuches umgestellt auf Schweröl aus Kaltfahrabschlamm von Ofen 455 und kaltgefahren.

21.5. 3 x leergeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

| Analysen | % Festes | % Asche i.Gz. | % s-Asphalt i.Öl |
|---|---|---|---|
| Ofenabschlamm III | 1,2 | 0,23 | 1,6 |
| Kaltfahröl | 0,6 | 0,03 | 1,1 |

Der Ofen wurde ausgebaut; er war weitgehend sauber. Unten im Deckel fanden sich 200 g zerreibliche Absetzungen, die 92,5 % Anorganisches enthielten.

Die unterste Zackenkrone des Rührers war einseitig ausgebrochen. Die druckfeste Hülse war 15 cm unterhalb der Spitze einseitig angeschliffen.

Offenbar hatte sich der Rührer beim Aufstoßen am 14.5. etwas durchgebogen.

Die Schlange wurde ausgebaut und zu 970 ccm gelitert. Sie hatte nach einer Fahrzeit von rd. 17 Tagen nur 9 % ihres Anfangsvolumens verloren, war demnach praktisch nicht geschädigt.

## Tabellen-Verzeichnis


| | | |
|---|---|---|
| Tabelle | 1 a - c | Bilanzen |
| | 2 | Eigenschaften der Schwelteere |
| | 3 a - b | Benzinuntersuchungen |
| | 4 | Untersuchungen von Benzinfraktionen |
| | 5 | Mittelöl- und Schweröluntersuchungen |
| | 6 | Heizöluntersuchungen |
| | 7 | Untersuchung der Destillationsrückstände |
| | 8 | Elementaranalysen |
| | 9 a - c | Elementarbilanzen |
| | 10 a | Verteilung des als KW vergasten C |
| | 11 | Isobutangehalt |
| | 12 | Abwasseruntersuchungen |
| | 13 | Asphaltzerlegungen |
| | 14 | Abschlammfiltration |
| | 15 | Organisch gebundener Schwefel in Abgasen |
| | 16 | Toppen des P 1504 auf Brikettiermittel |
| | 17 | Schwelung von Destillationsrückständen |

## Bilanzen, Versuchsbedingungen

**Tabelle 1a**

| Bilanz Nr. / Ofen / Tag 1941/42 | 1a 451 31.10. | 1b 451 3.11. | 1c 451 8.11. | 2a 455 31.12. | 2b 455 4.1. | 2c 455 8.1. | 2d 455 12.1. | 2e 451 3.2. | 2f 451 6.2. | 3a 451 14.2. | 3b 451 17.2. | 4a 455 5.5. | 4b 455 8.5. | 4c 455 13.5. | 4d 455 20.5. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Druck | 600 atm | | | | | | | | | | | | | | |
| Kohle Nr. | K 1242 vom 28.4.41 | | | | | | | | | | | | | | |
| Asche i.T.K. | 5,2 | 5,1 | 5,1 | 6,7 | 4,9 | 5,9 | 5,0 | 6,5 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 6,4 | 5,4 | 5,6 | 5,4 |
| Vorbehandlung | geschroten, getränkt, getrocknet und gemahlen | | | | | | | | | | | | | | |
| Kontakte aufgetränkt % | 1,2 % 1181[1] | | | | | | | | | | | | | | |
| Roll. z. Brei | | | | | | | | | | | | | | | |
| a. T.K. % | 0 | | | 0 | | | 1,5% 6512[2] | | | 0 | | 0 | | 1,5% 6531 | |
| a. Teer % | 0 | | | 0 | | | 1,5% 7685[3] | | | 0 | | | | 0 | |
| Anreibung Kohle:Teer | 45:55 | | | 45:55 | | | | | | 1:1 | | 1:1 | | | |
| Art des Teeres | P 1496 | | | P 1504[7] Original | | | | | | P 1376[8] | | P 1504 getoppt - 325° | | | |
| | Sonderung | | | | | | | | | | | | | | |
| | I[4] | III[5] | IV[6] | | | | | | | | | | | | |
| Rückführung | | | | | | | | | | | | | | | |
| Kohle:Schweröl | 0 | | | 0 | | | | | | 0 | | 0 | | | |
| Kohle:Abschlamm | 1:0,5 | 1:0,5 | | 1:0,5 | | | | | | 1:1 | | 1:1 | | | 75:25 |
| Anwärmbedingungen | | | | | | | | | | | | | | | |
| Temperatur | | | | | | | | | | | | | | | |
| Schlange °C | 404 | 432 | 440 | 442 | 444 | 446 | 442 | 437 | 428 | 418 | 416 | 426 | 423 | 432 | 432 |
| Ofen °C | 466 | 473 | 480 | 480 | 478 | 478 | 480 | 478 | 476 | 478 | 478 | 477 | 478 | 478 | 478 |
| Abscheider °C | 176 | 202 | 202 | 244 | 244 | 266 | 275 | 218 | 218 | 236 | 218 | 253 | 258 | 244 | 244 |
| Durchs. kg RK/Ltr/h | 0,692 | 0,680 | 0,713 | 0,699 | 0,718 | 1,018 | 1,008 | 0,919 | 0,693 | 0,692 | 0,683 | 0,609 | 0,694 | 0,671 | 0,680 |
| " kg Teer/Ltr/h | 0,905 | 0,890 | 0,940 | 0,938 | 0,910 | 1,279 | 1,243 | 1,220 | 0,930 | 0,748 | 0,736 | 0,661 | 0,747 | 0,727 | 0,553 |
| Gas cbm/kg RK | 0,889 | 0,863 | 3,59 | 4,11 | 4,36 | 3,98 | 3,92 | 3,25 | 4,37 | 4,40 | 4,12 | 4,42 | 3,87 | 4,28 | 3,74 |
| Aufarbeitung | Anfall destilliert auf Benzin-200°, Mittelöl 200-325°, Schweröl über 325° und Rückstand mit 76° Kräser | | | | | | | | | | | | | | |

1) Fe $SO_4$ ..7 el
2) ...geschwefelte Bayermasse
3) Grude-Eisen, ...alisiert
4) Lurgi-Spülgasteer aus TSR (getoppt! Sonderrückstand) = Kissenbriketts
5) Kohlergasteer aus Anko (Anhydrierte Kohle) - Eierbriketts
6) Koppersteer aus Anko-Kissenbriketts
7) Schlesag Gesamtteer aus Carsten-Zentrum-Kohle
8) " Heißteer " " " "
9) geschwefelte Bayermasse

1101

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Kohlbilanz | % | 99,7 | 99,0 | 99,0 | 99,3 | 101,8 |
| Feste-Abbau (Benzol) | % | 79,5 | 79,2 | 80,8 | 84,5 | 86,5 |
| " " (Tetralin-Kres.) | % | 87,3 | 83,2 | 88,4 | 87,6 | 88,5 |
| Hochdruckölgewinn a.R.K. | % | 53,5 | 68,6 | 62,5 | 46,2 | 59,9 |
| Prakt.Ausbeute[1] a.Kohle + Teer | % | 92,6 | 92,6 | 92,4 | 85,5 | 87,6 |
| " Ölgewinn " " + " | % | 20,0 | 29,0 | 51,4 | 49,9 | 53,4 |
| " " " prakt.Ausb. | % | 21,6 | 31,3 | 55,7 | 59,8 | 61,1 |
| vom Öl -200° | % | 4,2 | 4,3 | 10,2 | 13,1 | 12,3 |
| 200-325° | % | 84,8 | 59,7 | 55,9 | 67,3 | 61,7 |
| Schweröl über 325° | % | 11,0 | 36,0 | 33,9 | 19,6 | 26,0 |
| Prakt. Ölgewinn-Leistung | | 0,319 | 0,465 | 0,870 | 0,842 | 0,870 |
| " Brikettiermittel-Leistung | | 1,158 | 1,023 | 0,694 | 0,566 | 0,555 |
| " Ausbeute-Leistung | | 1,477 | 1,488 | 1,564 | 1,408 | 1,425 |
| Vergasung a. prakt. Ausb. + Verg. | % | 4,6 | 4,1 | 3,4 | 9,3 | 9,0 |
| " a. " Ölgewinn + " | % | 18,2 | 11,9 | 5,9 | 14,7 | 14,0 |
| Vergastes C a. C in RK + Teer | % | – | – | – | 6,3 | 6,2 |
| davon als CO | % | 3,4 | 5,3 | 20,1 | 7,2 | 7,7 |
| " " $CO_2$ | % | 3,8 | 3,5 | 4,9 | 1,6 | 5,1 |
| Asphalt a.R.K. i.Ausgang | % | 29,9 | 25,2 | 27,4 | 7,47 | 14,9 |
| Abbau des Teergehaltes | % | -45,4 | -116,2 | -41,2 | 53,1? | 9,2 |
| Wasserbildg. a.R.K. + Teer | % | 4,0 | 1,5 | 3,3 | 6,6 | 7,1 |
| Asche aus/ein Benzol | % | 166,5 | 180,2 | 133,5 | 105,7 | 127,4 |
| " " " Tetr.Kres. | % | 140,2 | 157,1 | 131,2 | 110,6 | 145,9 |
| Prakt. Ölgewinn a. Reinteer | % | 35,4 | 52,7 | 92,5 | 90,0 | 95,8 |
| Brikettiermittel a.T.K. | % | 163,4 | 142,8 | 92,3 | 75,6 | 77,3 |

1) Öl + Brikettiermittel

2) Festes im Teer mit Benzol-Alkohol bestimmt

3) Abschlammgasanalyse vermutlich, daher Werte von Bilanz 2 f eingesetzt

Tableau 20

Problème

| 2c | 2d | 2f | 2g | 3a | 3b | 4a | 4b | 4c | 4d |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 99,0 | 100,0 | 100,0 | 101,3 | 100,5 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 99,0 | 100,0 |
| 78,0 | 87,4 | 66,4 | 87,8 | 86,8 [2] | 92,1 [2] | 84,3 | 89,2 | 89,0 | 88,2 |
| – | – | – | – | 90,3 | 90,1 | 89,5 | 85,8 | 92,2 | 92,2 |
| 44,4 | 57,5 | 63,0 | 60,7 | 49,7 | 53,2 | 71,2 | 48,8 | 68,8 | 65,3 |
| 85,4 | 85,8 | 89,5 | 87,4 | 82,4 | 86,0 | 89,2 | 85,8 | 87,3 | 85,8 |
| 46,7 | 43,4 | 42,5 | 45,8 | 40,2 | 44,6 | 45,4 | 43,2 | 56,8 | 47,4 |
| 47,6 | 52,9 | 52,5 | 52,3 | 48,8 | 52,5 | 44,8 | 49,1 | 57,3 | 51,0 |
| 11,3 | 11,2 | 10,3 | 10,5 | 10,8 | 10,8 | 11,0 | 13,0 | 17,2 | 10,6 |
| 76,5 | 66,8 | 69,3 | 75,3 | 53,7 | 58,9 | 59,4 | 66,5 | 58,1 | 90,9 |
| 19,2 | 22,0 | 20,4 | 18,2 | 29,3 | 32,3 | 21,2 | 20,5 | 27,7 | -7,5 |
| 0,938 | 1,022 | 1,035 | 0,764 | 0,596 | 0,808 | 0,626 | 0,618 | 0,719 | 0,577 |
| 1,032 | 0,911 | 0,936 | 0,696 | 0,626 | 0,667 | 0,744 | 0,636 | 0,536 | 0,719 |
| 1,970 | 1,953 | 1,971 | 1,460 | 1,222 | 1,435 | 1,168 | 1,240 | 1,255 | 1,092 |
| 7,0 | 7,8 | 5,8 | 8,5 | 10,8 [3] | 10,1 | 8,3 | 7,7 | 7,8 | 8,9 |
| 13,6 | 15,8 | 10,5 | 15,4 | 20,0 [3] | 17,5 | 17,0 | 14,3 | 12,9 | 15,5 |
| 7,2 | 5,3 | 5,9 | 5,9 | 10,8 [3] | 6,0 | 8,7 | 7,4 | 7,8 | 10,4 |
| 8,8 | 8,8 | 6,4 | 6,9 | 5,8 | 4,8 | 7,5 | 7,8 | 10,4 | 7,4 |
| 2,8 | 5,9 | 2,8 | 3,0 | 3,5 | 2,9 | 2,2 | 5,8 | 2,4 | 5,9 |
| 14,1 | 17,0 | 15,9 | 11,6 | 14,5 | 12,5 | 18,8 | 15,1 | 15,7 | 14,0 |
| 18,8 | -7,0 | -0,4 | 24,6 | 45,2 | 49,7 | 15,9 | 35,4 | 40,6 | 24,4 |
| 6,0 | 5,4 | 6,7 | 7,0 | 9,3 | 6,1 | 5,7 | 6,4 | 1,9 | 6,5 |
| 103,7 | 95,4 | 98,8 | 102,8 | 110,9 | 89,7 | 105,4 | 118,7 | 100,0 | 114,8 |
| – | – | – | – | 107,5 | 82,4 | 107,2 | 110,0 | 101,8 | 105,9 |
| 72,9 | 82,4 | 85,0 | 82,3 | 80,3 | 88,6 | 80,3 | 82,1 | 100,0 | 100, |
| 101,5 | 90,2 | 95,2 | 94,0 | 83,8 | 81,3 | 99,2 | 38,0 | 75,5 | 74,3 |

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 3 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Abstreifer | | | | | | | |
| spez. Gewicht / 20° | | 0,980 | 0,826 | 0,8[illegible] | 0,896 | 0,8[illegible] | 0,920 |
| -200° | % | 63,6 | 60,5 | 61,3 | 60,7 | 44,8 | 65,2 |
| 200-325° | % | 31,5 | 35,1 | 35,9 | 39,3 | 53,8 | 31,6 |
| Abschlamm | | | | | | | |
| spez. Gewicht / 50° | | 1,065 | 1,070 | 1,036 | 1,024 | 1,028 | 1,05[illegible] |
| Benzolfestes | % | 20,8 | 15,8 | 12,6 | 11,8 | 11,9 | 17,3 |
| petr.-kreos. Pastes | % | 10,0 | 12,0 | 9,0 | 12,0 | 11,0 | - |
| Asche i. Benzol-F. | % | 29,1 | 32,8 | 27,8 | 33,2 | 32,5 | 28,7 |
| " " E.K. - F. | % | 38,5 | 35,1 | 28,2 | 34,9 | 42,[illegible] | - |
| v. 01 -200° | % | - | - | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 200-325° | % | 23,8 | 22,6 | 36,1 | 39,8 | 35,7 | 29,8 |
| a-Asphalt | % | 16,8 | 13,8 | 9,41 | 5,6 | 8,5 | 11,8 |
| Toppöl m. Abschlamm + Abstreifer | | 1) | 1) | 1) | 1) | 2) | 2) |
| spez. Gewicht / 20° | | -- | -- | -- | -- | 0,961 | -- |
| -200° | % | -- | -- | -- | -- | 8,4 | -- |
| 200-325° | % | 78,3 | 58,4 | 58,5 | 74,9 | 65,4 | 72,7 |

1) ohne Abstreifer; Vakuum-Destillation
2) mit " ; " "

Tabelle

| | 2a | 2f | 3a | 3e | 4a | 4c | 4e | 4g |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | |
| | 0,860 | 0,868 | 0,862 | 0,862 | 0,820 | 0,892 | 0,940 | 0,926 |
| | 39,2 | 33,6 | 44,3 | 45,1 | 35,6 | 41,5 | 38,9 | 44,5 |
| | 38,2 | 41,9 | 50,2 | 47,4 | 50,0 | 55,8 | 43,0 | 34,5 |
| | | | | | | | | |
| | 1,030 | 1,024 | 1,060 | 1,054 | 1,057 | 1,05 | 1,046 | 1,060 |
| | 11,6 | 11,0 | 13,5 | 14,8 | 14,9 | 14,5 | 13,3 | 11,3 |
| | – | – | 20,5 | 20,0 | 21,8 | 13,5 | 20,0 | 9,3 |
| | 39,7 | 45,2 | 30,8 | 30,9 | 32,6 | 14,7 | 41,4 | 45,0 |
| | – | – | 42,6 | 38,0 | 45,1 | 23,3 | 49,8 | 49,8 |
| | – | 4,6 | 0 | 1,2 | 0 | 3,0 | 0 | 0 |
| | 27,0 | 42,3 | 28,0 | 28,6 | 26,6 | 29,1 | 30,0 | 30,7 |
| | 9,9 | 6,4 | 10,1 | 9,1 | 12,0 | 10,7 | 10,0 | 8,8 |
| | | | | | | | | |
| | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 2) | 2) | 2) |
| | – | – | – | – | 0,952 | – | 1,002 | – 0,968 |
| | – | – | – | – | 17,5 | – | 2,8 | 10,7 |
| | 71,2 | 77,0 | 66,6 | 55,8 | 71,5 | 83,9 | 78,8 | 84,5 |

| Teer | | P 1496 | | | P 1504 Original | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bil. Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f |
| spez.Gew./50° | | 1,085 | 1,072 | 1,069 | 1,046 | 1,038 | 1,046 | 1,048 | 1,047 | 1,0 |
| W | % | 0 | 0,1 | 2,7 | 2,4 | 0,6 | 0,9 | 2,2 | 2,0 | 1, |
| Benzol-F | % | 12,8 | 11,8 | 0,48 | 2,0 | 4,3 | 1,8 | 1,8 | 2,0 | 2, |
| T.K. - F | % | 5,0 | 3,5 | - | 0,3 | 1,2 | - | - | - | - |
| A. i. BF | % | 2,2 | 7,0 | 0,14 1G | 0,2 1G | 0,2 1G | 0,1 1G | 0,1 1G | 0,08 1G | 0,0 |
| A. i. TKF | % | 9,4 | 14,1 | - | - | - | - | - | - | - |
| -200° | % | - | - | 0 | 3,8 | 1,0 | 0 | 1,6 | 3,0 | 0 |
| 200-325° | % | 17,6 | 16,7 | 27,5 | 30,9 | 32,1 | 34,3 | 37,2 | 34,0 | 35, |
| a-Asphalt | % | 18,0 | 10,5 | 9,4 | 12,0 | 12,9 | 15,0 | 12,5 | 11,8 | 11, |

1) mit Benzol-Alkohol bestimmt
2) bei 140°
3) bei 100°

Tabelle 2

r Schwefeldere

| | | P 1376 | | | P 1504 getoppt -325° | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 2f | Mittel | 3a | 3b | Mittel | 4a | 4b | 4c | 4d | Mittel |
| 1,048 | 1,046 | 1,095[2] | 1,095[2] | 1,095[2] | 1,064[3] | 1,060[3] | 1,056[3] | 1,054[3] | 1,058[3] |
| 1,8 | 1,7 | 0,4 | 0 | 0,2 | 0 | 0,3 | 0 | 0 | 0 |
| 2,2 | 2,4 | 1,8[1] | 2,4[1] | 2,1[1] | 12,5 | 10,7 | 8,1 | 7,7 | 9,7 |
| – | 0,8 | 1,8 | 4,0 | 2,9 | 9,0? | 1,3 | 1,1 | 1,2 | 1,4 |
| 0,0610 | 0,12 | 0,68 iG | 0,4 iG | 0,54 iG | 9,1 | 6,0 | 14,1 | 5,3 | 8,6 |
| – | – | 22,7 | 17,9 | 20,3 | 12,8 | 36,6 | 22,3 | 24,2 | 28,4 |
| 0 | 1,6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 35,0 | 33,9 | 7,6 | 7,6 | 7,6 | 6,0 | 5,6 | 4,8 | 3,4 | 5,0 |
| 11,8 | 12,7 | 23,7 | 23,7 | 23,7 | 23,0 | 24,1 | 26,2 | 24,6 | 24,5 |

| Bilanz Nr. | | | 1 a-c |
|---|---|---|---|
| Benzin aus Abstreifer -200° + Gasbenzin | | | Sammelbenzin 100,0 |
| Roh: spez. Gewicht/20° | | | 0,840 |
| A.P. | | °C | + 27,4 |
| Phenole | | % | 15,5 |
| ASTM -50° | | % | - |
| -60° | | % | - |
| -70° | | % | - |
| -80° | | % | - |
| -90° | | % | - |
| -100° | | % | 0,5 |
| -110° | | % | 0,8 |
| -120° | | % | 1,0 |
| -130° | | % | 1,8 |
| -140° | | % | 6,5 |
| -150° | | % | 26,9 |
| -160° | | % | 45,0 |
| -170° | | % | 62,8 |
| -180° | | % | 78,8 |
| -190° | | % | 90,0 |
| -200° | | % | 96,5 |
| -210° | | % | 98,7 |
| R | | % | 100,0 |
| Mit NaOH behandelt: spez.Gew./20° | | | 0,813 |
| A.P. I | | °C | + 26,6 |
| A.P. Ia | | °C | + 27,7 |
| A.P. II | | °C | + 62,3 |
| Fraktion 80-100° spez.Gew./20° | | | - |
| A.P. | | °C | - |
| " 110-140° spez.Gew./20° | | | 0,782 |
| A.P. | | °C | + 32,2 |
| " 150-180° spez.Gew./20° | | | 0,814 |
| A.P. | | °C | + 28,5 |
| " 180-210° spez.Gew./20° | | | 0,846 |
| A.P. | | °C | + 24,8 |

Tabelle 3a

Beobachtungen

| | 2b | 3b | 4b |
|---|---|---|---|
| ,0 | 67,7:32,3 | 89,7:10,3 | 72,9:27,1 |
| | 0,784 | 0,795 | 0,838 |
| | + 33,0 | + 36,8 | + 32,2 |
| | 12,0 | 13,5 | 25,4 |
| | 2,5 | 1,0 | 1,0 |
| | 11,0 | 7,2 | 6,0 |
| | 18,0 | 13,5 | 15,8 |
| | 24,0 | 17,0 | 20,0 |
| | 30,0 | 21,0 | 23,0 |
| | 36,2 | 27,8 | 24,8 |
| | 42,2 | 35,0 | 26,8 |
| | 47,8 | 41,4 | 28,0 |
| | 53,2 | 47,6 | 29,8 |
| | 58,0 | 53,0 | 32,0 |
| | 63,7 | 60,0 | 34,7 |
| | 68,5 | 65,8 | 38,2 |
| | 75,5 | 74,8 | 49,8 |
| | 83,9 | 84,8 | 73,0 |
| | 91,0 | 92,8 | 91,2 |
| | 94,3 | 95,2 | 96,2 |
| | 96,0 | 98,4 | 98,0 |
| | 97,5 | 100,0 | 99,5 |
| | 0,746 | 0,761 | 0,773 |
| | + 35,2 | + 35,2 | + 33,8 |
| | + 39,5 | + 36,7 | + 36,5 |
| | + 57,2 | + 58,0 | + 61,3 |
| | 0,714 | 0,715 | 0,695 |
| | + 40,5 | + 43,2 | + 45,2 |
| | 0,763 | 0,765 | 0,743 |
| | + 31,0 | + 34,2 | + 35,2 |
| | 0,807 | 0,806 | 0,808 |
| | + 25,0 | + 28,3 | + 24,5 |
| | 0,837 | 0,837 | 0,825 |
| | + 26,1 | + 26,3 | + 32,0 |

Tabelle 3b

## Benzinuntersuchungen (Fortsetzung)

| Bilanz Nr. | | 1a-c | 2b | 3b | 4b |
|---|---|---|---|---|---|
| ASTM - Siedekurve | | | | | |
| - 50° | % | - | 2,2 | 0,8 | 1,0 |
| - 60° | % | - | 9,0 | 3,0 | 7,0 |
| - 70° | % | - | 18,6 | 8,6 | 13,5 |
| - 80° | % | - | 26,8 | 15,0 | 19,0 |
| - 90° | % | - | 35,5 | 22,8 | 24,0 |
| -100° | % | - | 43,2 | 31,0 | 28,7 |
| -110° | % | - | 50,0 | 39,6 | 32,3 |
| -120° | % | 0,8 | 56,8 | 47,8 | 35,7 |
| -130° | % | 9,9 | 62,8 | 53,8 | 38,5 |
| -140° | % | 18,2 | 67,0 | 60,0 | 41,0 |
| -150° | % | 28,2 | 72,3 | 65,5 | 43,9 |
| -160° | % | 47,8 | 77,7 | 71,5 | 47,8 |
| -170° | % | 64,9 | 83,0 | 78,7 | 54,8 |
| -180° | % | 78,8 | 87,0 | 84,2 | 65,7 |
| -190° | % | 89,0 | 91,7 | 90,6 | 83,7 |
| -200° | % | 95,2 | 94,7 | 94,2 | 94,0 |
| -210° | % | 98,7 | 97,0 | 97,4 | 98,6 |
| + R | % | 100,0 | 99,0 | 99,4 | 99,6 |
| Zusammensetzung | | | | | |
| Paraffine | % | 44,0 | 41,5 | 42,5 | 48,0 |
| Naphthene | % | 15,0 | 31,0 | 28,0 | 19,5 |
| Aromaten | % | 34,0 | 19,5 | 24,0 | 25,5 |
| ungesättigte KW | % | 7,0 | 8,0 | 5,5 | 7,0 |
| Klopfwert Res. | | 65,5 | 70,8 | 71,5 | 69,0 |

Untersuchung von Benz

| Bilanz Nr. | | | 25 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Benzin - 200° mit NaOH beh. | | | | | | |
| | Fraktion | | - 90° | 90-150 | 150-180 | 18 |
| | Gew.% | | 36,8 | 32,5 | 14,9 | |
| | Spez. Gew. 20° | | 0,672 | 0,763 | 0,811 | 0 |
| | Ap. I | °C | +47,8 | +31,2 | +24,0 | +2 |
| | Ap. Ia | " | +52,0 | +38,3 | +29,3 | +3 |
| | Ap. II | " | +56,0 | +55,2 | +62,0 | +6 |
| ASTM | - 40 | % | 6,0 | | | |
| | 50 | " | 30,0 | | | |
| | 60 | " | 54,0 | | | |
| | 70 | " | 74,8 | | | |
| | 80 | " | 88,0 | | | |
| | 90 | " | 94,0 | | | |
| | 100 | " | 96,7 | 12,0 | | |
| | 110 | " | | 43,0 | | |
| | 120 | " | | 67,0 | | |
| | 130 | " | | 84,0 | | |
| | 140 | " | | 93,8 | | |
| | 150 | " | | 97,7 | | |
| | 160 | " | | | 1,0 | |
| | 170 | " | | | 55,0 | |
| | 180 | " | | | 87,0 | |
| | 190 | " | | | 96,0 | |
| | 200 | " | | | | 7 |
| | - Endpunkt | " | | | | 9 |
| | E P | °C | | 99,0 | 99,0 | 9 |
| | R | % | 97,5 | 155 | 188 | |
| | | | | 100,0 | 100,0 | 10 |
| Zusammensetzung | Paraffine | | 48,0 | 37,0 | 43,0 | 4 |
| | Naphthene | | 40,5 | 55,0 | 15,5 | 5 |
| | Aromaten | | 4,5 | 18,0 | 31,5 | 3 |
| | unges. KW | | 7,0 | 10,0 | 10,0 | |
| Klopfwert | Res. | | 80,1 | 67,0 | 59,8 | 6 |
| | Motor | | 78,3 | 62,0 | 60,5 | |

Tabelle 4

Benzinfraktionen

| | 3b | | | | 1 a-c | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 180-200 | - 90 | 90-150 | 150-180 | 180-200 | 90-150 | 150-180 | 180-200 |
| 8,4 | 29,1 | 32,7 | 16,3 | 10,5 | 37,2 | 33,1 | 21,4 |
| 0,838 | 0,688 | 0,768 | 0,812 | 0,840 | 0,783 | 0,825 | 0,852 |
| +22,9 | +47,5 | +34,2 | +28,2 | +25,7 | +32,0 | +27,2 | +22,4 |
| +25,0 | +49,6 | +37,0 | +30,0 | +27,0 | +34,3 | +24,3 | +21,4 |
| +65,2 | +54,2 | +55,8 | +62,8 | +65,7 | +58,3 | +61,5 | +65,0 |
| | 1,0 | | | | | | |
| | 16,0 | | | | | | |
| | 36,0 | | | | | | |
| | 57,0 | | | | | | |
| | 77,8 | | | | | | |
| | 91,2 | | | | | | |
| | 96,2 | | | | | | |
| | | 2,0 | | | | | |
| | | 29,5 | | | | | |
| | | 59,6 | | | 11,0 | | |
| | | 78,8 | | | 50,0 | | |
| | | 90,0 | | | 80,2 | | |
| | | 95,5 | 7,0 | | 94,0 | | |
| | | 98,0 | 55,0 | | 97,5 | 31,9 | |
| | | | 85,5 | | 99,2 | 82,8 | |
| 4,7 | | | 94,9 | 12,0 | | 96,0 | 0,8 |
| 77,8 | | | | 77,2 | | 99,0 | 79,0 |
| 95,8 | | | | 95,5 | | | 96,7 |
| 99,0 | 97,0 | | 98,8 | 98,3 | | | 99,0 |
| | 102 | | 188 | 205 | | | 205 |
| 100,0 | 97,8 | 99,0 | 100,0 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 45,0 | 39,5 | 39,5 | 46,0 | 46,0 | 41,0 | 41,0 | 40,5 |
| 8,5 | 49,5 | 34,5 | 14,0 | 9,5 | 25,0 | 16,0 | 6,0 |
| 38,5 | 6,0 | 20,5 | 33,0 | 38,5 | 28,0 | 34,0 | 40,0 |
| 8,0 | 5,0 | 5,5 | 7,0 | 6,0 | 8,0 | 9,0 | 11,5 |
| 65,0 | 77,2 | 67,0 | 74,5 | - | 68,5 | 73,5 | 80,6 |
| - | 73,0 | 64,8 | 65,5 | 64,6 | 62,5 | 67,2 | 69,7 |

Tabelle 5

## Untersuchungen von Mittelöl und Schweröl

| Bilanz Nr. | | | 2b | 3b | 4b |
|---|---|---|---|---|---|
| Abstreifer über 200° + Toppöl aus Abschlamm | | | 24:76 | 28,4:71,6 | 13,5:86,5 |
| daraus Mittelöl -325° | | Gew.% | 69,2 | 51,0 | 64,5 |
| Roh | spez.Gew./20° | | 0,967 | 0,964 | 0,976 |
| | Phenole | % | 26,5 | 19,5 | 18,0 |
| Gew.Engler | - 225° | % | 7,9 | 7,5 | - |
| | - 250° | % | 36,6 | 38,2 | 17,4 |
| | - 275° | % | 60,5 | 62,5 | 43,7 |
| | - 300° | % | 81,2 | 82,9 | 76,2 |
| | - 325° | % | 94,1 | 95,4 | 94,1 |
| | + R | % | 100,0 | 100,0 | 99,9 |
| Entphenoliert: | spez.Gew./20° | | 0,936 | 0,938 | 0,943 |
| | A.P. ber. | °C | + 8,0 | - 1,0 | - 3,5 |
| | ungesättigte KW | % | 17,5 | 10,0 | 13,0 |
| Fraktion 240-270° | spez.Gew. | | 0,922 | 0,924 | 0,916 |
| | A.P. ber. | °C | - 1,0 | - 3,0 | - 6,0 |
| " 280-310° | spez.Gew. | | 0,946 | 0,952 | 0,948 |
| | A.P. ber. | °C | + 8,5 | - 0,4 | - 4,0 |
| Schweröl | Gew.% | | 30,7 | 49,0 | 35,3 |
| Vakuumsiedekurve bei mm Hg | | | 18 | 18 | 18 |
| -225° | | % | 65,2 | 32,4 | 51,2 |
| -275° | spez.Gew./40° | % | 0,982 | 1,011 | 0,988 |
| | | % | 91,6 | 93,6 | 96,2 |
| -285° | spez.Gew./60° | % | 0,972 | 1,026 | 1,002 |
| | | % | - | 95,7 | - |
| -325° | | % | 95,8 | - | - |
| + R | | % | 100,0 | 100,0 | 99,9 |

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2b | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Art des Öls | | | | | | |
| Produkt[2]+Toppöl[1] | | 0:100 | 0:100 | 0:100 | 20,7 : | |
| Mittelöl+Schweröl ohne Toppöl | | 75,5:41,5 | 58,4:41,6 | 58,4:41,6 | 64,3:35,5 | |
| Siedebeginn | °C | 200 | 200 | 200 | 200 | 290 | 325 |
| % der Mischung | | 100 | 100 | 100 | 80,7 | 57,0 | 23,0 |
| spez.Gew./20° | | 0,979 | 1,014 | 1,014 | 0,979 | 1,012 | 1,024 |
| Stockpunkt | °C | - 27 | - 31 | - 32 | + 7 | + 18 | + 27 |
| Flammpunkt | °C | 89 | 108 | 107 | 109 | - | 172 |
| Brennpunkt | °C | 106 | 119 | 118 | 121 | - | 217 |
| Koksrest | % | 0,18 | 0,28 | 0,24 | 1,6 | 2,75 | 2,2 |
| n-Asphalt | % | 0,4 | Spuren | Spuren | 1,9 | 3,2 | 3,5 |
| Asche 1 Gz. | % | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | - | 0,14 |
| Visk.zeitat °E/20° | | 1,03 | 2,97 | 2,97 | 2,71 | 20,5 | - |
| °E/50° | | 1,25 | 1,49 | 1,49 | 1,40 | 2,91 | 6,11 |
| °E/80° | | - | - | - | - | - | 2,54 |
| Paraffin | % | - | - | - | 2,0 | - | 7,2 |
| Diss Zal/Kg | | - | - | - | 9019 | 9228 | 9251 |
| Gew.Prozent | | | | | | | |
| 210-225 | % | | | | | | |
| -250 | " | | | | | | |
| -275 | " | | | | | | |
| -300 | " | | | | | | |
| -325 | " | | | | | | |
| -350 | " | | | | | | |
| + R | " | | | | | | |

1) Aus Abschn. II
2) Techn. Destillat
3) gerechnet - 2,30°

Tabelle

Bezeichnungen

| | 2a | 2e | 2f | | 3b | | 4b | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0:100[1] | 0:100[2] | 0:100 | | 25,1:71,9 | | 12,3:87,9 | |
| | - | + | - | - | 15:90 | - | 10,3 : 89,9 | - |
| 325 | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 | 329 | 200 | 345 |
| 29,9 | 100 | 100 | 100 | 97,2 | - | 49,0 | - | 49,2 |
| 1,021 | 1,010 | 0,979 | 0,985 | 1,023 | 1,042 | 1,052 | 1,019 | 1,033 |
| - 27 | + 13 | - 7 | + 2 | - 3 | - 5 | - 3 | + 19 | + 19 |
| 172 | 139 | 109 | 114 | 125 | 154 | 185 | - | - |
| 237 | 157 | 122 | 127 | 149 | 192 | 241 | - | - |
| 2,2 | 0,26 | 0,25 | 0,51 | 0,21 | 1,0 | 1,2 | 1,5 | 2,7 |
| 7,5 | 1,4 | 1,4 | 2,0 | 1,9 | 2,0 | 2,3 | 1,5 | 1,7 |
| 0,19 | Spuren | Spuren | Spuren | Spuren | 0,01 | 0,05 | Spuren | Spuren |
| - | 9,93 | 8,52 | 2,89 | 7,43 | 55,3 | - | 55,6 | - |
| 6,11 | 1,74 | 1,23 | 1,40 | 1,57 | 3,47 | 5,38 | 3,10 | 4,78 |
| 1,54 | - | + | - | - | - | 1,37 | - | 1,32 |
| 1,2 | - | - | - | | | | 4,8 | - |
| 5281 | - | - | 9041 | - | | 9162 | - | 5241 |
| | | | 5,5 | | | | | |
| | | | 25,2 | | | | | |
| | | | 44,6 | | | | | |
| | | | 39,1 | | | | | |
| | | | 28,2 | | | | | |
| | | | 85,0 | | | | | |
| | | | 100,0 | | | | | |

Untersuchung der Destillation

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c | 2a | 2 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Erweichungspunkt Kr.Sar. | °C | 67 | 85,0 | 95,0 | 72,5 | 85 |
| Benzolunlösliches | % | 20,7 | 21,7 | 32,0 | 31,5 | 25 |
| Asche i. Benzolfestem | % | 23,5 | 23,5 | 26,6 | 27,8 | 17 |
| Tetralin-Kresol-Unlösliches | % | 15,0 | 15,0 | 25,0 | 25,5 | 16 |
| Asche i. Tetr.Kres.-Festem | % | 31,1 | 32,5 | 40,9 | 39,0 | 25 |
| s-Asphalt i. Öl | % | 20,3 | 29,8 | 28,0 | 25,3 | 36 |
| spez.Gew. v. Gesamtprod./120° | | 1,170 | 1,185 | 1,240 | - | 1,2 |
| Vakuumsiedekurve 18 mm | | | | | | |
| - 275° | % | 20,3 | 19,4 | 8,6 | 12,5 | 11 |
| spez.Gew./60° | | 1,056 | 1,072 | 1,065 | 1,050 | 1,0 |
| - 325° | % | 34,4 | 34,6 | 26,1 | 39,5 | 41 |
| spez.Gew./90° | | 1,044 | 1,090 | 1,080 | 1,058 | 1,0 |
| + R | | 99,9 | 99,9 | 99,5 | 100,0 | 99 |

1) von Benzollöslichen

Tabelle 7

Verdickstände aus Abeonlauge

| 2b | 2e | 2f | 3b | 4a | 4b | 4c | 4e | 5 (Rest) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 66,6 | 44,0 | 105 | 82,0 | 69,0 | 65,0 | 54,5 | 65,3 | 74 |
| 36,7 | 20,7 | 33,0 | 52,5 | 28,3 | 28,7 | 20,5 | 25,2 | 27,3 |
| 37,0 | 55,6 | 46,7 | 29,5 | 31,2 | 28,9 | 42,7 | 47,1 | 30,2 |
| 18,7 | " | " | " | 22,5 | 20,5 | 15,7 | 23,1 | 20,7 |
| 26,6 | " | " | " | 44,3 | 30,1 | 45,6 | 26,0 | 37,0 |
| 26,1 | 29,0 | 37,6 | 55,8 | 28,6 | 24,1 | 34,0 | 31,0 | 29,6 |
| 1,149[3]) | " | " | " | " | 1,0[3]) | " | " | 1,151 |
| 13,9 | | | | | 15,5 | | | 15,6 |
| 1,050 | | | | | 1,042 | | | 1,053 |
| 41,5 | | | | | 44,7 | | | 57,9 |
| 004 | | | | | 1,062 | | | 1,073 |
| 99,8 | | | | | 99,8 | | | 99,9 |

Eigenanalysen

| Bilanz Nr. | Kohle | | | Schwelteer | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | P 1504 | P 1306 | P |
| | 2b | 3b | 4b | 2b | 3b | |
| C | 79,56 | 78,78 | 79,25 | 81,95 | 82,95 | 85 |
| H | 4,38 | 5,0 | 4,89 | 8,81 | 7,29 | 7 |
| O | 13,46 | 14,55 | 13,77 | 8,14 | 8,51 | |
| N | 1,54 | 1,39 | 1,50 | 0,64 | 1,07 | 0 |
| N Kjeld. | 1,26 | 1,12 | 1,34 | | | |
| S flüchtig | 0,46 | 0,48 | 0,59 | | | |
| S ges. | 0,75 | 0,75 | 0,74 | 0,46 | 0,18 | 0 |
| Chlor | | | | | | |
| U H W | | | | | | |

Heizöle [1]

| Bilanz Nr. | 1c | 2b [2] | 2f | 3b [4] |
|---|---|---|---|---|
| C | 85,8 | 86,09 | 85,90 | 87,26 |
| H | 8,80 | 9,16 | 9,09 | 8,30 |
| O | 4,50 | 3,91 | 5,61 | - |
| N | 0,79 | 0,79 | 0,35 | - |
| S | 0,16 | 0,05 | 0,05 | 0,12 |

1) s. Tabelle 6 Heizöluntersuchungen
2) Rückstand über 290° aus Topp81
3) Trockenprobe
4) Mittelöl:Schweröl 1:9

Tabelle 8

Analyse

| F 1504 ccl. | Dest. Rückstand | | | Benzin | | | Mittelöl | | | Schweröl | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 4b | 2b[1] | 3b | 4b[1] | 2b | 3b | 4b | 2b | 3b | 4b | 2b | 3b | 4b |
| 80,79 | 83,53 | 80,94 | 81,73 | 83,42 | 84,46 | 83,07 | 86,37 | 85,83 | 84,41 | 87,46 | 88,21 | 86,8 |
| 7,37 | 5,46 | 5,48 | 5,82 | 12,87 | 12,49 | 11,76 | 8,52 | 9,73 | 9,49 | 9,03 | 8,35 | 8,8 |
| 7,75 | 4,28 | 12,9 | 4,04 | 3,40 | 2,57 | 4,64 | 5,55 | 4,02 | 5,32 | 2,68 | 2,58 | 3,60 |
| 0,91 | 1,37 | 1,1 | 1,14 | 0,27 | 0,45 | 0,29 | 0,04 | 0,53 | 0,74 | 0,76 | 0,72 | 0,96 |
| 0,18 | 0,43 | 0,48 | 0,5 | 0,04 | 0,05 unter 0,01 9789 | 0,04 | 0,04 | 0,06 | 0,06 | 0,07 | 0,065 | 0,07 |

Tabelle 9a

Elementar-Bilanz (korrigiert)
zu Bilanz 2 b
6/Stl

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| **Ein:** | | | | | |
| Kohle getränkt mit 1,2% 1181 | 4397 | 275 | 745 | 69,7 | 41,5 |
| P 1504 | 6023 | 699 | 600 | 47,1 | 33,8 |
| Eingangs-Gas | 66 | 322 | 25 | 0 | 0 |
| Gesamteingang | 10486 | 1296 | 1370 | 116,8 | 75,3 |
| **Aus:** | | | | | |
| Benzin | 716 | 110 | 29 | 2,3 | 0,3 |
| Mittelöl | 3018 | 408 | 237 | 27,4 | 1,7 |
| Schweröl | 1585 | 164 | 43 | 15,8 | 1,3 |
| Destillationsrückstand | 3880 | 400 | 119 | 33,7 | 20,3 |
| Abwasser | 22 | 94 | 703 | 33,4 | 26,0 |
| Gas im Prod. gelöst | 4 | 1 | - | - | - |
| Ofengas | 530 | 95 | 215 | 1,2 | 20,0 |
| Abstreifergas | 57 | 13 | 10 | 1,5 | 3,7 |
| Abschlammgas | 74 | 11 | 8 | 3,5 | 2,0 |
| Gesamtausgang | 10486 | 1296 | 1370 | 116,8 | 75,3 |
| % Aus/Ein der unkorrig. Bilanz | 101,2 | - | 104,5 | 97,5 | 78,3 |

Korrekturen:
C-Bilanz: Eingangsposten
O- " : Abwasser
N- " : $NH_3$ im Abwasser
S- " : Destillationsrückstand

Tabelle 9b

Elementar-Bilanz (korrigiert)
zu Bilanz 3 b
g/Std

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| Ein: | | | | | |
| Kohle getränkt mit ,2% 1181 | 4437 | 282 | 820 | 63,1 | 42,3 |
| P 1376 | 5010 | 441 | 514 | 64,7 | 10,9 |
| Eingangs-Gas (H gerechnet) | 56 | 423 | 10 | | |
| Gesamteingang | 9503 | 1146 | 1344 | 127,8 | 53,2 |
| Aus: | | | | | |
| Benzin | 722 | 97 | 24 | 3,6 | 0,5 |
| Mittelöl | 2324 | 231 | 120 | 15,1 | 1,5 |
| Schweröl | 1500 | 138 | 48 | 11,2 | 1,0 |
| Destillationsrückstand | 3895 | 264 | 580 | 53,0 | 23,0 |
| Abwasser | 17 | 71 | 489 | 44,8 | 15,5 |
| Gas im Prod. gelöst | 8 | 2 | - | - | - |
| Ofengas | 950 | 247 | 80 | 0 | 10,0 |
| Abstreifergas | 46 | 10 | 2 | 0 | 1,7 |
| Abschlammgas | 41 | 10 | 1 | 0,1 | 0 |
| Gesamtausgang | 9503 | 1146 | 1344 | 127,8 | 53,2 |
| % Aus/Ein der unkorrig. Bilanz | 101,0 | -- | 104,4 | 91,2 | 105,6 |

Korrekturen: C-Bilanz : Eingang
O- " : Abwasser
N- " : $NH_3$ im Abwasser
S- " : $H_2S$ im Abwasser

Tabelle 9c

**Elementar-Bilanz** (korrigiert)
zu Bilanz 4 b

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| **Ein:** | | | | | |
| Kohle getränkt mit 1,2% 1181 | 4510 | 278 | 780 | 71,1 | 42,1 |
| P 1504 getoppt | 5095 | 448 | 471 | 55,2 | 10,9 |
| Eingangsgase (H gerechnet) | 60 | 390 | 18 | | |
| Gesamteingang | 9665 | 1116 | 1269 | 126,3 | 53,0 |
| **Aus:** | | | | | |
| Benzin | 561 | 79 | 32 | 2,0 | 0,3 |
| Mittelöl | 2917 | 328 | 183 | 25,6 | 2,1 |
| Schweröl | 922 | 94 | 39 | 10,2 | 0,7 |
| Destillationsrückstand | 4400 | 313 | 218 | 61,3 | 27,0 |
| Abwasser | 16 | 86 | 646 | 27,1 | 21,2 |
| Gas im Prod. gelöst | 1 | - | - | - | - |
| Ofengas | 750 | 192 | 148 | 0 | 0 |
| Abstreifergas | 32 | 7 | 0 | 0,1 | 1,7 |
| Abschlammgas | 66 | 17 | 3 | 0 | 0 |
| Gesamtausgang | 9665 | 1116 | 1269 | 126,3 | 53,0 |
| % Aus/Ein der unkorrig. Bilanz | 97,0 | -- | 97,4 | 98,5 | 89,3 |

**Korrekturen:**

C-Bilanz: Flüssiger Anfall
O- " : Abwasser
N- " : $NH_3$ im Abwasser
S- " : $H_2S$ im Abwasser

PAGE 1114

DOES NOT

EXIST

Tabelle 10

## Verteilung des als KW vergasten C

| Bilanz Nr. | | 2b | 3b | 4b |
|---|---|---|---|---|
| als $C_1$ - KW | % | 35,4 | 34,7 | 33,8 |
| " $C_2$ - " | % | 20,8 | 21,9 | 23,0 |
| " $C_3$ - " | % | 25,4 | 25,2 | 24,3 |
| " $C_4$ - " | % | 18,4 | 18,2 | 18,9 |
| Ungesättigte von $C_2$ | % | 2,1 | 2,8 | 0,4 |
| " " $C_3$ | % | 4,2 | 5,5 | 2,7 |
| " " $C_4$ | % | 6,2 | 17,0 | 1,9 |
| " " $C_1$-$C_4$ | % | 2,6 | 2,8 | 0,7 |

Tafel 1

Isolierungsmittel
für Reaktionsharze

| Bindemittel | | 2b | 3b | 4b |
|---|---|---|---|---|
| 1a Phenolharz | % | 10,1 | 17 | 13,7 |
| 1a Polyäthylen | % | 25,2 | 15 | 14,5 |
| 1a Asphaltlösung | % | 10,15 | — | —,— |
| 1a Epoxidharzklebstoff | % | — | | 26,5 |
| Epoxidharz | % | 22 | 26,5 | 13,8 |

Tabelle 12

Abwasserung [illegible]

g/kg

| Biluna Nr. | $CO_2$ | $NH_3$ | $H_2S$ | Öl | Phenole |
|---|---|---|---|---|---|
| 1a | 43,7 | - | - | Spur | - |
| 1b | 43,2 | - | - | Spur | - |
| 1c | 45,8 | - | - | Spur | - |
| 2a | 24,2 | - | - | - | - |
| 2b | 30,9 | 33,9 | 26,2 | 0,007 | 12,1 |
| 2c | 24,4 | - | - | 0,06 | |
| 2d | 24,8 | - | - | - | - |
| 2e | 26,5 | - | - | Spur | - |
| 2f | 38,7 | - | - | 0,02 | - |
| 3a | 55,6 | - | - | 0,01 | - |
| 3b | 49,5 | 47,9 | 24,8 | 0,01 | 10,9 |
| 4a | 35,8 | - | - | 0,04 | - |
| 4b | 34,3 | 42,4 | <1,1 | Spur | 11,7 |
| 4c | 32,1 | - | - | Spur | - |
| 4d | 42,3 | - | - | Spur | - |
| Wasser der Anlage | | | | | |
| 4b | 2,3 | 6,9 | 6,9 | 0,01 | 8,7 |

Tabelle 13

## Asphaltzerlegungen

| Bilanz Nr. | | 2a | | 3b | 4b | | | 4c | 4d |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Produkt | | P 1504 | Dest.-Rückstand | P 1376 | P 1504 getoppt | Abschlamm | Dest.-Rückstand | Dest.-Rückstand | Dest.-Rückstand |
| Pyridin-$CS_2$-Bestes | % | - | - | - | 16,7 | 13,4 | 21,4 | - | 11,9 |
| Öl | % | 70,4 | 26,7[1] | 52,8 | 26,6 | 48,8 | 16,9 | 37,0 | 47,3 |
| Ölharz | % | 20,4 | 59,6[1] | 35,4 | 62,3 | 36,2 | 58,9 | 24,4 | 22,0 |
| Asphaltharz | % | 1,2 | 9,6[1] | 2,1 | 8,8 | 7,4 | 15,1 | 20,6 | 29,9 |
| Hartasphalt+Carbone | % | 7,7[2] | 3,1[1] | 9,4[1] | 2,0 | 7,1 | 8,9 | 17,2 | 0 |
| Verlust | % | - | 1,0 | 0,3 | 0,3 | 0,5 | 0,2 | 0,8 | 0,8 |

1) Gehalt bestimmt

Tabelle 14

## Filtration des Abschl. aus

| Bilanz Nr. | 1a | 1b | 1c | 2a | 3b | 4b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1. 500 g | unfil-trierbar | unfil-trierbar | 1 Std | 35 Min | 47 Min | 17 Min |
| 2. 500 g | | | | " | - | 58 |

Tabelle 15

## Organ. geb. Schwefel in Abgasen mg S/M³

| Bilanz Nr. | 2a | 4b |
|---|---|---|
| 1a Ofengas | - | 1,34 |
| 1b Abscheider | 2,68 | 2,56 |
| 1c Prod. geb. | 5,7 | 11,30 |

Tabelle 35

1129

## Toppen des P 1504 auf Brikettiermittel

| | | |
|---|---|---|
| **Destillation:** | Wasser | 1,8 % |
| | Öl | 57,2 % |
| | Rückstand | 41,0 % |
| **Öl:** | Benzin -200° | 0 % |
| | Mittelöl -325° | 50,0 % |
| | spez.Gew./20° | 1,010 |
| | Stockpunkt | + 7° |
| | Flammpunkt | 70° |
| | Viskosität °K/20° | 29,9 |
| | °E/0° | nicht durchführbar |
| **Rückstand:** | Erweichungspunkt Krä-Sar | 60° |
| | Benzolfestes | 11,3 % |
| | Asche i. B.F. | 4,2 % |
| | Tetralin-Kresol-Festes | 2,4 % |
| | Asche i. Tetr.-Kres.-F. | 19,3 % |
| | i. Öl a-Asphalt | 29,9 % |
| | spez.Gew./130° | 1,075 |
| Vakuumsiedekurve bei | | 16 mm Hg |
| 221 - 275° | | 19,2 % |
| | spez.Gew./60° | 1,031 |
| | - 325° | 50,0 % |
| | spez.Gew./90° | 1,052 |
| | + R | 100,0 % |

Tabelle 1121

## Schwelung von Destillationsrückständen

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 1c |
|---|---|---|---|---|
| Schwelkoks | % | 47,6 | 49,8 | 50,3 |
| Schwelteer | % | 48,0 | 46,0 | 45,4 |
| Wasser | % | 2,0 | 2,0 | 1,7 |
| Gas + Verlust | % | 2,4 | 2,2 | 2,8 |
| Schwelteer auf Benzol-löslichen im Dest.-Rückstand | % | 62,1 | 58,4 | 61,9 |
| Schwelgas l/kg/100 g Dest.-Rückstand | % | 7,9 | 7,6 | 6,7 |
| darin $CO_2$ | % | 3,6 | 2,2 | 3,5 |
| $H_2S$ | % | 0 | 0 | 0 |
| $C_n H_m$ | % | 2,3 | 2,2 | 1,1 |
| CO | % | 1,8 | 1,5 | 0 |
| $H_2$ | % | 67,0 | 67,0 | 62,4 |
| KW | % | 25,3 | 27,1 | 32,0 |
| Z | % | 29,5 | 28,8 | 31,0 |

TITLE PAGE

30. Verarbeitung von Zweckelkohle (K 1216) auf Benzin und Mittelöl bei 600 und 250 atm und auf Schweröl̈überschuss bei 600 atm im 10-Ltr.-Ofen. Versuchsbericht.
Processing Zweckelcoal (K 1216) to gasoline and middle oil at 600 and 250 atm and to heavy oil excess at 600 atm in 10 liter furnace. Experimental report.

Frame Nos. 1122 - 1163

Hochdruckversuche
Lu 558

16. Dezember 1942 Hu/Fa

1122

(30)

**Versuchsbericht**

G. v. HARTMANN und H. HUPFER

# Verarbeitung von Zweckelkohle (K 1216) auf Benzin und Mittelöl bei 600 und 250 atm und auf Schweröluberschuß bei 600 atm im 10-Ltr-Ofen.

**Hydrier-Feinkohle der Bergwerksgesellschaft Hibernia, Zeche Zweckel, (K 1216) vom 5.3. und vom 8.9.1941 im 10-Ltr-Ofen bei 600 und 250 atm auf Benzin und Mittelöl und bei 600 atm auf Schweröl überschuß gefahren.**

## Zusammenfassung

Die Zweckelkohle 1216 sollte in verschiedenen Fahrweisen geprüft werden, da sie als Rohstoff für die Erweiterung von Scholven vorgesehen ist.

Die Kohle unterscheidet sich von der Gelsenbergkohle K 1090 vorteilhaft durch ihren geringeren Kohlenstoffgehalt. Ihre übrigen Eigenschaften, nämlich der niedrigere Gehalt an disponiblem Wasserstoff, der um 40 % höhere Sauerstoffgehalt, der fast an den der jungen schlesischen Kohlen herankommt, und die hohe Alkalität - die Kohle enthält 6 x mehr Ca als Gelsenbergkohle - sind dagegen geeignet, dem Vorzug der größeren Jugend zum mindesten teilweise entgegenzuwirken.

| | K 1216 [1] | K 1090 |
|---|---|---|
| C % | 82,5 | 83,9 |
| O % | 9,8 | 7,0 |
| disp. H | 4,6 | 4,9 |
| Alkalität | 11,3 | 4,6 |

Zunächst wurde die Kohle in einem kurzen Versuch bei 600 atm mit der normalen Eisenkontaktkombination auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. Die wichtigsten Ergebnisse sind nachstehend aufgeführt und den bei der Hydrierung der K 1090 erhaltenen Werten gegenübergestellt.

| Kohle Nr. | | 1216[2] | 1090 |
|---|---|---|---|
| Temperatur | °C | 480 | 468 |
| Leistung | | 0,30 | 0,27 |
| Vergasung | % | 18,5 | 24,7 |
| Abbau | % | 94,6 | 96,1 |
| Asphalt a.R.K. | % | 11,5 | 7,6 |
| " im Anreiböl | % | 8,4 | 6,7 |

1) Mittel aus beiden Sendungen
2) Bilanz 1a-b

Die Kohle zeichnet sich somit durch eine erstaunlich niedrige Vergasung aus.[1]) Dadurch ist es möglich, hohe Temperaturen einzustellen und somit eine gute Leistung zu erzielen. Trotz der hohen Reaktionstemperatur ist infolge des starken Sauerstoffgehaltes der Abbau nicht sehr hoch und die anfallende Asphaltmenge groß. Dies führte jedoch nicht zu Störungen in der Rückstandsaufarbeitung. Verglichen mit Gelsenbergkohle wurden schwerere wasserstoffärmere Öle gewonnen.

Im Hauptversuch wurde die Kohle bei 600 atm auf Schweröl überschuß verarbeitet, wie dies für die Erweiterung von Scholven in Aussicht genommen ist. Bei Durchsätzen von 0,70 - 0,77 und rd. 480° Ofentemperatur wurden über 60 % Schweröl im Ölgewinn erhalten. Auch bei Verwendung eines 20 % Schweröl enthaltenden Verdünnungsöles lag der Schwerölanteil noch bei 59 %. Die Temperatur und damit der Durchsatz hätten möglicherweise noch gesteigert werden können, da auch in diesen Versuchen die Vergasung sehr niedrig lag. Hiervon wurde jedoch Abstand genommen, da derartige Durchsätze von der Großtechnik z.Zt. nicht bewältigt werden können. Vielmehr wurde der Durchsatz auf die der Planung entsprechende Höhe zurückgenommen, und die Bedingungen wurden so eingestellt, daß der Ölgewinn rund 50 % Schweröl enthielt. Dabei ergaben sich bei der Verarbeitung beider Sendungen folgende Durchschnittswerte (Bilanz 2 d-g):

| | | K 1216 | K 1197 |
|---|---|---|---|
| R.K.-Durchsatz | | 0,61 | 0,62 |
| Ofentemperatur | | rd 476 ° | 476 |
| Leistung | | 0,41 | 0,40 |
| Vergasung | % | 18,5 | 19,5 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 48,1 | 52 |
| Abbau | % | 96,3 | 95,5 |
| a-Asphalt a.R.K. | % | 11,7 | 12,5 |
| " " a.festefreies Rücklauföl | % | 9,1 | 10 |
| " " im Anreiböl | | 8,6 | 9,5 |

Die Zahlen lassen im Vergleich zur Schlesischen Kohle K 1197 erkennen, daß die Kohle 1216 sich ausgezeichnet bei 600 atm auf Schweröl verarbeiten läßt. Die Probe vom 8.9.1941, die sich von der vom 5.3.1941 durch ihren um 0,3 % höheren O-Gehalt unterschied, lieferte etwas ungünstigere Resultate, was aber durch eine geringfügige Erhöhung der Temperatur ausgeglichen werden konnte.

Daß gegenüber der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl trotz des höheren Durchsatzes und der tieferen Temperatur ein besserer Pechabbau und zeitweilig auch eine bessere Asphaltreduktion festgestellt

---

1) Der Wert von 18,5 % dürfte allerdings wohl doch etwas zu niedrig bestimmt sein.

wurde, läßt es für möglich erscheinen, daß wie bei der Verarbeitung von Steinkohlenteeren auch bei der Hydrierung von Steinkohle die Rückführung von Abstreiferschweröl den Abbau der hochmolekularen Substanzen ungünstig beeinflussen kann.

Zuletzt wurde die Kohle in einem Tippversuch, der wegen Fehlens einer Neutralisationsmöglichkeit auf wenige Tage beschränkt war, mit Eisenkontakten und Ammonchlorid bei 250 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren, um zu prüfen, ob hierin für Scholven eine Ausweichmöglichkeit zu finden ist, falls Zuteilungen von Snox und Blei nicht mehr zu erhalten sind. Die Ergebnisse, die nur als vorläufige zu werten sind, lassen es als nicht unmöglich erscheinen, daß die geprüfte Kontaktkombination ein Weiterfahren ermöglichen würde, ohne daß die Rückstandsaufarbeitung durch Asphalte in Schwierigkeiten gerät, wenn auch voraussichtlich ungünstigere Resultate, besonders hinsichtlich des Festeabbaues, zu erwarten wären.

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. v. Hartmann

gemeinsam mit

Dr. Hupfer
Dr. v. Müffling

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg/Rank

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

Versuchsvorgang

Normaler 10-Ltr-Ofen [1]

Breischlange gelitert zu 950 ccm, Auflösung 26.10.1941

Ofen: gelitertes Reaktionsvolumen 8,00 Ltr
Umdrehungszahl des Ofenrührers 40 /Min.

Abscheider mit elektrisch beheiztem Bleifuß.

---

## Ofen 455 vom 26.10. - 18.12.1941

### Versuchsverlauf

**A Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm**

26.10.41 Ofen angeheizt: unter 600 atm Druck, 8000 Ltr Nullgas über Dach entspannt.

Ab 11 mV[3] mit Einlauf: Rücklauföl aus Ka 804 vom Fahren der K 1242 (schlesische Kohle Beuthengrube und Heinitzgrube) bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl[4]. Einmaliger Startöleinsatz 500 kg.

27.10. Ab -22 mV umgestellt auf Kohlebrei:

K 1216 (Zwickelkohle) vom 5.3.41, getränkt mit 1,2%[2] 1181 ($FeSO_4 \cdot 7$ aq)

getrocknet und gemahlen

+ Anreiböl (Startöl) 1:1

+ 1,5 % 6512 (ungeschwefelte Bayermasse) + 0,3 % 6709 ($Na_2S$, Sulfigran),

beide Kontakte kolloidal in Abstreiferschweröl zum Brei

+ Abschlammrückführung 1:0,1

Kohledurchsatz 3,6 kg/Std, Gasmenge 3 cbm/kg Kohle

Die Temperatur war so zu fahren, daß 80 - 90 % Neuabschlamm, bezogen auf Kohle, anfielen. Dabei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Breischlange 24,0 mV, Ofen 25,0 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer als der Ofen.

---

1) Vergl. z.B. Zusammenstellung 202441 vom 9.3.42 (K 1197 auf B1+M1)
2) Alle Kontaktmengen auf Kohle bezogen
3) Klemmentemperatur 40°
4) Benzolfestes 8,5 %
Asche i.F. 38,0 %
i-Öl-325° 3,0 %
a-Asphalt 9,0 %

27.10. (Fortsetzung)

Aufarbeitung des Anfalls: Abschlamm verdünnt mit Abstreiferschweröl auf 16 % Festes und geschleudert. Schleuderrückstand verdünnt mit Schleuderöl auf 40 % Festes und geschwelt. Schleuderölrest + Rest des Schweröls = Anreiböl. Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.

29.10. Abschlammprozente vor auf 85 - 95

Es fiel zu wenig Rücklauföl an.

Mit eigenem Rücklauföl.

30.10. Ofentemperatur konstant 25,2 mV.

Der Ofengasdichte nach war eine Steigerung der Temperatur ohne allzu hohes Anwachsen der Vergasung möglich. Nötigenfalls sollte der Durchsatz erhöht werden.

Abschlammprozente vor auf 90 - 100

Der Rücklauföl-Anfall war noch zu gering.

Kohledurchsatz vor auf 3,8 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

1.11. Häufige Ausfälle bei der Breipressen, sodaß über 1 Std. Öl gefahren werden mußte.

Vermutlich war eine besonders schlecht gemahlene Kohlepartie geliefert worden.

2.11. ab <u>Bilanz 1a</u>

4.11. Wieder häufige Ausfälle bei der K B P

Abschlammprozente vor auf 95 - 105.

Der Rücklauföl-Anfall genügt nicht.

Kohledurchsatz vor auf 4,1 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

5.11. ab <u>Bilanz 1b</u>

Der Versuch zur Verarbeitung auf Bi + Mi wurde damit abgeschlossen.

<u>B Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß bei 600 atm.</u>

5.11. Anreiböl = Rücklauföl vom bisherigen Versuch + Mittelöl (100 : 25). Abschlammrückführung vor auf 1:0,4; ohne Rücksicht auf Abschlammprozente. Kohledurchsatz vor auf 5,0 kg/Std. Alles übrige wie zuvor. In der Aufarbeitung wurde der Abschlamm nun mit Mittelöl verdünnt. Gesamtverdünnung 65 : 35.

6.11. Abscheidertemperatur 1,5 mV tiefer als Ofen

Es fiel zu wenig Abschlamm an.

Kohledurchsatz vor auf 5,5 kg/Std.

Aus dem gleichen Grund.

Mit dem neuen Rücklauföl.

7.11. Ofen während eines Fliegeralarmes kurzzeitig hoch auf 26,4 mV

Der Ofen wurde hierdurch vermutlich nicht geschädigt

8.11. Kohledurchsatz vor auf 6,0 kg

Der Anreibeölanfall war noch zu gering.

10.11. ab **Bilanz 2a**

Anschließend Verdünnung Abschlamm : Mittelöl vor auf 60:40

Wegen Anreibeölmangels

11.11. Kohledurchsatz vor auf 6,5 kg/Std.

Es fiel noch zu wenig Abschlamm an.

78 kg Rücklauföl aus Ka 804 vom Fahren der schlesischen Kohle 1242 auf Schweröluberschuß ergänzt wegen Anreibeölmangels.

13.11. Weitere 30 kg Rücklauföl aus Ka 804 ergänzt aus dem gleichen Grunde.

14.11. ab **Bilanz 2b**

Nochmals 60 kg Rücklauföl aus Ka 804 ergänzt.

16.11. Verdünnungsöl = Schweröl + Mittelöl 4:1, Gesamtverdünnung des Abschlamms unverändert 60 : 40

Es sollte auf geringeren Schweröleanteil im Ölgewinn gefahren werden.

17.11. Ofen kurzzeitig hoch auf 28 mV infolge einer Störung des Thermostaten.

Es war zu vermuten, daß der Ofen hierdurch keine Schädigung erfahren hat, da er rasch heruntergekühlt werden konnte.

18.11. Standstörung am Abscheider mit Überkotzen. Durch Entleeren auf Gas und verstärktes Spülen wurde der Stand wieder in Ordnung gebracht. Die Standstörung wiederholt sich noch einmal, konnte aber diesmal durch Spülen behoben werden.

Möglicherweise sind die Störungen durch eingedickten Ofeninhalt vom Vortage (s. dort) verursacht worden.

40 kg Rücklauföl von Ka 804 ergänzt wegen Anreibeölmangels.

19.11. ab — **Bilanz 2c**

20.11. Kohledurchsatz zurück auf 5,2 kg/Std.

Das entspricht ungefähr der technisch in Frage kommenden Fahrweise.

Abschlammprozente 80 - 90, danach war die Temperatur zu fahren.

Die Höchstgrenze der Ofentemperatur wurde auf 25,2 mV festgelegt.

Bei einem Abschlammanfall von 80 - 90 % war an den Vortagen das Rücklauföl-Gleichgewicht annähernd erreicht worden.

21.11. ab — **Bilanz 2d**

25.11. Verdünnungsöl = Mittelöl ohne Schweröl

Die Schweröl-Ausbeute schien zu niedrig zu liegen.

27.11. Standstörung am 10-Ltr-Gefäß. Der Druckausgleich über dem Standschauglas war verstopft, wurde mit der HP mit 900 atm durchgedrückt.

Ursache waren vermutlich Ammonsalzablagerungen.

Verdünnungsöl = Mittelöl : Schweröl 4 : 1

Der Schwerölüberschuß sollte keinesfalls über 50 % vom Ölgewinn hinausgehen.

29.11. ab — **Bilanz 2e**

Anschließend umgestellt auf K 1216 vom 8.9.41, Bedingungen wie zuvor.

Die neue Sendung sollte mit der bisher verarbeiteten verglichen werden.

3.12. ab — **Bilanz 2f**

6.12. ab — **Bilanz 2g**

**C Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl bei 250 atm**

7.12. Umgestellt auf K 1216 vom 5.5.41

Die Kohle war anfangs auf Öl + Mi bei 600 atm verarbeitet worden, schien ein exakter Vergleich möglich erschien.

8.12. Kohledurchsatz stufenweise zurück auf 4,2 kg/Std.

Es sollte zunächst bei 600 atm im Anreibeöl-Gleichgewicht gefahren werden, um dann erst auf 250 atm umzuschließen, da der lehrenden Zentralstation-Möglichkeit bisher der beabsichtigte Versuch mit Öfen war kurze Zeit aufgegeben werden sollte.

8.12. (Fort[illegible])

Abschlammverdünnung mit d[illegible] gesamten Schwerö. über 325°

Mit dem neuen Anreibeöl

9.12. Kohledurchsatz wieder zurück auf 3,0 kg/Std.

Abscheidertemperatur 0,7 mV tiefer als Ofen innen.

Die Umstellung auf die Bi- + Mi-Fahrw.[illegible] war damit vollzogen.

10.12. Umgestellt auf Öl, Temperatur zurück auf 24,[illegible] mV und ungeschlossen auf 250 atm.

Es war nun genügend Anreibeöl von der Bi- + Mi-Fahrweise vorhanden, [illegible] mit dem eigentlichen Versuch begonnen werden konnte.

Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor mit 1,15 % 5976 ($NH_4Cl$), 30%ig kolloidal in Abstreiferschweröl aus K 1216 und ohne 6703.

Es sollte versucht werden, anstelle von Snox und Chlor mit Eisenkontakten und Chlor auszukommen.

Ofentemperatur max. 24,2 mV

Dies entspricht dem niedrigen Druck.

11.12. Ofentemperatur konstant 24,5 mV, der Durchsatz war so zu fahren, daß 85 - 95 % Neuabschlamm anfielen.

In Scholven beträgt die Ofentemperatur 25,3 mV bei 20° Klemmentemperatur, was ungefähr 24,4 mV bei 40° Klemmentemperatur entspricht. Da die Temperatur im 10-Ltr-Ofen stark gestaffelt ist, wurde die Temperatur auf 24,5 mV eingestellt.

Druckdifferenz von 50 atm hinter dem 10-Ltr-Gefäß, durch Spülen mit Wasser behoben. Die dortige Spülung wurde daraufhin von 150 auf 200 g/Std. erhöht.

Wie frühere Versuche[1] gezeigt haben, sind bei der Verwendung von Chlor stärkere Ammoniakabscheidungen als gewöhnlich zu erwarten.

12.12. Kohledurchsatz langsam zurück auf 2,0 kg/Std.

Es war beabsichtigt gewesen, den Durchsatz entsprechend der Verschlechterung der Ofenlage zurückzunehmen. Diese Verschlechterung war aber schneller, als erwartet wurde, eingetreten. Das Feste im Abschlamm war auf 27 % gestiegen und der Feststoffgehalt des Anreibeöls hatte auf 12 % zugenommen, letzteres allerdings teilweise deswegen, weil z.Zt. nur bei 150° geschleudert werden konnte. Der Durchsatz entsprach nun ungefähr dem von Scholven. Außerdem wurden mit Rücksicht auf die Kürze der Versuchszeit folgende Maßnahmen getroffen:

1) P 1416 geh. nur Schweröl, Zusammenstellung 202391 vom 8.5.43

12.12. (Fortsetzung)

Der Abschlamm vom 11.12. wurde mit zusätzlicher Verdünnung 2 x geschleudert. Der verhandene Anreibeölvorrat, der 11 % Festes aufwies, wurde mit 35 % Abstreiferschweröl aus K 1216 vom Fahren auf Schwerölüberschuß bei 200 atm auf rd. 8 % Benzolfestes verdünnt.

13.12. Leichte Standstörung am Abscheider, durch Entleeren auf Gas und Spülen behoben.

Grund war wohl der hohe Festegehalt des Abschlamms.

Kurzzeitig Druckabfall an allen Manometern um 30 atm, der von selbst wieder verschwand.

Als Ursache wurde Verschmutzung der Gaseingangsventile durch Rest vermutet.

14.12. Die Druckdifferenzen traten 3 x wieder auf. Durch mehrmaliges Öffnen und Schließen der großen Eingangsventile wurden sie behoben.

b — Bilanz 3a

15.12. ab — Bilanz 3b

17.12. ab — Bilanz 3c

Anschließend wurde kaltgefahren, da der Versuch als beendet betrachtet wurde.

19.12. Ofen 4 x leergeschlammt, ging gut.

| | % Festes | % Asche in Festen | % a-Asphalt in Öl |
|---|---|---|---|
| Ofenabschlamm I | 10,8 | 33,4 | 8,3 |
| Kaltfahröl (Anreiböl) | 3,0 | 17,7 | 9,1 |

Am Abscheider verstopften sich manchmal die Ventile. (Nachträgliche Folge der hohen Abschlammkonzentration).

Ofen, Übergang von der Schlange zum Ofen und Übergang vom Ofen zum Abscheider wurden ausgebaut und erwiesen sich als sauber, ebenso die Linse vom Abscheiderausgang.

Die Schlange wurde ausgebaut und an 725 ccm gelitert, hatte also 23,7 % ihres Anfangsvolumens verloren, was nach 54 Tagen Fahrzeit als noch genügend zu bewerten ist. Möglicherweise hat die Verwendung des hoch festehaltigen Rückführabschlamms und Anreiböls in der letzten Fahrzeit etwas nachteilig gewirkt.

## Versuchsergebnisse

### I Verarbeitung auf Bi + Mi bei 600 atm

In einem kurzen Versuch wurde die Kohle (Sendung vom 5.3.41) mit der üblichen Kontaktkombination (Eisensulfat, ungeschwefelte Bayermasse und Natrium fid) bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren. Die Kohle überraschte durch ihre außerordentlich niedrige Vergasung, sodaß die für diese Fahrweise sehr hohe Reaktionstemperatur von rd. 480° eingestellt werden konnte. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

| | | | |
|---|---|---|---|
| R.K.-Durchsatz | | 0,45 | 0,49 |
| Ofentemperatur | °C | 480 | 479 |
| Abbau | % | 95,2 | 93,9 |
| Leistung | | 0,30 | 0,30 |
| Anreiböllüberschuß | % | 13,8 | 21,3 |
| Vergasung | % | 19,0 | 18,0 |
| s-Asphalt auf R.K. | % | 10,2 | 12,7 |
| " " im Anreiböl | % | 8,2 | 8,5 |
| Bilanz Nr. | | 1a | 1b |

**Bilanz 1a**

Die Leistung entsprach dem Durchsatz. Für die hohe Temperatur war der Abbau nicht besonders gut, der Asphaltabbau sogar recht schlecht, im Vergleich nicht nur zu Gelsenbergkohle, sondern auch zu den für Blechhammer vorgesehenen schlesischen Kohlen. Dies ist wohl vornehmlich auf den hohen Sauerstoffgehalt der K 1216 zurückzuführen, der mit rd. 10 % den der schlesischen Kohlen fast erreicht. Vom Sauerstoff der Kohle geht jedoch ein größerer Teil in den Ölgewinn und ein kleinerer wird als CO oder $CO_2$ vergast als von dem Sauerstoff der schlesischen Kohle 1197 (Heinitzgrube), was auf strukturelle Unterschiede hindeutet. Trotz des hohen Asphaltspiegels verlief die Schwelung einwandfrei.

**Bilanz 1b**

Anschließend wurde der Durchsatz etwas erhöht, um auch Rücklauföl zu erhalten, und bei ein wenig niedrigerer Temperatur eine weitere Bilanz genommen. Beide Änderungen der Bedingungen wirkten gleichlaufend in der erwarteten Richtung. Vergasung, Abbau und Asphaltabbau nahmen ab, während die Leistung gleich blieb und der Anreiböleberschuß stieg.

Gegenüber Gelsenbergkohle wurden aus dieser Kohle schwerere, weniger weit aufhydrierte Öle gewonnen. Ihr Phenolgehalt lag trotz des größeren Sauerstoffgehaltes der Kohle etwas niedriger, auch als der der Öle aus K 1197 (Heinitzgrube).

II Verarbeitung auf Bi + Mi bei 250 atm

Im Anschluß an die Versuche zur Verarbeitung auf Schwerbl.-Steinnuß (bei 600 atm) sollte geprüft werden, wie sich die Salze mit Chlor und mit Eisenkontakten (Eisensulfat und ungeschwefelte Bayermasse) anstelle des Zinns bei 250 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeiten läßt. Da keine Neutralisationsmöglichkeit vorhanden war, war die Versuchsdauer auf [illegible] beschränkt.

Um [illegible] einer kurzen Zeit ein möglichst einwandfreies Ergebnis zu erzielen, wurde zunächst 3 Tage lang bei 600 atm ohne Chlor auf Benzin und Mittelöl gefahren, um mittelölfreies Rücklauföl zu erhalten, dann die Temperatur etwas zurückgenommen, auf 250 atm umgeschlossen und dem Kohlebrei 1,15 % Ammonchlorid unter Fortlassen des Natriumsulfids zugegeben. Zwei weitere Tage wurde mit zu hohem Durchsatz (0,47) gefahren, um die Rückführung absichtlich zu verschlechtern. Die Verschlechterung des Rückstandes machte dabei allerdings so rapide Fortschritte, daß es notwendig wurde, sie durch zweimaliges Schleudern mit zusätzlicher Schwerölverdünnung zum mindesten teilweise wieder aufzuheben. Dann wurde versucht, den Ofen mit vermindertem Durchsatz, besonders hinsichtlich der Asphalte, ins Gleichgewicht zu bringen. Auf diese Weise wurde erreicht, daß die erhaltenen Ergebnisse wohl nicht günstiger waren, als sie sich unter gleichbleibenden Fahrbedingungen bei längerer Versuchsdauer eingestellt haben würden. Es wurden kurz hintereinander [illegible] genommen, deren Durchschnittsergebnisse nachstehend aufgeführt sind. Zum Vergleich sind diejenigen Resultate daneben-gestellt, die mit einer anderen aber sehr ähnlichen Scholvener Kohle (1101 vom 30.9.38) bei früheren Versuchen unter Verwendung von Snox und Ammonchlorid (letzteres gleichfalls kolloidal zum Brei gegeben) erhalten wurden.

| Kohle | 1216 | 1101 |
|---|---|---|
| Kontakte | Eisen + Chlor | Snox + Chlor |
| R.K.-Durchsatz | 0,24 | 0,44 |
| Ofentemperatur °C | 465 | 460 |
| Abbau % | 89,4 | 96 |
| Leistung | 0,16 | 0,21 |
| Vergasung % | 24,7[1)] | 26,4 |
| a-Asphalt a.R.K. % | 8,8 | 14,1 |
| " " im Anreiböl % | 8,9 | 9,8 |
| Anreiböl-Überschuß | -13,1 | +29,6 |

1) Bilanz 3b und a

PAGE 1133

DOES NOT

EXIST

Die Kürze des jetzigen Tippversuches gestattet nur einen summarischen Vergleich der Zahlen. Man kann aus ihnen die schon in früheren Versuchen festgestellte Überlegenheit der Kombination Snox + Chlor erkennen, besonders hinsichtlich des Feste-Abbaues. Der Versuch hat aber andererseits Anhaltspunkte dafür geliefert, daß es möglich ist, mit Eisen und Chlor Steinkohle bei 250 atm zu verarbeiten, ohne daß Schwierigkeiten in der Rückstandsaufarbeitung durch Asphalte auftreten. Zur Erhärtung dieses vorläufigen Befundes wären weitere eingehendere Versuche notwendig.

Bei 250 atm wurden gegenüber 600 atm leichtere Öle - 325° erhalten, die einen höheren Anilinpunkt aufweisen. Das Benzin enthielt mehr Naphthene und weniger Aromaten und hatte dementsprechend einen niedrigeren Klopfwert.

## III Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß bei 600 atm

### A Sendung vom 5.3.41

Der Hauptversuch diente der Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß bei 600 atm, wie sie für die Erweiterung von Scholven in Aussicht genommen ist. Hierbei wurden Eisensulfat, ungeschwefelte Bayermasse und Natriumsulfid in den normalen Mengen verwendet und Abschlamm im Verhältnis 1:0,4 auf Kohle zurückgeführt. Die wichtigsten Ergebnisse, die mit der Kohlesendung vom 5.3.41 erhalten wurden, sind nachstehend aufgeführt:

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Durchsatz | | 0,70 | 0,77 | 0,77 | 0,61 |
| Temperatur | °C | 479 | 480 | 480 | 476 |
| Abschlamm : Verdünnungsöl | | 65:35 | 60:40 | 60:40 | 60:40 |
| Verd.öl : Mittelöl + Schweröl | | 1:0 | 1:0 | 4:1 | 4:1 |
| Abbau | % | 94,9 | 95,5 | 97,6? | 96,4 |
| Leistung kor., [1] | | 0,49 | 0,54 | 0,53 | 0,41 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 65,7 | 60,1? | 58,8 | 48,2 |
| Vergasung | % | 12,9 | 14,2 | 16,9 | 17,9 |
| Asphalt auf Reinkohle | % | 13,1 | 11,0 | 17,0 | 11,8 |
| " im festefreien Rücklauföl ges. | % | 10,3 | 8,9 | 12,6 | 9,? |
| " im Anreiböl | % | 11,2 | 9,2 | 9,0? | 8,1 |
| Anreiböl-Überschuß | % | 12,2 | 13,4 | 30,7 | 16,? |
| Bilanz Nr. | | 2a | 2b | 2c | 2d-e |

1) auf 8 % Anreiböl-Überschuß im Hochdrucköl-Gewinn

Bilanz 2a

Bei 25,2 mV (479°) mußte der Durchsatz auf 0,70 erh[illegible] werden, um mit der Gesamtverdünnung 65:35 genügend Rücklauf[illegible] zu erhalten. Von den Ergebnissen überrascht der hohe Schweröleanteil im Ölgewinn und wie bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl die niedrige Vergasung.

Bila[illegible] b

Bei 480° ließ sich der Durchsatz auf 0,77 steigern. Trotz dieser Maßnah[illegible] mußte zur Erreichung des Rücklaufölgleichgewichtes die Absch[illegible]verdünnung auf 60:40 vorgenommen werden. Die Temperaturerhö[illegible]führte zu einem Anwachsen der Vergasung. Der Schweröleanteil im Ölgewinn ist mit 60 % wahrscheinlich etwas zu niedrig bestimmt. Die Verbesserung des Abbaues vom Festen und vom [illegible]aichen, da viel Rücklauföl ergänzt wurde, und d[illegible] [illegible]zu des Abschlamms mangels einer zuverlässigen [illegible]ntzt werden mußte.

Bilanz 2c

[illegible]eniger Schweröl zu erhalten, wurde etwas Schweröl im Ver[illegible]ngsöl zurückgeführt, das bisher aus reinem Mittelöl be[illegible]wenden hatte. Diese Maßnahme reichte nicht völlig aus, den [illegible]anteil im Ölgewinn unter 50 % zu drücken, ein gewisser [illegible]g war aber bemerkbar. Der hohe Anreibeölüberschuß zeigte an, daß eine Verminderung des Durchsatzes oder eine weitere Temperaturerhöhung am Platze war. Asphaltabbau und Vergasung hatten sich etwas verschlechtert, vielleicht in nachträglicher Auswirkung der Durchsatzerhöhung. Der Reinkohleabbau wurde zu günstig berechnet; vermutlich hat eine Reihe von Bestimmungsschwankungen zufällig in derselben Richtung gewirkt.

Bilanz 2 d-e

[illegible] wurde nun auf die für die Technik in Frage kommende Höhe [illegible] vermindert und versucht, rd. 50 % Schweröl im Ölgewinn zu erhalten. Dies wurde bei gleichbleibender Verdünnung bei 479° erreicht. Die Zurücknahme des Durchsatzes bewirkte eine Verbesserung des Feste- und Asphaltabbaues, sowie ein Ansteigen der Vergasung.

Der Asphaltgehalt des Neuabschlamms lag hier bei 11,8 % bezogen auf die eingehende Reinkohle, während er bei dem Versuch 1b zur Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl bei dem niedrigen Durchsatz 0,49 und der hohen Temperatur 479° den Asphaltausgang 12,7 % a.R.K. erreichte. Der Abbau betrug in den Versuchen 2 d-e rd. 96 %, im Versuch 1b nur 94 %. Man kann dies als Hinweis dafür nehmen, daß u.U. auch bei der Steinkohlenverarbeitung ebenso wie bei der Hydrierung von Steinkohlenteeren die Rückführung von Schweröl den Abbau des Benzolunlöslichen und den Asphaltabbau ungünstig beeinflußt.

Die Senkung des Durchsatzes und der Temperatur gegenüber Versuch 2c hatten auf die Eigenschaften des Anfalls nur geringen Einfluß. Das Benzin war ein wenig leichter und wasserstoffreicher. Das Schweröl wies eine ein wenig niedrigere Viskosität und etwas mehr Anteile ~350° auf.
Gegenüber den Ölen, die aus den schles. Kohlen K 11 7[1] unter annähernd gleichen Bedingungen gewonnen wurden, sind die aus K 1216 erhaltenen ein wenig wasserstoffreicher und viskoser.

1) Heinitzgrube

B Sendung vom 6.9.41

Anschließend wurde auf eine neue Kohleprobe umgestellt, die mit den bisher gefahrenen verglichen werden sollte. Es ergaben sich folgende Resultate:

| | | | |
|---|---|---|---|
| Durchsatz | | 0,61 | 0,61 |
| Temperatur | °C | 476 | 478 |
| Abschlamm : Verdünnungsöl | | 60:40 | 60:40 |
| Verd.Öl = Mittelöl + Schweröl | | 4:1 | 4:1 |
| Abbau | % | 96,1 | 96,3 |
| Leistung korr. | | 0,41 | 0,41 |
| Schweröl im Ölgewinn | % | 48,4 | 47,7 |
| Vergasung | | [illegible] | 9,7 |
| Asphalt a. Reinkohle | % | 15,0 | 10,0 |
| " i. festefreien Rücklauföl ges. | % | 9,6 | 8,1 |
| " im Anreibeöl | % | 8,8 | 8,8 |
| Anreibeölüberschuß | % | 23,5 | 10,8 |
| Bilanz Nr. | | 2f | 2g |

Bilanz 2f

Zunächst wurde unter unveränderten Bedingungen weitergefahren. Dabei wurden in jeder Beziehung etwas ungünstigere Ergebnisse erhalten.

Bilanz 2g

Um bezüglich der Rücklaufölmenge dem Gleichgewicht näher zu kommen, wurde die Temperatur um 2° erhöht. Hierdurch verminderte sich der Anreibeölüberschuß wie beabsichtigt. Der Asphaltabbau verbesserte sich wesentlich, der Festeabbau wenig. Die Vergasung stieg um 1,5 % an.

Das Benzin war dem aus dem Versuch 2e sehr ähnlich, es enthielt ein wenig mehr Aromaten. Entsprechend der höheren Temperatur war das Schweröl etwas weniger viskos. Der Ölgewinn enthielt mehr Phenol.

IV Bemerkungen

In einigen Fällen wurde das Feste im Anreibeöl und im Abschlamm außer mit Benzol auch mit Tetralin-Kresol und mit Pyridin-Schwefelkohlenstoff bestimmt. Die aus diesen Festezahlen errechneten Abbauwerte stimmten miteinander innerhalb der Analysenstreuung überein. Im Gegensatz zur Teerverarbeitung liefert also bei der Kohlehydrierung mit normalen Durchsätzen die Festebestimmung mit Tetralin-Kresol oder mit Pyridin-Schwefelkohlenstoff keine neuen Erkenntnisse.

1133

Wie die Phenolzerlegungen erkennen lassen, wurden bei 600 atm (Versuch 1) mehr verwertbare Phenole als bei 250 atm (Versuch 3) im Abstreifer gefunden. Die Verteilung der Phenole ist bei derselben Fahrweise unabhängig vom Druck praktisch die gleiche.

Die Asphaltzerlegungen lassen keine klare Abhängigkeit von der Fahrweise oder den Bedingungen erkennen, da sie nicht alle nach der neuen verbesserten Methode ausgeführt worden sind.

## Tabellen-Verzeichnis


| | | |
|---|---|---|
| Tabelle | 1 a-c | Bilanzen |
| | 2 | Eigenschaften der Kohle |
| | 3 a-b | Untersuchungen des Benzins |
| | 4 a-b | " der Benzinfraktionen |
| | 5 | " des Mittelöls |
| | 6 | " " Schweröls |
| | 7 | Heizöluntersuchungen |
| | 8 | Elementaranalysen |
| | 9 a-d | Elementarbilanzen |
| | 10 | Verteilung des als KW vergasten C |
| | 11 | iso-Butangehalt |
| | 12 | Organisch gebundener Schwefel in Abgasen |
| | 13 | Abwasseruntersuchungen |
| | 14 | Asphaltzerlegungen |
| | 15 | Phenolzerlegungen |
| | 16 | Schwelausbeuten |
| | 17 | Siebanalysen |
| | 18 | Phenolgehalt einer Abstreiferfraktion |
| | 19 | Schwelöluntersuchungen |

B i l a n

## vom Fahren der Kohle 1216 auf Benzin und Mittelöl bei 600 at

### Versuchsbedingungen

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 2a | 2b |
|---|---|---|---|---|---|
| Tag 1941 | Ofen 455 | 2.11. | 5.11. | 10.11. | 14.11. |
| Schicht | | ab | ab | ab | ab |
| Betriebsstunden | | 142 | 214 | 120 | 216 |
| **Kohle** | | | | | |
| Aschegehalt der Trockenkohle | % | 4,2 | 4,1 | 4,4 | 4,6 |
| Anlieferungstag der Kohle | | | | | 5. 3. 194 |
| Vorbehandlung | | | | | |
| **Kontakte** | | | | | |
| aufgetränkt, dann getrocknet und gemahlen | | | | | |
| kolloidal | 1.Schweröl zum Brei | | | | |
| (Mengen auf T.K. bezogen) | | | | | 0,3 % Fe |
| **Anreibung** | | | | | |
| Anreiböl spez.Gew./50° | | 1,076 | 1,072 | | 1,0 ? |
| Festes (Benzol) | % | 9,9 | 9,3 | 5,3 | 3, |
| " (Tetralin-Kresol) | % | 5,0 | 6,3 | 2,0 | - |
| " (Pyridin-$CS_2$) | % | - | - | - | - |
| Asche im Festen (Benzol) | % | 34,1 | 30,0 | 25,5 | 2 |
| " " " (Tetr.-Kresol) | % | 48,2 | 44,1 | 38,9 | - |
| in Öl -325° | % | 10,8 | 11,8 | 46,1 | 4 |
| s-Asphalt | % | 3,2 | 8,5 | 11,2 | 5, |
| **Rückführung** | | | | | |
| Kohle : Abschlamm | | 1 : 0,1 | | | |
| **Fahrbedingungen** | | | | | |
| Temperaturen Vorheizer | °C | 437 | 446 | 4 9 | 4 |
| Ofen | °C | 480 | 479 | 4 9 | 4 |
| Abscheider | °C | 4 3 | 4 8 | 4 8 | 4 |
| Reinkohledurchsatz kg/Ltr.Of.Vol./Std | | 0,454 | 0,486 | 0,703 | 0,7 |
| Eingangsgas cbm / kg R.K. | | 4, 3 | 4,37 | 4,0 | 4,0 |
| Druck | | | | | 500 |
| **Aufarbeitung des Anfalls** | | | | | |
| Verdünnungsöl = Schweröl : Mittelöl | | 100:0 | 0:100 | | |
| Abschlamm:Verdünnungsöl | | gesamtes Schweröl | 65:35 | | |

Schleuderrückstand verdünnt mit Schweröl
Anreiböl = Schleuderölrest + Rest
Schweröl zusamme
Mittelöl 200 -

1) berichtigt

n ä e n

und 250 atm und auf Schweröl bei 500 atm

Tab. 1 (...)

| 2c | 2d | 2e | 2f | 2g | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 19.11. ab 336 | 25.11. ab 432 | 28.11. ab 552 | 5.12. ab 672 | 6.12. ab 744 | 14.12. b 948 | 15.12. ab 1176 | 17.12. ab 1368 |
| 4,1 | 4,3 | 4,0 | 5,0 | 4,3 | 4,3 | 4,3 | 4,1 |
| Geschrotten | | | 8. 9. 1941 | | | 5. 3. 1941 | |

1,2 % 1181 ($FeSO_4$ . 7 aq)

1,5 % 6512 (ungeschwefelte Bayermasse)

09 ($Na_2$ S, Sulfigran)

1,15 % 5076 ($NH_4$ Cl)

1 : 1

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1,054 | 1,040 | 1,042 | 1,044 | 1,038 | 1,073 | 1,075 | 1,074 |
| 10,8 | 8,9 | 8,2 | 7,8 | 7,5 | 9,2 | 8,2 | 10,0 |
| 4,8 | - | 4,9 | - | 5,5 | - | 5,0 | - |
| - | - | - | - | 4,1 | 3,1 | 3,4 | - |
| 28,0 | 25,7 | 31,0 | 33,8 | 24,0 | 23,3 | 22,3 | 18,3 |
| 47,5 | - | 42,5 | - | 23,3 | - | 15,5 | - |
| 38,0 | 40,6 | 40,0 | 40,3 | 9,4 | 6,1 | 9,6 | 9,5 |
| 9,0 | 9,1 | 9,5? | 8,8 | 8,8 | 9,5 | 9,5 | 8,9 |

1 : 0,4

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 444 | 454 | 458 | 459 | 456 | 449 | 451 | 452 |
| 480 | 476 | 476 | 476 | 478 | 466 | 464 | 469 |
| 454 | 451 | 451 | 451 | 452 | 454 | 452 | 451 |
| 0,770 | 0,613 | 608 | 0,607 | 0,613 | 0,235 | 0,239 | 0,247 |
| 3,98 | 3,33 | 75 | 3,71 | 4,03 | 4,41 | 4,25 | 4,07 |
| 500 atm | | | | | | 250 atm | |

...m verdünnt auf 16 % Feuten und geschleudert

1 : 4

60 : 40

...erÖl auf 40 % Feuten und geschwelt
Verdünnungsöls
...estilliert au. Benzin - 200°
325°

100:0

gesamter Zeitraum

## Ergebnisse[1]

**Bilanz**

| Bilanz Nr. | | | 1a | 1b | 2a | 2b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Rohbilanz | | % | 99,5[3] | 99,5 | 99,1 | 99,1 |
| Prakt./theoret. Verflüssigung | | % | 99,3 | 101,0 | 94,7 | 96,1 |
| Abbau | (Benzol) | % | 95,2 | 93,9 | 94,9 | 95,3 |
| " | (Tetralin-Kresol) | % | 92,7 | 93,8 | 93,3 | - |
| " | (Pyridin-$OS_2$) | % | - | - | - | - |
| Theoret. Ölgewinn | a.R.K. | % | 73,1 | 73,5 | 78,4 | 77,0 |
| Hochdruckölgewinn | " " " | % | 74,8 | 77,2 | 75,4 | 76,5 |
| Prakt. Ölgewinn-Leistung kg/Ltr.Of.Vol./Std. | | | 0,298 | 0,295 | 0,466 | 0,50 |
| korr.[2] Leistung | | | - | - | 0,488 | 0,57 |
| Ölgewinn Benzin - 200° | | % | 24,2 | 27,2 | 22,4 | 17,5 |
| | Mittelöl 200 - 325° | % | 75,8 | 72,8 | 11,9 | 22,4 |
| | Schweröl über 325° | % | - | - | 65,7 | 60,1 |
| Anreibeöl Überschuß auf Hochdruckölgewinn | | % | 15,8 | 21,3 | 12,2 | 13,4 |
| Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Verg. | | % | 19,0 | 18,0 | 13,5 | 14,9 |
| Vergasung korr.[2] | | | - | - | 12,9 | 14,2 |
| Vergaster C auf C der R.K. | | % | 16,1 | 14,0 | 10,8 | 12,2 |
| | davon als CO | % | 4,9 | 6,7 | 5,6 | 5,1 |
| | " " $CO_2$ | % | 0,7 | 0 | 2,2 | 2,4 |
| Neubschlamm auf T.K. | | % | 87,5 | 89,5 | 86,2 | 83,1 |
| | darin s-Asphalt auf R.K. | % | 10,2 | 12,7 | 13,1 | 11,0 |
| | " " " auf festefreies Rücklauföl | % | 8,4 | 9,6 | 10,3 | 8,9 |
| Wasserneubildung | a.R.K. | % | 8,4 | 6,9 | 8,9 | 9,2 |
| Aschebilanz | aus/ein | % | 118,7 | 111,4 | 110,1 | 106,1 |

1) berechnet auf butanfreies Benzin
2) auf 8 % Anreibedlüberschuß im Hochdruckölgewinn
3) Abstreifer korrigiert
4) zu niedrig. Vermutlich ist der Festegehalt des Anreibedls zu niedrig b[illegible]imat

s e n

1141

Tabelle 1b

| 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 2g | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 99,7<br>96,7 | 99,9<br>95,6 | 100,2<br>96,2 | 97,8<br>92,5 | 99,1<br>95,6 | 99,4<br>97,6 | 99,7<br>99,3 | 98,2<br>93,1 | 98,9<br>95,9 |
| 95,5<br>-<br>- | 97,6?<br>94,4<br>- | 96,9<br>-<br>- | 95,9<br>96,0<br>- | 96,1 | 96,3<br>95,7<br>96,3 | 89,1<br>-<br>89,9* | 86,9<br>89,1<br>95,8 | 89,6<br>-<br>- |
| 77,6<br>76,5 | 73,3<br>75,0 | 73,6<br>73,7 | 74,7<br>71,3 | 71,3<br>73,2 | 72,5<br>72,8 | 67,9<br>60,2 | 63,4<br>55,3 | 63,7<br>61,8 |
| 0,508 | 0,400 | 0,364 | 0,376 | 0,318 | 0,398 | 0,158 | 0,167 | 0,161 |
| 0,539 | 0,531 | 0,416 | 0,400 | 0,409 | 0,410 | - | - | - |
| 17,5<br>22,4<br>60,1 | 25,3<br>15,9<br>58,8 | 22,8<br>27,3<br>49,9 | 24,1<br>29,5<br>46,4 | 29,5<br>22,1<br>48,4 | 26,0<br>26,3<br>47,7 | 35,8<br>64,2<br>- | 33,7<br>66,3<br>- | 30,9<br>69,1<br>- |
| 13.4 | 30,7 | 19,4 | 13,2 | 28,5 | 10,8 | -11,8 | -22,2 | -5,2 |
| 14,9<br>14,2<br>12,2<br>5,1<br>2,4 | 21,3<br>16,9<br>14,7<br>7,8<br>2,3 | 20,4<br>18,3<br>15,9<br>5,1<br>1,2 | 18,4<br>17,5<br>14,5<br>7,8<br>0,9 | 22,3<br>18,3<br>15,6<br>6,0<br>0,9 | 20,2<br>19,7<br>17,1<br>5,2<br>0,9 | 27,4<br>-<br>26,7<br>3,4<br>1,2 | 24,7<br>-<br>24,1<br>2,4<br>0,8 | 24,7<br>-<br>22,3<br>3,5<br>1,6 |
| 83,1<br>11,0<br>8,9 | 89,6<br>17,0<br>12,6 | 86,8<br>11,9<br>9,2 | 83,4<br>11,7<br>9,3 | 88,8<br>13,0<br>9,6 | 83,3<br>10,0<br>8,1 | 85,2<br>9,4<br>7,3 | 80,5<br>7,9<br>6,4 | 87,4<br>8,3<br>6,2 |
| 9,2<br>106,1 | 9,7<br>106,0 | 10,2<br>116,6 | 8,3<br>92,5 | 8,5<br>99,8 | 6,1<br>123,4 | 11,1<br>105,7 | 13,0<br>103,8 | 12,1<br>98,8 |

immt worden

## Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.

| | | | 1a | 1b | 2a | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Abstreifer | spez. Gew. / 20° | | - | 0,994 | - | |
| | - 200° | % | - | 10,7 | - | |
| | 200 - 325° | % | - | 41,6 | - | |
| Abstreifer + | spez. Gew. / 20° | | 0,994 | 0,996 | 0,988 | 0 |
| | - 200° | % | 10,0 | 10,5 | 9,8 | |
| | 200 - 325° | % | 41,5 | 37,0 | 51,8 | 51 |
| Abschlamm | spez. Gew. / 100° | | 1,074 | 1,085 | 1,092 | |
| | Festen (Benzol) | | 28,4 | 25,5 | 25,4 | 2 |
| | " (Tetralin-Kresol) | | 25,0 | 22,5 | 22,0 | |
| | " (Pyridin-$CS_2$) | | - | - | - | |
| | Asche im Festen (Benzol) | | 49,3 | 43,4 | 44,9 | 44 |
| | " " " (Tetralin-Kresol) | | 54,5 | 51,1 | 48,7 | |
| vom Öl | - 325° | % | 13,4 | 14,2 | 12,3 | |
| | β-Asphalt | | 13,3 | 14,2 | 14,9 | 16 |

1) Zahlen der Bilanz 2a, da Probe verunglückte
2) Mittel aus 2a und 2c, " " "
3) Berichtigt anhand der Betriebsanalysen

Tabelle 1c

| 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 2g | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| - | 0,974 | - | 0,976 | - | 0,972 | - | 0,964 | |
| - | 11,5 | - | 11,7 | - | 13,3 | - | 18,1 | |
| - | 53,2 | - | 55,0 | - | 52,7 | - | 41,5 | |
| 0,986 | 0,984 | 0,980 | 0,980 | 0,976 | 0,980 | 0,988 | 0,988 | 0,992 |
| 8,1 | 9,9 | 9,2 | 10,1 | 12,0 | 11,8 | 14,9 | 14,7 | 12,5 |
| 58,0 | 54,1 | 53,6 | 54,0 | 53,0 | 51,5 | 33,1 | 34,3 | 33,4 |
| - | 1,084 | 1,078 | 1,070 | 1,068 | 1,062 | 1,088 | 1,078 | 1,084 |
| 25,4[1] | 22,5 | 23,1 | 21,3 | 21,2 | 22,0[3] | 31,5 | 34,4 | 30,7 |
| - | 19,0 | - | 17,0 | - | 22,5 | - | 27,0 | - |
| - | - | - | - | - | 18,3 | 22,7 | 17,2 | - |
| 44,9[1] | 47,6 | 49,4 | 43,8 | 50,8 | 51,9 | 31,8 | 29,0 | 28,9 |
| - | 52,0 | - | 51,2 | - | 53,9 | - | 35,4 | - |
| - | 13,4 | 9,7 | 14,5 | 16,0 | 16,3 | 11,1 | 10,8 | 10,0 |
| 16,9[2] | 19,0 | 17,1 | 17,2 | 17,7 | 15,4 | 15,4 | 14,3 | 13,2 |

Tabelle 2

## Eigenschaften der Kohle 1216

| K 1216 vom | 5.3.41 | | 8.9.41[1] | |
|---|---|---|---|---|
| Elementaranalyse | | | | |
| C | 82,11 | | 82,93 | |
| H | 5,44 | | 5,28 | |
| O | 10,29 | | 9,32 | |
| N | -,26 | | 1,48 | |
| S flüchtig | 0,75 | | 0,89 | |
| S gesamt | 1,05 | | 1,10 | |
| Cl | 0,21 | | 0,20 | |
| H disp. | 4,68 | | 4,50 | |
| Flüchtige Bestandteile a.T.K. | 37,56 | | 38,62 | |
| Urteer | 14,74 | | 14,13 | |
| Bitumen (Benzol) | 0,38 | | 0,34 | |
| " (Benzol-Alkohol) | 4,22 | | - | |
| Alkalität | 11,29 | | - | |
| Asche a.T.K. | 3,96 | | 4,18 | |
| Aschenanalyse | % | % a.T.K. | % | % a.T.K. |
| $SiO_2$ | 36,04 | 1,43 | 35,65 | 1,49 |
| $Fe_2O_3$ | 15,49 | 0,61 | 14,02 | 0,59 |
| $Al_2O_3$ | 26,21 | 1,04 | 24,69 | 1,03 |
| CaO | 7,96 | 0,32 | 8,70 | 0,36 |
| MgO | 2,15 | 0,09 | 2,46 | 0,10 |
| $K_2O$ + $Na_2O$ | 1,98 | 0,08 | 2,66 | 0,11 |
| $SO_3$ | 8,36 | 0,33 | 9,66 | 0,40 |
| $P_2O_5$ | 0,26 | 0,01 | 0,20 | 0,01 |
| $TiO_2$ | 1,12 | 0,04 | 0,69 | 0,03 |

1) Mittel aus 2 Bestimmungen

## Untersuchungen des Benzins

**Tabelle 3a**

| Probe Nr. | 1e | 2c | 2e | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|
| Destillat bis 200° aus Abstreifer + Gasbenzin | 80,9:19,1 | 79,5:20,5 | 83,9:16,1 | 89,6:10,4 | 95,8:4,2 |
| spez. Gewicht / 20° | 0,7 | 0,790 | 0,808 | 0,822 | 0,770 |
| Anilinpunkt ° | °C +24,6 | +27,3 | +25,3 | +23,3 | +32,0 |
| Phenole | % 3,7 | 7,1 | 9,7 | 11,5 | 2,7 |
| ASTM - Siedekurve | | | | | |
| Beginn | °C 42 | 45 | 49 | 51 | 68 |
| - 50 | % 0,5 | 0,8 | - | - | - |
| - 60 | % 3,0 | 4,9 | 3,5 | 1,8 | - |
| - 70 | % 7,[illegible] | 9,3 | 8,8 | 6,5 | - |
| - 80 | % 2,[illegible] | 15,8 | 11,0 | 8,8 | 5,8 |
| - 90 | % 17,9 | 22,7 | 15,8 | 10,8 | 22,5 |
| - 100 | % 24,2 | 30,0 | 21,5 | 14,0 | 45,8 |
| - 110 | % 31,0 | 37,0 | 28,0 | 19,0 | 61,0 |
| - 120 | % 38,2 | 44,0 | 35,0 | 26,8 | 70,2 |
| - 130 | % 45,0 | 50,0 | 42,0 | 34,5 | 76,7 |
| - [illegible] | % 52,7 | 55,2 | 47,8 | 41,7 | 80,9 |
| - [illegible] | % 62,0 | 61,0 | 54,0 | 49,0 | 84,5 |
| - [illegible] | % 69,5 | 68,0 | 60,0 | 58,5 | 87,9 |
| - [illegible] | % 78,5 | 76,0 | 69,6 | 63,8 | 90,2 |
| - [illegible] | % 86,5 | 84,0 | 80,0 | 79,8 | 93,0 |
| - 190 | % 91,2 | 89,2 | 97,8 | 88,5 | 94,2 |
| - [illegible] | % 94,8 | 93,0 | 93,0 | 93,7 | 96,4 |
| - 207 | % 97,2 | - | - | - | - |
| - 210 | % - | 95,0 | 95,8 | 96,0 | 97,5 |
| - 214 | % - | - | 97,5 | - | - |
| - [illegible] | % - | 97,0 | - | - | - |
| - [illegible] | % - | - | - | - | 99,0 |
| - 217 | % - | - | - | 98,0 | - |
| + R | % 98,0 | 98,0 | 98,5 | 99,0 | 100,0 |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ab. 6 A behandelt: | | | | | | |
| spez. Gewicht / 20° | | 0,780 | 0,772 | 0,785 | 0,798 | 0,762 |
| A.P. I | °C | +24,7 | +27,2 | +24,8 | +22,8 | +33,0 |
| " Ia | °C | +26,2 | +30,0 | +27,5 | +23,6 | +34,3 |
| " II | °C | +54,7 | +53,7 | +54,2 | +54,2 | 51,0 |
| Fraktion 80-100 spez.Gew./20° | | 0,721 | 0,[illegible] | 0,749 | 0,723 | 0,740 |
| A.P. | °C | +37,0 | +37,5 | +38,9 | +38,3 | +37,0 |
| 100-130 spez.Gew./20° | | 0,776 | 0,772 | 0,[illegible] | 0,774 | 0,766 |
| A.P. | °C | +23,3 | +25,8 | +27,0 | +27,2 | +33,2 |
| 130-150 spez.Gew./20° | | 0,821 | 0,822 | 0,820 | 0,825 | 0,808 |
| A.P. | °C | +15,3 | +15,3 | +15,9 | +16,3 | +25,0 |
| " 150-210 spez.Gew./20° | | 0,847 | 0,853 | 0,854 | 0,859 | - |
| A.P. | °C | +15,7 | +13,9 | +11,7 | +11,0 | - |

## Untersuchungen das Benzins (Fortsetzung)

Tabelle 3b

| Bilanz Nr. | | | 1b | 2c | 2c | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ASTM Siedekurve | | | | | | | |
| Beginn | °C | | 46 | 45 | 51 | 55 | 72 |
| - 50° | % | | - | 0,3 | - | - | - |
| - 60° | | | 1,9 | 3,0 | 1,0 | 0,5 | - |
| - 70° | | | 6,0 | 9,8 | 4.5 | 2,2 | - |
| - 80° | | | 11,8 | 17,0 | 9,6 | 5,0 | 2,5 |
| - 90° | | | 17,5 | 25,0 | 16,2 | 9,0 | 23,8 |
| - 100° | | | 23,8 | 33,8 | 24,2 | 14,8 | 47,2 |
| - 110° | | | 31,9 | 42,2 | 32,7 | 21,8 | 62,7 |
| - 120° | | | 39,0 | 48,2 | 39,8 | 29,0 | 72,0 |
| - 130° | | | 47,0 | 53,8 | 46,8 | 36,0 | 78,8 |
| - 140° | | | 55,0 | 59,8 | 52,0 | 44,8 | 83,0 |
| - 150° | | | 62,7 | 65,0 | 58,2 | 52,8 | 86,7 |
| - 160° | | | 70,3 | 70,0 | 64,5 | 60,0 | 89,2 |
| - 170° | | | 77,9 | 76,2 | 70,2 | 68,0 | 92,0 |
| - 180° | | | 85,8 | 83,5 | 77,2 | 77,0 | 93,9 |
| - 190° | | | 91,0 | 88,6 | 84,8 | 85,2 | 95,0 |
| - 200° | | | 95,2 | 94,6 | 92,0 | 91,8 | 96,2 |
| - 208° | | | 98,0 | - | - | - | - |
| - 210° | | | - | 96,5 | 96,0 | 95,3 | 97,2 |
| - 213° | | | - | 98,0 | 98,0 | - | - |
| - 217° | | | - | - | - | 97,6 | 98,8 |
| + R | | | 99,0 | 99,0 | 99,0 | 98,8 | 100,0 |
| Zusammensetzung | | | | | | | |
| Paraffine | % | | 33,0 | 30,5 | 32,0 | 28,5 | 29,0 |
| Naphthene | | | 33,0 | 35,0 | 34,0 | 31,0 | 48,0 |
| Aromaten | | | 28,0 | 27,0 | 27,5 | 33,0 | 19,0 |
| ungesättigte KW | | | 6,0 | 7,5 | 6,5 | 7,5 | 4,0 |
| Klopfwert | | | | | | | |
| Research | | | 74,8 | 74,2 | 72,7 | 75,3 | 69,0 |
| Motor | | | 65,8 | - | - | 63 | 68,0 |

Tabelle 4a

## Untersuchungen der Spaltfraktionen

### Benzin mit Na OH behandelt

| Fraktion | - 90° | | | | 90 - 150° | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bilanz Nr. | 1b | 2a | 2e | 2g | 1b | 2a | 2e | 2g |
| Gewichts-% | 25,8 | 32,1 | 21,9 | 13,6 | 36,4 | 29,5 | 35,7 | 37,8 |
| spez.Gew./20° | 0,690 | 0,692 | 0,692 | 0,688 | 0,782 | 0,774 | 0,772 | 0,773 |
| A.P. I | +43,8 | +44,2 | +45,3 | +45,2 | +21,1 | +26,5 | +27,5 | +28,0 |
| A.P. Ia | +46,3 | +48,0 | +48,0 | +47,8 | +25,0 | +32,0 | +32,0 | +31,2 |
| A.P. II | +51,9 | +52,8 | +52,5 | +52,2 | +53,0 | +52,3 | +52,0 | +52,7 |
| ASTM | | | | | | | | |
| Siedebeginn °C | 28 | 35 | 36 | 32 | 97 | 97 | 93 | 95 |
| - 40 % | 4,9 | 0,5 | - | 4,2 | | | | |
| - 50 " | 22,9 | 16,0 | 13,0 | 21,0 | | | | |
| - 60 " | 41,0 | 33,5 | 37,0 | 38,8 | | | | |
| - 70 " | 60,0 | 63,5 | 62,0 | 60,3 | | | | |
| - 80 " | 80,1 | 85,2 | 85,8 | 83,8 | | | | |
| - 90 " | 92,7 | 95,0 | 95,0 | 94,0 | | | | |
| - 95 " | - | - | 97,0 | 96,3 | | | | |
| - 97 " | - | 97,8 | | | | | | |
| - 100 " | 96,8 | | | | 0,5 | 0,8 | 5,3 | 2,0 |
| - 110 " | | | | | 21,0 | 37,0 | 38,0 | 33,5 |
| - 120 " | | | | | 52,3 | 68,8 | 64,3 | 63,8 |
| - 130 " | | | | | 74,8 | 85,7 | 81,8 | 83,2 |
| - 140 " | | | | | 88,0 | 94,8 | 92,8 | 93,0 |
| - 150 " | | | | | 95,0 | 97,8 | 96,8 | 97,5 |
| - 154 " | | | | | - | - | - | 99,0 |
| - 155 " | | | | | - | 99,2 | - | - |
| - 157 " | | | | | - | - | 98,9 | - |
| - 160 " | | | | | 98,0 | - | - | - |
| + R " | 97,6 | 99,0 | 98,2 | 97,0 | 98,8 | 100,0 | 98,5 | 100,0 |
| Zusammensetzung | | | | | | | | |
| Paraffine % | 35,0 | 37,5 | 38,0 | 54,5? | 28,0 | 28,5 | 29,0 | 30,0 |
| Naphthene % | 52,5 | 49,0 | 50,0 | 34,5? | 36,0 | 40,0 | 42,0 | 40,0 |
| Aromaten % | 6,5 | 7,0 | 6,0 | 5,5 | 29,0 | 23,0 | 21,0 | 23,0 |
| ungesätt.KW % | 6,0 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 7,0 | 8,5 | 8,0 | 7,0 |
| Klopfwert | | | | | | | | |
| Research | 79,8 | 79,5 | 78,0 | 80,3 | 72,0 | 73,0 | 71,3 | 71,9 |
| Motor | 73,0 | 73,5 | 74,4 | 76,2 | 64,7 | 65,5 | 65,9 | 58,5 |

Tabelle 4b

## Untersuchungen der Benzinfraktionen

### Benzin mit Na OH behandelt

| Fraktion | | 150 - 180° | | | | 180 - 200° | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2e | 2g | 1b | 2a | 2e | 2g |
| Gewichts-% | | 19,0 | 16,0 | 14,4 | 21,2 | 12,2 | 11,5 | 13,2 | 14,0 |
| spez.Gewicht/20° | | 0,826 | 0,824 | 0,826 | 0,828 | 0,850 | 0,855 | 0,856 | 0,860 |
| A.P. I | | +14,7 | +15,5 | +15,2 | +16,0 | +14,8 | +10,2 | +7,5 | + 8,5 |
| " " Ia | | +16,0 | +18,3 | +17,2 | +18,0 | +15,0 | +11,2 | +8,7 | + 9,3 |
| " " II | | +57,5 | +57,5 | +57,6 | +57,2 | +59,8 | +59,7 | +59,5 | +59,7 |
| ASTM | | | | | | | | | |
| Siedebeginn | °C | 151 | 148 | 150 | 151 | 180 | 178 | 178 | 177 |
| - 150° | % | - | 1,0 | - | - | | | | |
| - 160 | " | 30,0 | 54,0 | 24,8 | 45,0 | | | | |
| - 170 | " | 83,8 | 87,2 | 79,0 | 83,0 | | | | |
| - 180 | " | 96,1 | 96,2 | 94,8 | 94,2 | | | | |
| - 186 | " | - | 99,0 | - | - | | 2,0 | 3,3 | 2,5 |
| - 187 | " | 99,0 | - | - | - | | - | - | - |
| - 188 | " | - | - | - | - | | - | - | - |
| - 190 | " | - | - | - | 98,5 | | - | - | - |
| - 200 | " | | | 98,8 | - | 76,5 | 80,0 | 76,0 | 79,8 |
| - 204 | | | | | | 96,5 | 97,7 | 96,5 | 96,8 |
| - 205 | | | | | | | 99,2 | - | - |
| R | | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 99,0 | - | 98,8 | 99,0 |
| | | | | | | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| Zusammensetzung | | | | | | | | | |
| Paraffine | % | 32,0 | 29,5 | 31,0 | 30,5 | 34,5 | 30,0 | 32,0 | 30,0 |
| Naphthene | % | 22,0 | 20,5 | 22,0 | 22,0 | 17,5 | 15,0 | 14,0 | 15,5 |
| Aromaten | % | 40,5 | 41,5 | 38,0 | 39,5 | 44,0 | 49,0 | 48,0 | 45,0 |
| unges. KW | % | 5,5 | 8,5 | 9,0 | 8,0 | 4,0 | 6,0 | 6,0 | 9 |
| Klopfwert | | | | | | | | | |
| Research | | 75,2 | 74,4 | 71,6 | 74,5 | 71,5 | 74,2 | 73,5 | 7[illegible] |
| Motor | | 64,8 | 67,2 | 68,3 | 64,2 | 63,3 | 67,2 | 68,4 | 6[illegible] |

Tabelle 5

## Untersuchungen des Mittelöls

| Bilanz Nr. | | 1b | 2c | 2e | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Abstreifer über 200° + Schweröl | | 89,2:10,8 | 87,6:12,4 | 85,5:14,5 | 87,5:12,5 | 78,8:21,2 |
| darin Mittelöl 200 - 325° | % | 38,8 | 54,6 | 55,4 | 58,2 | 58,1 |
| Frhr. spez. Gewicht / 20° | | 0,974 | 0,938 | 0,966 | 0,964 | 0,968 |
| Phenole | % | 15,3 | 17,5 | 15,4 | 20,4 | 16,5 |
| Gewichts-Engler-Kurve | | | | | | |
| Siedebeginn | °C | 225 | 225 | 235 | 223 | 205 |
| - 225° | % | - | - | - | - | 11,8 |
| - 250 | " | 19,6 | 18,4 | 5,5 | 31,2 | 33,0 |
| - 275 | " | 60,0 | 60,5 | 56,8 | 62,4 | 54,7 |
| - 300 | " | 86,0 | 86,0 | 83,9 | 86,2 | 80,5 |
| - 325 | " | 94,5 | 95,5 | 95,1 | 96,1 | 95,0 |
| - 330 | " | 97,7 | 97,2 | 97,4 | 97,8 | |
| - 334 | " | - | - | - | - | 97,7 |
| + R | " | 99,9 | 100,0 | 99,9 | 99,9 | 100,0 |
| Entphenolliert: spez.Gew. / 20° | | 0,960 | 0,952 | 0,952 | 0,942 | 0,948 |
| A.P. berechn. | °C | - 27 | - 23 | - 20 | - 21 | - 18 |
| ungesättigte KW | % | 21,0 | 15,0 | 16,0 | 13,5 | 13,0 |
| Fraktion 240-270° spez.Gew./20° | | 0,941 | 0,938 | 0,940 | 0,930 | 0,936 |
| A.P. ber. | °C | - 27 | - 24 | - 21 | - 17 | - 18 |
| " 280-310° spez.Gew./20° | | 0,968 | 0,959 | 0,956 | 0,952 | 0,964 |
| A.P. ber. | °C | - 28 | - 20 | - 19 | - 14 | - 20 |

## Untersuchungen des Schweröls

Tabelle 6

| Bilanz Nr. | | 1b | 2c | 2e | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Im Abstreifer über 200° + Schweröl Schweröl über 325° | % | 61,2 | 45,3 | 44,5 | 41,7 | 41,7 |
| spez. Gewicht / 50° | | 1,038 | 1,045 | 1,046 | 1,044 | 1,054 |
| Kurzsiedekurve bei mm Hg | | 12 | 10 | 12 | 12 | 12 |
| Siedebeginn | °C | 185 | 200 | 180 | 175 | 180 |
| - 225° | % | 55,3 | 38.6 | 46.4 | 44.4 | 34.7 |
| spez. Gewicht/40° | | 1,020 | 1,016 | 1,014 | 1,014 | 1,020 |
| - 275° | % | 82,6 | 71,5 | 77,2 | 77,9 | 84,2 |
| spez. Gewicht/60° | | 1,040 | 1,036 | 1,040 | 1,032 | 1,044 |
| - 325° | % | 93,1 | 89,3 | 90,9 | 91,4 | 95,1 |
| spez. Gewicht/90° | | 1,062 | 1,062 | 1,068 | 1,060 | 1,084 |
| + R | % | 100,0 | 99,9 | 100,0 | 99,8 | 100,0 |
| Ger. Engler | | | | | | |
| 338 - 350° | % | | | | | 7,0 |
| + R | | | | | | 100,0 |

## Heizöl-Untersuchungen

Tabelle 7

| Bilanz Nr. | 2a | 2b | 2c | | 2d | 2e | | 2f | 2g | | 3b | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Hochsiedöl:Mittelöl hergestellt von | 100:0 techn. Dest. | 100:0 Labor | 100:0 Labor[1] | 64:36 Labor[1] | 100:0 Labor | 100:0 Labor[1] | 65:35 Labor[1] | 100:0 Labor | 100:0 Labor[1] | 59:31 Labor[1] | 100:0 Labor | 79:21 Labor |
| spez.Gew./20° | 1,071 | 1,075 | 1,066 | 1,034 | 1,063 | 1,067 | 1,034 | 1,067 | 1,065 | 1,035 | 1 075 | 1,059 |
| Stockpunkt °C | + 7 | + 15 | + 9 | - 9 | + 7 | + 8 | - 5 | + 8 | + 8 | - 4 | + 17 | + 11 |
| Flammpunkt °C | 184 | 186 | 180 | 131 | 178 | 181 | 133 | 184 | 183 | 123 | 181 | 121 |
| Brennpunkt °C | 231 | 232 | 228 | 156 | 216 | 232 | 161 | 232 | 227 | 144 | [illegible] | 162 |
| Koksrest % | 1,8 | 1,52 | 1,45 | 1,0 | 1,4 | 1,6 | 1,1 | 1,45 | 1,25 | 1,0 | 1,73 | 1,63 |
| -Asphalt % | 3,5 | 5,2 | 3,2 | 1,9 | 3,8 | 3,8 | 2,0 | 3,1 | 2,4 | 1,6 | 2,4 | 2,0 |
| Asche im Ganzen % | Spuren | Spuren | 0,02 | Spuren | Spuren | 0,02 | 0,01 | 0,01 | 0,02 | 0,01 | 0,12 | 0,1 |
| Phenole % | - | - | - | - | - | 7,0 | 10,0 | - | 4,7 | 8,4 | - | - |
| Viskosität °E/20° | - | - | - | 35,3 | - | - | 35,9 | - | - | 35,3 | - | 35,0 |
| °E/50° | 24,8 | 41,4 | 33,2 | 3,81 | 19,2 | 30,24 | 3,88 | 24,58 | 25,80 | 3,78 | 8,80 | 3,3 |
| °E/80° | 3,84 | 5,11 | 4,48 | - | 3,34 | 4,30 | - | 3,82 | 3,94 | - | 2,23 | - |
| Ges.Engler | | | | | | | | | | | | |
| Siedebeginn °C | | | 345 | 251 | | 335 | 265 | | 335 | 240 | | |
| - 275° | | | - | 7,1 | | - | 4,5 | | - | 11,1 | | |
| - 300° | | | - | 22,4 | | - | 16,6 | | - | 20,2 | | |
| - 325° | | | - | 33,2 | | - | 29,4 | | - | 29,2 | | |
| - 350° | | | 2,5 | 47,9 | | 11,6 | 43,8 | | 8,5 | 44,6 | | |
| + R | | | 100,0 | 100,0 | | 100,0 | 100,0 | | 100,0 | 100,0 | | |
| HW cal/kg | | | 9234 | 9288 | | 9212 | 9294 | | 9226 | 9247 | | |
| Sandfreiheit bei 0° 12000er Un-Sieb | | | | frei | | | frei | | | frei | | frei |

[1]) Klone.Carbanalyse s. Tabelle 8

## Elementaranalysen

Tabelle 8

| Bilanz Nr. | Benzin - 200° | | | | | Mittelöl 200-325° | | | | Schweröl über 325° | | | | Heizölmischung | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1b | 2c | 2e | 2g | 3b | 1b | 2c | 2e | 2g | 1b | 2e | 2e | 2g | 2c | 2e | 2g |
| C | 85.75 | 85.03 | 84.73 | 84.97 | 85.18 | 87.28 | 86.39 | 86.26 | 86.26 | 89.27 | 88.72 | 88.41 | 88.30 | 87.65 | 87.20 | 87.60 |
| H | 12.33 | 12.96 | 12.28 | 12.23 | 13.64 | 9.54 | 9.78 | 9.84 | 12.49 | 8.26 | 8.21 | 8.31 | 8.43 | 8.96 | 8.75 | 8.72 |
| O | 1.00 | 1.63 | 2.50 | 2.37 | 0,98 | 3.08 | 2.74 | 2.93 | 0,43 | 1.64 | 1.90 | 2.16 | 2.17 | 2.67 | 3.47 | 3.17 |
| N | 0.37 | 0,33 | 0,43 | 0,40 | 0,17 | 1.06 | 1.06 | 0,95 | 0,81 | 0,77 | 1,08 | 1.05 | 1.04 | 0,69 | 0,54 | 0,50 |
| S | 0,054 | 0,05 | 0,064 | 0,035 | 0,036 | 0,043 | 0,027 | 0,016 | 0,015 | 0,062 | 0,094 | 0,069 | 0,064 | 0,03 | 0,04 | 0,05 |

| Bilanz Nr. | Anreibeöl | | | | Schwelrückstand (wasserfrei) | | | Kohle getränkt mit $FeSO_4$ | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1b | 2c | 2e | 2g | 2c | 2e | 2g | 1b | 2c | 2e | 2g |
| C | 86.60 | 86.44 | 86.37 | 85.73 | 58.80 | 56.08 | 56.22 | 81.17 | 81.21 | 80.92 | 81.07 |
| H | 7.07 | 7.43 | 7.91 | 8.05 | 1.84 | 1.51 | 1.43 | 5.35 | 5.54 | 5.52 | 5.36 |
| O | 5.09 | 4.81 | 4.30 | 4.37 | - 1) | - 1) | - 1) | 10.24 | 10.17 | 10.63 | 11.13 |
| N | 0.36 | 0,93 | 1.13 | 0,91 | 0,54 | 0,60 | 0,52 | 2.22 | 1.50 | 2.02 | 1.53 |
| S flüchtig | - | - | - | - | - | - | - | 0,537 | 1.44 | 0,96 | 1.40 |
| S gesamt | - | - | - | - | 2.40 | 2.33 | 2.09 | 1.02 | 0,98 | 0,91 | 0,98 |
| Asche | 0,36 | 0,39 | 0,29 | 0,33 | 4.17 | 4.34 | 4.13 | 1.02 | 1.13 | 1.03 | 1.09 |
| | | | | | 37.05 | 41.40 | 41.20 | - | - | - | - |

1) Asche sulfathaltig

Tabelle 9a

## Elementarbilanz

zu Bilanz 1b

| | | O | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ein: | Kohle, getränkt mit 1181 | 3157,1 | 208,0 | 398,0 | 46,0 | 38,1 |
| | Kontakt 6709 | - | - | - | - | 4,9 |
| | Eingangsgas | 47,4 | 257,2 | 20,6 | - | - |
| | Gesamteingang | 3204.5 | 465.2 | 418.6 | 46,0 | 43.0 |
| Aus: | Benzin | 551,4 | 82,5 | 6,4 | 2,4 | 0,3 |
| | Mittelöl | 1783,0 | 154,0 | 53,0 | 18,2 | 0,8 |
| | Anreibeölüberschuß | 338,8 | 28,7 | 30,6 | 3,5 | 1,4 |
| | Abwasser | 5,5 | 40,0 | 253,6 | 9,3 | 8,2 |
| | Ofengas | 454,4 | 121,0 | 48,4 | 0,7 | 3,2 |
| | Produktgas | 60,3 | 15,2 | 2,3 | 7,9 | 3,8 |
| | Abschlammgas | 32.7 | 6,8 | 2,6 | 0,4 | - |
| | Gas im Produkt gelöst | 4,2 | 0,9 | - | - | - |
| | im Wasser der Gaswäsche[1] | 0,2 | 0,2 | 0,5 | 1,0 | 0,2 |
| | Schwelrückstand[1] | 269,0 | 6,9 | 13,0 | 2,6 | 23,1 |
| | Schwelwasser[1] | - | 0,7 | 5,7 | - | - |
| | Schwelgas[1] | 5,0 | 5,2 | 1,9 | - | - |
| | Gesamtausgang | 3204.5 | 465.2 | 426.6 | 46.0 | 43.0 |
| | Aus/Ein der unkorrig. Bilanz % | 101.0 | - | 94.9 | 142.1 | 97,5 |

### Korrekturen

C - Bilanz: „Ofengas": die Menge des vergasten C hatte sich nach der Stockanalyse um 200 g höher als nach der technischen Analyse errechnet.

O - " : Abwasser

N - " : N-Gehalt der Kohle

S - " : S- " " "

1) geschätzt

Tabelle 91

## Elementarbilanz
## zu Bilanz 2 c

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| **Ein:** Kohle, getrocknet mit 1181 | 5010,0 | 339,4 | 623,5 | 09,1 | 97,7 |
| Kontakt 6709 | - | - | - | - | - |
| Eingangsgas | 52,9 | 337,8 | 10,0 | - | - |
| Gesamteingang | 5062,9 | 677,2 | 633,5 | 85,1 | 95,5 |
| **Aus:** Benzin | 689,6 | 108,1 | 13,2 | 2,7 | 0,4 |
| Mittelöl | 430,9 | 49,7 | 13,9 | 5,4 | 0,2 |
| Schweröl | 1671,5 | 154,6 | 35,0 | 20,3 | 1,8 |
| Anreibeölüberschuß | 826,0 | 71,3 | 46,2 | 8,6 | 3,7 |
| Abwasser | 14,9 | 55,9 | 379,8 | 35,3 | 27,1 |
| Ofengas | 607,3 | 161,2 | 95,9 | 2,3 | 15,5 |
| Produktgas | 116,1 | 26,9 | 4,5 | 1,6 | 3,8 |
| Abschlammgas | 149,3 | 12,4 | 1,6 | 2,0 | - |
| Gas im Produkt gelöst | 25,7 | 6,4 | - | - | - |
| in Wasser der Gasdüche[1] | 0,2 | 0,8 | 0,5 | 1,0 | 0,2 |
| Schwelrückstand | 535,0 | 15,7 | 27,0[1] | 4,9 | 37,3 |
| Schwelwasser[1] | - | 1,4 | 11,4 | - | - |
| Schwelgas[1] | 9,8 | 10,4 | 3,7 | - | - |
| Gesamtausgang | 5062,9 | 677,2 | 633,5 | 85,1 | 95,5 |
| Aus/Ein der korrig. Bilanz | 99,6 | - | 106,8 | 97,7 | 117,6 |

Korrekturen

C - Bilanz: Eingangsgasen
O - " : Abwasser
H - " : H-Gehalt der Kohle
S - " : S- " " "

1) geschätzt

Tabelle 9a

## Elementarbilanz

zu Bilanz 2 a

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| **Ein:** Kohle, gekürzt auf 1131 kg/st 6769 | 3983,0 | 210,2 | 490,0 | 27,1 | 2,9 |
| Eingangsgas | 37,5 | 335,0 | 9,2 | – | 5,9 |
| Gesamteingang | 3920,5 | 545,2 | 507,2 | 55,1 | 63,8 |
| **Aus:** Benzin | 815,2 | 69,1 | 18,1 | 5,1 | 0,5 |
| Mittelöl | 717,1 | 77,4 | 28,0 | 3,1 | 0,1 |
| Schweröl | 1230,9 | 116,2 | 30,1 | 14,7 | 1,0 |
| Abgasbestandteile | 220,6 | 20,1 | 11,0 | 2,0 | 0,8 |
| Abwasser | 9,9 | 48,9 | 390,9 | 20,4 | 10,1 |
| Stickgas | 523,3 | 159,8 | 21,3 | – | 11,0 |
| Produktgas | 96,3 | 19,9 | 5,0 | 1,7 | 2,5 |
| Abschlämmgas | 22,5 | 5,5 | 0,2 | 0,4 | – |
| Gas in Produkt gelöst | 17,3 | 2,7 | – | – | – |
| (= Wasser der Gaswäsche[1]) | 0,3 | 0,2 | 0,3 | 1,0 | 0,2 |
| Schwerölrückstand | 416,3 | 11,2 | 21,0[1] | 4,5 | 12,3 |
| Schwefelwasser[1] | – | 1,1 | 8,9 | – | – |
| Schwefelgas[1] | 7,7 | 6,1 | 2,3 | – | – |
| Gesamtausgang | 3920,5 | 545,2 | 507,2 | 55,1 | 63,8 |
| Aus/Ein der unkorrig. Bilanz · % | 98,2 | – | 98,2 | 103,8 | 102,8 |

Korrekturen

C – Bilanz: Elementargehalt

O – " : Abwasser

H – " : H-Gehalt der Kohle

S – " : S- " " "

1) gerechnet

Tabelle 9a

## Elementarbilanz

zu Bilanz 2 a

| | C | H | O | N | S |
|---|---|---|---|---|---|
| **Ein:** Kohle getrocknet mit 1181 | 4009,0 | 265,2 | 550,5 | 65,1 | 48,3 |
| Kohle 6709 | - | - | - | - | 6,3 |
| Eingangsgase | 36,0 | 314,7 | 13,4 | - | - |
| Gesamteingang | 4045,0 | 579,8 | 563,9 | 65,1 | 54,6 |
| **Aus:** Benzin | 701,8 | 101,0 | 19,6 | 2,3 | 0,3 |
| Mittelöl | 688,9 | 104,3 | 35,9 | 6,8 | 0,1 |
| Schweröl | 1340,3 | 128,0 | 2,8 | 15,9 | 1,0 |
| Anrechenbildberechnung | 143,5 | 13,3 | 1,3 | 1,5 | 0,5 |
| Abwasser | 11,5 | 51,2 | 3,4 | 26,0 | 17,9 |
| Ofengase | 605,5 | 136,5 | 19,6 | 2,9 | - |
| Produktgase | 93,5 | 16,1 | 5,3 | 0,6 | 4,9 |
| Abschlußgase | 21,6 | 5,2 | 4,9 | 5,4 | - |
| Gas im Produkt gelöst | 22,6 | 4,7 | - | - | - |
| im Wasser der Gasanalyse[1] | 0,2 | 0,2 | 0,5 | 1,0 | 0,2 |
| Schwelrückstand | 408,0 | 10,3 | 20,0[1] | 3,7 | 29,7 |
| Schwelwasser[1] | - | 1,1 | 8,5 | - | - |
| Schwelgas[1] | 7,5 | 7,9 | 2,9 | - | - |
| Gesamtausgang | 4045,0 | 579,8 | 563,9 | 65,1 | 54,6 |
| Aus/Ein der unkorrig. Bilanz | 101,0 | - | 84,3 | 97,5 | 93,8 |

Korrekturen

C - Bilanz: Eingangsposten

O - " : Abwasser

H - " : H-Gehalt der Kohle

S - " : S- " " "

---

1) geschätzt

Tabelle 10

Verteilung des KW vergasten C

| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2e | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| in $C_1$ - KW | % | 3,1 | 33,6 | 24,1 | 26,7 | 25,8 |
| " $C_2$ - " | " | 22,8 | 17,5 | 24,5 | 21,8 | 23,3 |
| " $C_3$ - " | " | 35,0 | 27,9 | 30,6 | 30,9 | 27,7 |
| " $C_4$ - " | " | 22,1 | 21,0 | 20,8 | 20,6 | 23,2 |
| Ungesättigte | | | | | | |
| von $C_2$ - KW | % | 5,4 | 0,5 | 4,0 | 2,7 | 2,5 |
| " $C_3$ - " | " | 5,8 | 1,4 | 4,0 | 4,6 | 3,6 |
| " $C_4$ - " | " | 12,2 | 1,6 | 4,8 | 4,8 | 3,5 |
| von $C_1$-$C_4$-KW | % | 6,0 | 0,6 | 3,2 | 3,0 | 2,4 |

Tabelle 11

Iso-Butangehalt
von Gesamtbutan

| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2e | 2g | 3b |
|---|---|---|---|---|---|---|
| im Ofengas | % | 38 ? | 11 | 15 | 11 | 10 |
| " Produktgas | " | 44 ? | 10 | 14 | 10 | 11 |
| " Abschlammgas | " | - | - | - | - | 10 |
| " Produkt gelöst | " | - | 11 | 12 | 10 | 10 |
| von gesamten Butan | % | rd 40 ? | 10,5 | 14 | 10,5 | 10 |

Tabelle 1[illegible]7

## Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

mg S/cbm

| zu Bilanz Nr. | 1b | 2b | 2c | 2e | 3b |
|---|---|---|---|---|---|
| im Ofengas | 44,7 | 9,12 | 2,21 | 10,45 | 3,9 |
| im Produktgas | 8,9 | - | 10,00 | 14,75 | 6,3 |
| im Abschlammgas | 8,66 | - | 16,55 | 6,35 | 1,27 |

Tabelle 13

Abwasseruntersuchungen

g/kg

| Bilanz Nr. | $CO_2$ | $NH_3$ | $H_2S$ | Öl | Phenol |
|---|---|---|---|---|---|
| 1a | 46,7 | - | - | Spuren | - |
| 1b | 53,0 | 34,0 | 26,4 | 0 | 9,6 |
| 2a | 54,16 | - | - | 0,19 | - |
| 2b | 57,07 | - | - | 0,43 | - |
| 2c | 58,60 | 61,42 | 40,10 | 0,24 | 8,6 |
| 2d | 62,7 | - | - | 0,27 | - |
| 2e | 52,5 | 49,7 | 38,2 | 0,35 | 6,7 |
| 2f | 53,5 | - | - | 0,57 | - |
| 2g | 59,0 | 60,04 | 36,0 | 0,29 | 7,2 |
| 3a | 40,05 | - | - | 9,3 | - |
| 3b | 42,2 | 79,5 | 36,5 | 15,9 | 5,0 |
| 3c | 41,4 | - | - | 0,17 | - |

Tabelle 14

## Asphaltzerlegungen

| Bilanz Nr. | | Anreiteöl | | | | | Abschlamm | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1b | 2c | 2e | 2g | 3b | 1b | 2c | 2e | 2g | 2 |
| Öl | % | 70,3 | 43,8 | 55,3 | 67,1 | 68,1 | 51,3 | 47,9 | 60,6 | 53,2 | |
| Pikarz | % | 20,5 | 33,4 | 21,1 | 22,9 | 20,8 | 26,4 | 39,2 | 17,1 | 46,4 | |
| Asphaltharz | % | 2,3 | 6,3 | 2,9 | 2,3 | 2,9 | 2,2 | 4,6 | 8,9 | 9,2 | 7,1 |
| Hartasphalt + Carbene | % | 6,3 | 15,6 | 19,7 | 6,3 | 6,4 | 19,3 | 7,3 | 13,3 | 10,7 | 11,7 |
| Verlust | % | 0,6 | 0,9 | 1,0 | 1,4 | 1,8 | 0,8 | 1.0 | 0,1 | 0,5 | 0 |

Tabelle 15

1160

## Phenolverbindungen

| Bilanz Nr. | | 1b | 2a | 2b | 3b |
|---|---|---|---|---|---|
| Phenole 150 - 250° | | | | | |
| vedest. in Abstreifer | % | 7,8 | 10,6 | 13,2 | 6,05 |
| davon: Carbolsäure | % | 17,8 | 0,9 | 15,0 | 17,7 |
| o-Kresol | % | 9,7 | 8,0 | 9,3 | 11,4 |
| p- + m-Kresol | % | 21,6 | 29,8 | 31,8 | 25,0 |
| Xylenol | % | 23,9 | 23,0 | 20,6 | 21,8 |
| höhere Xylenole | % | 15,9 | 17,2 | 13,4 | 10,5 |

Tabelle 16

## Schwelausbeuten

| Bilanz Nr. | | 1a | 1b | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 2g | 3a | 3b | 3c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Schwelgut | | Rückstand aus der Reine-Schleuder, mit Schleuderöl auf 40 % Benzolfestes verdünnt | | | | | | | | | | | |
| Ausbringen: | | | | | | | | | | | | | |
| Schwelöl | % | 50,0 | 49,3 | 49,7 | 46,4 | 48,4 | 47,8 | 51,3 | 50,0 | 48,7 | 50,0 | 48,5 | 51,1 |
| Koks | % | 46,9 | 43,1 | 48,5 | 51,8 | 50,9 | 50,0 | 46,4 | 47,2 | 49,1 | 45,8 | 48,5 | 46,8 |
| Gas + Wasser + Verlust | % | 3,1 | 7,6 | 1,8 | 1,8 | 0,7 | 2,2 | 2,3 | 2,8 | 2,2 | 4,2 | 3,0 | 2,1 |
| Schwelölausbeute auf Öl im Schwelgut | % | 83,3 | 82,2 | 82,8 | 81,3[1] | 80,7 | 81,9[2] | 85,5 | 83,3 | 81,2 | 83,3 | 80,8 | 85,2 |

1) Das Schwelgut enthielt 57,3 % Öl
2) " " " 58,4 % Öl

11961

Tabelle 17

## Siebanalysen

| Bilanz Nr. | Kohlen | | | Anreibeölfestes | | | Abschlammfestes | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1b | 2c | 2g | 1b | 2c | 2g | 1b | 2c | 2g |
| Rückstand auf dem 100er Sieb % | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | Spuren | 0 |
| " " " 400 " " " | Spuren | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 0 | Spuren | " | 0 |
| " " " 900 " " " | 0,4 | 0,7 | 0,1 | 0 | 0 | Spuren | 0,4 | 0,5 | Spure |
| " " " 2 500 " " " | 9,1 | 7,3 | 6,1 | 0 | Spuren | 1,3 | Spuren | 0,5 | 0,5 |
| " " " 4 900 " " " | 13,5 | 10,0 | 11,5 | 0 | 1,1 | Spuren | " | 0,5 | Spuren |
| " " " 10 000 " " " | 21,2 | 18,3 | 15,6 | 0 | 1,1 | 1,3 | 0,4 | 1,0 | 0,3 |
| " " " 12 000 " " " | 4,0 | 0,6 | 6,6 | 0 | 0 | Spuren | 0 | 0 | Spuren |
| " " " 16 000 " " " | 8,4 | 16,6 | 5,5 | Spuren | 0 | " | 0 | 0,5 | " |
| Durchgang durch das 16 000 " " " | 43,4 | 46,4 | 54,6 | 100,0 | 97,8 | 97,4 | 99,2 | 97,0 | 99,0 |
| Festes % | - | - | - | 9,2 | 9,2 | 7,5 | 23,9 | 21,2 | 21,4 |

1182

Tabelle 18

## Phenolgehalt einer Abstreiferfraktion

Aus dem Abstreifer wurde die Fraktion 150 - 197° mittels Feinfraktionierkolonne herausdestilliert und daraus die Phenole gravimetrisch bestimmt.

| Bilanz Nr. | | 2g | 3b |
|---|---|---|---|
| Fraktion 150 - 197° vom Abstreifer | % | 8,4 | 9,3 |
| darin Phenole | % | 32,4 | 26,4 |

Tabelle 19

## Schwelöluntersuchungen

| Bilanz Nr. | spez.Gewicht/20° | % - 200° | % 200 - 325° |
|---|---|---|---|
| 1b | 1,054 | 1,0 | 10,2 |
| 2c | 1,044 | 0 | 38,6 |
| 2e | 1,036 | 0 | 46,9 |
| 2g | 1.038 | 0 | 43,4 |

TITLE PAGE

31. Die extrahierende Hydrierung von Steinkohle.

Extractive hydrogenation of mineral coal.

Frame Nos. 1164 - 1231

Hochdruckversuche
Lu 458

1 Durchschlag

B. von H a [illegible]

Die extrahierende Hydrierung
von Steinkohle

Ofen 451 v. 24.5. - 22.10.41
" 455 " 8.2. - 11. 3.42
" 451 " 14. 3. - 29. 4.42

Die Versuche wurden gemeinsam mit Herrn Dr. Hupfer und Herrn Dr. v. Müffling mit der Unterstützung durch die Herren Dr. Schiffmann, Dr. Gieg, Dr. Rank, Dr. Meier, Dr. Simon, Dr. Wittmann, Dr. v. Füner, Dr. Hirschberger, durchgeführt. Herr Dr. Leonhardt unterzog sich der mühevollen Arbeit der Tabellierung der Analysendaten.

gez. von Hartmann

Zusammenfassung

Es wird über Versuche berichtet, die der Entwicklung eines Verfahrens zur Verarbeitung von Steinkohle auf filtrierbares Anfallprodukt dienten. Die Zusammenhänge zwischen der Filtrierbarkeit und den verschiedenen Verarbeitungsbedingungen wurden genauestens untersucht und gefunden, daß sich Steinkohle mit reiner Mittelölanreibung, unter hohem Druck mit hoher Temperatur und hohem Durchsatz auf ein gut filtrierbares Anfallprodukt verarbeiten läßt. Die Anwendbarkeit dieser als "extrahierende Hydrierung" bezeichneten Fahrweise auf Kohlen verschiedener Herkunft wird geprüft.

## Einleitung

Das Ziel dieser Versuche war die Entwicklung einer Arbeitsweise, die es ermöglicht, den Anfall durch Filtration aufzuarbeiten und so zu bituminösen aschearmen Produkten zu gelangen, die zur Herstellung von Elektrodenkoks dienen können. Zu diesem Zweck wurde von den bekannten und auch im 10 Ltr.-Ofen technisch durchführbaren Bedingungen der Uhde-Extraktion ausgegangen und die Abhängigkeit der Filtrierbarkeit des Anfallproduktes von den angewandten Verarbeitungsbedingungen untersucht. Als Kohle wurde die oberschlesische der Heinitzgrube (K 1242), deren Eigenschaften genauestens untersucht worden waren, (vgl. Tabelle 2), ausgewählt. Im Anschluß hieran wurden auch Kohlen von Saar und der Ruhr auf ihre Eignung für diese Fahrweise untersucht.

Die Bedeutung dieses Problems liegt nicht nur in der Möglichkeit der Elektrodenkoksgewinnung, sondern vor allem auch darin, daß die Möglichkeit, den Anfall durch Filtration aufzuarbeiten, die Anwendung von Verarbeitungswegen gestattet, die vielleicht zu einer besseren Ausnützung des Rohstoffs auf billigere Weise führen. Schon um eventuellen Überraschungen von anderer Seite her vorzubeugen, erschien wichtig, die Grundlagen für solche Möglichkeiten systematisch zu untersuchen.

## I. Versuche bei 300 at.

### 1. Die Uhde-Extraktion.

Die eigentliche Uhde-Extraktion ist eine empfindliche Fahrweise, deren erfolgreiche Durchführung von der Einhaltung mehrerer Bedingungen abhängt. So muß das Öl, das zur Anreibung der Kohle benutzt wird, gut extrahierende Wirkung haben, d.h. es muß aromatisch sein. Die Verarbeitungstemperatur darf, um eine zu starke Aufhydrierung zu vermeiden, nicht hoch sein und es muß mit großer Verweilzeit gearbeitet werden. Außerdem muß eine Durchmischung der verschiedenen Reaktionszonen möglichst vermieden werden. Aus diesem letztgenannten Grunde ist der Schlangenofen die geeignete Apparatur zur Anwendung der Uhde-Extraktion und führt dort zu guten Ergebnissen, wenn es auch stets nötig sein wird, dem Prozeß einen Anteil frischen Anreibeöls zuzuführen.

Erheblich ungünstiger sind die Ergebnisse bei der Durchführung der sogenannten Uhde-Extraktion - die eigentlich noch schon eine milde Hydrierung ist - im 10 Ltr.-Ofen. Der kurze mit einem Rührer versehene Ofen sorgt für eine gründliche Durchmischung aller Reaktionszonen. Die ungünstigen Strömungsverhältnisse erfordern in Anbetracht der dünnen Anreibung zusätzlich eine beträchtliche Rückführung von Abschlamm, wodurch wiederum

vollständige Durchmischung [illegible] Endprodukt der Reaktion erreicht wird. Es kommt man [illegible] also einem System für die [illegible] Mischung, nicht zu [illegible] Filterleistungen des Anfalls.

In der nachfolgenden Tabelle I sind die wichtigsten Zahlen der Verarbeitung von Steinkohle unter der Unter-Druck-Extraktion [illegible] Bedingungen aufgeführt.

Zu den in dieser Tabellen angeführten Filterleistungen [illegible] sei bemerkt, daß es sich um Zahlen der 100 kg-Filtrationen im Standfilter handelt und die Filterleistungen bei einer technisch anwendbaren Dünnschichtfiltration ca. [illegible] und höher liegen würden. Die in der Tabelle aufgeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsperioden dar, die naturgemäß wegen der betrieblichen Schwankungen der 100 kg-Filtration auf Grund der parallel durchgeführten kg-Filtration und 100 g-Filtration umgerechnet werden. Den Werten kommt daher [illegible] eine Genauigkeit von 10 % zu.

Tabelle I

| Vers.-Nr. | A I | A II 1 und A II 2 | A III 1 und A III 2 |
|---|---|---|---|
| Ofen | 451 | = | = |
| Datum | 29.5 | 1.4.4.5. | [illegible] |
| Bil.-Nr. | 1 | [illegible] | [illegible] |
| Temp. °C | 425 | 103 | 121 |
| Heink.Dr. | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| Eing.gas m³/kg Rk. | 0,7 | 0,6 | 0,4 |
| Anreibung | 1:0,2 | 1:0,3 | 1:1 |
| Kohle Abschlamm | 1:0,5 | 1:0,5 | 1:0,5 |
| Kontakt: | 1,2 % $FeSO_4$ | = | = |
| | 7 Bi | | |
| Druck | 300 | 300 | 300 |
| Abbau Bzl. | 55 | 42 | 55 |
| Abbau Anr.-Öl bezw. Tetr.Kre. | 76 | 74 | 79 |
| Ölgewinn % v.R'kohle | - | - | 70 |
| % Benzin | - | - | 6 (?) |
| % Mittelöl | - | - | c |
| % Rückstand | - | - | 94 |
| Leistung (Bi + Bit) | - | - | 0,20 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | - | - | 4 |
| Anreibedl-Bilanz | ca.+10 | ca. -8 | [illegible] |
| % Asphalt a.Rk. | 25,5 | 25 | 21 |
| Filterleistung v.Anfall | nicht filtrierbar | nicht filtrierbar | [illegible] |

Zunächst wurde der Versuch bei 425° mit voller Mittelölanreibung im Verhältnis Kohle:Mittelöl 1:0,6 und 0,5 kg Abschlammrückführung je kg Kohle unter sonst gleichbleibenden Bedingungen von 300 at Druck 0,4 kg Reinkohledurchsatz, 0,6 m³ Gas je kg Reinkohle und 1,2 % $FeSO_4 \cdot 7$ aq (aufgetränkt) als Kontakt durchgeführt. Der Anfall blieb unfiltrierbar. Auf Grund der von den Extraktionsfachleuten vertretenen Hypothese, daß die schlechte Filtrierbarkeit durch eine zu starke Aufhydrierung verursacht und niedrigere Temperatur daher günstiger sei, wurde diese auf 403°C zurückgenommen (Spalte 2). Diese Zurücknahme der Temperatur brauchte keine Verbesserung, d.h. das Anfallprodukt blieb unfiltrierbar. Die Abschlammrückführung wurde nun vermindert, die Kohle mit mehr Mittelöl angerieben und die Temperatur wieder auf 421° erhöht. Damit wurde zwar keine ausreichende Filtrierbarkeit erreicht, aber immerhin die Möglichkeit, den Anfall überhaupt durch Filtration aufzuarbeiten - mit einer Leistung von etwa 30 kg/m²/h. Auch der Neueinsatz des für die Extraktion als besonders günstig angesehenen Solvay-Öls trug nicht zu einer merklichen Verbesserung der Filtrierbarkeit bei.

Im Ganzen zeigten diese Versuche, die sich über einen Zeitraum von etwa 4 Wochen erstreckten, daß die Anwendung der Ulde-Verarbeitungsbedingungen im 10-Ltr.-Ofen zu keinen brauchbaren Ergebnissen führt.

## 2. Der Einfluß der Temperatur.

Im Hinblick auf das überraschende Ergebnis der vorangegangenen Versuche wurde nun der Temperatureinfluß auf die Filtrierbarkeit des Anfalls genau untersucht. Die Zahlen dieser Versuche sind in der Tabelle II zusammengestellt.

Tabelle II

| Vers.-Nr. | A II 1 und A II 2 | A IV 1 und A IV 2 | A V | A XI |
|---|---|---|---|---|
| Ofen | 451 | = | = | = |
| Datum | 1.u.4.6. | 24.u.28.6. | 5.7. | 13.8. |
| Bil. Nr. | 2 und 3 | 6 und 7 | 8 | 15 |
| Temp. °C | 403 | 435 | 454 | 454 |
| Reink.De. | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 0,5 |
| Eing.gas m³/kg Rk. | 0,6 | 0,6 | 0,7 | 0,4 |
| Anreibung | 1:0,8 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle Abschlamm | 1:0,5 | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,3 |
| Kontakt: | 1,2% $FeSO_4 \cdot 7$ aq | = | = | = |
| Druck | 300 | 300 | 300 | 300 |
| Abbau Bzl. | 42 | 70 | 73 | 70 |
| Abbau Anr.Öl bezw. Tetr.Krs. | 74 | 86 | 89 | 87 |
| Ölgewinn % v.R'kohle | - | 72 | 69 | 75 |
| % Benzin | - | 2 | 6 | 2 |
| % Mittelöl | - | o | o | o |
| % Rückstand | - | 90 | 94 | 98 |
| Leistung (Bi + Bit) | - | 0,26 | 0,26 | 0,35 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | - | 7 | 10 | 6 |
| Anreiböl-Bilanz | ca.-18 | ca.-10 | -8 | -2 |
| % Asphalt a.Rk. | 23 | 21 | 19 | 22 |
| Filterleistung v. Anfall | nicht filtrierbar | 90 | 170 | 180 |

Die Ergebnisse dieser Versuche z[illegible]e eine beträchtliche Verbesserung der Filtrierbarkeit mit einer St[illegible]rung der Temperatur. Hiermit parallel geht eine Verbesserung des Abbaues und bei sonst ziemlich gleichbleibenden Zahlen eine Erhöhung der Vergasung.

Diese Temperaturabhängigkeit der Filtrierbarkeit ist der deutliche Hinweis, daß die Möglichkeiten der Verarbeitung von Steinkohle auf filtrierbares Anfallprodukt in ganz anderer als der durch die Theorie der Extraktion festgelegten Richtung zu suchen seien.

## II. Versuche bei 600 at

### 1. Der Temperatureinfluß.

Auch bei 600 at wirkt eine Erhöhung der Temperatur in Richtung einer verbesserten Filtrierbarkeit. Dies zeigen die Zahlen der in der Tabelle III zusammengestellten Versuche.

Tabelle III

| Vers.-Nr. | A XIII | A VII 2 u. A X | D II |
|---|---|---|---|
| Ofen | 451 | = | = |
| Datum | 6.9. | 18.7. u. 5.8. | 3.4.42 |
| Bil.-Nr. | 1 | 11 und 14 | 30 |
| Temp. °C | 425 | 454 | 472 |
| Reink.Ds. | 0,5 | 0,5 | 0,6 |
| Eing.gas $m^3$/kg Rk. | 0,4 | 0,7 | 0,9 |
| Anreibung | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle Abschlamm | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,5 |
| Kontakt: | 1,2% $FeSO_4$ · 7 aq | = | 1,2% $FeSO_4$ · 7 aq 1,5% Bayer-masse |
| Druck | 600 | 600 | 600 |
| Abbau Bzl. | 87 | 80 | 89 |
| Abbau Anr.-Öl bezw. Tetr.Kr. | 83 | 91 | 93 |
| Ölgewinn % v. R'kohle | 75 | 71 | 73 |
| % Benzin | 1 | 3 | 12 |
| % Mittelöl | o | o | 4 |
| % Rückstand | 99 | 97 | 84 |
| Leistung (Bi + Bit) | 0,35 | 0,35 | 0,47 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | 2 | 6 | 7 |
| Anreibeöl-Bilanz | -6 | -5 | +4 |
| % Asphalt a.Rk. | 23 | 20 | 16 |
| Filterleistung v. Anfall | 10 | 90 | 220 |

Dieser Einfluß der Temperatur ist bei 600 und 300 at gleich beträchtlich, wie dies durch die Kurventafel I veranschaulicht wird. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrationswerte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der Funktion angegeben werden, zumal sicher erscheint, daß der Temperatureinfluß als in erster Näherung linear angenommen werden kann. Wenn die 3 Punkte, wie in dem Fall bei 300 at, wirklich genau auf einer Geraden liegen, muß das als Zufälligkeit angesehen werden.

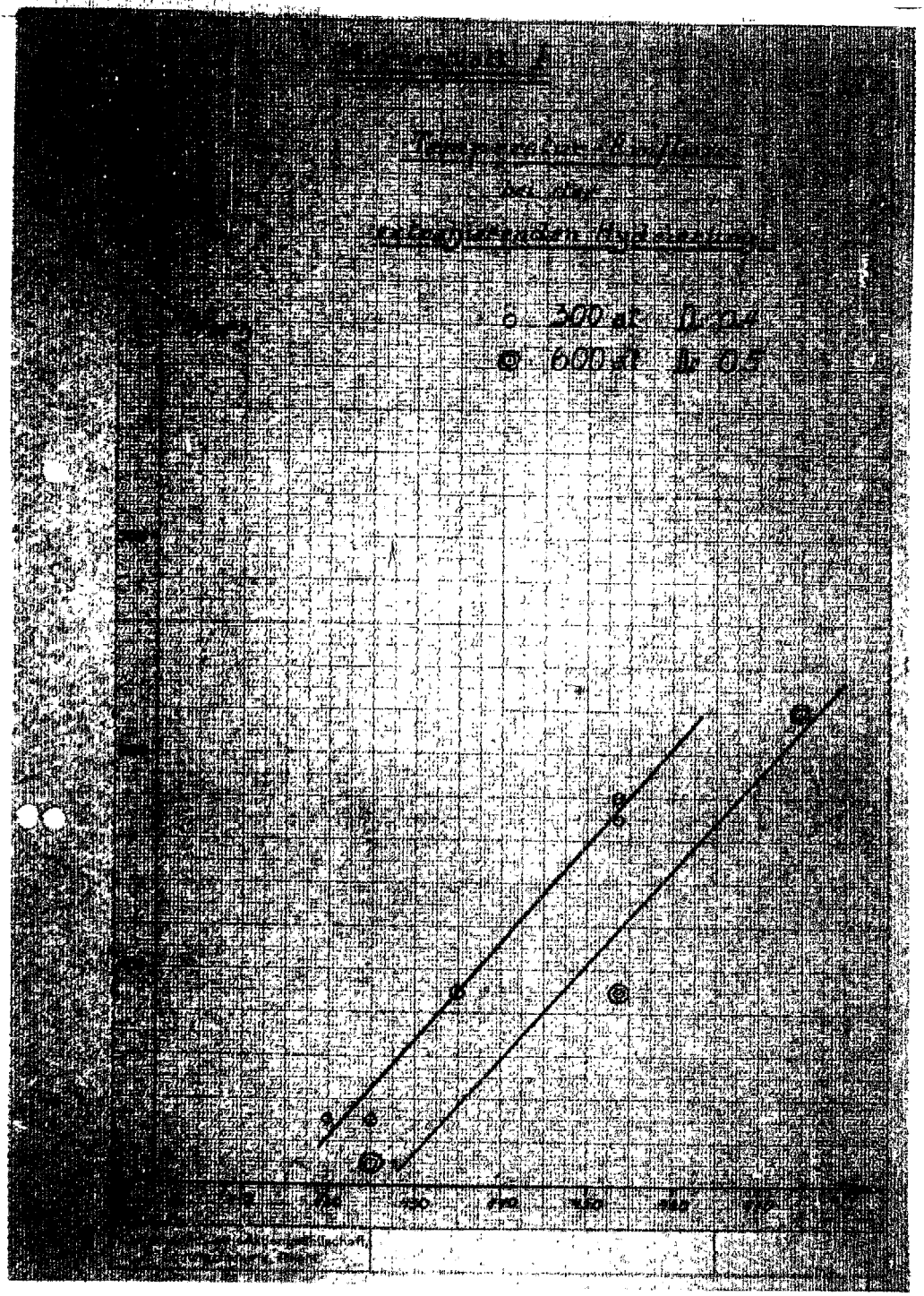
2. Der Druckeinfluß.

Mit der Erhöhung des Druckes auf 600 at ging die Filtrierbarkeit des Anfalls bei sonst gleichen oder ähnlichen Bedingungen, wie die nachfolgende Tabelle IV zeigt, auf 50 bis 60 % der bei 300 at zurück. Dagegen wurde, wie auch sonst bei der Hydrierung, durch den höheren Druck ein besserer Abbau und bei stärkerer Spaltung geringere Vergasung erzielt.

Tabelle IV

| Vers.-Nr. | A V | A XI | A VII 2 und A X | A XII |
|---|---|---|---|---|
| Ofen | 451 | = | = | = |
| Datum | 5.7. | 13.8. | 28.7.u.5.8. | 31.8. |
| Bil.-Nr. | 8 | 15 | 11 und 14 | 16 |
| Temp. °C | 454 | 454 | 454 | 454 |
| Reink.Ds. | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| Eing.gas m³/kg Rk. | 0,7 | 0,4 | 0,7 | 0,4 |
| Anreibung | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle Abschlamm | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,3 |
| Kontakt | 1,2% $Fe_3O_4$ | | = | = |
| | + 7 aq | | | |
| Druck | 300 | 300 | 600 | 600 |
| Abbau Bzl. | 73 | 70 | 80 | 83 |
| Abbau Anr.Öl bezw. Tetr.Krs. | 89 | 87 | 91 | 91 |
| Ölgewinn % v.R'kohle | 69 | 73 | 71 | 75 |
| % Benzin | 6 | 2 | 3 | 6 |
| % Mittelöl | o | o | o | 3 |
| % Rückstand | 94 | 98 | 97 | 91 |
| Leistung (Bi + Bit) | 0,26 | 0,35 | 0,35 | 0,36 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | 10 | 6 | 6 | 5 |
| Anreiböl-Bilanz | | | | |
| % Abbalt a.Rk. | -8 | -2 | -5 | +3 |
| Filterleistung v.Anfall | 19 | 22 | 20 | 31 |
| | 170 | 180 | 90 | 100 |

Wie ebenfalls die Kurventafel I zeigt, verschlechtert eine Druckerhöhung die Filtrierbarkeit ziemlich gleichmäßig in dem ganzen in Frage kommenden Temperaturgebiet.


300 at
600 at

Kurventafel 12

Durchlauf der Probe bei der

Polymerisierung

unter Verwendung von Wasserstoff

(600 at)

④ 454 °C

⑤ 475 °C

kg/mm² ↑

500

400

300

200

425 °C

454 °C

0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1,0 1,1 1,2

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein

3. Der Kreislauf [illegible]

Bei 100 at wurde [illegible] unterbrochen und [illegible] Kurventafel II zeigt die Abhängigkeit [illegible] von [illegible] Je [illegible] Temperaturänderung [illegible] werden.

## III. Die Synthese [illegible] des Teeröl-Ersatzes.

### 1. Die Gasmenge.

Die Abhängigkeit der Flüssigkeitsbildung von [illegible] Gasmenge [illegible] jedenfalls in der Periode [illegible] m³ Gas je kg Reaktionsgemisch innerhalb der Feldgrenze der Versuche, wie sie [illegible] Tabelle V hervorgeht.

Tabelle V

| Versuch-Nr. | A V | A XI | A XII | A VII 2 u. A 2 |
|---|---|---|---|---|
| Ofen | 451 | 451 | 451 | 451 |
| Datum | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] |
| Best.-Nr. | [illegible] | 35 | 16 | [illegible] |
| Temp. ° | 454 | 454 | 454 | 454 |
| Reaktionsdr. at | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| Eing.-Gas m³/kg Kat. | 0,7 | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| Aufteilung | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle Abmischung | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,3 | 1:0,3 |
| Kontakt: | 1% $FeSO_4$ auf Kohle | = | = | = |
| Druck | 300 | 300 | 300 | 300 |
| Anfall Bl. | 72 | 70 | 73 | 80 |
| Anfall Anm.Öl [illegible] Teer,Kp. | 28 | 30 | 27 | 23 |
| Ölgewinn % v. Rohöle | 79 | 75 | 75 | 73 |
| % Benzin | 6 | 2 | 6 | 3 |
| % Mittelöl | 9 | 3 | 3 | 9 |
| % Rückstand | 64 | 70 | 66 | 61 |
| Leistung (Bl. + Bz.) | 0,25 | 0,15 | 0,20 | 0,35 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | 10 | 5 | 5 | 5 |
| Anreibeöl-Bilanz | -8 | -2 | -5 | -5 |
| % Asphalt a.Rk. | 10 | 22 | 21 | 20 |
| Filterleistung v. Anfall | 170 | 110 | 100 | 90 |

2. Die Abschlammrückführung.

Ebenso ist Abschlammrückführung nur von untergeordnetem Einfluß, wie der in Tabelle VI wiedergegebene Versuch zeigt.

Tabelle VI

| Vers.-Nr. | B III | B IV und B V |
|---|---|---|
| Ofen | 411 | 411 |
| Datum | 19.9. | 24.u.28.9. |
| Bil. Nr. | 20 | 21 und 22 |
| Temp. °C | 476 | 474 |
| Reink.Du. | 0,7 | 0,7 |
| Eing.gas m³/kg Rk. | 0,7 | 0,6 |
| Anreibung | 1:1 | 1:1 |
| Kohle Abschlamm | 1:0,5 | 1:1 |
| Kontakt: | 1,2% $FeSO_4$ . 7 aq | " |
| | 1,5% Bauxitmasse | " |
| | 0,3% $Na_2S$ | " |
| Druck | 600 | 600 |
| Abbau Bal. | 91 | 85 |
| Abbau Anr.-Öl bezw. Tetr.Krs. | 93 | 93 |
| Ölgewinn % v. R'kohle | 64 | 70 |
| % Benzin | 2 | 3 |
| % Mittelöl | 9 | 8 |
| % Rückstand | 89 | 89 |
| Leistung (Bi und Bit) | 0,47 | 0,47 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | 6 | 7 |
| Anreibeöl-Bilanz | +9 | +8 |
| % Asphalt a.Rk. | 23 | 31 |
| Filterleistung v. Anfall | 220 | 210 |

1. Das Anreibeöl.

Aber ein wesentlicher [illegible] des Anreibeöls konnte [illegible] erwartet nicht festgestellt werden. In der nachfolgenden Tabelle VII sind drei Versuche gegenüber gestellt, die [illegible] zeigen, wie durch einen [illegible] Unterschied im Anreibeöl [illegible] Das Anreibeöl A VII [illegible] Mischungs-Anfangspunkt [illegible] 11,5 u.a. in der andern [illegible] 10,0. Der Vergleich der Ergebnisse [illegible] Anreibeöl-Qualität [illegible] nötig erscheinen.

Tabelle VII

| Vers.-Nr. | A VII | A IX | A VIII |
|---|---|---|---|
| Öl | [illegible] | | |
| Da[illegible] | [illegible] | | 451 |
| Rü[illegible] Nr. | [illegible] | | 24,7. |
| [illegible] | [illegible] | | 12 |
| [illegible] | [illegible] | | |
| Beim[illegible] | [illegible] | | 454 |
| Ei[illegible] | [illegible] | | 0,5 |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | 10,3 |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] | | 600 |
| [illegible] | [illegible] | | |
| [illegible] | 0 | | 75 |
| [illegible] | [illegible] | | 91 |
| [illegible] | [illegible] | | |
| [illegible] | 71 | | 73 |
| [illegible] | 3 | | 4 |
| [illegible] | 0 | | 1 |
| [illegible] | 97 | | 95 |
| [illegible] | 0,55 | | 0,42 |
| [illegible] | 6 | | 7 |
| [illegible] | -5 | | +1 |
| [illegible] | 20 | | 30 |
| [illegible] | 90 | | 90 |

4. Der Kontakt.

Von großem Einfluß auf die Hydrierbarkeit ist dagegen der Kontakt. Die normalen Eisenkontakte der Sumpfphase-Hydrierung sowohl wie Eisensulfat allein sind von ungünstiger Wirkung auf die Filtrierbarkeit des Anfalls. Der starke Anstieg der Filterleistung mit dem Weglassen der Kontakte geht aus der Tabelle VIII hervor, in der einmal einem Versuch mit den normalen Hydrierkontakten (Spalte 1) und zum anderen einem mit Eisensulfat allein (Spalte 2) die entsprechenden Versuche ohne Kontakt (Spalte 3 und 4) gegenübergestellt sind.

Tabelle VIII

| Vers. Nr. | B VI | | B VII 1 u. B VII 2 | |
|---|---|---|---|---|
| Ofen | 411 | 451 | 411 | 451 |
| Datum | 4.10. | 6.5. | 18.u.21.10. | 21.5. |
| Bil. Nr. | 23 | | 24 und 25 | " |
| Temp. °C | 476 | 476 | 474 | 476 |
| Reink Da. | 0,9 | 0,8 | 0,9 | 0,8 |
| Eing.gas $m^3$/kg Rk. | 0,6 | 3,0 | 0,6 | 2,8 |
| Anreibung | 1:1 | 1:1,2 | 1:1 | 1:1,2 |
| Kohle Abschlamm | 1:1 | 1:0,5 | 1:0,5 | 1:0,5 |
| Kontakt: | 1,2% $FeSO_4$ · 7 aq<br>1,5% Bayermasse<br>0,3% $Na_2S$ | 1,2% $FeSO_4$ · 7 aq | ohne | ohne |
| Druck | 600 | 600 | 600 | 600 |
| Abbau Bel. | 90 | 84 | 75 | 76 |
| Abbau Anr.Öl bezw. Tetr.Krs. | 94 | - | 89 | 82 |
| Ölgewinn % v. R'kohle | 71 | 64 | 66 | 58 |
| % Benzin | 3 | 10 | 1 | 10 |
| % Mittelöl | 17 | 7 | o | o |
| % Rückstand | 80 | 83 | 99 | 80 |
| Leistung (Bi + Bit) | 0,66 | 0,50 | 0,64 | 0,45 |
| Vergasung (% C v. C i. Rk.) | 5 | 11 | 8 | - |
| Anreiböl-Bilanz | +17(?) | +7 | -2 | -8 |
| % Asphalt a.Rk. | 25 | 14 | 34 | 14 |
| Filterleistung v. Anfall | 180 | 150 | 340 | 1? |

Dieser Sachverhalt des Kontaktes liegt auch wieder ganz in der Richtung der Erscheinungen der Extraktion, wonach eine stärkere Hydrierung eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit zur Folge hat.

## IV. Diskussion und Ergebnisse.

Gerade dem Zusammenhange, daß für die Filtrierbarkeit des Acetylcelluloseacetates drei gegensätzliche Größen maßgebend sind, eine mit der zur Verseifung stattfindenden Hydrierung der primären Abbauprodukte der Kohle ist einerseits und den beiden anderen Größen andererseits, der Extraktivstoffe und der Filtrierbarkeit, in dieser Reihenfolge wird von einer gewissen Stufe der Hydrierung ab der Einfluß der Extraktivstoffe immer kleiner und der Einfluß der Filtrierbarkeit immer größer. Bei einer Hydrierung, die so weit getrieben ist, daß der Kohlenstoffgehalt des Acetates von Abbau, wie er in den vorhergehenden Kurventafeln I-IV dargestellt ist, bleibt, daß unter den angegebenen Grundbedingungen der Hydrierung (Kontakt und Temperatur) die Filtrierbarkeit eine ausschließliche Funktion des Abbaugrades und damit der Menge der filtrierbaren Abbauprodukte ist, so daß also eine "Hydrier-Verseifung" überflüssig wird.

Es dürfte sich nicht verschweigen lassen, daß die zwischen dem Abbau des Fettes und der Filtrierbarkeit des Acetates vorhandene und sehr enge gesetzmäßige Zusammenhang besteht. Die Menge des Fettes ist ja ein feinverteiltes Produkt und von seiner Menge hängt die Filtrierbarkeit ab. Der Fette-Abbau geht aber parallel laufend mit der Bildung der niedermolekularen Anteile und aller dieser, die auch keine genauere Kenntnis zugelassen hat, ist von entscheidendem Einfluß auf die Filtrierbarkeit.

Also jede Verschiebung zugunsten der filtrierbaren Anteile ist ein Vorgang, was man im Sinne als eine "extrahierende Hydrierung" bezeichnet hat, der es handelt sich darauf an eine Hydrierung, bei der die "extrahierende Wirkung der reinen Mittelölanteile ausgenutzt wird. Sie ist gekennzeichnet dadurch, daß die Kohle unter hohem Druck und hoher Temperatur und hohem Durchsatz mit Kontakt behandelt wird. Bei dieser Fahrweise ist allerdings der Mittelölanteil nicht vollständig rückgewinnbar. Es kann daher der jeweilige Prozentsatz des Anteiles (Mittelöle) aus der Verarbeitung des Destillates (unterschiedene Elektrodenkoksöle) ergänzt werden. Will man dies vermeiden, so muß man mit Kontakt und etwas mehr Druck arbeiten und eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit von etwa 10 % in Kauf nehmen.

In der Tabelle IX sind die Ergebnisse der Versuche mit Kohlen zusammengestellt.

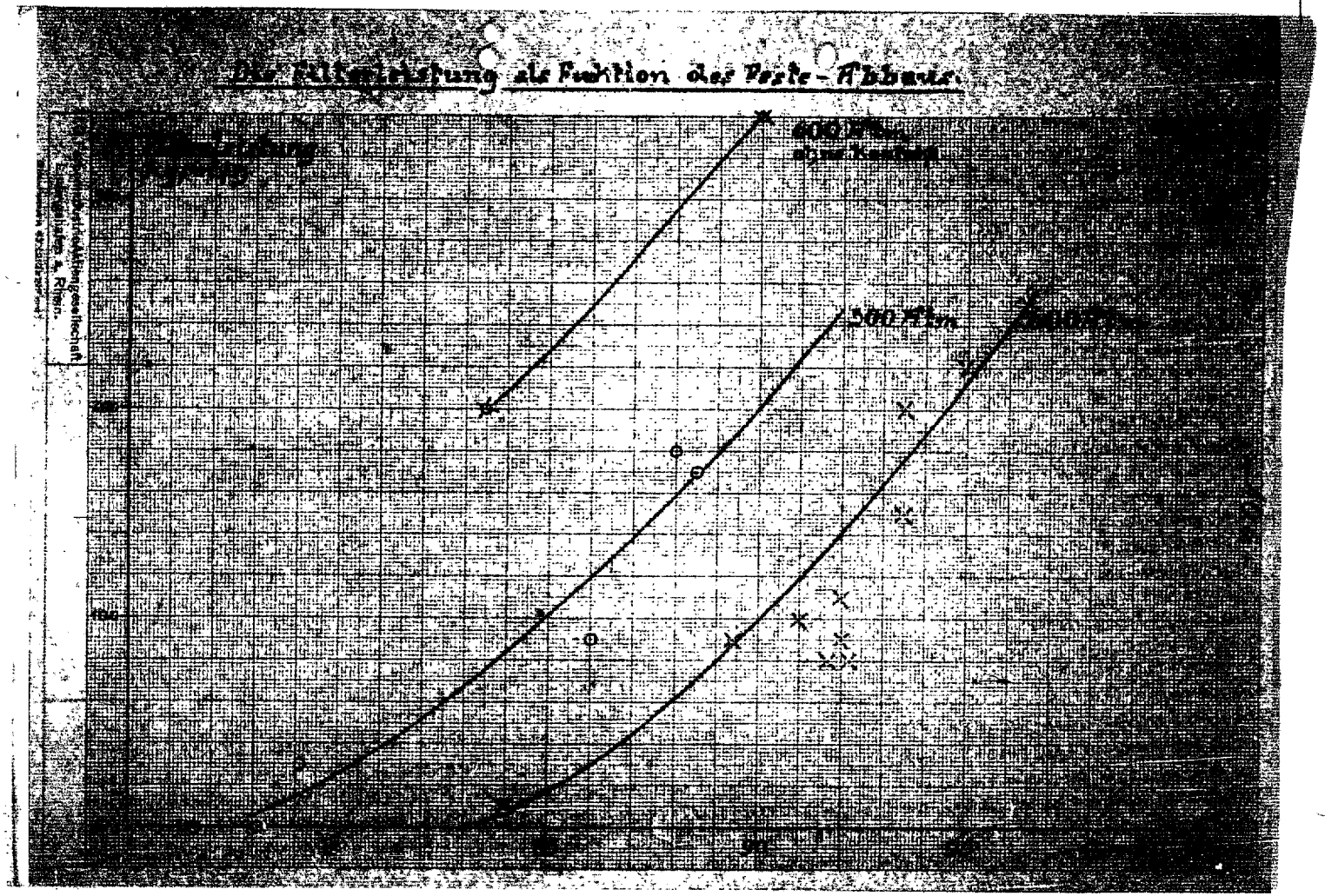

Die Filterleistung als Funktion des Poste-Abstands.
400 Mbps
500 Mbps

Tabelle IX

| Vers. Nr. | B VII 1 und B VII 2 ohne Mittelölneubildung | B IV und B V mit Mittelölneubildung |
|---|---|---|
| Ofen | 411 | 411 |
| Datum | 18. und 21.10. | 24. und 28.9. |
| Bil. Nr. | 2. und 25 | 22. und 32 |
| Tem. °C | 474 | 474 |
| Reink. Da. | 0,9 | 0,7 |
| Erg.gas m³/kg Rk. | 0,6 | 0,6 |
| Anteibung | 1:1 | 1:1 |
| Kohle : Abschlamm | 1:0,5 | 1:1 |
| Kontakt: | ohne | 1,2 % $Fe_3O_4$<br>. 7 an<br>1,5 % Bayermasse<br>0,3 % $Na_2S$ |
| Druck | 600 | 600 |
| Abbau Bal. | 75 | 85 |
| Abbau Anr.Öl bezw. Tetr.Kra. | 89 | 93 |
| Ausbeute % v. B'kohle | 65 | 70 |
| % Benzin | 1 | 3 |
| % Mittelöl | 9 | 8 |
| % Rückstand | 99 | 89 |
| Leistung (Bi + Blu) | 0,64 | 0,47 |
| Vergasung (% C v. C i. Kr.) | 8 | 7 |
| Anreicheöl-Bilanz | -2 | +9 |
| % Asphalt a.Rk. | 34 | 31 |
| Filterleistung v. Anfall | 340 | 210 |

Mit diesen Versuchen ist sozusagen nur erst eine neue Richtung eingeschlagen. Die hier angeführten Ergebnisse entsprechen sicher noch nicht der optimalen Bedingungen. So ist es durchaus möglich, daß ein nicht hydrierend, sondern stark spaltender Kontakt gefunden wird, der zu besseren Ergebnissen, d.h. noch besserer Filtrierbarkeit bei höherer Mittelölneubildung, führt.

- 12 -

## V. Die reine Extraktion.

Es sei hier noch kurz die Extraktion unter den von uns angewandten Bedingungen gestreift. Diese läßt sich im 10 Ltr.-Ofen, wie der Versuch im Ofen 451 (vgl. Versuchsverlauf S. 151) wenigstens teilweise unternommener Versuch bewiesen hat, nicht durchführen. Die Strömungsverhältnisse des 10 Ltr.-Ofens führen bei so geringen Durchsätzen ohne Gas und ohne Absplaumrückführung zum Abbrennen und damit zum Ausfall des Ofens. Außerdem ist der relativ kurze Rührerofen auch chemisch für die Extraktion, die größere Verweilzeit bei möglichst geringer Vermischung der verschiedenen Reaktionszonen verlangt, nicht günstig. Jede Abweichung von den Bedingungen der reinen Extraktion in Richtung der Hydrierung, sei es durch Druckerhöhung, Wasserstoffzugabe, Kontaktzugabe oder Rückführung des anfallenden Extraktionsöles (Mittelöles), bedeutet eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit. Erst wenn man zu so scharfen Bedingungen gelangt, daß der Abbau der Kohle und die Spaltung der Abbauprodukte sehr weit fortschreitet und die ungünstige Wirkung der Aufhydrierung überwiegt, gelangt man wieder zu gut filtrierbaren Anfallprodukten. Der 5 - 10-fach höhere Durchsatz, den die extrahierende Hydrierung anzuwenden gestattet, müßte die Kosten des höheren Druckes überkompensieren.

## VI. Das Verhalten verschiedener Kohlen bei der extrahierenden Hydrierung.

Die Versuche zur Entwicklung des Verfahrens waren mit oberschlesischer Kohle durchgeführt worden. Ein im Anschluß hieran mit Saarkohle durchgeführter Versuch (Versuchsgruppe C, vergl. Versuchsverlauf S. 29 ) zeigte, daß die Kohlen verschiedener Herkunft sich sehr verschieden verhalten. Hierauf wurden ausführliche Versuche (Versuchsgruppe D) zum Vergleich von schlesischer Kohle, Saarkohle und Ruhrkohle durchgeführt. Das Verhalten der Kohlen ist besonders unterschiedlich hinsichtlich der Filtrierbarkeit des Anfalls und der Mittelölneubildung. Der Zusammenhang dieser beiden Effekte entspricht den oben gemachten Ausführungen.

In der nachfolgenden Tabelle X sind die Verarbeitungsbedingungen und -ergebnisse der drei Kohlen gegenübergestellt.

Tabelle X

| Vers. Nr. | D II | D III 1 und D III 2 | D I 1-4 |
|---|---|---|---|
| Kohle: Nr. | K 1242 | K 1246 | K 1247 |
| Herkunft: | Beuthen- und Heinitzgrube | Saar | Ruhr |
| % C | 81,96 | 82,4 | 85,07 |
| Versuchsbedingungen: | | | |
| Druck | 600 | = | = |
| Kontakt: % 1181 | 1,2 | = | = |
| " 6512 | 1,5 | = | = |
| Temp. °C | 472 | 475 | 476 |
| Reink.Ds. | 0,65 | 0,67 | 0,68 |
| Eing.gas $m^3$/kg Rk. | 0,88 | 1,15 | 0,86 |
| Anreibung | 1:1 | = | = |
| Kohle : Abschlamm | 1:0,5 | = | = |
| Abbau Bzl. | 89,2 | 90,3 | [illegible],0 |
| Abbau Anr.Öl (Tetr.Krs.) | - | 96,0 | [illegible],8 |
| Ölgewinn % v. R'kohle | 73,0 | 67,4 | [illegible],0 |
| % Benzin | 11,5 | 5,0 | 6,0 |
| % Mittelöl | 4,2 | -8,0 | ± 0 |
| % Rückstand | 82,3 | 103,0 | 94,0 |
| Leistung (Bi + Bit) | 0,47 | 0,46 | 0,48 |
| Vergasung (% C v. C i.Rk.) | 7,4 | 6,8 | 8,8 |
| Anreiböl-Bilanz | + 6 | - 1 | - 3 |
| % Asphalt a. R'kohle | 16,4 | 18,6 | 17,0 |
| Filterleistung v. Anfall | 220 | 110 | 80 |

[illegible]

1) [illegible] 207941 vom 22.10.42

## Versuchsbeschreibung

### Versuchsreihe A

#### Versuchsanordnung

Normales 10 Ltr.-Ofen-System mit nicht isoliertem Übergang und Abscheider und einer Luftkühlung am Überzug 0 m-Abscheider.

Die neu eingebaute Vorheizschlange hatte ein Volumen von 1000 cm³.

Die Literung des Ofens erfolgte zum Reaktionsvolumen von 7,58 Ltr. Der Ofenrührer wurde mit einer Touren-zahl von 52 Umdr./min. angetrieben.

#### Ofen 451 vom 24.5.41 - 22.10.41.

Begründung: Im Anschluß an einen Versuch zur Verarbeitung der schlesischen Kohle der Hohlitzgrube auf "hydrierte Kohle" (Bohrkleinmittel), d.h. der Verarbeitung mit hohem Durchsatzen ohne Rücksicht auf die Filtrierbarkeit des Anfallproduktes, sollte ein Versuch durchgeführt werden, ein gut filtrierendes Anfallprodukt und damit Primärtitanen zur Elektrodenkohlenherstellung zu erhalten.

#### Versuchsverlauf.

Der Ofen wurde nach mehrmaliger Abstellung und Ausbau der Schlange wegen Literung (vergl. Ofen) mit niedrigerem Durchsatz neu gefahren.

24.5. Ofen unter Druck 500 at. Normal [illegible] Um 18⁰⁰ umgestellt auf Kohletrockenstaub 3197 vom [illegible] technisch gewaschen, getrocknet und gemahlen; [illegible] mit F 1:10 Mittelöl 200-300°C im Verhältnis 1:0,8 und Anreibeöl (von vorhergehendem Versuch) 1:0,5; [illegible] Gas je kg Kohle. Die Temperatur wurde [illegible]

25.5. Unverändert.

26.5. Unverändert.

27.5. Gas zurück auf 0,5 m³ je kg Kohle.

Hiermit sollte durch Verminderung der Aufheizgeschwindigkeit eine Verbesserung der Filtrationsgeschwindigkeit erreicht werden.

133 kg Anreibeöl durch Frischöl (F 1:1,5 + Mittelöl 200-300°C) ergänzt.

A I 28.5. 1. Analyse (kleine Untersuchung).

137 kg Anreibeöl ergänzt.

---

1) $FeSO_4 \cdot 7\,aq$

A II, 1 1.a. [illegible] (Klasse U[illegible])

[illegible] 20,5 V [illegible]

A II, 2 2.a. [illegible] (Klasse U[illegible])

[illegible] 24 V [illegible]

A III, 1 11.a. [illegible] (Klasse U[illegible])

11.b. Rückbezug von P 1527 [illegible]

16.6. Anrollbad = Rückstand [illegible] Frischöl (F 1327) ergänzt.
Temperatur auf 21,6 mV [illegible].
Der Wechsel des Anrollbads hat [illegible] Verbesserung gebracht. [illegible] 13 dass [illegible] wie auch weiter, [illegible] der Temperatur [illegible].

17.6. Unverändert. 30 kg Frischöl (F 1327) [illegible].

18.6. " 10 kg " " " "

A IEI,2 19.6. 2. Analyse (kleine Untersuchung)
Die Temperatur auf 23 mV [illegible], da die Entfernung keine Verbesserung [illegible].

20.6. Temperatur weiter auf 22,5 mV erhöht.
5,5 kg Frischöl ergänzt.
Es soll [illegible] Gegensatz [illegible] Erfahrung [illegible], die Fa[illegible] durch Erhöhung der Temperatur [illegible].

21.6. Unverändert. 15 kg Anrollbad (F 1327) ergänzt.

22.6. " 13 kg " " "

23.6. " 4 kg " " "

A IV,1 24.6. 6. Analyse (kleine Untersuchung)
3 kg Anrollbad ergänzt.

25.6. Unverändert. 9,5 kg Anrollbad (F 1327) ergänzt.

26.6. " 24,5 kg " " "

27.6. "

A IV,2 28.6. 7. Analyse (große Untersuchung)
Temperatur erhöht auf 23,5 mV.
Da die bisher vorgenommene Temperaturerhöhung [illegible] keine Verbesserung [illegible] Frischölzugabe auf die Dauer [illegible] durch eine weitere Erhöhung [illegible] Temperatur [illegible].
8,5 kg Frischöl ergänzt (F [illegible]).

29.6. Unverändert. 8 kg Frischöl ergänzt.

30.6. " 12 kg " "

1.7. " 7 kg " "

2.7. " 5 kg " "

3.7. Störung durch Stromausfall.

4.7. Unverändert.

A V 5.7. 5. Analyse (kleine Untersuchung)
Druck erhöht auf 600 at.

Die systematische Untersuchung des Temperatureinflusses muß abgebrochen werden, da aus äußeren Gründen (Anlageprojektierung) die Prüfung des Druckeinflusses vordringlich erscheint. Der bisher durchgeführte Versuch hat jedoch bereits deutlich gezeigt, daß sich die Filterbelastung des Anfalls mit steigender Temperatur verbessert.

6.7. Unverändert.

Die Druckwaage arbeitet sehr viel besser (geringere Strömungsgeschwindigkeit, stärkere Gasstöße infolge des höheren Druckes). Es wird jedoch keine Maßnahme zur Schonung der Schlange durchgeführt (wieder Erhöhung der Abschlammrückführung), um eindeutig vergleichbare Werte bei verschiedenen Drucken zu erhalten.

7.7. Unverändert. 9 kg Frischöl ergänzt.

8.7. "

9.7. "

Druckdifferenz im Ausgang nach einer Erniedrigung der Temperatur vom Ausgang Kühler und 20 Ltr.-Gefäß zeigt, daß auch unter diesen Bedingungen, aber bei relativ hoher Temperatur, noch starke Kohlenwasserstoffabscheidungen auftreten können.

A VI 10.7. 6. Analyse (kleine Untersuchung)
Durchsatz erhöht auf 4 kg/h. 8 kg Frischöl ergänzt.

Es soll versucht werden, das höhere Druckniveau besser auszunützen und durch höheren Durchsatz (geringere Verweilzeit) auch die Filterbelastung zu verbessern.

11.7. Unverändert.

12.7. " 60 kg Frischöl ergänzt.

13.7. "

14.7. Störung durch Rinnenverstopfer des Ölabscheiders d. Zeitweise umgestellt auf Öl.

A VII,1 15.7. 10. Analyse (kleine Untersuchung)

16.7. Unverändert.

17.7. " 10 kg Arneiböl ergänzt (Mittelöl 200-300° P 1416)

Da sich gezeigt hatte, daß das Solvay-Öl nicht besser war als das eigene Rücklauföl oder ein beliebiges Steinkohlenteeröl, wird jetzt letzteres zur Ergänzung verwendet.

| | | |
|---|---|---|
| A VII 2 | 18.7. | 11. Analyse (große Untersuchung) |
| | 19.7. | Unverändert. 10 kg Frischöl erhalten. |
| | 20.7. | Durchsatz auf kg Kohle pro Stunde vorgenommen. 30 kg Frischöl erhalten. Die weitere Erhöhung des Durchsatzes war nicht in Anbetracht der erreichbaren Filterleistungen möglich. |
| | 21.7. | Unverändert. 38 kg Frischöl (P 1415 redest. 240-300°) erhalten. |
| | 22.7. | Unverändert. 15 kg Frischöl (P 1416 redest. 200-300°) erhalten. |
| | 23.7. | Unverändert. |
| A VIII | 24.7. | 12. Analyse (kleine Untersuchung) |
| | 25.7. | Durchsatz weiter erhöht auf 6 kg K[illegible] pro Stunde. 40 kg Frischöl erhalten (P 1527) |
| | 26.7. | Unverändert. 20 kg Frischöl erhalten. (P 1527) |
| | 27.7. | " 50 kg " " " |
| | 28.7. | Störung durch Druckdifferenz. Alle Manometer fallen um ca. 40 at zurück. Die Differenz konnte durch Erhöhung des Gasdurchgangs und scharfe Entspannung beseitigt werden. Sie lag offenbar im Rückschlagventil. (Beim Fahren mit so geringen Gasmengen ist die Gefahr des Zurücktretens von Brei in die Gaseingangsleitung naturgemäß größer als bei normaler Fahrweise). |
| A IX | 29.7. | 13. Analyse (kleine Untersuchung) Durchsatz zurückgenommen auf 4,5 kg/h. Die Steigerung des Durchsatzes hat keine merkliche Verschlechterung der Filterleistung mit sich gebracht. Möglicherweise wird der günstige Einfluß der geringen Hydrierung durch die damit verbundene geringere Spaltung kompensiert. Eine weitere Steigerung des Durchsatzes erscheint demnach aussichtslos und es soll nun nochmals der Gegenversuch mit niedrigem Durchsatz gemacht werden. Die Gasmenge wird auf 0,2 $m^3$ je kg Kohle vermindert. Hierbei soll gleichzeitig versucht werden, durch Erniedrigung der Gasmenge die Filterbelastung zu verbessern. |

30.7. Störung durch Defekt am Drucklager des Rührerantriebs. 6 Stunden Druck und Temperatur zurückgenommen (50 at, 22 mV) und umgestellt auf Öl.

31.7. Unverändert.

1.8. "

2.8. "

3.8. "

4.8. "

A X 5.8. 14. Analyse (kleine Untersuchung)

Zurücknahme des Druckes auf 300 at.

Nachdem bei 600 at die Verminderung der Gasmenge auf die Filterleistung einen günstigen Einfluß gehabt zu haben scheint, soll der gleiche Versuch auch bei 300 at durchgeführt werden.

6.8. Unverändert.

7.8. " . 50 kg Frischöl ergänzt (P 1327).

8.8. "

9.8. "

10.8. " . 10 kg Frischöl ergänzt (P 1327).

11.8. "

12.8. " . 5 kg Frischöl ergänzt (P 1327)

A XI 13.8. 15. Analyse (kleine Untersuchung).

10 kg Frischöl ergänzt (P 1327).

14.8. Umgestellt auf Öl und kaltgefahren.

Die Abstellung erfolgt, da der Versuch bei 300 at als beendet angesehen werden kann, um die Bürste des Abscheiderstandschauglases zu erneuern. Außerdem sollte bei dieser Gelegenheit auch die Breischlange ausgewechselt werden, da die beträchtliche [illegible] der Temperaturdifferenz auf eine weitgehende Schädigung der Vorheizung hinzudeuten schien.

15.8. Ofen 4 mal entschlammt, da die zweite Entschlammung Schwierigkeiten bereitet hatte.

16.8. Die Schlange wurde ausgebaut und ergab bei der Literung 700 cm³ gegen 1045 cm³ bei Einbau.

17.8. Nach Einbau einer neuen Schlange mit einem Volumen von 1000 cm³, Erneuerung der Schauglasbürste und Auswechslung einiger Ventile sollte der Ofen neu angefahren werden, wobei sich jedoch zeigte, daß der Rührer nicht mehr funktionierte. Der Ofen mußte daher ausgebaut werden.

17.8. (Fortsetzung)

Der Ausbau des Ofens zeigte, daß die Antwelle des Rührers ausgearbeitet und gebr war. Im Ofen befand sich etwa 500 mm vom Eingang etwas weicher Koks (ca. 600 g), dessen Entstehung nur die Vermutung ausgesprochen werden kann, daß sie in der Anfal periode mit abgerissenem Rührer liegt.

23.8. Nach Wiedereinbau des Ofens unter Druck 600 at angeheizt, 2000 Ltr. Nullgas über Dach und mit Einlauf P 1214 325°.

Es soll noch einmal der Gegenversuch bei 600 at (wie vor dem 5.8.) durchgeführt werden, vor allem, um die Reproduzierbarkeit der seinerzeit erreichten Filterleistungen zu kontrollieren.

24.8. Bei 22 mV umgestellt auf Kohlebrei, Durchsatz, Temperatur, Gas etc. wie zuvor.

(4 kg Kohle/h, 23,5 mV, 0,2 $m^3$/kg Kohle).

25.8. Unverändert. 50 kg Frischöl (P 1327) ergänzt.

Da die Differenz mit 2,5 mV trotz sorgfältiger Isolierung des Übergangselementes sehr groß ist, muß vermutet werden, daß die Breischlange bei der letzten Abstellung geschädigt worden ist. Auch schrieb die Druckwaage sehr viel breiter als vorher, was ebenfalls auf eine wahrscheinliche Schädigung der Schlange hinweist.

26.8. Wegen Druckdifferenz hinter dem 10 Ltr.-Gefäß unter Zurücknahme der Temperatur weitweise umgestellt auf Öl.

27.8. Unverändert. 60 kg Frischöl ergänzt (P 1327).

Da die Aufarbeitung des Anfalls vorübergehend durch direkte Verarbeitung des Filtrates auf Öl und Elektrodenkoks in der Druckdestillation (thermische Krackung) durchgeführt werden soll, sind vorübergehend erhöhte Ergänzungen von Frischöl notwendig. -

28.8. Unverändert. 60 kg Frischöl ergänzt (P 1327).

29.8. Unverändert. Es treten jetzt mit einer gewissen Regelmäßigkeit täglich ein bis zwei Mal Druckdifferenzen von 100 - 200 at hinter dem Abscheider auf, die in den meisten Fällen nach kurzer Zeit wieder durchreissen. Eine Verbesserung der Heizung der Ausgangsleitung kann anscheinend die Störungen nicht beheben.

(P 1527).

XII

XIII

(P 1527).

(P 1527 und 3.0).

Versuchsreihe B.

Versuchsanordnung.

Normalen „Ö Lr.-Ofer-System mit Versuchsgruppe A mit nicht isolierbarem Abscheider und Luftkühlung am Übergang.

Volumen der Vorrichtung vor dem letzten Anfahren (kein Vorversuch zur Kasser 804 mit rohbrauner Kohle) am 1.6.41 1040 cm³.

Reaktionsraumes vor dem letzten Anfahren 7,94 Ltr.

Tourenzahl des Ofenrührers 58 Umdr./min.

Ofen 411 vom 1.6.41 - 21.10.41

Begründung:

Nachdem der zur Zeit im Ofen 451 durchgeführte Versuch gezeigt hatte, daß es grundsätzlich möglich ist, durch Anwendung höherer Temperatur bei hohem Druck mit reiner Mittelölverteilung an einem filtrierbaren Anfallprodukt zu gelangen, sollte jetzt versucht werden, unmittelbar vor der Verarbeitung auf Benzin und Heizöl - bei 600 at - durch schrittweise Änderung der Verarbeitungsbedingungen zu filtrierbarem Anfall zu gelangen.

Versuchsverlauf.

Zu diesem Zweck wurde im Anschluß an die Verarbeitung von rohbrauner Kohle auf Benzin + Heizöl nach kurzfristiger Zurücknahme von Druck und Temperatur und Umstellung auf Öl, um die Isolation des Überganges und des Abscheiders zu entfernen, unter sonst unveränderten Bedingungen mit kaltem Abscheider weitergefahren.

18.6. Einspritzung: K 1242 vom 28.4.41 + Anreibeöl 1:1; Anreiböl = Schlauderöl aus Absetzlage + Mittelöl 65:35; Abscheiderdurchsatz 1:0,4 (Kohle:Abschlamm); Kohle gebrikettiert mit 1,2 % Fe SO$_4$ , 7 aq, 1,5 % Bayermasse und 0,3 % Na$_2$S feinstgemahlen in Abstreiferschweröl gemahlen (50%ig) zum Brei. Durchsatz 6,3 kg Kohle/h; 5 m³ Gas je kg Kohle; Temp. 25,0 mV.

19.6. Unverändert.

20.6. "

22.8. A... Kreislaufmittelöl 200-300°, b...
Abs... Führung mit Kohle-Abschlamm wie 1...

Abschlammanreicherung war zunächst
der erheblichen Verschlammung der Absitzraum-Menge
- durch die tiefe Temperatur des Abscheiders
wesentlich gelassen worden, um auf diese Weise
durch eine Steigerung der Mittelölgehalte im
Abschlamm zu gelangen und einen genügenden
Ölvorrat zu erhalten. Es wird nunmehr
zur reinen Mittelölgewinnung übergegangen und
die Rückführung der Abscheidung dergestalt
durchgeführt, daß der Abschlamm gemeinsam mit
dem Produkt destilliert wird in Benzin - 200,
Mittelöl 200-325 und Rückstand. Gleichzeitig
wird versucht, den Abschlamm zu filtrieren, um,
sobald dies möglich ist, damit den Abschlamm
das Filtrat zu destillieren.

22.8. Unverändert.

23.8. "

24.8. "

25.8. Gemessen auf 0,5 m³ je kg Kohle.

Das Anfallprodukt ist zwar, wenn auch nur
teilweise, leichtflüssig, filtrierbar. Um die Fil-
triergut zu verbessern und auch so den Kohle-
gehalt durch weitere Eindickung anzureichern, wird
im Gemenge aufgegeben.

26.8. Siehe ...
Durch die Destillation von Steinkohlenteer-
Zeitweise ...

27.8. Gemessen auf 1 m³ ... kg Kohle ...

Die Zahlen ... an die abgetrennten
... geringe Gasmengen ...

28.8. Unverändert.

B I 21.8 ... (...)

30.8. Unverändert.

...

1.9. Gemessen auf 0,5 m³ ... Kohle aufgegeben.

Da ... und Druckdifferenzen ... des
Abscheiders ... ohne erhebliche Gasmengen
... Gasmengen aufgegeben.
... wurden. Da ...
... Anfälle ...
... Gasmengen

2.9. Unverändert.

3.9. 4 Stunden (von 14 - 18 U) über Schleuse entgast, dann umgestellt auf Öl und maximal gefahren.

Die Störungen haben in den letzten Tagen zugenommen und auch an soliden Schwarzkohlen der Temperatur zugeführt, daß es nicht mehr war, den Ofen unter unveränderten Bed weiterzufahren. Es scheint zu sein, daß weitere Versuche einwandfreie Ergebnisse die nicht durch eine Schädigung des Ofens durch vielen Störungen beeinträchtigt sind. Kaltgefahren, abgeschlammt und ausgebaut.

Davor soll noch geprüft werden, ob der Ab Entschlammung von Einfluß auf die Filtrier keit des Anfallproduktes ist.

4.9. Ofen wird frei Kal abgeschlammt.

Der Ausbau ergab eine Abnahme des Schlitzquerschnittes auf 740 cm² von 1000 cm² beim Einbau vor dem Versuch. Der Ofen war sauber.

Als Ursache der schnellen Spaltverengung des Ofens wurde angenommen werden, daß bei der Abkühlung durch Mittelöl und der dadurch eingetretenen hohen Temperatur Öl aus dem Brei verdampft, worauf in Verbindung mit der verringerten Gasmenge eine mangelnde Durchmischung und teilweise Ausfällung im Ofen erfolgte.

7.9. Betrieben wie zuvor mit 50 U der/min. Umdrehungszahl des Rührers.

Die Kühlertemperatur [illegible] Abkühlerschlangen [illegible] Wasser mechanisch [illegible]

Volumen der Vorlage 1156 cm³.

Raumteilgewichten 0,85 kg/l.

Ofen unter Druck = 600 at - gefüllt, [illegible]

ab 12 mV mit Kühlung,

bei 22 mV umgestellt auf Kohlebrei.

Alles wie bisher, nur die Abschlammöffnung [illegible] auf Kohle-Abschlamm bis 14 U erhöht.

Die Ursache der Druckerhöhung wird ebenso wie durchgeführt, indem bisher angewendeten Störungen durch Verdünnung schwerer siedender Anteile im Ofen zu begegnen.

8.9. Auf Temperatur (25,0 mV).

9.9. Unverändert.

10.9. " "

11.9. Unverändert. Zeitweise über Schlacke entnommen.

Der Versuch in dieser Richtung vom 3.9. hatte eine erhebliche Verbesserung der Filterisolierung durch die Entgasung über die Schlacke gezeigt. Dieses erste Ergebnis soll durch eine Wiederholung des Versuches geprüft werden.

12.9. Unverändert.

13.9. "

B II 14.9. 19. Analyse (kleine Untersuchung)

Druckdifferenz in Apparateentnahmegang bis zu 300 at, die sich durch verbesserte $H_2O$-Spülung beheben ließ.

15.9. Die Abschlammrückführung wird wieder auf 0,5 Teile Abschlamm auf 1 Teil Kreis zurückgenommen.

Die Filtrierleistung liegt bedeutend schlechter als bei der ersten Versuchsperiode. Da diese Verschlechterung auf die Erhöhung der Abschlammrückführung zurückzuführen ist, soll nochmals versucht werden, mit geringer Rückführung zu fahren, in der Hoffnung, daß die Erhöhung der Filtrierschwierigkeiten durch Ausfällen von Abschlamm im Ofen zu vermeiden.

16.9. Unverändert.

17.9. "

18.9. "

B III 19.9. 20. Analyse (große Untersuchung).

Übersicht im Ofen unten konnte durch verbesserte Spülung behoben werden.

20.9. Abschlammrückführung auf 1 Teil Abschlamm je Teil Kreis erhöht.

Durch diesen Gegenversuch soll der Einfluß der Abschlammrückführung auf die Filtrierverhältnisse endgültig festgestellt werden.

21.9. Unverändert. Wiederholt am Ofen unten durch Spülung behoben.

22.9. Unverändert.

23.9. "

B IV 24.9. 21. Analyse (kleine Untersuchung)

Beschickung wie [illegible] 50 kg Hydrierrückstand 225-325° K 1242 u. K 804 je A-Teil). Das verbesserte Anfahren hat sich bewährt und soll beibehalten werden.

Die Verschlammung mit Hydrierrückstand soll fortgesetzt werden.

- 27 -

25.9. Unverändert.
26.9. "
27.9. "

B V 28.9. 22. Analyse (kleine Versuchung)

29.9. Durchsatz erhöht auf 6 kg Kohle/h; alles andere entsprechend.

Nachdem der Versuch mit Hydriermittel gezeigt hat, daß die Filtrierbarkeit des Anfalls sich keinesfalls verschlechtert (eher verbessert), wird, wenn ausreichend Anreibeöl vorhanden ist, noch ein Versuch mit hohem Durchsatz durchgeführt.

30.9. Unverändert.
1.10. "
2.10. "
3.10. "

B VI 4.10. 23. Analyse

Die Anreibung der Kohle wird statt mit Mittelöl mit Filtrat vorgenommen und die Abschlämmung verstärkt.

Der Versuch mit hohem Durchsatz hat gezeigt, daß die Filtrationsgeschwindigkeit etwas, wenn auch nicht erheblich verschlechtert wird und kann somit als beendet betrachtet werden. Es soll nun ein Versuch durchgeführt werden, die Anreibung unter Verwendung von Filtrat (65 - 70% Mittelöl) zu ermöglichen. Auf diese Weise soll die Destillation erspart und die Abschlämmbarkeit erhöht oder teilweise vermieden werden.

Kohle : Anreiböl (= Filtrat) wie 1:1,5; Kohle : Abschlämmöl wie 1:0,5.

5.10. Unverändert.
6.10. "
7.10. "
8.10. "
9.10. Ungefähr wie Masseverlauf, Kohle : Mittelöl wie 1:1, die Abschlämmölführung bleibt unverändert.

Die Anreibung mit Filtrat führt zu einer erheblichen Verschlechterung der Filtrierbarkeit, so daß eine Fortsetzung des Versuchs als besonders aussichtsreich nicht gelten kann. Es zeigt sich dabei, daß die Filtrierbarkeit des Anfalls jedenfalls stark von der Menge des Festen abhängt.

10.10. Unverändert.
11.10. "
12.10. "
13.10. Umgestellt auf Kohlebrei ohne Kontakt.
Nachdem sich in einigen Tagen des Fahrens mit normaler Mittelölanreibung die Filtrierbarkeit wieder gebessert hatte, soll jetzt noch ein Versuch ohne Kontakt durchgeführt werden, um den Einfluß des Kontaktes auf die Filtrierbarkeit zu prüfen.
14.10. Unverändert. Pumpenstörungen.
15.10. "
16.10. " Pumpenstörungen.
17.10. " "
B VII,1 18.10. 24. Analyse (kleine Untersuchung)
19.10. Unverändert. Pumpenstörungen.
20.10. "
B VII,2 21.10. 25. Analyse (große Untersuchung)
Darnach Temperatur zurück, umgestellt auf Öl und kaltgefahren.
Der Versuch wird als beendet angesehen.
22.10. 4 Mal abgeschlammt. Das erste Abschlammen ging schwer wegen dauernder Verstopfung der Ventile. Die anderen dinge gut; Mengen gut.

Abbaubefund:

Die Saalkerze hatte ein Volumen von 650 $cm^3$ gegen 1140 $cm^3$ als der letzte Einbau am 7.9.
Der Ofen war sauber, nur der Rührer zeigte starke Krusten (ca. 400 g), die, nicht allzu hart, offenbar erst in der letzten Zeit durch das mehrmalige Hochgehen des Ofens auf 22 - 26 mV durch die Pumpenstörungen entstanden sind.

## Versuchsreihe C

### Versuchsanordnung

Normales 10 Ltr.-Ofen-System, wie in den vorhergehenden Versuchsreihen, mit nicht isolierten Abscheider und Luftkühlung am Überlaufschlange und Ofen wurden neu eingebaut.

Volumen der Vorwärmung 1070 $cm^3$.

Reaktionsvolumen 8,5 Ltr.

### Ofen 455 vom 8.2. - 11.3.42

Begründung: Es sollte das Verhalten der Saarkohle bei Verarbeitung auf filtrierbares Anfallprodukt auf dem Wege der extraktiven Hydrierung geprüft werden.

### Versuchsverlauf.

8.2. Der Ofen wurde angefahren und am 11.2. kurzzeitig auf Kohlebrei umgestellt, mußte aber dann mangels Bedienungspersonal, bevor er auf Temperatur war, zurückgefahren und abgestellt werden.

15.2. Ofen unter Druck gestellt - 600 at Nullgas; 3000 L*- über Dach; angeheizt und mit Kreislauf + Anreiseöl aus K 1137[1] von Ofen 451 aus Heizölversuch.

16.2. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei K 1246[1] vom 20.9.41 angerieben mit P 1327[3] im Verhältnis 1 Kontakte: 1,2% Fe $SO_4$ . 7 aq aufgetränkt auf die Kohle und 1,5 % Bayermasse (ungeschwefelt) voll. in Abtreiferschweröl zum Brei.

Durchsatz 6,0 kg/h
Gas 3 $m^3$ je kg Kohle
Temp. 23,0 mV
Aschlammrückführung 1:0,5. Während der Anfahrperiode wird statt des Rückführungsschlamms P 1327 + P 135 + (1:1) eingesetzt.

17. Umgestellt auf Rückführungsschlamm.

17.2. Unverändert.

18.2. Unverändert.

19.2. Eigenes Rückführöl (200-325°).

1) Schlesische Kohle der Heydebreckgrube
2) Saar-Kohle
3) Solvay-Öl

20.2. Unverändert. 66 kg Anreibeöl ergänzt (P 1322)
21.2. " 50 kg " "
22.2. "
23.2. Gasmenge zurückgenommen auf 0,5 m³ je kg Kohle.
Es soll nun festgestellt werden, ob die Filtrationszeiten sich mit der Verringerung der Gasmenge verbessern.
24.2. Unverändert. 47 kg Anreibeöl ergänzt (P 1322).
25.2. "
O 1 26.2. 25. Analyse (kleine Untersuchung)
27.2. Störung durch Stromausfall, Temp. und Druck zurückgenommen.
10 Stunden umgestellt auf Öl.
28.2. Wasser wie zuvor.
1.3. Unverändert. 50 kg Anreibeöl ergänzt (P 1327)
2.3. " 47 kg " " "
3.3. " 27 kg " " "
O 2 4.3. 27. Analyse (große Untersuchungen)
5.3. Unverändert.
6.3. "
7.3. "
8.3. "
9.3. Umgestellt auf Anreibung mit Abdrücker-Mittel 101 aus Brüxer Teer.
Nachdem sich in den letzten Tagen gleichmäßig brauchbare, wenn auch nicht mehr gute Filtrierverhältnisse eingestellt haben, kann der Versuch vorläufig als beendet angesehen werden. Es soll nun noch geprüft werden, welchen Einfluß die Anwendung eines Anreibeöls ganz anderer Herkunft auf die Filtrierbarkeit hat.
10.3. Unverändert. 17 h umgestellt auf Öl und kaltgefahren.
Wegen vorübergehender Verwendung mit Brüxer Teer sollte der Ofen umgestellt werden.
11.3. Ofen 4 Mal ausgeräumt. Abschlammung ging gut.
Mengen gut. Die Vorlage hatte ein Volumen von 1290 cm³ gegen 1070 vor dem Versuch.
Der Ofen wurde nicht ausgeräumt.

Versuchsreihe D

Versuchsanordnung

Normales 10 Ltr.-Ofen-System wie bei den vorhergehenden Versuchsreihen mit nicht isoliertem Abscheider und Luftkühlung am Ölumlauf. Volumen der (neueingebauten) Vorheizung 1140 cm³. Reaktionsvolumen vor dem letzten Einbau am 23.2. (Versuch mit Brüxer Teer) 8,5 Ltr.

Ofen 451 vom 14.3. - 29.4.42

Begründung: Nachdem der Versuch im Ofen 455 (XXXX Versuchsreihe 3) gezeigt hatte, daß die Saarkohle sich bei der extrahierenden Hydrierung deutlich schlechter verhält als die schlesische Kohle, so soll jetzt zunächst noch ein Versuch mit Ruhrkohle durchgeführt und dann die drei Kohlen noch untereinander verglichen werden, um die Unterschiede genau festzulegen.

Versuchsverlauf.

14.3. Ofen unter Druck 100 at, 5000 Ltr. Null-Gas über Dampf. Ab 11 mV mit Einlauf P 1214 1)

15.3. Bei 22 mV umgestellt auf Kohlebrei: K 1247[2] von 20.9.41 getränkt mit 1,2% $FeSO_4$ . 7 aq, getrocknet und gemahlen + Rücklaufmittelöl von Ofen 455 aus der extrahierenden Hydrierung von K 1242[2]) + 1,5 % Bayermasse (ungeschmolzen) koll. in Filtrat aus Abscheider von Ofen 455 auf Kohle zum Brei.

Abscheiderrückführung 1:0,5.

Durchsatz 6,0 kg Kohle/h.

0,5 m³ je kg Kohle.

Höchsttemperatur für die Schlange 27,5 mV, Ofen konstant 25,0 mV, Abscheider 10 mV.

Die Aufarbeitung erfolgt in der bei der extrahierenden Hydrierung üblichen Weise durch Filtration des Abscheiderinhaltes, Destillation des Filtrates im Bensin - 200°, Mittelöl (= Rücklauföl) 200-320° und Rückstand.

16.3. Unverändert.

17.3. " . 100 kg Anthracenöl ergänzt (aus Ka 404 von schles. Kohle).

1) Steinkohlenteeröl. Einsatz 500 kg.
2) Ruhrkohle Auguste-Viktoria
3) Saarkohle.

18.3. Unverändert. 200 kg Anreibeöl ergänzt
(aus Ka 804 v. 3e Lea. Kohle)

19.3. " 60 kg Anreibeöl ergänzt
(aus K[illegible] v. 3e Lea. Kohle)

[illegible] Gut gelaufene Zusammenstellung.

20.3. Unverändert.

21.3. " 40 kg Anreibeöl ergänzt (aus Ka 804)

22.3. " 50 kg " " " "

23.3. " 30 kg " " " "

D I, 1 24.3. 2[illegible] Type ([illegible] Ofen [illegible])
20 kg Anreibeöl ergänzt (Ka [illegible])

25.3. Unverändert. Die [illegible] Abschlämme wird über Sandbett vorgenommen.
20 kg Anreibeöl ergänzt (Ka [illegible])

Die Filtergeschwindigkeit [illegible] Materialfeuchte [illegible] Kohle [illegible] Kohlegehalt. Es soll daher ermittelt werden, ob auch hier die Art der Entgasung von wesentlichem Einfluß ist.

26.3. Unverändert. 10 kg Anreibeöl ergänzt (Ka [illegible]).

27.3. " "

D Typ 2 [illegible] 2a Anreibe (siehe Unterschrift)

28.3. Zwecks Bestimmung der Zahlenmenge der Rührer vom Anreibegefäß wird [illegible] Zahnradpumpe [illegible] gestellt auf 50.

Die Art des Anreibens bei der [illegible] Anreibegefäß bereitet wegen der Aufschlämmung des Feinen in einem relativ dünnen Öl in der Zahnradpumpe zum Reaktionssystem [illegible] Schwierigkeiten. Insbesondere bei der Kohlerei sollte [illegible] und führt zu häufigen Störungen. Diese Schwierigkeiten werden [illegible] Hauptursachen durch Abstellen des Pumpen behoben. Um [illegible] zu vermeiden, soll der Brei vor der Pumpe [illegible] werden.

Nach der Anreibung [illegible] auf Kohlerei mit K 1242 vom 25.4.41.

Alle Bedingungen wie zuvor.

Das überraschende Ergebnis der viel schlechteren Filtrationsversuche bei Rohrkohle soll durch einen Gegenversuch mit schlesischer Kohle erhärtet werden.

30.3. Unverändert.

31.4. " 55 kg Anreibeöl ergänzt aus dem Abstreifer-Öl vom 14.-27.3.42.

1.4. Unverändert. 25 kg Anreibeöl ergänzt (Ka 804)

2.4. "

D II 3.4. 30. Analyse (kleine Untersuchung)

Danach umgestellt auf Öl und kalt gefahren.

/schrieb Da nach gleich nach dem Anfall beider Proben die Eingangsschlange besonders breit, dann die Schlange, da eine Schädigung befürchtet werden muß, ausgebaut werden.

4.4. Ofen 3 Mal abgeschlämmt. Entschlammung ging einwandfrei, Mengen gut.

Die Schlange wurde ausgebaut und hatte ein Reaktionsvolumen von 1050 cm³ gegen 1140 vor dem Versuch, war also nicht geschädigt.

Die Leerung des Ofens ergab 1,2 Ltr. Dieser wurde wegen Zeitmangels nicht ausgeheizt.

Nach Wieder-Einbau der gleichen Schlange (mit 1050 cm³ Volumen) Ofen angeheizt.

5.4. Ofen unter Druck 600 at und kalt gefahren. Ab 10 mV mit Einlauf P 1214.

6.4. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei, alles wie zuvor. Entschlammung über Sonntag.

7.4. Unverändert.

8.4. "

9.4. Ofen umgestellt auf K 1247 vom 20.9.41.

Die mit der vollsynthetischen Kohle erhaltenen Messwerte sollen durch einen vergleichenden Versuch unter exakt gleichen Bedingungen mit Ruhrkohle eingeschlämmt werden, um von einer eventuellen Änderung der Ofenlage durch längeres Fahren unabhängig zu sein.

10.4. Unverändert.

11.4. "

12.4. "

13.4. "

D I,3 14.4. 31. Analyse (kleine Untersuchung)

35 kg Anreibeöl ergänzt aus Abstreifer v. 30.3.-12.4.

Umgestellt auf K 1246 vom 20.9.41 unter unveränderten Bedingungen.

Nach dem durch geführten genauen Vergleich von synthetischer Kohle und Ruhrkohle soll jetzt noch unmittelbar unter exakt gleichen Bedingungen bei Verwendung von Steinkohle synthetischer und

15.4. Unverändert.
16.4. "
17.4. "
18.4. Wegen Störung an beiden K.I.P. zeitweise Umschaltung auf ÖJ.
19.4. Unverändert. 38 kg Anfallkoks produziert (K 804)
D III,2 20.4. 52. Analyse (kleine Untersuchung)
21.4. Unverändert
22.4. "
23.4. "
D III,2 24.4. 53. Analyse (große Untersuchung)
Umgesetzt 23 auf K 1247 vom 20.3.41.
Aus den gleichen Gründen wie am 9.4. vor Abschluß der Versuche über die Unterschiede der Kohle nochmals auf Ruhrkohle umgestellt.
25.4. Unverändert.
26.4. "
27.4. "
28.4. "
D I,4 29.4. 54. Analyse (kleine Untersuchung)
Feinkohle mit Druck carbonisieren.
Die Untersuchungen der drei verschiedenen Kohlen sind damit beendet. -

gez. v. Hartmann

## Nachtrag

### Eigenschaften des Anfalls

Gegenüber der normalen Verarbeitung der Kohle auf Benzin + Mittelöl oder Schweröl wurden bei der extrahierenden Hydrierung infolge der weniger weitgehenden Aufhydrierung aromatischere Öle erhalten. Das Benzin ist besonders in den höheren Fraktionen wasserstoffärmer und aromatenreicher (35 %). Der Klopfwert liegt um 3 - 5 Einheiten höher. Beim Mittelöl liegen die Unterschiede in der gleichen Richtung, sind aber weniger stark ausgeprägt.

Die Vergasung ist methanreicher und enthält mehr CO und $CO_2$, die also bereits im Anfangsstadium der Hydrierung abgespalten werden.

Das Abwasser weist einen geringeren Gehalt an Ammoniak auf, d.h. von den Fremdelementen werden Sauerstoff und Schwefel am schnellsten entfernt. Infolge der nicht so intensiven Aufspaltung des Öls enthält das Wasser weniger Phenole. Auch der $CO_2$-Gehalt ist niedriger.

Die Destillationsrückstände waren bei einwandfreier Filtration genügend aschearm (0,15 - 0,4 % Asche im Ganzen), um als Rohstoff zur Herstellung von Elektrodenkoks dienen zu können. Die Erweichungspunkte lagen zwischen 60 und 80°, bei einem Asphaltgehalt in der Nähe von 30 %. Der recht hohe Gehalt an disp. Wasserstoff (rd. 6 - 7 %) läßt erkennen, daß es sich um schon verhältnismäßig weit aufhydrierte Produkte handelt.

gez. Kupfer

Tabellen

| | |
|---|---|
| 1 a-b | [illegible]gen |
| 2 | Analysen des Anfalls |
| 3 | Eigenschaften der Kohlen |
| 4 | Fraktionen vom Gesamtanfall |
| 5 | Benzinuntersuchungen |
| 6 | Benzinfraktionen |
| 7 | Mitteldluntersuchungen |
| 8 | Untersuchung von Produkt + Abschlammpastendestillat |
| 9 | Rücklauföluntersuchungen |
| 10 | Elementaranalysen |
| 11 | Elementarbilanz |
| 12 | Wasseranalysen |
| 13 | Abschlammfiltrationszeiten |
| 14 | Verteilung des als KW vergasten C |
| 15 | Viscositäten des Abschlammes |
| 16 | Schwelversuche |
| 17 | Schwelgasanalysen |
| 18 | Asphaltanalysen |
| 19 | Untersuchungen des Destillationsrückstandes |

Tabelle 1

Versuchsreihe A 3

| | | | | Ofen 211 |
|---|---|---|---|---|
| Bilanz Nr. | 18 | 19 | | 21 |
| Versuchs-Nr. | B I | B II | B III | B IV |
| Datum | 29.8. | 14.9. | 19.9. | 24.9. |
| Schicht | a | b | = | = |
| Betriebsstunden. | 220 | 508 | 628 | 748 |
| **Kohle** | | | | |
| Art | K 1242 | = | = | = |
| Datum des Eingangs | 28.4.41 | = | = | = |
| Herkunft | Heinitzgrube u.Beuthengr. | = | = | = |
| Aschegehalt in Tr.K. % | 5,2 | 5,1 | 5,2 | 5,4 |
| Wassergehalt " " % | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 2,2 |
| C-Gehalt in R.K. % | 81,86 | = | = | = |
| Vorbehandlung | gesch.w.u.getrk. | = | = | = |
| **Katalyt** | | | | |
| Typ 1) % | 1,2 | = | = | = |
| 6519 2) % | 1,5 | = | = | = |
| 6703 3) % | 0,3 | = | = | = |
| Anreibung Kohle:Anreibeöl | 1 : 1 | = | = | = |
| Vorerhitzung Kohle : Abschlamm | 1 : 0,5 | 1 : 1 | 1 : 0,5 | 1 : 1 |
| Vol.% Reinkohledurchsatz | 0,75 | 0,73 | 0,74 | 0,71 |
| cbm/kg Reinkohle Eingangsgas | 1,26 | 0,79 | 0,74 | 0,65 |
| **Reaktionsbedingungen.** | | | | |
| Druck atm | 600 | = | = | = |
| Temperatur d.Ofens °C | 476 | 474 | 476 | 472 |
| " d.Abgas. " | 458 | = | = | = |
| " d.Vorh. " | 451 | 452 | 459 | 448 |

1) $FeSO_4 \cdot 7\,H_2O$ aufgetränkt auf Kohle, getr. und gemahlen
2) ungeschwefelte Bayermasse
3) $Na_2S$ , Sulfigran.

21. 11. 42

1203

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | |
| 22 | | | 25 | | | |
| B T | | | VII. | | | |
| 28,9. | 4.10 | 1. 10 | 21.1 | | 8.2. 42 | 4.7 |
| = | = | = | = | | = | = |
| 100 | 244 | 336 | 408 | | 500 | 500 |
| = | = | = | = | | 1246 | = |
| = | = | = | = | | 2000.43 | = |
| = | = | = | = | | Nm2 | = |
| 5,3 | 3 | 4,9 | 5,4 | | 1,3 | 0,7 |
| 2,3 | 1,2 | 1,8 | 1,4 | | 1,6 | = |
| = | 61,36 | = | = | | 3,4 | = |
| = | = | geschro., ge-tro.u.gemallen | | | geschw.u. geschro. | = |
| = | = | ohne Kontakt | = | | 1,6 1,5 | = |
| = | = | = | = | | 1,1 | = |
| = | 1: 1,5 | 1 0,5 | = | | 1:0,5 | = |
| 0,74 | 0,93 | 0,95 | 0,93 | | 0,65 | 0,64 |
| 0,62 | 0,54 | 0,63 | 0,61 | | 0,78 | 0,96 |
| = | = | = | = | | 500 | = |
| 476 | 476 | 474 | 474 | | 476 | 476 |
| 446 | 434 | 490 | 446 | | 422 | 404 |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Extrahiere | Gefä |
| Bilanz Nr. | | 28 | 29 | |
| Versuchs-Nr. | | D I,1 | D I, 2 | D |
| Datum | | 24.3.42 | 28.3. | 2. |
| Schicht | | b | = | |
| Betriebsstunden | | 768 | 864 | 103 |
| **Kohle** | | | | |
| Art | | X 1247 | = | X |
| Datum des Einganges | | 20.9.41 | = | 28. |
| Herkunft | | Aug.Vikt. | = | Gute Leitz |
| Aschegehalt in Tr.K. | % | 4,4 | 3,7 | 5, |
| Wassergehalt " " | % | 1,0 | 1,1 | 2, |
| C-Gehalt in R.K. | % | 85,07 | = | 81, |
| Vorbehandlung | | geschr.u.getr. | = | |
| **Kontakt** | | | | |
| 1181 1) | % | 1,2 | = | |
| 6512 2) | % | 1,5 | = | |
| 6709 3) | % | | | |
| Anreibung Kohle:Anreibeöl | | 1 : 1 | = | |
| Verflüssigung Kohle : Abschlamm | | 1 : 0,5 | = | |
| kg/l Of.Vol./h Reinkohle-Durchsatz | | 0,68 | 0,67 | 0, |
| cbm/kg Reinkohle Eingangsgas | | 0,84 | 0,85 | 0, |
| **Fahrbedingungen.** | | | | |
| Druck | atm | 600 | = | |
| Temperatur des Ofens | °C | 474 | 476 | 47 |
| " d.Abscb. | " | 109 | = | |
| " d.Vorh. | " | 425 | 427 | 42 |

1.) $FeSO_4 \cdot 7\ H_2O$ aufgetränkt auf Kohle, getr.und gemahlen.
2.) ungeschwefelte Bayermasse.
3.) $Na_2S$, Sulfigran.

Zeile 1a. (Fortsetzung.) Bilanzen.

a) Hydrierung.

Ofen 431.

| 30 | 31 | 32 | 33 | 34 |
|---|---|---|---|---|
| D II | D I, 3 | D III, 1 | D III, 2 | D I, 4 |
| 3.4. | 14.4. | 20.4. | 24.4. | 29.4. |
| 1008 | 1272 | 1416 | 1512 | 1632 |
| K 1242 | K 1247 | K 1246 | = | K 1247 |
| 28.4.41 | 20.9.41 | 20.9.41 | = | 20.9.41 |
| Leuchen- u. Heinitzgrube | Aug.Vikt. | Saar | = | Aug.Viktor. |
| 6,6 | 4,7 | 8,6 | 8,2 | 4,4 |
| 2,1 | 1,3 | 1,6 | 1,4 | 1,2 |
| 81,96 | 85,07 | 80,4 | 82,4 | 85,07 |
| = | = | = | = | = |
| = | = | = | = | = |
| = | = | = | = | = |
| = | = | = | = | = |
| = | = | = | = | = |
| 0,65 | 0,68 | 0,67 | 0,68 | 0,70 |
| 0,88 | 0,87 | 1,2 | 1,1 | 0,88 |
| = | = | = | = | = |
| 474 | 476 | 474 | 476 | = |
| = | = | = | = | = |
| 423 | = | 430 | 485 | 425 |

Ergebnisse.

Tabe 1a

Extrahier aus

| Versuchs-Nr. | | A I | A II,1 | A II,2 | A III,1 | A III 2 | A IV,1 | A IV, | A |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bombilanz | % | 99,1 | 100,8 | 100,2 | 97,5 | 98,5 | 102,5 | 99,2 | |
| Ausbeute Benzol | % | 54,1 | 40,7 | 43,6 | 38,7 | 51,0 | 71,1 | 68,3 | |
| " Petr.Kres. | " | | | | | | | | |
| " Anr.Öl | " | 78,1 | 74,4 | 74,3 | 82,1 | 76,1 | 85,1 | 87,1 | |
| Abdampfer a.Reinkohle | % | -1,0 | 1,3 | 1,1 | 0,6 | -0,2 | 1,9 | 0,5 | |
| Ausbeute a.Trockenk. | " | 90,2 | 96,2 | 94,9 | 88,0 | 92,0 | 94,6 | 89,3 | |
| Bilanz (filtr.) a.R.K. | % | | | | 56,7 | 81,2 | 74,4 | 69,7 | |
| davon Benzin -200° | " | | | | 12,9 | 1,2 | 1,6 | 2,4 | |
| " Öl 200-300° | " | | | | -18,1 | 11,3 x) | 10,3 x) | -11,8 | |
| " " 300 | " | | | | | | | | |
| Rückstand (Bitt.) | " | | | | 105,2 | 84,0 | 88,1 | 135,4 | |
| Asphalt a.Reinkohle | % | 23,3 | 24,2 | 21,1 | 21,0 | 21,5 | 20,0 | 23,5 | |
| Leistung (Ausbeute) | | 0,35 | | 0,37 | 0,31 | 0,37 | 0,37 | 0,36 | |
| Vergasung (C V.C.in RK) | % | 6,5 | 3,7 | 2,4 | 4,6 | 3,2 | 8,2 | 7,3 | |
| Leistung (Öl + Bit.) | | | | | 0,213 | 0,31 | 0,27 | 0,26 | |
| Verl.C als CO/CO2 | % | 4,1/12 | 5,5/10, | 7,9/18, | 5,1/11, | 7,2/12, | 4,2/7,0 | 4,8/ | 9,4 |
| Filtrationszeit (Lab.)sec. | | 30 | 30 | 30 | 400 | 400 | - | 110 | |
| " (Petr.) " | | nicht | nicht | nicht | ca.100 | ca.80 | ca.80 | 100 | |
| 100 kg | | filtr. | filtr. | filtr. | (20 kg) | (20 kg) | | | |

x) durch Krackung.

1e 1b. Bilanzen.

nde Hydrierung.

an 45l.

| | A V | A VI | A VII,1 | A VII,2 | A VIII | A IX | A X | A XI | A XII | A XIII |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 2 | 99,1 | 100,0 | 99 | 98,4 | 99,1 | 101,0 | 97,7 | 99,9 | 100,0 | 97,6 |
| ,2 | 73,1 | 86,1 | 82,6 | 82,1 | 74,7 | 75,6 | 78,2 | 69,8 | 85,2 | 67,1 |
| | - | - | - | - | 91,9 | 92,6 | 91,9 | 85,1 | 91,3 | 81,1 |
| ,1 | 88,5 | 89,4 | 90,7 | 92,2 | 90,6 | 89,8 | 90,5 | 87,9 | 91,3 | 84,0 |
| ,5 | -1,1 | 0,3 | 1,5 | 1,2 | 1,1 | 0,7 | -0,2 | -0,6 | -1,9 | -0,4 |
| ,2 | 85,5 | 78,1 | 70,0 | 88,1 | 82,3 | 93,6 | 87,7 | 94,7 | 97,3 | 92,6 |
| ,7 | 69,0 | 79,6 | 68,1 | 71,0 | 73,3 | 74,6 | 70,2 | 77,4 | 85,7 | 76,8 |
| ,4 | 5,8 | 2,0 | 2,0 | 2,6 | 3,8 | 2,6 | 3,0 | 2,4 | 5,4 | 1,5 |
| ,8 | -8,0 | -6,2 | 9,9 | 1,7 | 1,3 | 4,1 | 11,0 | 2,3 | 10,4 | 6,2 |
| 4 | 102,2 | 100,0 | 88,1 | 95,7 | 94,9 | 93,9 | 108,0 | 99,7 | 84,2 | 104,7 |
| ,5 | 18,6 | 10,3 | 29,6 | 19,2 | 29,6 | 32,9 | 21,1 | 21,8 | 21,1 | 25,7 |
| 36 | 0,35 | 0,31 | 0,36 | 0,46 | 0,59 | 0,73 | 0,46 | 0,49 | 0,50 | 0,58 |
| ,7 | 12,2 | 8,6 | 8,0 | 7,6 | 7,2 | 5,5 | 6,1 | 5,8 | 5,4 | 2,0 |
| 26 | 0,25 | 0,29 | 0,31 | 0,3 | 0,45 | 0,57 | 0,35 | 0,38 | 0,40 | 0,36 |
| | 4,1/4,46 | 0/4,6 | 7,7/3,3 | 5,5/5,5 | 5,9/5,9 | 8,2/5,5 | 4,1/7,6 | 4,6/8,1 | 5,2/1,4 | 8,8/12,4 |
| 0 | 120 | 110 | 100 | 100 | 150 | 200 | 100 | 60 | 100 | 600 |
| 0 | 170 | 90 | 80 | 80 | 90 | 90 | 1 | 180 | 100 | 60 (20 kg) |

Ergebnisse. Extrahierer

| Versuchs-Nr. | | B I. | B II | B III | |
|---|---|---|---|---|---|
| Rohbilanz | % | 98,9 | 96,7 | 99,1 | 97, |
| Abbau Benzol | % | 89,6 | 88,1 | 90,5 | 89, |
| " Tetr.Kres. | % | 94,6 | 92,2 | 94,2 | 93, |
| " Anr.Öl | % | 93,6 | 92,4 | 92,9 | 92, |
| Abwasser a.Reinkohle | % | 3,0 | -2,6 | 2,5 | |
| Ausbeute a.Trockenk. | % | 83,5 | 89,2 | 90,2 | 86, |
| Ölgew. (filtr.) a.R.K. | % | 69,2 | 78,2 | 63,8 | 56, |
| darin Benzin -200° | % | 15,0 | 5,5 | 1,4 | 5, |
| " Öl 200-325° | " | -3,6 | 33,5 | 9,3 | 15, |
| " Öl > 325° | " | | - | | |
| " Koksrest (Bit.) | " | 88,7 | 61,0 | 89,3 | 78, |
| Asp alt a.R.K. | % | 13,4 | 29,9 | 22,8 | 30, |
| Leistung (Ausbeute) | | 0,65 | 0,68 | 0,70 | 0, |
| Vergasung ( C. v.C.in RK.) | % | 13,3 | 5,4 | 6,3 | 6, |
| Leistung (Bi. + Bit.) | | 0,52 | 0,57 | 0,47 | 0, |
| Verg. C. als CO/CO2 | % | 7.2/3.6 | 10.6/2.8 | 10.1/3.7 | 9.7/2. |
| Filtrations eit (Lab.) | sec. | 80 | 40 | 30 | 50 |
| " (Betr.) | " 100 kg | 120 | 140 | 220 | 00 |

Tabelle 1 b (Fortsetzg.) Bilanzen.

e Hydrierung.

| Gen 411 | | | | | Ofen 455 | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| A IV | B V | B VI | B VII 1 | B VII 2 | C 1 | C 2 |
| 97,5 | 96,6 | 96,9 | 97,5 | 99,7 | 97,0 | 99,5 |
| 85,4 | 84,9 | 89,9 | 74,3 | 75,4 | 89,7 | 88,7 |
| 93,5 | 93,6 | 94,7 | 89,5 | 88,9 | 94,3 | 95,8 |
| 92,7 | 91,5 | 92,1 | - | - | - | - |
| | -1,8 | 1,3 | 1,5 | 0,2 | | 0,4 |
| 86,0 | 85,2 | 85,1 | 83,3 | 91,6 | 85,2 | 86,0 |
| 56,7 | 74,0 | 71,6 | 66,0 | 69,5 | 67,8 | 67,5 |
| 5,7 | 1,4 | 2,9 | 1,3 | 1,1 | 7,7 | 10,8 |
| 15,5 | 0,5 | 17,5 | -1,9 | 2,6 | 8,9 | 3,3 |
| 78,8 | 98,1 | 79,6 | 100,6 | 96,3 | 83,4 | 85,7 |
| 30,4 | 33,1 | 25,0 | 35,3 | 33,6 | 14,3 | 13,7 |
| 0,65 | 0,66 | 0,84 | 0,82 | 0,90 | 0,60 | 0,60 |
| 6,7 | 6,6 | 4,8 | 8,4 | 7,1 | 8,2 | 9,2 |
| 0,39 | 0,55 | 0,66 | 0,63 | 0,65 | 0,44 | 0,43 |
| 7/5,3 | 6.1/5,7 | 0,9/7,3 | 4.3/8,4 | 4.6/7.3 | 4.1/1,4 | 4.8/2,2 |
| 50 | 50 | 40 | 30 | 50 | 130 | 90 |
| 00 | 220 | 180 | 350 | 330 | 90 | 130 |

Tafel 1a

Ergebnisse. Extrahiergrande K

| | | Ofen 51 |
|---|---|---|
| Versuchs-Nr. | D I, 1 | 2 |
| Rohbilanz % | 100,0 | 98,0 |
| Abbau Benzol % | 85,9 | 88,4 |
| " Tetr.Krac. " | - | 93,8 |
| " Anr.Öl | | |
| Wasser a.Reinkohle % | 2,3 | |
| Ausbeute a.Trockenk. % | 88,3 | 87,0 |
| Ölgew. (filtr.) a.Reinkohle % | 64,6 | 65,9 |
| darin Benzin - 200° " | 5,0 | 19,1 |
| M'öl 200-325° " | 46,7 | 37,0 |
| S'öl > 325° " | | |
| Rückstand (Bit.) " | 101,7 | 81,9 |
| Asphalt a.Reinkohle % | 13,6 | 14,8 |
| Leistung (Ausbeute) | 0,63 | 0,61 |
| Vergasung (C v.C. in RK) % | 10,4 | 7,8 |
| Le[illegible]ung (Öl + Bit.) | 0,44 | 0,44 |
| Verg.stes O als CO/CO$_2$ % | 2,8/1,6 | 3,5/1,9 |
| Filtrationszeit (Lab.) sec. | 160 | 50 |
| " (Betr.) "100 kg | 60 | 60 |

Tab. 1 b (Forts. tag.) Blumen.

Hydrierung.

Bl.

| D II | D I 3 | D III, 1 | D III, 2 | D I |
|---|---|---|---|---|
| 100,0 | 100 | 98,0 | 100,0 | 100,0 |
| 89,2 | 91,0 | 89,6 | 90,0 | 88,0 |
| - | - | - | - | - |
| - | - | - | - | - |
| 6,4 | 2,0 | 4,6 | 6,1 | 6,2 |
| 90,3 | 93,7 | 87,8 | 92,1 | 94,7 |
| 73,9 | 74,0 | 67,4 | 67,4 | 72,1 |
| 13,5 | 6,5 | 1,5 | 8,1 | 5,3 |
| 4,2 | 6,8 | 14,7 | -1,7 | -0,5 |
| 82,3 | 86,7 | 113,2 | 93,6 | 94,5 |
| 16,4 | 17,7 | 19,0 | 18,3 | 20,3 |
| 0,62 | 0,66 | 0,64 | 0,68 | 0,6 |
| 7,4 | 8,8 | 7,2 | 6,4 | 8,0 |
| 0,47 | 0,53 | 0,45 | 0,47 | 0,50 |
| 6,1/10,0 | 2,5/1,9 | 3,9/2,7 | 4,5/1,5 | 3,6/2,4 |
| 30 | 70 | 80 | 40 | 100 |
| 220 | 70 | 100 | 120 | 80 |

Tabelle

Analysen der A

| Bilanz Nr. | A I | A II 1 | A II 2 | A III 1 | A III 2 | A IV |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Abschlamm | | | | | | |
| Spez.Gew./50° | 1,052 | 1,050 | 1,052 | 1,052 | 1,040 | 1,[illegible]12 |
| % $H_2O$ | 0,2 | 0,8 | 0,4 | 0,3 | 0 | 2,[illegible] |
| Benzol-Unlösl. % | 25,6 | 31,0 | 30,5 | 21,9 | 25,8 | 15,[illegible] |
| A.d. " " % | 13,4 | 10,1 | 12,3 | 15,6 | 13,3 | 18,0 |
| Anreibeöl-Unlösl. % | 14,0 | 25,4 | 16,0 | 11,0 | 14,0 | [illegible]3,[illegible] |
| A.d. " " % | 25,5 | 21,6 | 24,0 | 27,2 | 24,2 | 27,[illegible] |
| Dest.-Kres. % | | | | | | |
| A.d. " " % | | | | | | |
| % 200° - 300° | 54,5 | 48,2 | 51,3 | 46,3 | 56,4 | 56,2 |
| % Asph. i. Öl | 15,3 | 16,5 | 14,5 | 12,0 | 12,7 | 10,4 |
| Abstreifer + Abschl.gaskond. | 0,900 | 0,908 | 0,906 | 0,886 | 0,884 | 0,[illegible]86 |
| Spez.Gew./20° | | | | | | |
| % $H_2O$ | 83,0 | 92,5 | 89,4 | 76,0 | 84,0 | 72,[illegible]5 |
| % - 200° | 49,1 | 45,0 | 44,2 | 51,1 | 51,2 | 55,[illegible]5 |
| % 200° - 300° | 45,8 | 50,0 | 52,0 | 46,0 | 45,1 | 41,[illegible]5 |
| Schwelöl | | | | | | |
| Spez.Gew./20° | | | | | | |
| % < 200° | | | | | | |
| % 200° - 300° | | | | | | |
| Abs.Kaumfiltrat | | | | | | |
| Spez.Gew./20° | | | | | | 1,0[illegible]43 |
| Benzol-Unl. % | | | | | | |
| A.d. " " % | | | | | | |
| % 200° - 300° | | | | | | 72,0 |
| % Asph. im Öl | | | | | | 5,[illegible] |

Le 2

1922 15 (1)

| | A IV 2 | A V | A VI | A VII 1 | A VII 2 | A VIII | A IX | A X | A XI | A XII | A XIII |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 32 | 1,030 | 1,036 | 1,044 | 1,026 | 1,024 | 1,058 | 1,044 | 1,028 | 1,040 | 1,094 | 1,042 |
| | 2,5 | 0,3 | 0,6 | 0,2 | 0 | | 0,6 | 0,4 | 0,4 | 3,4 | 0,2 |
| 5 | 17,5 | 15,9 | 10,3 | 11,4 | 10,3 | 16,3 | 15,8 | 13,0 | 17,1 | 11,1 | 18,5 |
| 0 | 18,4 | 20,6 | 56,8 | 29,6 | 15,7 | 26,9 | 24,7 | 22,8 | 18,1 | 29,6 | 16,5 |
| 0 | 8,0 | 8,0 | 8,0 | 7,0 | 6,0 | 7,0 | 7,0 | 7,0 | 8,0 | 7,0 | 11,0 |
| 7 | 27,1 | 32,0 | 37,7 | 38,7 | 38,7 | 36,3 | 32,9 | 16,7 | 31,7 | 39,1 | 29,9 |
| | | | | | | 6,0 | 5,0 | 6,0 | 10,0 | 7,0 | 12,0 |
| | | | | | | 36,0 | 36,7 | 37,5 | 28,8 | 39,0 | 24,6 |
| 2 | 58,6 | 47,3 | 45,8 | 53,2 | 55,2 | 46,2 | 43,2 | 59,0 | 61,9 | 47,2 | 47,2 |
| 4 | 12,5 | 10,4 | 5,4 | 11,8 | 10,3 | 16,9 | 13,0 | 11,1 | 11,8 | 15,6 | 14,3 |
| 66 | 0,954 | 0,938 | 0,910 | 0,882 | 0,882 | 0,870 | 0,880 | 0,902 | 0,902 | | 0,894 |
| 5 | 71,0 | 36,2 | 95,0 | 73,0 | 70,0 | 59,0 | 72,0 | 61,0 | 56,0 | | 70,0 |
| 3 | 56,6 | 61,3 | 42,2 | 46,1 | 45,6 | 45,5 | 48,4 | 36,7 | 38,3 | | 36,8 |
| 0 | 39,5 | 34,3 | 52,0 | 50,4 | 52,0 | 47,2 | 48,7 | 54,5 | 50,5 | | 59,0 |
| | | | | 1,040 | | 1,032 | 1,052 | 1,024 | 1,029 | 1,032 | 1,038 |
| | | | | 2,4 | | 4,6 | 0,0 | 7,9 | 4,3 | 16,9 | 3,1 |
| | | | | 56,0 | | 60,1 | 55,5 | 63,0 | 63,3 | 59,2 | 77,2 |
| 38 | 1,040 | 1,042 | 1,030 | 1,022 | 1,030 | 1,027 | 1,022 | 1,032 | 1,035 | 1,032 | 1,042 |
| | | | | 1,1 | | | | | 10,0 | 10,0 | |
| | | | | 0,02 | | | | | 0,15 | 0,15 | |
| 1 | 34,3 | 76,2 | 73,9 | 73,5 | 70,9 | 60,1 | 55,5 | 73,0 | 75,7 | 72,0 | 74,4 |
| | | 7,3 | 4,3 | 5,2 | 5,2 | | | | 6,1 | 5,4 | 7,9 |

Tabelle 3

Eigenschaften der Kohlen

| | K 1187 v.9.5.41 | K 1242 v.28.4.41 | K 1249 v.20.9.41 | |
|---|---|---|---|---|
| | % | | | |
| Elementaranalyse | | | | |
| % C i.R.K. | 82,61 | 81,96 | 82,40 | 82,0 |
| % H " | 5,02 | 5,04 | 5,65 | |
| % O " | 11,73 | 12,03 | 9,29 | |
| % N " | 1,16 | 1,47 | 1,47 | 1,75 |
| % S " | 0,39 | 0,29 | 1,2 | 1,24 |
| % S gesamt | 0,63 | 0,66 | 1,39 | 1,43 |
| % Cl | 0,039 | 0,014 | - | - |
| % flüchtige Bestandteile A.T.A. | 39,56 | 38,76 | 37,16 | 31,8[illegible] |
| % Asche a.T.K. A.T.A. | 5,20 | 4,48 | 9,87 | 4,43 |
| % Reaktivität $\varphi H_2SO_4$/h% v.K. | 18,35 | 17,7 | 13,0 | 5,14 |
| % Benzol | 4,42 | 3,56 | 0,10 | - |
| % Xylol | 2,7 | 10,1 | 15,13 | 12,21 |
| % N dtgl. | 4,01 | 3,97 | 4,96 | 4,90 |
| Aschenanalyse: | | | | |
| % $SiO_2$ | 51,60 | 52,65 | 42,34 | 56,31 |
| % $Fe_2O_3$ | 11,40 | 10,36 | 12,45 | 10,15 |
| % $Al_2O_3$ | 27,28 | 28,11 | 33,87 | 32,12 |
| % CaO | 3,08 | 0,47 | 1,93 | 2,10 |
| % MgO | 3,07 | 4,91 | 2,44 | 2,25 |
| % $K_2O$ | 1,03 | 1,72 | 2,53 | 2,75 |
| % $Na_2O$ | | | | |
| % $SO_3$ | 12,09 | 10,23 | 2,56 | 1,93 |
| % $P_2O_5$ | 0,75 | 0,41 | 0,12 | 1,14 |
| % $TiO_2$ | 1,20 | 1,37 | 1,1 | 1,21 |

Tabelle 5

Benzinuntersuchungen

| Bilanz Nr. | E VII 2 | D I 2 |
|---|---|---|
| Rohbenzin - 200° | | |
| Spez.Gew./20° | 0,750 | 0,785 |
| A.P. °C | 34,5 | 26,2 |
| Phenole % | 12,3 | 10,4 |
| Raffination: | 2 x 1% $H_2SO_4$ 96%ig, dann mit NaOH gewaschen | mit NaOH |
| Benzin raff. | | |
| ASTM | | |
| Siedebeginn °C | 70 | 44 |
| - 50 % | | 1,0 |
| 60 % | | 6,2 |
| 70 % | | 15,1 |
| 80 % | 2,0 | 25,2 |
| 90 % | 4,0 | 35,0 |
| 100 % | 6,0 | 44,0 |
| 10 % | 10,0 | 51,2 |
| 120 % | 27,0 | 57,0 |
| 30 % | 38,0 | 63,0 |
| 40 % | 47,0 | 67,5 |
| 50 % | 55,5 | 70,0 |
| 60 % | 64,0 | 76,2 |
| 70 % | 75,0 | 79,5 |
| 80 % | 82,5 | 84,2 |
| 90 % | 92,5 | 89,0 |
| 200 % | 95,0 | 92,6 |
| 10 % | | 95,2 |
| Endpunkt °C | 208 | 214 |
| R % | 99,0 | 98,2 |
| Fraktion 80 - 100° | | |
| Spez.Gew./ 20° | 0,745 | 0,719 |
| A.P. °C | - | 40,5 |
| 110 - 140° | | |
| Spez.Gew./ 20° | 0,776 | 0,772 |
| A.P. °C | 26,5 | 27,5 |
| 150 - 180° | | |
| Spez.Gew./ 20° | 0,[illegible]50 | 0,[illegible]3 |
| A.P. °C | 17,5 | [illegible],5 |
| 180 - 210° | | |
| Spez.Gew./20° | 0,770 | 0,774 |
| A.P. °C | 7,0 | [illegible],2 |
| Zusammensetzung: | | |
| Paraffine % | 50,5 | 21,0 |
| Naphthene % | 24,5 | 33,9 |
| Aromaten % | 25,0 | 37,5 |
| Ungesa. KW % | 10,0 | 5,0 |
| Klopfwert: Res. | 75,0 | [illegible] |
| Motor | 68,8 | |

Tabelle 6 Zu Bilanz C 2

Feinfraktionen

| | | Rohbenzin -200° + Pentan (109:62) | Benzin - 200° m. NaOH beh. | | - 90° 34,1% | 90 - 150° 27,7% | 150 - 180° 20,6% | 180 - 200° 11,7% |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Spez.Gew./20° | | 0,767 | 0,763 | | 0,666 | 0,775 | 0,831 | 0,872 |
| Phenole | % | 3,5 | - | | - | - | - | - |
| A.P. I | °C | + 26,2 | + 26,0 | | zu leicht | + 25,2 | + 10,0 | - 2,2 |
| Ia | " | - | + 27,5 | | " | + 28,7 | + 11,2 | +- 0,0 |
| II | " | - | + 57,3 | | " | + 54,3 | + 60,0 | + 64,2 |
| A S T M | | | | | | | | |
| Siedebeginn | °C | 35 | 37 | | 27 | 85 | 146 | 177 |
| - 40 | % | 2,0 | - | | 21,0 | | | |
| 50 | % | 7,0 | 5,0% | 80-100° | 40,8 | | | |
| 60 | % | 14,0 | 12,0% | 0,740/20 | 57,8 | | | |
| 70 | % | 21,0 | 19,2% | + 41,0° | 72,6 | | | |
| 80 | % | 26,7 | 25,7% | | 83,5 | | | |
| 90 | % | 32,0 | 31,8% | 110-140° | 90,2 | 1,0 | | |
| 100 | % | 37,7 | 37,7% | 0,768/10 | 94,8 | 12,0 | | |
| 10 | % | 42,8 | 43,0% | + 26,0° | | 34,7 | | |
| 20 | % | 47,9 | 48,0% | | | 53,0 | | |
| 30 | % | 52,9 | 52,8% | 150-180° | | 68,2 | | |
| 40 | % | 58,8 | 58,8% | 0,828/20 | | 83,0 | | |
| 50 | % | 64,2 | 64,2% | + 10,0° | | 93,0 | 1,8 | |
| 60 | % | 70,0 | 70,2% | | | 96,0 | 37,0 | |
| 70 | % | 77,0 | 77,0% | 180-210° | | | 77,2 | |
| 80 | % | 85,2 | 85,2% | 0,875/20 | | | 92,8 | 5,5 |
| 90 | % | 90,5 | 90,5% | - 5,5° | | | 97,0 | 66,0 |
| 200 | % | 94,2 | 94,0% | | | | | 93,0 |
| Endpunkt | °C | 206 | 206 | | 106 | 168 | 192 | |
| R | % | 98,0 | 98,0 | | 96,3 | 99,2 | 99,4 | 100,0 |
| Zusammensetzung | | | | | | | | |
| [illegible] | % | | [illegible] | | | | | 16,0 |
| Naphthene | % | | 25,5 | | | 92,0 | | |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Naphthene | % | | 26,5 | | 34,0 | 16,0 | 22,0 |
| Aromaten | % | | 30,0 | | 26,5 | 46,0 | 57,5 |
| Unges. KW | % | | 6,5 | 8,0 | 8,0 | 6,0 | 4,5 |
| Klopfwert: | | | | | | | |
| Res. | | | 78,0 | 80,0 | 73,5 | 78,7 | 83,0 |
| Motor | | | - | 75,4 | 66,8 | 68,8 | 70,5 |

Tabelle 1

Destillationsberechnungen

| Bilanz Nr | | | B/VII 2 | D I 2 |
|---|---|---|---|---|
| Produkt: Aroma. + Schwerbzl + Top.öl aus Abschl. | | | 1,6:5,6:92,8 | 6,5:0,5:93,5 |
| Mittelöl roh | | | | |
| Spez.Gew./20° | | | 0,984 | 0,975 |
| Phenole | | % | 29,3 | 14,3 |
| Ger.Xylen Siedebeginn | | °C | 138 | 205 |
| - 225 | | % | 6,2 | 9,6 |
| 250 | | " | 41,2 | 48,7 |
| 275 | | " | 71,1 | 78,6 |
| 300 | | " | 86,6 | 93,9 |
| 325 | | " | 93,3 | 99,0 |
| E | | " | 97,5 | 100,0 |
| Mittelöl phenolfrei | | | | |
| Spez.Gew./20° | | | 0,966 | 0,962 |
| Ap. (bez.) | | °C | - 21,5 | - 29 |
| Gehalt an Naphthalin | | % | 16,0 | 9,0 |
| Fraktionen | | | | |
| 210 - 230° | | | | |
| Spez.Gew./20 | | | | 0,930 |
| Ap. (bez.) | | °C | | - 31 |
| 240 - 270° | | | | |
| Spez.Gew./20 | | | 0,954 | 0,964 |
| Ap. (bez.) | | °C | - 25 | - 30,8 |
| 280 - 310° | | | | |
| Spez.Gew./20° | | | 0,982 | 0,988 |
| Ap. (bez.) | | °C | - 4,3 | - 18,0 |

Anlage 3

zu Bericht A IV 2

Produkt + Abschlamm Gesamtteil, entwässert

Gesamt: Spez.Gew. 0,859/20°

Gew.Engler

70 - 200° = 37,5 %
200 - 260° = 37,7 %
R = 99,9 %

Kohlenstoff - 200° = 99,7 %

Spez.Gew. 0,805/20° Ap. + 21,7°
Phenole 0,6 %

mit NaOH behandelt:

Spez.Gew. 0,790/20 Ap. + 24,8°
Ausbeute KW 5,5 %

ASTM

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Kp - | 90 | = | 3,0 % | | |
| | 100 | | 10,5 | | |
| | 10 | | 23,0 | | |
| | 20 | | 30,0 | 90 - 100° | 0,737/20 + 5,0° |
| | 30 | | 50,0 | | |
| | 40 | | 60,0 | | |
| | 50 | | 68,0 | 110 - 140° | 0,761/" + 20,0° |
| | 60 | | 75,0 | | |
| | 70 | | 80,0 | 150 - 180° | 0,805/" + 28,5° |
| | 80 | | 85,0 | | |
| | 90 | | 89,0 | 180 - 210° | 0,862/" + 27,5° |
| | 200 | | 94,0 | | |
| | 10 | | 96,0 | | |
| | 15 | | 97,5 | | |
| | E | | 98,5 | | |

Mischung: 0,6 % Dest. Ansatz, Gesamt
4,0 % Schwelöl
95,2 % Ansatz, Filtrat, entw.

Spez.Gew. 1,064/20°

Gew.Engler

100 - 300° = 88,5 %
R 100,0 %

Mittel 200 - 300° = 56,0 %

Polymerisat:

Spez.Gew. 0,9[illegible]/20
Phenole 16,2 %

Gew. Engler

200 - 225 = 0,6 %
30 4,0 %
25 15,0 %
50 24,0 %
10 27,5 %
R 28,9 %

Gesamtteil entwässert:

Spez.Gew. 0,[illegible]9/20
A.P. - 35° bez.
Ausbeute KW 11,0 %

240 - 270° 0,960/20 -37° bez.
270 - 310° 0,[illegible]62/20 -25° bez.