Tabelle 3 (Fortsetzung)

Schweröl Spez.Gew. 1,000/20
Gew.Engler
218 - 300 = 10,3 %
R 99,9 %

Mittelöl - 300° = 51,5 %

	roh:	entphenoliert:
Spez.Gew.	1,026/20	1,022/20
Phenole	9,5 %	
A.P.		- 41,0° Ver.
unges. KW		14,0 %

Gew. Engler
220 - 250 = 34,2 %
75 80,0 %
500 96,8 %
10 98,8 %
R 100,0 %

240 - 270 1,012/20 - 43° ber.

280 - 310 1,048/20 - 36° ber.

Schwerol 300°

Spez.Gew. 1,099/100°
Vakuumdestillation (12 %)

160 - 225 = 31,2 % 1,066/40°
275 40,0 % 1,080/60°
325 67,9 % 1,096/90°
R 100,0 % -

Tabelle 2

Rücklauföl-Untersuchungen

Tag	Ofen	Bilanz Nr.	Spez. Gew. 20°	Siedebeginn °C	Gew.-Anz. bis 200° %	Gew.-Anz. bis 300° %	Gew.-Anz. bis 80° %	Δt 1,1°C (13 bis 81 = 56,5)	Phenole %	C %	H %	H-Anz. 100g
13.6.41	451		1,014	212	-	92,1	7,9	+ 13,5	8,1	88,21	8,03	9,10
15.6.	"		1,016	220	-	96,1	3,9	+ 13,5	8,1			
16.6.	"		1,014	208	-	94,8	5,2					
17.6.	"		1,022		-	96,8	3,2					
18.6.	"		1,012	214	-	92,5	7,5					
19.6.	"	A III 2	1,016	223	-	94,4	5,6	+ 17,2	6,9	88,58	7,83	8,84
21.6.	"		0,990	206	-	95,2	4,8					
22.6.	"		0,994	212	-	98,2	1,8					
23.6.	"		0,996	216	-	97,4	2,6					
24.6.	"	A IV 1	1,014	208	-	87,4	12,6					
25.6.	"		1,022	220	-	82,9	17,1					
26.6.	"		1,016	220	-	94,5	5,5					
27.6.	"		1,010	222	-	96,2	3,8					
28.6.	"	A IV 2								88,05	8,21	
29.6.	"		1,010	226	-	94,3	5,7					
30.6.	"		1,006	239	-	98,5	1,5					
1.7.	"		1,006	238	-	87,8	12,2	+ 11,5				
2.7.	"		1,000	202	-	97,4	2,6	+ 10,5				
3.7.	"		0,990	206	-	96,0	4,0	+ 10,5				
4.7.	"		0,998	200	-	92,5	7,5	+ 13				
5.7.	"	A V	0,996	202	-	92,2	7,8	+ 14		87,84	8,39	9,55
6.7.	"		0,970	196	-	98,0	2,0	+ 13				
7.7.	"		0,994	208	-	93,4	6,6	+ 12,5				
8.7.	"		1,014	242	-	93,0	7,0	+ 12				
9.7.	"		0,996	228	-	92,1	7,9	+ 12				
10.7.	"	A VI 1	0,998	214	-	91,4	8,6	+ 13				
11.7.	"		1,010	214	-	75,5	24,5	+ 14				
12.7.	"		0,970	196	-	95,0	5,0	+ 14				
13.7.	"		0,972	192	-	98,3	1,7	+ 12,5				
14.7.	"		0,994	216	-	90,5	10,0	+ 11,5				
15.7.	"	A VII 1	1,008	208	-	71,7	28,3	+ 16	11,8	87,56	8,54	9,76
16.7.	"		0,976	198	-	95,1	4,9	+ 13,5				
17.7.	"		0,980	196	-	96,4	3,6	+ 14,5				
18.7.	"	A VII 2	0,982	196	-	86,0	14,0	+ 14		87,05	8,76	
19.7.	"		0,996	210	-	72,3	27,7	+ 14,5				
20.7.	"				-	92,0	8,0	+ 13				
21.7.	"		0,976	194	-	97,5	2,5	+ 12				
22.7.	"		0,994		-							

21.7.	"		0,976	194	–	97,2	2,8	+ 12					
22.7.	"		0,974	202	–	97,3	2,7	+ 10					
23.7.	"		0,990	221	–	97,6	2,4	+ 9,5					
24.7.	"	A VIII	0,990	198	–	92,0	8,0	+ 12		86,83	8,67	10,09	
25.7.	"		0,990	170	–	94,1	5,9	+ 10,3					
26.7.	"		0,988	225	–	96,2	3,8	+ 9,8					
27.7.	"		0,960	208	–	98,6	1,4	+ 9,3					
28.7.	"		1,012	238	–	91,5	8,5	+ 13					
29.7.	"	A IX	0,975	205	–	98,0	2,0	+ 13		86,97	8,93	10,21	
31.7.	"		0,987	210	–	97,3	2,7	+ 12					
1.8.	"		1,005	230	–	90,5	9,5	+ 14,2					
2.8.	"		0,994	205	–	86,8	13,2	+ 11					
3.8.	"		0,994	218	–	96,0	4,0	+ 11					
4.8.	"		0,994	212	–	91,5	8,5	+ 15					
5.8.	"	A I	1,000	200	–	94,0	6,0	+ 13		86,75	8,80	10,1	
6.8.	"		0,978	190	–	98,0	2,0	+ 14					
7.8.	"		0,992	195	–	86,1	13,9	+ 13,5					
8.8.	"		1,000	190	–	89,6	10,4	+ 14,5					
9.8.	"		0,995	218	–	93,2	6,8	+ 12,3					
10.8.	"		1,002	220	–	96,4	3,6	+ 12					
11.8.	"		1,000	190	–	96,8	3,2	+ 15					
12.8.	"		1,004	220	–	96,6	3,4	+ 13					
13.8.	"	A XI			–								
23.8.	"		0,984	208	–	97,4	2,6	+ 13,5					
25.8.	"		1,022	218	–	71,0	29,0	+ 13,3					
31.8.	"	A XII	1,000	210	–	95,6	4,4	+ 13,0	24,5	85,73	9,66	10,28	
1.9.	"		0,990	205	–	97,4	2,6	+ 14					
2.9.	"		0,994	210	–	94,0	6,0	+ 12					
3.9.	"		0,979	203	–	98,1	1,9	+ 13					
4.9.	"		1,010	213	–	89,5	10,5	+ 12,5					
8.9.	"		0,998	190	–	93,9	6,1	+ 11,8					
11.9.	"		0,982	210	–	98,1	1,9	+ 13,8					
14.9.	"	B II	0,981	200	–	92,2	7,8		17,2	87,28	8,07	10,38	
15.9.	"		0,981	200	–	99,2	0,8	+ 7,8					
18.9.	"		0,956	170	–	97,6	2,4	+ 14,5					
19.9.	"	B III	0,977	210	–	93,0	7,0		19,7	87,22	9,15	10,48	
22.9.	"		0,972	210	–	95,1	4,9	+ 11,0					
23.9.	"		0,980	210	–	96,1	3,9	+ 11,8					
24.9.	"	B IV	0,984	207	–	95,5	4,5		18,3	86,91	8,67	10,21	
28.9.	"	B V	0,972	198	–	91,8	8,2		23,9	86,20	9,56	10,85	

Destillation

Tabelle 3

Rücklauföl-Untersuchungen

Tag	Ofen	Bilanz Nr.	Spez. Gew. 20°	Siedegrad °C	Gew. Eng. 235°	Gew. Eng. 300°	Gew. Eng. RÜ	AP 1:1 °C mit 10Bi (+ 55,5)	Phenole %	C %	H %	H auf 100 g C
18.2.	455		1,005	212	–	90,9	9,1	+ 9,0+)		88,06	8,12	9,22
19.2.	"		0,992	205	–	95,8	4,2	+ 8,3"		88,12	8,49	9,64
20.2.	"		0,986	208	–	96,7	3,3	+ 11 "		87,59	9,72	9,94
21.2.	"		0,984	207	–	94,4	5,6	+ 10,5"		87,59	8,78	10,02
22.2.	"		0,970	186	–	96,0	4,0	+ 14 "		87,93	8,72	9,92
24.2.	"		0,974	222	–	96,5	3,5	+ 9,5"		87,62	8,99	10,28
25.2.	"		0,985	225	–	97,4	2,6	+ 10,5"		87,85	8,67	9,86
25.2.	"	D I	0,982	206	–	94,9	5,1	+ 12,5"		87,72	8,87	10,12
27.2.	"		0,978	164	2,8	97,5	2,5	+ 13,5"		86,71	9,02	10,40
28.2.	"		0,986	200	–	94,8	5,2	+ 13,0		86,59	9,20	10,62
1.3.	"	C 2	0,962	164	3,3	97,5	2,5	+ 13,8		86,94	8,70	10,00
3.3.	"		0,984	224		97,4	2,6	+ 8,8		87,83	8,92	10,16
4.3.	"		0,956	198		55,1	44,9	+ 13,0		84,61	10,41	12,28
7.3.	"		0,976	208	–	96,3	3,7	+ 10,5		87,30	9,18	10,52
8.3.	451		0,972			85,9	14,1	+ 13		86,74	9,37	10,83
9.3.	"		0,976	204				+ 12,5		86,69	9,25	10,80
10.3.	"		0,986	229	–	85,6	14,4	+ 9,5		87,97	8,79	10,0
11.3.	"		0,994	228	–	87,7	12,3	+ 11,0		88,32	8,72	9,88
12.3.	"		0,984	228	–	91,3	8,7	+ 9,8		87,81	9,11	10,36
14.3.	"		0,986	214	–	95,2	4,8	+ 10,0		87,98	9,11	10,30
15.3.	"		0,970	196	–	98,1	1,9	+ 11,5		86,88	9,25	10,66
17.3.	"	D I 1	0,982	200	–	89,9	10,1	+ 12		87,45	8,97	10,26
20.3.	"		0,968	192	–	96,8	3,2	+ 11,5		87,14	9,17	10,53
21.3.	"		0,964	178	12,0	94,8	5,2	+ 15,5		86,15	9,43	10,94
22.3.	"		0,954	110	5,7	96,5	1,5	+ 15,5		86,64	9,49	10,88
24.3.	"	D I 2	0,974	190	2,6	94,8	5,2	+ 12,8		86,94	9,04	10,41
25.3.	"		0,980	225	–	99,8	0,2	+ 10,5		87,65	8,92	10,20
26.3.	"		0,968	212	–	98,6	1,4	+ 11		86,80	9,13	10,51
27.3.	"		0,996	250	–	86,3	13,7	+ 13		87,98	8,76	9,97
28.3.	"		0,980	208	–	98,2	1,8	+ 12		87,44	9,29	10,62
29.3.	"		0,940	180	23,5	98,3	1,7	+ 16,5		85,82	9,40	10,96
31.3.	"		0,952	175	5,7	97,8	2,2	+ 14,5		86,56	9,30	10,74
1.4.	"		0,948	175	7,5	97,9	2,1	+ 14,5		86,56	9,35	10,80
3.4.	"		1,008	258	–	68,4	31,6	+ 15,5		87,95	8,75	9,97
3.4.	"		0,956	170	16,5	97,5	2,5	+ 17		86,71	9,39	10,96
4.4.	"		0,958	222	–	97,1	2,9	+ 13		87,72	9,28	10,75
5.4.	"		0,940	172	20,5	98,3	1,7	+ 16,5		85,82	9,40	10,96
7.4.	"		1,008	258	–	68,4	31,6	+ 15,5		87,95	8,75	9,97

[illegible]			[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
22.1.	"		1,003	253	–	80,9	19,1		87,87	8,58	9,11
.4.	"		0,978	220	–	97,3	2,7	+ 12	87,94	9,36	10,42
1.1.	"	D I 3	0,960	183	10,3	91,4	5,6	+ 16,5	88,17	9,20	10,65
8.1.	"		0,962	185	6,9	93,5	6,5	+ 16	88,48	9,36	10,82
.4.	"		0,968	198	–	89,8	10,2	+ 15	88,34	9,39	10,90
.4.	"		0,966	204	–	96,2	3,8	+ 14	88,35	9,16	10,65
15.	"		0,969	202	–	89,0	11,0	+ 15	88,67	9,28	10,71
17.	"		0,966	210	–	95,3	4,7	+ 15,5	88,26	9,14	10,68
.4.	"	D III 1	0,969	203	–	92,1	7,9	+ 16,5	88,16	9,08	10,68
.4.	"		0,970	196	–	87,6	12,4	+ 18	88,07	9,11	10,70
.4.	"		0,968	205	–	92,2	7,8	+ 14,5	88,03	9,20	10,70
.4.	"		0,967	202	–	95,9	4,1	+ 14	88,04	9,21	10,70
.4.	"	D III 2	0,967	205	–	90,9	9,1	+ 15,5	87,93	9,20	10,72
.4.	"		0,974	212	–	84,9	15,1	+ 19	88,91	9,28	10,74
.4.	"		0,970	208	–	94,9	5,1	+ 15	88,36	9,22	10,68

[illegible] = 54°

Tabelle 10

Elementaranalysen

Bilanz Nr.		A IV 2	A VII 2	B III	B VII 2	O 2	D I 2	D III 2
Kohle								
	C % a.R.K.	79,48	79,01	79,94	79,89	80,95	84,52	80,73
	H	5,10	5,08	5,90	4,56	5,47	4,79	5,61
	O	13,48	13,86	5,24	13,71	10,60	6,96	10,86
	N	1,46	1,49	1,48	1,43	1,60	2,30	1,38
	N (Kjeld)	1,13	1,1	1,14	1,36	1,04	2,20	0,97
	S flüchtig	0,48	0,56	0,44	0,41	1,38	1,43	0,92
	S gesamt	0,77	0,67	0,79	0,59	1,55	1,48	1,29
Anreibeöl								
	C in der gel. Probe	88,33		87,28	86,20	87,52	87,57	86,70
	H	8,08		9,07	9,18	8,51	8,79	9,16
	O	2,72		2,94	4,15	3,33	3,09	3,65
	N	0,71		0,67	0,41	0,51	0,51	0,42
	S	0,16		0,04	0,06	0,13	0,05	0,05
Rohbenzin								
	C in der gel. Probe	85,35			83,64	36,04	85,21	84,61
	H	12,73			11,58	12,77	12,25	11,41
	O	1,36			4,03	0,92		3,76
	N	0,39			0,59	0,19		0,20
	S	0,17			0,16	0,08	0,06	0,024
Mittelöl								
	C in der gel. Probe	85,84			86,11		87,62	
	H	8,20			8,96		9,11	
	O	4,11			4,80		2,50	
	N	0,71			0,08		0,52	
	S	0,14			0,06		0,047	
Schwelöl								
	C in der gel. Probe	82,10						
	H	7,49						
	O	9,40						
	N	0,75						
	S	0,26						
Schwelöl - Mittelöl								
	C in der gel. Probe	88,99				85,85		
	H	7,71				8,40		
	O							
	N							

	C	2,71				5,32		
	N	0,82				5,18		
	S	0,19				0,49		
						0,034		
Schwel-Rückstand								
	Asche in Tr.Probe	71,68		46,98		63,53	46,10	64,33
	C	64,70		48,65		31,92	48,50	31,90
	H	1,46		1,49		1,24	1,36	1,09
	O	0,71		Asche SO_4-haltig		Asche SO_4-haltig	Asche SO_4-haltig	Asche SO_4-haltig
	N	0,30		0,48		0,45	0,51	0,30
	S flüchtig	1,15		2,29		4,10	5,67	4,66
	S gesamt	2,38		4,24		4,32	5,78	5,55
Dest.Rückstand techn.								
	Asche in Tr.Pr.	0,33						
	C	88,60	87,96			88,18	88,11	
	H	6,38	6,35			6,90	6,76	
	O	3,21	3,95			3,62	3,51	
	N	1,47	1,54			1,8	1,45	
	S	0,01	0,20			0,12	0,17	
Dest.Rückstand Labor.								
	Asche in Tr.Pr.	0,05			0,27			
	C	87,74			90,28			
	H	6,33			5,11			
	O	4,52			2,63			
	N	1,32			1,57			
	S	0,01			0,14			
Abschla m-Filtrat techn.								
	C in der gel. Probe		87,79					
	H		7,96					
	O		3,31					
	N		0,87					
	S		0,07					
P 118								
	C in der gel. Probe	90,20						
	H	5,91						
	O	[illegible]						
	N	0,89						
	S	0,51						

Blatt 11

Wärme-Bilanz

zu Bild 4 IV 2

1221

	g/h	H kJ/h	O g/h	N g/h	Gew. % g/g
Zugang					
Brennstoff (Erdgas) Hu= 31861	2232	146	380	31,3	13,8
Verbrennungsluft mit Feuchte und Asche	2959	274	91	23,5	8,7
Wasser		13	100		
Abgas-Gas	4	401	2		
Gesamtzugang	5195	805	573	54,8	20,5
Abgas					
Wasser	61	6	1	0,2	0,1
Inert-Rückstand	1910	158	69	27,1	0,2
Kohlendioxid	2670	252	120	21,7	0,2
Kohlenoxid	2	42	341	1,7	1,7
Sauerstoff	129	32	20	0,5	2,5
Kohlenwasserstoffe	42	42	6		1,5
Schadstoffanteile	381	301	4	1,8	14,2
Gesamtabgas	5195	893	573	54,8	20,5
X Aus Bil.ver Verbrennungsluft Bilanz	99,3		99,8	100,5	49,7

O = Kreuzfuß = Bilanz-Position
O " " = Abmessung
N " " = Dezimalkommastelle
B " " = Zahl

Tafel 12

Gehalte an Abwässern und in Wässern der Gasgewinnung

Bez.-Nr.		CO_2	NH_3	H_2S	Cl	Phenole	CO_2	NH_3	Cl	Phenole
		Abwässer g/kg					Gaswässer g/kg			
A	I	47,3			0,2					
A	II	2,58			Spur					
A	III	9,42			"					
A	III	25,4			"					
A	III	23,9			"					
A	IV	21,0			0,055					
A	V	15,0	15,8	15,6	-	4,60				
A	VI	20,1			0,23					
A	VII	60,1			0,053					
A	VII	1,2			-					
A	VII	2 40,0	40,5	21,4	0,013	1,02				
A	VIII	11,5			Spur					
A	IX	55,2			"					
A	X	55,0			"					
A	XI	44,7			"					
A	XII	28,3			"					
A	XIII	55,5			"					
A	XIV	54,3			"					
B	III	54,			0,012					
B	III	64,7			-					
B	IV	62,4			0,013					
B	VI	62,0			Spur					
B	VI	1 52,7			0,013					
B	VII	2 55,1	40,6	22,7	Spur	4,90				
C		55,7			0,01					
D		1 74,5	71,4	34,4	<0,01	3,4	0,51	0,87	0,007	2,7
D		2 74,7	71,7	34,2	<0,01	5,4				
D		26,7			Spur					
D		3 70,5			"					
D	III	1 30,3			0,01					
D	III	2 32,0	34,7	24,1	<0,01	1,4		0,61	0,02	2,5
D	I	4 45,2			-					

Tabelle 13

Filtrationsversuche

Leser Butrlat

Tag	Ofen	Sil. Nr.	100 g Mehl	Mie. 1.500 g	K.. 2.500 g	Kir.. 3.500	Tro.. 40 g	Filtrat g	Rückst. g	Verlust g	
1.8.41	AS:	A II 1	+								
2.8.	"			10	51	65	125	1527	387	86	+ begewtet
3.8.	"			6	23	40	46	1567	295	138	klebt Tuch trierbar
4.8.	"	A III 1	30								
5.8.	"			12	56	90	122	1556	328	116	
6.8.	"			14	62	120	128	1545			
7.8.	"	A III 2	+								
8.8.	"	A IV 1	3	6	21	46	47				
9.8.	"	A IV 2	4								
9.8.	"			4	11	32	26	1674	197	129	
10.8.	"	A VI	3	5	15	2	33	1710	200	90	
11.8.	"	A VII 1	4	6	19		60	1780	210	10	
12.8.	"	A VII 2	4	4	17	30	25	1670	200	130	
13.8.	"		6	5	18	54	46	1690	265	45	
23.8.			4	4	10	20	36	1645	225	130	
24.8.	"	A VII 1	5								
25.8.	"		3								
26.8.	"	A IV	2	1	25	44	72	1700	245	55	
27.8.	"	A 1	2	3	11	19	30	1685	210	105	
28.8.	"			3	4	13	15	1575	260	155	Filterkuchen trocken,sandig
29.8.	"	A A1	2	2	9	15	19	1675	270	55	
31.8.	"	A A1	2	6	14	27	53	1730	150	120	
1.9.	"			10	16	36	63	1650	240	110	
2.9.	"			12	50	+	+				
3.9.	"		25								
4.9.	"	+ A1 I	29								
5.9.	"			4	11	14	22	1260	640	100	
6.9.	"		46	3	?						
7.9.	"		52								
8.9.	"		10								
9.9.	"		10								
10.9.	"		5								
20.9.	"		3								
22.9.	"		2								
29.9.	"	A 1	3								
30.9.	"		3								

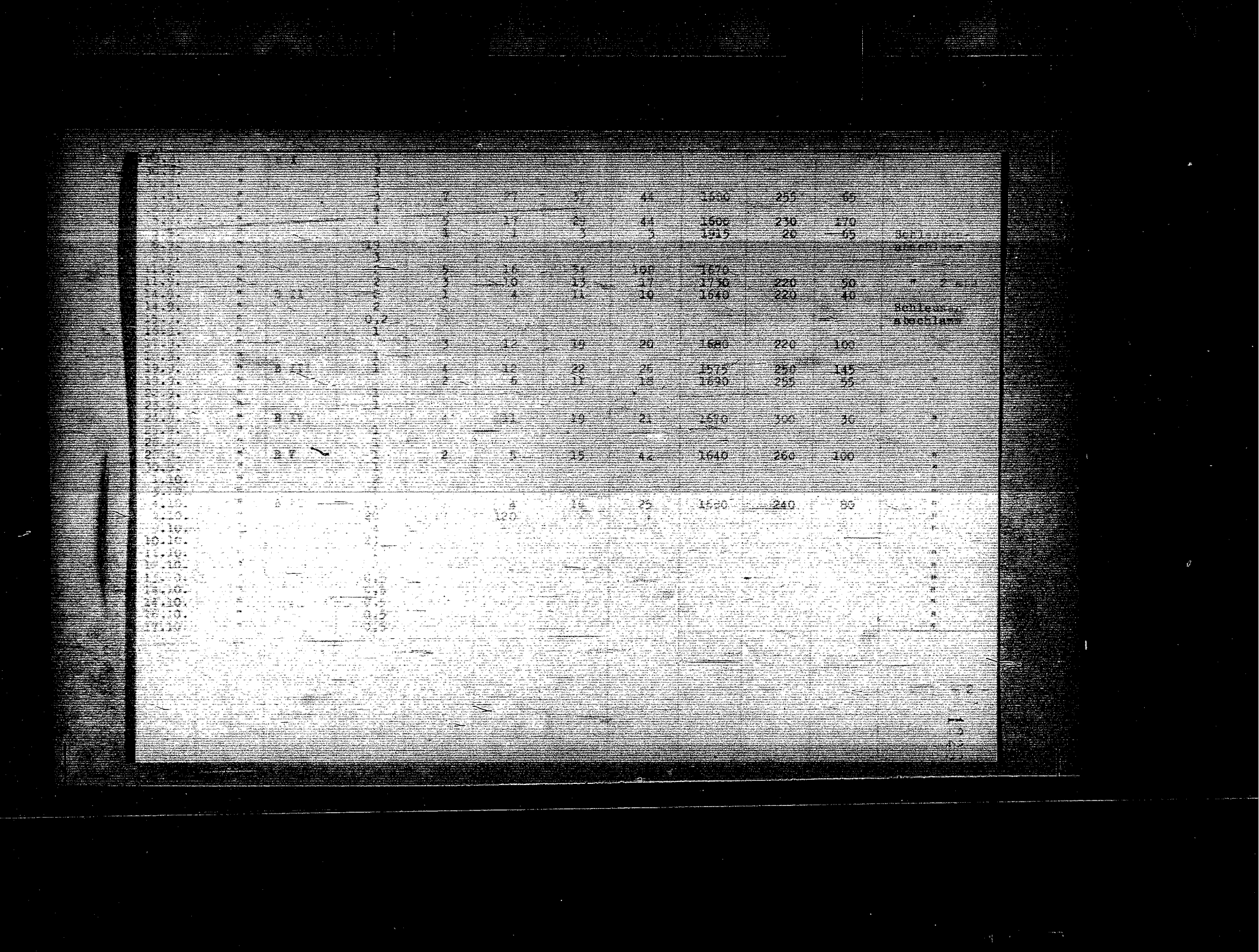


Tabelle 1

Verteilung des als KW vergasten C

z.B. Bilanz Nr. A IV 2

in C_1 - KW %	39,0
" C_2 " "	21,6
" C_3 " "	22,5
" C_4 " "	16,7
von C_2 KW Ungesätt. %	1,5
" C_3 " " "	2,6
" C_4 " " "	5,2
" C_1 - C_4 " "	3,6

Tabelle 15

Viscositätsbestimmungen der Abgasgase

Bilanz Nr.	Viscosität	bei °C
A I	0580	30
A II 2	620	30
A III 1	765	30
A III 2	760	30
A IV 1	670	30
A IV 2	640	30
A V	650	10
A VI	620	10
A VII 1	680	10
A VII 2	650	10
A VIII	740	10
A IX	720	10
A X	780	10
A XI	720	10

Tabelle 16

Schwelversuche

Anlage Nr.		A V	A VIII	A IX	A X	A XI	A XII	O 2
Produkt		Teer	Dest. Wasser	Koks	Koks	Gas	Leichtöl	Gas
Teer	%	6,6	6,5	43,7	51,2	10,4	26,5	31,5
Koks	%	29,1	33,0	40,5	39,0	33,1	70,7	66,1
Wasser	%	1,8	2,0	2,4	2,6	2,0	2,0	1,9
Gas + Verlust	%	62,5	6,7	6,4	7,2	4,5	0,8	0,5

Tabelle 17

Schwelgasanalysen

Anlage Nr.		A V	O 2
CO_2, H_2S, NH_3	Vol.-%	0	3,9
C_nH_n	"	0,2	0
H_2	"	32,5	27,1
CO	"	0,6	0,2
Z...	"	7,2	2,6
Rest	"	57,2	6,4

Probe-Nr.	A VII 2	D XII
Bestandteile	Gewichts-%	Gewichts-%
SiO_2	[illegible]	71,65
Fe_2O_3	[illegible]	11,22
Al_2O_3	[illegible]	13,40
CaO	[illegible]	0,62
MgO	[illegible]	[illegible]
$K_2O + Na_2O$	[illegible]	1,04
SO	[illegible]	[illegible]
P_2O_5	[illegible]	0,78
TiO_2	[illegible]	0,70

Tabelle

Entwurf Lorenz

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Versuchs-Nr.	A I	A II,1	A II,2	A III,1	A III,2	A IV 1	A IV 2
Datum	28.5.41	1.6.	4.6.	11.6.	19.6.	25.6.	28.6.
Schicht	ab	=	=	=	=	=	=
Betriebsstunden	456	576	740	916	168	280	38
Kohle							
Art	Nr 1197	=	=	=	=	=	=
Datum des Eingangs	9.5.41	=	=	=	=	=	=
Herkunft	Heinitz-Grube	=	=	=	=	=	=
Aschegehalt in Tr.K. %	5,3	5,2	5,3	5,3	5,1	5,6	5,3
Wassergehalt " " %	1,8	1,8	2,0	2,7	1,4	1,6	1,4
C-Gehalt in R.K. %	80,8	=	=	=	=	=	=
Vorbehandlung	techn. gewaschen						
Kontakt							
1181 1) %	1,2	=	=	=	=	=	=
6512 2) %							
6709 3) %							
Anreibung Kohle:Anr.Öl	1 : 0,8	=	=	1:1	=	=	=
Rückführung Kohle:Abschl.	1 : 0,5	=	=	1:0,3	=	=	=
kg Of./Tol./h R.K.-Durchs.	0,37	0,37	0,37	0,38	0,39	0,37	0,37
cbm/kg R.K. Eingangsgas	0,67	0,61	0,61	0,63	0,66	0,61	0,58
Fahrbedingungen.							
Druck atm	300	=	=	=	=	=	=
Temperatur d.Ofens °C	425	405	400	425	417	419	=
" d.Absch. "	158	=	=	=	=	=	=
" d.Vorh. "	425	405	400	425	417	419	=

1) $FeSO_4 \cdot 7\,H_2O$ aufgetrinkt auf Kokle, getr. und gemahlen.
2) ungeschwefelte Bayermasse.
3) Na_2S_5 Sulfigran.

§ 1. Bilanzen.

Erläuterung.

451.

	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
2	A V 5.7.	A VI 10.7.	A VII 1 15.7.	A VII 2 18.7.	A VIII 24.7.	A IX	A X	A XI 1.8.	A XII 6.8.	A XIII
	552	672	792	864	1008	1128	1296	1488	1920	2040
	5,4	5,2	5,7	5,4	6,0	6,0	5,1	5,7	5,7	5,7
	1,7	2,1	1,9	2,1	1,8	1,6	1,7	2,2	2,8	1,9
57	0,38	0,58	0,486	0,50	0,62	0,72	0,49	0,49	0,49	0,49
58	0,66	0,84	0,975	0,67	0,73	0,85	0,81	0,41	0,41	0,39
	454	600	450	440	440	446	454	300	600	425

TITLE PAGE

32. Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Kohle (K 1197) und schlesischem Steinkohlenteergemisch auf geringen Schweröl-Uberschuss bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian coal (K 1197) together with Silesian mineral coal-tar mixture to a slight heavy oil excess at 600 atm in the 10 liter furnace.

Frame Nos. 1232 - 1254

1232

Hochdruckversuche
Lu 55

12.11.42 Hu/Eb

V e r s u c h s b e r i c h t .

G.v.Hartmann, H.Hupfer und F.Leonhardt.

Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Ko (K 1197)
und schlesischem Steinkohlenteergemisch auf geringen Schweröl-
überschuß bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.

Ofen 451 v. 19.8. - 19.9.40.

Gemeinsame Verarbeitung von Schlesischer Kohle (K 1197 v. 25.6.40) und schlesischem Teergemisch bei 600 atm auf geringen Schwerölüberschuß im 10 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Die schlesische Steinkohle 1197 (Heinitz) sollte mit einem Gemisch schlesischer Teere, das zu 50 % aus Schwelheißteer, zu 36 % aus Kokereiteerpech und zum restlichen Teil aus Generatorteer bestand, im Verhältnis 100:25 gemeinsam verarbeitet werden. Ein ähnliches Verhältnis kam der damaligen Planung nach für die von Blechhammer zu verarbeitenden Rohstoffe in Betracht.

Das Teergemisch wurde zum normalen Kohlebrei zugegeben und erhielt 1,0 % Grude-Eisen-Titan-Kontakt. Es wurde mit der für Kohle üblichen Gasmenge (x3) und ohne Abschlammrückführung gefahren. Die Ölgewinnverteilung wurde so eingestellt, als ob die Kohle auf Benzin und Mittelöl und der Teer auf Schweröl verarbeitet würde, d.h. es wurde diejenige Abstoßer-Schwerölmenge aus dem Kreislauf herausgezogen, die bei der Verarbeitung des Teeres im geraden Durchgang ohne Kohle entstanden wäre.[1]

Die Mischung ließ sich ohne Schwierigkeiten verarbeiten und ergab auch gute Schwelausbeute in der Rückstandsaufarbeitung. Die Temperatur mußte auf den für die schlesische Kohle recht hohen Grad von 473-4° eingestellt werden, um das Rücklauföl-Gleichgewicht zu erreichen. Dabei wurden die folgenden Ergebnisse erhalten. Ihnen gegenübergestellt sind die Werte, die sich bei der Verarbeitung oberschles. Kohle mit 20 % Heißschwelteer[2] ergaben.

		Kohle+Teergemisch	Kohle+Heißschwelteer
Ofentemperatur	°C	473,5	467
Leistung		0,36	0,36
Schweröl im Ölgewinn	%	10,6	8,9
Vergasung	%	24,8	21,9
s.Asphalt a.R.K.	%	7,6	10,9
Abbau	%	95,1	93,5

Bei gleicher Leistung ergab sich mit dem Teergemisch ein etwas besserer Abbau, allerdings auch eine wesentlich höhere Vergasung. Der Asphaltspiegel lag infolge der höheren Temperatur etwas tiefer, was aber in der Rückstandsaufarbeitung keinen nennenswerten Vorteil einbrachte.

Wie der exakte Vergleich (s.Versuchsergebnisse) zeigt, wird die Hydrierung der Kohle durch das Teergemisch praktisch nicht beeinflußt d.h. die vorteilhafte Wirkung des Schwelteeres vor allem hinsichtlich der Vergasung wird durch das Kokereiteerpech und den Generatorteer aufgehoben. Letztere wirken nur insofern günstig, als sie den anfallenden

1) s.Zusammenstellung 2074 i Hu v. 21.10.42 (Schles.Teergemisch mit Schwerölüberschuß)

2) s.Zusammenstellung 2053 i Hu v. 2.7.42.

1234

Versuchsanordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen [1]

Breischlange	geliert zu 1 120 ccm	Anfahrtag 15.5.40
	" " 1 025 "	" 31.5.40
Ofen	" " 905 Ltr.	Umdrehungszahl des Ofeneinbaus 36/Min
ab 5.5.40	895 "	
Abscheider	mit elektrisch beheiztem Bleifuß	

Ofen 451 v. 19.5. - 19.9.40

1) Vergl. z.B. Zusammenstellung 202441/v. 9.5.42 (K 1197 aus Bild)

Ölen einen etwas aromatischeren Charakter verleihen, was sich am verbesserten Klopfwert des Sumpfbenzins und Stockpunkt des Schweröls äußert.

gez. Hupfer
" Leonhardt

Die Versuche wurden ausgeführt von:

Dr.v.Hartmann

Gemeinsam mit:

Dr. Hupfer
" v.Müffling

Rückstandsaufarbeitung:

Dr. Gieg

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann
" Meier
" Scheiner
" Hirschberger

Versuchsverlauf.

19. 5. Nach Beendigung des vorangegangenen Versuches[2]) zur gemeinsamen Verarbeitung von K 1197 +P1376 umgestellt auf neuen Kohlebrei. K 1197 v. 25.6.40, geschroten, technisch entascht, getränkt mit 1,2 % 11%1 ($FeSO_4$ 7aq), getrocknet und gemahlen
+ Anreiböl (Rücklauföl aus dem vorhergehenden Versuch) 1:1
+ Teergemisch (P 1376 + P 1408-Gemisch[1]) + P 1404 original im Verhältnis 50:36:14) 100 : 25.
+ 1,5 % 6531 a.T.K. (geschwefelte Bayermasse) +03 % 6759 a.T.K. (Na_2S) + 10 % 7509 a. Teergemisch (Grude-Eisen-Titan) alle Kontakte kolloidal im Abstreiferschweröl.

Die Temperatur war so zu fahren, daß 92 - 102 % Abschlamm a.T.K. anfielen. Höchstgrenzen Vorheizer 24,0 MV[3]), Ofen 25,0 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer als Ofen.

Aufarbeitung: Abstreifer + Schweröl zusammen destilliert auf Benzin -135°, Schwerbenzin 135 - 200°, Mittelöl 200 - 325 und Schweröl. Vom Schweröl wurden 2,9 kg/Schicht herausgezogen.

Eine gleiche Menge (rd. 34,5 % v. Teer) war bei der Verarbeitung des Teergemisches ohne Kohle auf Schweröl-Überschuß erhalten worden.

Neuabschlamm + Schweröl verdünnt auf 16 % Festes und geschleudert, Schleuderrückstand verdünnt mit Schleuderöl auf 40 % Festes und geschwelt. Schleuderölrest + Rest des Schweröls = Rücklauföl.

20. 5. Abschlammprozente vor auf 95 - 105.

Der Rücklaufanfall war zu gering.

23. 5. ao **Bilanz 1.**

Der Abschlamm fällt schaumig an. Der Schaum fällt nach 1-2Std Aufenthalt im beheizten Sammelgefäß zusammen.

---

1) P 1408 + P 1410 + P 1411 (aus den Sendungen des gleichen Peches) im Vorratsverhältnis 30 : 4 : 1

2) Zusammenstellung 205/41 Hu v. 2.7.42.

3) Klemmentemperatur 40°.

24. 8. Abschlammprozente zurück auf 90-100.
Zur Einstellung des Gleichgewichtes.

27. 8. ab Bilanz 2.
Anschließend umgestellt auf Öl und kaltgefahren zwecks Einbaus eines neuen Ofenrührers und Auswechselung der Breischlange, die der hohen Temperaturdifferenz S_4 / M_1 nach weitgehend verkrustet sein mußte.

28. 8. Das Abschlammen ging zunächst nicht, da die Ventile 2-4 sich verstopften. Grund war das Ausfallen des Gasdurchganges infolge einer Verstopfung im Gasvorwärmer. Das Gas wurde daraufhin durch den Umgang gefahren. Nach Auswechslung der Ventile 4 x leergeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber. Dies wurde durch den Ausbau bestätigt.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% a-Asphalt i. Öl
Ofenabschlamm I	7,0	38,9	7,0
Kaltfahröl	5,5	26,0	5,6

29-30.8. Die Breischlange wurde ausgebaut und zu 585 ccm geleert. Sie hatte nach einer Fahrzeit von rd. 105 Tagen, davon 72 mit K 1197, 23 mit K 1197+Schwelteer und 10 mit K 1197+Teergemisch rd. 48 % ihres Anfangsvolumens verloren. Welche Umstände zu dieser übernormalen Verkrustung geführt haben, ist nicht mehr festzustellen.

Infolge Versagens des Rückschlagventils am 28. war dieses und der Gasvorwärmer voll Kohlebrei. Beide wurden ausgewechselt. Die Leitungen konnten durch Spülen und Durchblasen freigemacht werden.

Anstelle des Ringscheibenrührers wurde ein Siebscheibenrührer in den Ofen eingebaut, der in Modellversuchen eine günstigere Gasverteilung bewirkt hatte. Da der gleiche Rührer im Ofen 411[1]) zu Pulsationen im oberen Teil des Ofens geführt hatte, wurde hier die oberste Siebplatte entfernt, sodaß der Abstand zwischen Ofenausgang und den jetzt obersten Siebplatte rd. 500 mm betrug. Da in Modellversuchen der Rührer seinen Effekt erst bei Tourenzahlen von 60-70/Min. gezeigt hatte, wurde die Umdrehungszahl 64/Min. eingestellt.

31. 8. Angeheizt.

1. 9. Hochgefahren mit Rücklauföl, umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.

2. 9. Kohledurchsatz zurück auf 4,0 kg/Std. Abschlammprozent zurück auf 85 -95.

Es war zuviel Anreiböl angefallen.
Leichte Produktstandsstörung aus unbekanntem Grunde, durch Hochziehen behoben.

Kaltgefahren und 3x leergeschlammt.

---

1) Zusammenstellung 203441 Hu. (P 1376 auf Schweröl).

1933

Der Siebscheibenrührer hatte in Ofen [illegible] versagt, sodaß auf eine nochmalige Prüfung verzichtet werden konnte. In Ofen 411 hatten sich die Bohrungen verstopft und auf den Scheiben hatte sich der Kontakt abgenutzt.
Der Ausbau war wie nach der kurzen Fahrzeit zu erwarten, einwandfrei. Es wurde wieder ein Ringscheibenrührer eingebaut.

5. 9. Angefahren.

7. 9. Mit Kohlebrei wie zuvor.

8.9. Abscheiderstandstörung, durch verstärktes Spülen behoben.

10. 9. Kohledurchsatz auf 3,8 kg/h.
Der Abschlammanfall war zu hoch.

12. 9. ab Bilanz 3.

13. 9. Abschlammprozente vor auf 37 - 97.
Es fiel zu wenig Rücklauföl an.

15. 9. Kurzzeitig mit Öl und ungeschlossen auf 230 atm wegen Auswechselung des Absperrventils der 600 atm - Leitung.

16. 9. Zeitweilig mit Öl und Druck zurück wegen Reparatur des Abscheiderrührers. Das Drucklager war defekt.

17. 9. Kohledurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std.
Um einen exakten Vergleich mit dem Versuch zur Verarbeitung von K 1197 + Schwelteer bei niedrigem Durchsatz zu haben.

18. 9. ab Bilanz 4.

19.9. Umgestellt auf Öl zur Vorbereitung eines neuen Versuchen (K 1197 auf Schweröl-Überschuß).

Versuchsergebnisse.

Im Anschluß an den Versuch zur gemeinsamen Verarbeitung von schlesischer Steinkohle und Schwelteer auf geringen Schwerölüberschuß wurde unter gleichbleibenden Bedingungen der Schwelteer durch ein Teergemisch ersetzt, das aus 50 % Heißschwelteer, 36 % Kohlenpech und 14 % Generatorteer bestand und im Verhältnis 25 : 100 der Kohle zugesetzt wurde. Die Kohle erhielt die übliche Eisenkontaktkombination, der Teer 1,0 % Grude-Eisen-Titan. Auf die Abschlammrückführung konnte verzichtet werden. Von dem Abstreiferschweröl über 325° wurden rd. 35 % auf den Teer berechnet, aus dem Kreislauf herausgezogen und gesammelt. Etwa ebensoviel war aus einem ähnlichen Teergemisch bei der Verarbeitung ohne Kohle auf Schweröl entstanden. Die nachstehende Tabelle enthält die wichtigsten Ergebnisse und zum Vergleich dazu die mit Kohle + Schwelteer (P 1376) 100 : 20 erhaltenen Werte.

Bilanz-Nr.		K 1197+Teergemisch 1-2	K 1197+Teergemisch 3-4	K 1197 + P 1376
Tagesdurchsatz	to	473,5	473,5	467
Reinkohledurchsatz		0,50	0,45	0,44
Festeabbau (Benzol)	%	94,7	95,1	93,0
prakt. Ölgewinn-Leistung	%	0,3	0,36	0,36
i.Ö.Gewinn-Schweröl	%	10,7	10,6	9,9
Vergasung	%	23,7	24,3	21,9
s-Asphalt a.A.K.	%	8,1	7,6	10,9
" feste freies Rücklauföl	%	6,2	5,9	7,9
Anreibeölüberschuß	%	13,4	9,5	4,2

In den ersten Versuchen wurde mit dem Reinkohledurchsatz 0,50 gefahren. Später wurde der Durchsatz zur Verringerung des Anreibeölüberschusses auf 0,45 verändert. Wahrscheinlich sammelten sich im Schweröl allmählich schwerspaltbare Bestandteile an, die aus dem Hochtemperaturteerpech stammten. Die Durchsatzzurücknahme bei gleichbleibender Temperatur wirkte sich in der beabsichtigten Richtung aus; bei der Verarbeitung der Kohle ohne Teer hätte eine Durchsatzverringerung um 10 % aber vermutlich einen Anreibeölunterschuß zur Folge gehabt. Wie zu erwarten war, ergab sich eine gewisse Verbesserung des Feste- und Asphaltabbaus, eine geringe Senkung der Leistung und ein deutliches Ansteigen der Vergasung. Wie der Vergleich mit dem Versuch zur Verarbeitung von Kohle + Schwelteer zeigt, wirkt sich die Zugabe von Hochtemperaturteerpech darin aus, daß die Reaktions-Temperatur um rd. 6°C erhöht werden muß, um auf gleiche Spaltung zu kommen. Dadurch wird naturgemäß ein etwas besserer Asphalt- und Festeabbau aber auch eine wesentlich höhere Vergasung erhalten.

Den Einfluß des Teerdurchsatzes auf die Hydrierung der Kohle zeigt nachstehende Tabelle, die die Resultate nach Abzug des Teeranteils und zum Vergleich dazu die Werte enthält, die bei der Verarbeitung der Kohle ohne Teer bei annähernd gleichem Durchsatz und gleichen Temperaturen gefunden worden waren.

	Kohle+Teergemisch	Kohle + Schwelteer	Kohle ohne Teer 1)	
Temperatur °C	473,5	467	473,5	469
Reinkohledurchsatz	0,43	0,44	0,49	0,44
Abbau	93,1	94,0	96,7	95,6
Leistung	0,26	0,25	0,27	0,27
Vergasung	27,5	24,7	27,5	27,1
e-Asphalt a.R.K.	8,4	10,9	7,7	11,2
" " i.Anreiböl	6,1	7,9	7,0	8,0
Anreiböllüberschuß	17,1	2,3	12,0	11,1
Bilanz Nr.	1 - 4	2 - 3	1/2/20/21	31/32

Mit und ohne Zusatz der Teermischung werden somit etwa die gleichen Resultate bezüglich der Kohlehydrierung erzielt. Nur der Abbau wird etwas ungünstiger, was auch bei Zusatz des reinen Schwelteeres andeutungsweise zu beobachten war. Die günstige Wirkung des letzteren Zusatzes auf die Vergasung und den Asphaltabbau scheint somit durch das Hochtemperaturteerpech und den Generatorteer aufgehoben zu sein.

Man kann daraus vermuten, daß der Zusatz von Hochtemperaturteerpech ohne Schwelteer bei der schlesischen Kohle ungünstig wäre, weil die Spaltung des Teerpechs die Einstellung so hoher Ofentemperaturen nötig macht, daß die hiergegen besonders empfindliche schlesische Kohle eine zu hohe Vergasung liefert.

Die anfallenden Öle wurden im Verlauf des Versuches aromatischer, was ebenso wie die Entwicklung des Anreiböl-Überschusses (s.o.) darauf hindeutet, daß zunächst eine Ansammlung schweren Öls aus dem Teerpech in die Rückführung stattfand, bis ein Gleichgewicht erreicht wurde.

Wie auch der Vergleich mit dem Versuch, die Kohle nur mit Schwelteer zusammen zu fahren, ergibt, verleihen das Koker-Teerpech und der Generatorteer den Ölen einen aromatischeren Charakter, was auch in einen besseren Klopfwert, vor allem des Schwerbenzins zum Ausdruck kommt. Das Schweröl wird im Stockpunkt etwas verbessert.

gez. Hupfer

1) Zusammenstellung 20244 Fa., v. 9.3.42

Tabellenverzeichnis.

Tabelle	
1a - d	Bilanzen
2	Eigenschaften der Rohstoffe
3	Fraktionuntersuchungen
4	Untersuchung der Benzinfraktionen
5	" des Mittelöles
6	" " Schweröles
7	Heizöluntersuchungen
8	Elementaranalysen
9a - b	Elementarbilanzen
10	Verteilung des als KW vergasten C
11	Isobutangehalte
12	Paraffingehalte
13	Abwasseruntersuchungen
14	Phenolzerlegung
15	Organ. gebundener Schwefel in Abgasen

Tabelle 1a Bilanzen

Von Rauer der Kohle 1127 vom 25.6.40 entascht, gemeinsam mit schlesischem Teergemisch[1] auf geringen Schweröl-Überschuß bei 600 atm.

Versuchsbedingungen				
Bilanz Nr.	1	2	3	4
Ofen	451			
Tag 1940	23.6.	27.6.	12.9.	1.9.
Schicht	ab	ab	ab	ab
Betriebsstunden	112	208	424	560
Kohle: Asphaltgehalt der Tr.K. %	2,5	2,5	3,0	2,5
Kohlevorbehandlung	gesch.roten, techn.entascht, getränkt mit 1,2% 11:1 getrocknet u. gemahlen			
Kontakte	1,5% 6531[2] +0,5% 6709[3] +1,0% 11:1 +1,0% 7509 B 0.1. 125[4]	beide 50%ig in Abstr.St/61 getränkt auf Kohle Kol 1 in Abstr. St/61 30% bez. auf Teergemischg.		
Anreibung: Art des Anreibens	Schl.Öl aus Absch.1.	verd. mit 16%P	mit St/61-Zugabe	
Anreibung	1:1	1:1	1:1	1:1
Spez.Gew./50°	1,066	1,066	1,074	1,082
% Festes	4,7	4,9	5,6	6,6
% Asche im Festen	13,5	25,0	14,5	10,1
im Öl % - 325	7,9	9,3	8,6	8,3
% Asphalt	5,7	6,5	5,2	6,2
Kohle: Teergemisch[1]	100:25	100:25	100:25	100:25
Fahrbedingungen				
Temperaturen Dreischlange °C	442	439	445	444
Ofen "	470	474	473	474
Abscheider "	459	462	463	463
Reinölrückführung/Ltr.Ofen-Vol./h	0,528	0,502	0,462	0,447
Eingangsgas % Mg R.K.	5,91	4,01	3,70	4,03
Drehzahl des Ofenrührers	36	36	36	36

1) P 1/3 + P 1403 Gemisch + P 1404 Orig. (50:36:14). 2) geschwefelte Bayermasse. 3) Na_2S 4) $FeSO_4.7H_2O$. 5) Grude mit 7% $FeSO_4$ + 5% $TiOSO_4$.

Tabelle 1b.

Bilanzen Fortsetzung.

Gesamt - Ergebnisse.

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Rohbilanz %	99,5	100,2	97,6	100,8
prakt./theor. Verflüss.%	99,9	101,4	94,4	102,4
Abbau	95,3	94,1	94,9	95,3
theor.Ölgewinn % a.R.K.+Teer	65,7	67,9	68,6	66,7
Hochdruck- " " " "	71,6	71,1	66,2	70,0
%-135° im Hochdruckölgew.	-	10,3	-	9,3
"135-200° "	-	7,2	-	11,5
"200-325° "	-	55,3	-	56,7
" s-Asph. "	1,4	2,4	1,1	1,6
Prakt. (Bi+Mi)-Ölgewinn-Leistung kg/Ltg Of.Vol./h	0.374	0,390	0,348	0,356
im prakt. Ölgewinn				
- 135° %	11,6	10,9	11,0	10,3
135- 200° "	7,4	8,7	7,9	10,7
200- 325° "	70,0	70,0	70,2	68,8
über 325° "	11,0	10,4	10,9	10,2
Aschebilanz aus/ein	97,6	98,3	92,9	111,7
Anreiböllüberschuss % von Hochdruckölgewinn	17,4	12,8	9,3	9,7
Vergasung % v.prakt. Ölgewinn + Vergasung	23,7	23,7	23,6	26,0
Vergastes C % v.C d.RK.+Teer	15,8	16,5	15,9	19,1
davon % als CO	5,5	5,3	5,7	5,0
" " " CO_2	1,3	0,9	1,9	1,0
Abwasser % v.R.K. + Teer	8,9	8,8	9,4	8,6
Neuabschlamm % v.T.K.+Teer	80,2	76,0	74,4	74,8
darin s-Asph.% v.N.K.+Teer	5,5	7,1	5,5	6,4
" " " " auf feste- freies RH-Öl	5,4	6,9	5,4	6,3
Schwelöl auf Öl im Schwelgut %	85,2	84,3	85,1	84,3

Tabelle 1c.

Bilanzen Fortsetzung.

Ergebnisse der Kohlehydrierung (nach Herausrechnung des Teeranteils).

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Abbau	93,7	92,4	93,5	93,9
Hochdruck Ölgewinn a.R.K.	69,3	68,7	62,4	67,3
Prakt.(Bi+Mi)-Ölgewinn-leistung	0,265	0,263	0,249	0,260
im Ölgewinn % - 135	-	11,4	-	-
" 135-200	-	7,7	-	-
" 200-325	-	61,9	-	-
Anreibeölüberschuß v. Hochdruck-Ölgewinn %	23,6	17,7	13,4	13,6
Vergasung %	26,9	26,6	26,7	29,5
Vergastes C v. C in R.K.%	16,8	17,6	16,9	20,9
Wasserneubildung %	10,7	10,5	11,4	10,2
Asphalt i. Abschl. a.R.K. %	7,3	5,9	7,0	5,1

Tabelle 1d

Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Abstreifer + Schweröl				
spez.Gew./20°	0,986	0,990	1,000	0,992
- 135° %	4,9	4,1	4,3	4,1
135-200° "	4,3	5,1	4,5	6,2
200-325° "	42,8	42,8	42,0	42,3
Abstreifer				
spez.Gew./20°		0,980		0,982
- 135° %	5,2	5,2		4,7
135-200° "	5,4	5,4		5,4
200-325° "	45,8	45,8		44,1
Abschlamm				
spez.Gew./500	1,080	1,093	1,092	1,092
Benzolfestes %	15,7	18,3	18,4	19,5
Asche im Festen "	36,4	34,4	32,4	32,4
v. 61 -325° "	13,1	15,0	15,2	15,0
" " S-Asphalt "	9,4	11,2	9,9	10,4

Tabelle 2.

Eigenschaften der Rohstoffe.

		Kohle	Teergemisch P 1376+P 1404+P 1468 =50:24:3(
Elementaranalyse			
%	C	81,37	87,09
	H	4,83	6,34
	O	12,07	5,35
	N	1,17	0,91
	S flüchtig	0,23	-
	S Gesamt	0,47	0,31
	Cl	0,04	0,44 [1]
H disponibel		3,74	6,26
flüchtige Bestandteile		37,54	
Urteer		9,5	
Bitumen (Pzl.Alk.Meth.)		4,1	
" (Bzl.-Meth.)		0,4	
Alkalität g H_2SO_4/kg T.K.		10,1	
Asche % a. T.K.		2,61	
	H_2O %		0,3
	Festes "		12,5
Asche im Festen %			2,0
Spez.Gew./100°			1,092
Gew. Engler			
	- 200° %		0
240-	325° "		5,1
	Rü "		94,9
Ascheanalyse		%a.TK.	%
	SiO_2	0,7	26,69
	Fe_2O_3	0,22	8,55
	Al_2O_3	0,66	25,19
	CaO	0,32	12,26
	MgO	0,11	4,15
	KrO		
	Na_2O	0,06	2,35
	SO_3	0,43	16,2
	P_2O_5	0,03	1,26
	TiO_2	0,02	-

1) geschätzt

Tabelle 3.

Untersuchungen des Benzins -135°.

Bilanz Nr.			2	4
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin			75,6 : 24,4	59 : 41
Roh	Spez.Gew./20°		0,71[illegible]	0,744
	Phenol %		1,5	2,4
	Anilinpunkt °C		35,5	32,0
Raffination			1x mit 10% H_2SO_4 10%ig raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% Schwefel beh. dann über Gasöl redestill	
	Raffinationsverlust Vol.%		1,0	1,2
	Redestillationsverlust Gew.%		14,9	9,2
raffiniert	Spez.Gew./20°		0,712	0,732
	Anilinpunkt I	°C	41,2	36,0
	Ia	"	42,5	37,4
	" II	"	52,5	51,8
	Cu - Streifen		Anlauffarbe	Anlauffarbe
	" - Schale	mg	11,2	"
	Dr.- Test		schwach +	schwach
	H_2SO_4-Test		2	2
	Jodzahl			4,8
ASTM Siedekurve	Siedebeginn	°C	38	38
	- 50	"	3,0	1,0
	60	"	13,5	4,0
	70	"	2[illegible],0	15,0
	80	"	46,5	30,5
	90	"	63,5	49,0
	100	"	7[illegible],0	67,5
	110	"	[illegible],0	80,0
	120	"	93,0	[illegible],0
	130	"	95,0	92,5
	135	"	96,0	94,0
	140	"	96,5	
	146	"		96,5
	R	"	97,5	9[illegible],5
Fraktion	80-100			
	Spez.Gew./20°		0,725	0,730
	Anilinpunkt	°C	36,5	34,2
Fraktion	110-140			
	Spez.Gew./20°		0,760	0,760
	Anilinpunkt	°C	32,2	27,5
Zusammensetzung				
	Paraffine	%	26,2	32,5
	Naphthene	"	49,4	49,0
	Aromaten	"	19,7	15,0
	Ungen. K.W.	"	5,7	3,5
Klopfwert			71,2	[illegible]

Tabelle 4.

Untersuchungen des Benzins 135-200°.

Bilanz Nr.			2	4
Roh				
	Spez.Gew./20°		0,880	0,882
	Anilinpunkt	°C	11,0	3,0
	Phenole	%	29,7	42,4
Raffination			wie Benzin -135°	
	Raffinationsverlust	Vol.%	1,1	1,4
	Redestillationsverlust	Gew.%	7,0	16,3
raffiniert				
	Spez.Gew./20°		0,820	0,830
	Anilinpunkt I	°C	14,0	7,0
	" Ia	"	11,5	10,0
	II	"	60,0	60,5
ASTM -Kodekurve				
	Siedebeginn	°C	139	132
	- 150	%	13,5	16,5
	60		40,0	36,5
	70		67,0	57,0
	80		73,5	74,0
	90		83,0	85,0
	200		93,0	93,5
	10		95,5	96,0
	16			97,0
	17		97,0	
	R		99,0	99,0
Fraktion 150-180°				
	spez.Gew./20		0,822	0,824
	Anilinpunkt	°C	12,5	3,5
Zusammensetzung				
	Paraffine	%	35,8	28,5
	Naphthene	"	15,0	13,0
	Aromaten	"	43,7	51,0
	Unges. K.W.	"	5,5	7,5
Klopfwert Motor			62,8	67,0

Tabelle 5.

Untersuchungen des Mittelöls.

Bilanz Nr.		2	4
Abstreifer über 200° + Schweröl		88,7 : 11,3	86,6 : 13,4
Roh	Spez.Gew./20°	0,962	0,974
	Phenole %	14,0	10,0
Gew. Engler			
	Siedebeginn °C	215	213
	- 225° %	2,2	
	50 "	25,9	14,8
	75 "	51,9	45,1
	300 "	74,4	71,1
	325 "	91,4	90,1
	45 "	98,4	93,6
	R "	99,8	99,8
entphanoliert	spez.Gew./20°	0,956	0,958
	Anilinpunkt ber. °C	-23	-27
	unges. K.W. %	12,5	15,0
Fraktion 240-270			
	spez.Gew./20°	0,938	0,938
	Anilinpunkt ber. °C	-23	-26
Fraktion 260-310			
	spez.Gew./20°	0,967	0,970
	Anilinpunkt ber. °C	-23,5	-26,4

Tabelle 6.

Untersuchungen des Schweröls.

Bilanz Nr.	2	4
Schweröl 325° %	52,0	55,8
spez.Gew./50°	1,046	1,054
Vakuumdestillation bei mm	22	15
190-225° %	32,9	43,9
Farbe	dunkelgelb	gelb
Spez.Gew./40°	1,015	1,024
- 275 %	78,3	87,1
Farbe	dunkelgelb	gelb
spez.Gew /60°	1,042	1,054
-325 %	91,0	95,9
Farbe	dunkelgelb	gelb
spez.Gew./60°	1,062	1,075
R %	99,3	99,9
Farbe	schwarzbraun	schwarzbraun

Tabelle 7.

Heizöluntersuchungen.

Bilanz Nr.		2		4		
Schweröl : Mittelöl		100:0	60:40	100:0	96,7:3,3	61:39
Farbe		d'grün	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün
Spez.Gew./50°		1,046	1,013	1,054	1,052	1,014
Stockpunkt	°C	-2	-28	5	4	-22
Flammpunkt	"	180	122	174	167	124
Brennpunkt	"	225	144	228	221	155
Koksteat	%	1,0	0,59	1,6	1,5	0,92
s-Asphalt	"	1,4	0,8	1,4	1,4	0,8
Asche i.G.	"	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
Viscosität 20°	°E		12,38	275,0	190,0	12,54
30°					45,0	
50°		11,29	2,33	10,07	8,26	2,38
80°		2,52		2,30		

Tabelle 8.

Elementaranalysen.

	Benzin -135°		Benzin 135-200°		Mittelöl		Schweröl		Mittelöl+Schweröl 40 : 60	
Bilanz Nr.	2	4	2	4	2	4	2	4	2	4
C %	85,12	85,16	83,87	84,06	86,71	86,97	89,78	89,20	88,11	88,90
H "	14,55	13,75	11,06	10,57	9,45	9,23	[illegible]	7,98	8,39	8,61
O "	0,02	0,77	4,65	5,02	2,93	2,87	0,94	2,18	2,54	1,59
N "	0,29	0,30	0,39	0,53	0,88	0,86	0,75	0,59	0,92	0,86
S "	0,022	0,02	0,029	0,025	0,03	0,02	0,05	0,05	0,04	0,04
Cl "					0,075		0,063			

Bilanz Nr.	Kohle[2]		Anreiböl		Schwelrückstand	
	2	4	2	4	2	4
C %	80,14	79,94	88,54	89,30	65,33	64,10
H "	5,01	5,02	7,65	7,37	1,92	1,55
O "	12,75	13,30	2,73	2,39	[illegible]	[illegible]
N "	1,70	1,42	0,85	0,81	0,22	0,57
N Kjeld.	1,00	1,17				
S flücht.	0,43	0,32			2,09	2,0
S ges.	0,54	0,45	0,20	0,13	4,26	4,15
Cl	0,044	0,028	0,03	0,063	0,97	0,90
Asche					31,91	32,45

1) Asche sulfathaltig
2) Reinkohle.

Tabelle 9a.
Elementarbilanz.

zu Bilanz Nr. 2

	g C	g H	g O	g N	g S	g Cl
Ein:						
Steinkohle	3262	204	514	40	15,4	1,3
Teer	916	63	56	10	3,2	4,7
Kontakt 6591					13,0	
" 6709					13,6	
Eingangsgas	31	345	15			
Eingang	4209	617	585	50	45,2	6,5
Aus:						
Benzin	292	50	0	1	0	0
Schwerbenzin	230	30	13	1	0	0
Mittelöl	1903	207	64	19	0,7	1,7
Schweröl	295	28	3	2	0,2	1,6
Anreibeölüberschuß	361	25	7	3	0,2	0,1
Abwasser		47	471	21	16,9	0
Gas im Prod.gel.	1	3	0	0	0	0
Ofengas	650	169	20	0	1,7	0
Abstreifergas	164	37	6	1	3,1	0
Abschlammgas	46	11	1	1	0	0
Schwelrückstand	342	10		1	22,4	3,1
Ausgang	4209	617	585	50	45,2	6,5
% Aus/ein der unkorr. Bilanz	100,3		85,4	106,7	92,3	125,0

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsgase
O " Abwasser
N " NH_3 im Abwasser
S " Kohle
Cl " Schwelrückstand

Tabelle 9b

Elementarbilanz

zu Bilanz 4.

	g C	g H	g O	g N	g S
Ein:					
Reinkohle	2876	150	479	42	17,9
Teer	812	59	50	8	2,9
Kontakt 6531					12,9
" 6709					4,5
Gas	24	290	8		
Eingang	3712	529	537	50	38,2
Aus:					
Benzin	251	40	2	1	0,1
Schwerbenzin	256	32	15	1	0,1
Mittelöl	1714	183	56	17	0,4
Schweröl	261	23	6	2	0,1
Anreiböliüberschuß	117	11	3	1	0,2
Abwasser	10	58	43	23	11,5
Gas i.Prod.gel.	18	4	0	0	0
Ofengas	491	118	10	1	0
Abstreifergas	193	44	6	1	2,3
Abschlammgas	32	5	1	0	0
Schwelrückstand	369	8	0	3	25,5
Ausgang	3712	529	537	50	38,2
Aus/ein der unkorr. Bilanz	112		93,5	95,5	104,2

Korrekturen: C-Bilanz: Ofengas, da Stoffanalyse unrichtig
O " Abwasser
N " NH_3 im Abwasser
S " Kohle

Tabelle 10

1913

Verteilung des als KW vergasten C.

Bilanz Nr		2	4
als C_1 - KW	%	25,3	14,2?
" C_2 - "	"	23,9	23,5
" C_3 - "	"	3[illegible]	34,8
" C_4 - "	"	20,0	27,5
ungesättigt von C_2 - KW	%	2,6	1,4
" " C_3 - "	"	2,4	0,9
" " C_4 - "	"	4,4	2,0
" " C_1-C_4"	"	2,1	1,2

Tabelle 11

Isobutanke al..

Bilanz Nr.	2	4
von Butan in Ofengas %	11,6	15,2
" " " Prod.Gas "	11,7	13,9
" Abschlammgas %	12,7	12,5
" Prod.gelöst "	11,2	10,2
vom Gesamtbutan %	12,0	14,7

Tabelle 12.

Paraffingehalte (nach Holde bestimmt).
zu Bilanz Nr.2

P 1404 orig.	0,[illegible] %
P 1405 Gemisch	0 "
Anreiböl entfestet	1,0 "
Abschlammöl	[illegible]
Produkt + Schmieröl	0,4 "

Tabelle 10

Verteilung der C_1 - KW vorgenommen C_4

Bilanz Nr		2	4
als C_1 - KW	%	25,3	14,2?
" C_2 - "	"	23,9	23,5
" C_3 - "	"	30,8	34,8
" C_4 - "	"	20,0	27,5
ungesättigt von C_2 - KW	%	2,6	1,4
" " C_3 - "	"	2,4	0,9
" " C_4	"	4,4	2,0
" " C_1-C_4	"	2,1	1,2

Tabelle 11

Isobutangehalt

Bilanz Nr.		2	4
vom Butan im Ofengas	%	11,6	15,2
" " " Prod.Gas	"	11,7	13,9
" Abschlammgas	%	12,7	12,5
" Prod.gelöst	"	11,5	10,2
vom Gesamtbutan	%	12,0	14,7

Tabelle 12.

Paraffingehalte (nach Holde bestimmt). zu Bilanz Nr.2

P 1404 orig.	0,8 %
P 1408 Gemisch	0 "
Anreiböl entfestet	1,0 "
Abschlammöl	0,6 "
Produkt + Schweröl	0,4 "

Tabelle 13.

Im Abwasser gelöste Stoffe g/kg.

	CO_2	NH_3	H_2S	Cl	Phenole
Bilanz Nr. 1	62,4			0	
2	40,2	58,2	32,9	0,014	5,9
3	57,3			Spur	
4	59,6	32,3	27,3	Spur	6,5
	im Wasser der Gaswäsche				
4	3,6	11,2	3,4	Spur	0,2

Tabelle 14.

Phenolzerlegung.

zu Bilanz 4

Phenole red. im Abstr. 150-250°	%	5,8
Carbolsäure	"	13,6
o-Kresol	"	9,1
p+m Kresol	"	21,7
Xylenol	"	24,4
höhere Xylenole	"	18,0

Tabelle 15.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen.

zu Bilanz 4.

	mg S/m³
Ofengas	7,39
Produktgas	1)
Abschlammgas	6,29

1) verunglückt.

TITLE PAGE

33. Zur Kaviarbildung: Versuche mit rheinischer Braunkohle im 10 l-Ofen.
On "caviar" formation: Experiments with "Rhine" soft coal in 10 liter furnace.

Frame Nos. 1255 - 1260

Hochdruckversuche
Lu 558

3. November 1942 Hu/Pa

Notiz.

Zur Kaviarbildung: Versuche mit rheinischer Braunkohle im 10 l-Ofen

Die bisherigen teilweise im Anhang näher beschriebenen Versuche mit rheinischer Braunkohle lassen bezüglich der Kaviarbildung folgendes erkennen:

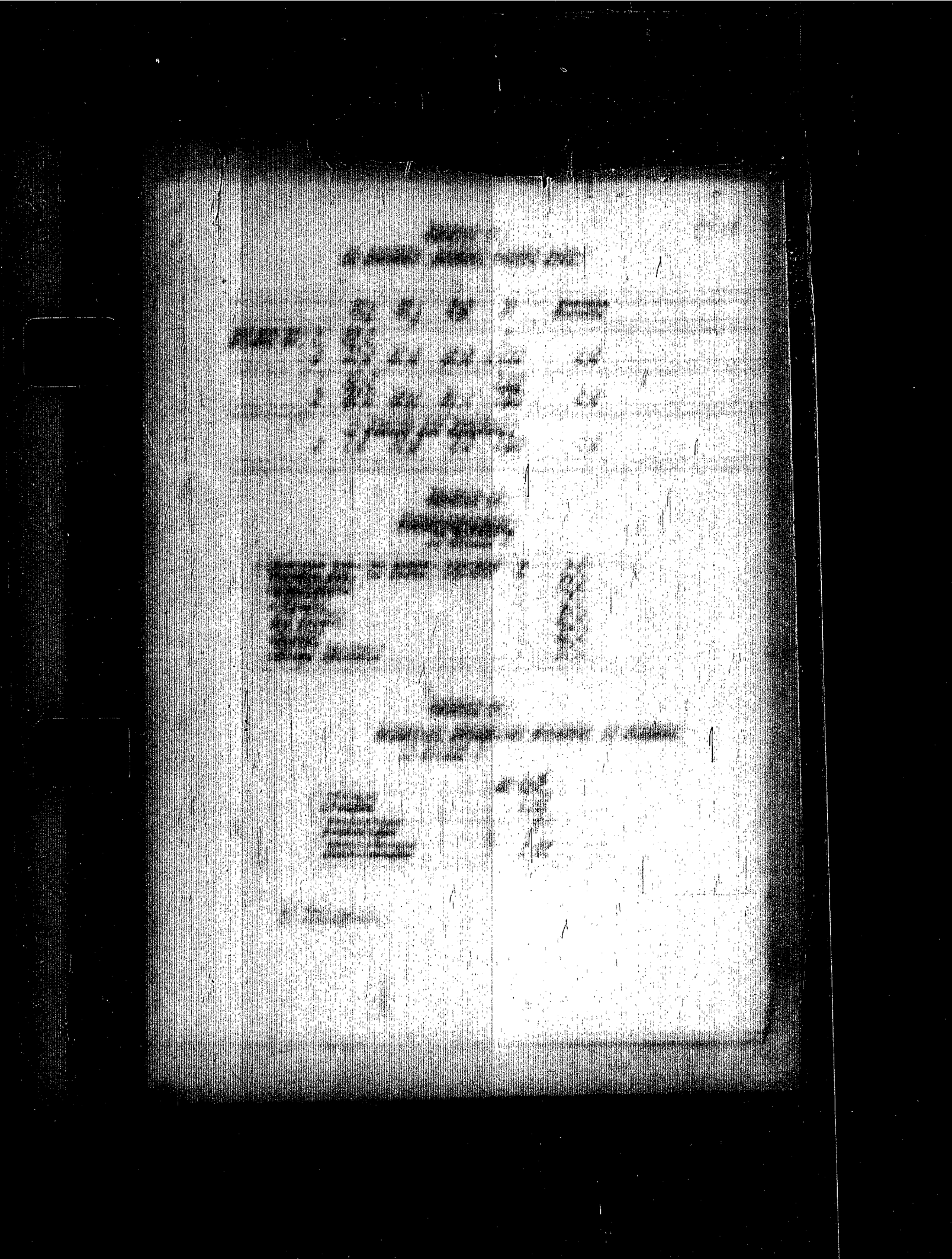
1) Eine Kaviarbildung aus rheinischer Braunkohle ist auch im 10 l-Ofen mit Rührer und ohne Entsandung festzustellen. Damit ist die Möglichkeit gegeben, durch Versuche in diesem Ofensystem die Bildung und Verhütung der kaviarartigen Erscheinungen zu studieren. Zum Unterschied gegen die Großapparatur entstehen im 10 l-Ofen Mikrokaviarformen von 40 - 300 μ Durchmesser, die nicht strenge Kugelform aufweisen. Wie im Großen treten sie als Einzelkörner und in Koks eingebacken auf und zeigen deutlich erkennbare Schichtenbildung. Mikroskopisch sind $Ca\,CO_3$ und $Si\,O_2$ erkennbar.

2) Wie Versuche im 10 l-Ofen mit Bleifussentsandung gezeigt haben, lässt sich auch unter ungünstigsten Bedingungen (geringer Durchsatz, geringe Gasmenge) eine Kaviarbildung auch bei rheinischer Braunkohle dann restlos verhüten, wenn die Ofenentsandung richtig durchgeführt wird.

3) Ein Zusatz von Strassenteer zur Kohle verhütet wahrscheinlich die Kaviarbildung nicht restlos. Man kann aber annehmen, (vgl. dazu frühere Versuche von Dr. Krönig mit Bayermasse bei 600 atm, in denen noch rund 770 Std. der Ofenrührer aufgestossen war, während hier keine derartige Störung in insgesamt 940 Std. auftrat), dass durch das Dickerwerden des Ofeninhaltes das Zuwachsen des Ofens verzögert wird. Bei unseren Versuchen wäre wahrscheinlich die Wirkung des Strassenteerzusatzes noch deutlicher in Erscheinung getreten, wenn nicht zwischendurch ohne ihn gefahren worden wäre.

4) Auch ein Zusatz von $Fe\,SO_4$ in der Menge, dass die Alkalität der Kohle zu 50 % aufgehoben wird, anstelle der Bayermasse bewirkt keine Verhütung der Kaviarbildung. Dass er die Kaviarbildung hemmt, lässt sich zwar vermuten, ist jedoch durch den Versuch nicht bündig bewiesen.

5) Eine dünnere Anreibung (Kohle : Anreiböl = 35:65 gegen normal 45:55) scheint das Kaviarabsitzen bedeutend zu beschleunigen. Daraus ist zu schliessen, dass auch das Einfahren von viel Kühlöl in den Ofen, wie es in Wesseling zeitweise geübt wurde, in der gleichen Richtung wirkt.



TITLE PAGE

33. Zur Kaviarbildung: Versuche mit rheinischer Braunkohle im 10 l-Ofen.
On "caviar" fo mation: Experiments with "Rhine" soft coal in 10 liter furnace.

Frame Nos. 1255 - 1260

Hochdruckversuche
Lu 558

3. November 1942 Hu/Fu

1 Durchschl. Sth.
ab 7.

Notiz.

Zur Kaviarbildung; Versuche mit rheinischer Braunkohle im 10 l-Ofen

Die bisherigen teilweise im Anhang näher beschriebenen Versuche mit rheinischer Braunkohle lassen bezüglich der Kaviarbildung folgendes erkennen:

1) Eine Kaviarbildung aus rheinischer Braunkohle ist auch im 10 l-Ofen mit Rührer und ohne Entsandung festzustellen. Damit ist die Möglichkeit gegeben, durch Versuche in diesem Ofensystem die Bildung und Verhütung der kaviarartigen Erscheinungen zu studieren. Zum Unterschied gegen die Großapparatur entstehen im 10 l-Ofen Mikrokaviarformen von 40 - 300 µ Durchmesser, die nicht strenge Kugelform aufweisen. Wie im Großen treten sie als Einzelkörner und im Koks eingebacken auf und zeigen deutlich erkennbare Schichtenbildung. Mikroskopisch sind $Ca\,CO_3$ und $Si\,O_2$ erkennbar.

2) Wie Versuche im 10 l-Ofen mit Bleifussentsandung gezeigt haben, lässt sich auch unter ungünstigsten Bedingungen (geringer Durchsatz, geringe Gasmenge) eine Kaviarbildung auch bei rheinischer Braunkohle dann restlos verhüten, wenn die Ofenentsandung richtig durchgeführt wird.

3) Ein Zusatz von Strassenteer zur Kohle verhütet wahrscheinlich die Kaviarbildung nicht restlos. Man kann aber annehmen, (vgl. dazu frühere Versuche von Dr. Krönig mit Bayermasse bei 600 atm, in denen nach rund 770 Std. der Ofenrührer aufgestossen war, während hier keine derartige Störung in insgesamt 940 Std. auftrat), dass durch das Dickerwerden des Ofeninhaltes das Zuwachsen des Ofens verzögert wird. Bei unseren Versuchen wäre wahrscheinlich die Wirkung des Strassenteerzusatzes noch deutlicher in Erscheinung getreten, wenn nicht zwischendurch ohne ihn gefahren worden wäre.

4) Auch ein Zusatz von $Fe\,SO_4$ in der Menge, dass die Alkalität der Kohle zu 50 % aufgehoben wird, anstelle der Bayermasse bewirkt keine Verhütung der Kaviarbildung. Dass er die Kaviarbildung hemmt, lässt sich zwar vermuten, ist jedoch durch den Versuch nicht bündig bewiesen.

5) Eine dünnere Anreibung (Kohle : Anreiböl = 35:65 gegen normal 45:55) scheint das Kaviarabsitzen bedeutend zu beschleunigen. Daraus ist zu schliessen, dass auch das Einfahren von viel Kühlöl in den Ofen, wie es in Wesseling zeitweise geübt wurde, in der gleichen Richtung wirkt.

6) Ist bereits Kaviarbildung eingetreten, so führt eine verhältnismässig geringe Temperaturerhöhung (rund 1 MV) zu einem schubsweisen Herüberschwemmen von Kaviar-Körnern durch den eingedickten Ofeninhalt in den Abscheider, wodurch die Abschlammventile verstopft werden. Dies bestätigt die besondere Bedeutung, die der Tragfähigkeit des Ofeninhalts bei fehlender oder ungenügender Entsandung zukommt.

Gemeinsam mit Dr. Lemme

gez. Leonhardt
gez. Hupfer

Anhang

Versuchsverlauf und Ausbaubefunde

I. Versuch. Rheinische Braunkohle wurde zusammen mit Strassenteer im Verhältnis 75:25 auf Bi + Mi gefahren. Kontakte: 6 % Bayermasse, 2 % Schwefel. Anreibung : Kohle : Anreiböl : Strassenteer = 45 : 40 : 15. Gas: 3 X. Ofentemperatur max. 25 MV.

Beginn 24.7.42. Ab 16.8. (nach 23 Tagen) ohne Strassenteer gefahren. Anreibung: 45 : 55. Ab 24.8. (nach weiteren 9 Tagen) wieder mit Strassenteer im alten Anreibeverhältnis. Am 28.8. Ofen zeitweilig hoch auf 26,2. Verstopfung sämtlicher Abschlammleitungen, durch Spülen und Ventilauswechslung behoben. Am 31.8. (nach 6 Tagen wieder mit Strassenteer) wurde die Temperatur wegen Fehlanzeige des Millivoltmeters zu hoch gefahren. Es trat Verstopfung der Abschlammventile ein; gleichzeitig stiess der Ofenrührer auf. Diese Störung wurde zeitweise durch Ölfahren behoben. Beim Wiederfahren mit Kohlebrei drehte sich der Ofenrührer nicht mehr. Es wurde deshalb kaltgefahren. Die Entschlammung ging schlecht infolge Verstopfung der Ofenabschlammventile.

Gesamtfahrzeit von Versuch I: 936 Std., davon 192 Std. ohne Strassenteer.

Ausbaubefund: Geringe Menge weichen Drecks im unteren Ofendeckel. Daraus Mikrokaviar isoliert, bestehend aus glatten abgerundeten Körnchen, deren Hauptmenge als Rückstand auf dem 900er Sieb anfällt. (81,4 % Asche). Mittlerer Durchmesser 0,2 - 0,3 mm (s. Aufnahmen). Bild 1. Die Körnchen enthalten im Inneren Kalk und Kieselsäure. Nach dem Glühen hinterbleiben weissliche bis gelbliche Körner, durchsetzt mit mehr oder weniger viel Fe_2O_3. Der Ofenrührer war normal verkrustet. Die Krusten enthielten gleichfalls Kalk.

II. Versuch. Rheinische Braunkohle mit trocken zugemischtem $FeSO_4$ in Menge von 7,5 %. Dazu 1 % Schwefel. Anreibung = 45:55. Abschlammrückführung = 1:0,3. Ofentemperatur: 24,5 - 24,8 MV.

Beginn 8.9.42. 29.9. (am 22. Tag) Wegen Reparatur am Abscheiderrührer kaltgefahren. Die Entschlammung ging gut. Der Ofen war der Abschlammmenge nach weitgehend sauber. Das Feste des Abschlamms enthielt Mikrokaviar, der durch das 900er Sieb durchging (Durchmesser unter 200 µ) 1.10. Wiederfahren mit Kohlebrei. Ab 9.10. Anreibung = 35 : 65. 12.10. Die Abschlammventile verstopfen sich, da infolge einer Instrumentenstörung zu hohe Temperatur gefahren worden war. Bereits vor dieser Störung hatte der Ofenrührer etwas Widerstand, er kratzte an der Ofenwand.

Ab 13.10. mehr oder weniger starkes Anstossen des Ofenrührers.
20.10. Zur Beendigung des Versuches kaltgefahren. Das Entschlammen ging nicht, da Ofenabschlammleitung und -Ventile 2 - 4 verstopft. Gleichzeitig riss die Kette vom Ofenrührer.

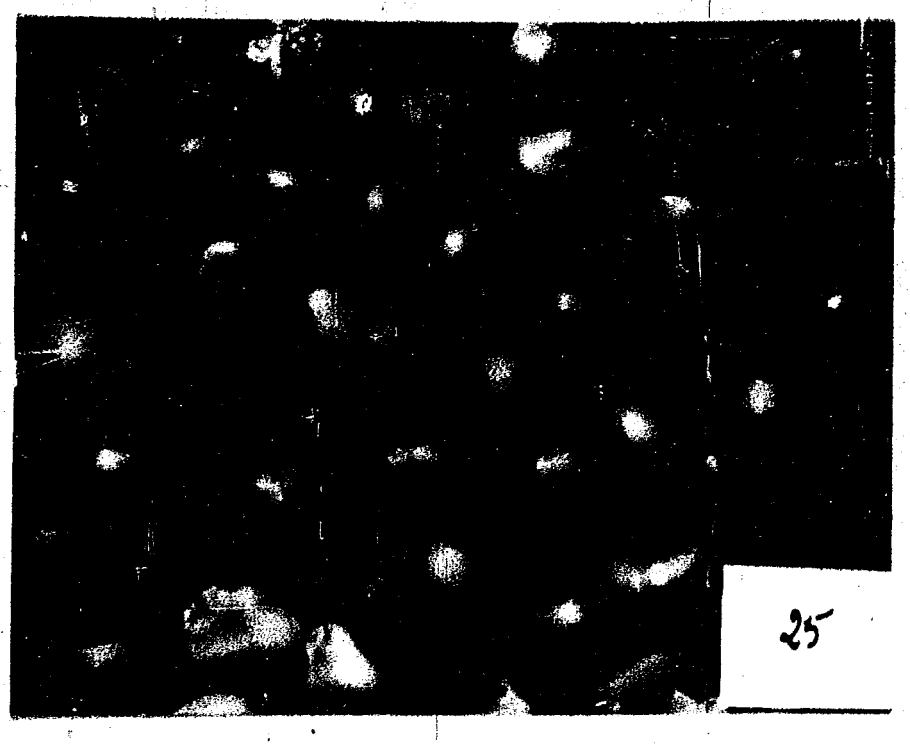
Gesamtfahrzeit von Versuch II: 1032 Std., davon die letzten 528 Std. bei der stärkeren Verdünnung.

Ausbaubefund: Dreck aus Ventilen und Abschlammleitung, enthielt besonders feinen Mikrokaviar als Rückstand auf dem 16000er Maschensieb und zwar 87,5 % mit Durchmesser 200 - 88 µ, Rest 88 - 40 µ. Der Durchgang durch das 16000er Sieb, der eine etwas geringere Menge als der Rückstand ausmacht, liess keinen Kaviar erkennen. Der Mikrokaviar enthielt 95,6 % Asche. Weitere Merkmale: glatte Körner (s. Bild 2), beim Zerdrücken keine weissen Kalkabscheidungen feststellbar; mit H Cl starke Entwicklung von CO_2 und H_2S. Der grössere Teil hinterbleibt als Koksbrocken. Außerdem war der Kaviar vermengt mit $Si\,O_2$ in etwa gleicher Menge.

Im unteren Ofendeckel und im Druckrohr des Ofens unten fand sich ein grauschwarzer ziemlich fester Ansatz in Menge von rd. 380 g. Die untere Zackenkrone des Rührers war abgebrochen. Auch diese Ansätze enthielten in grosser Menge eingebackenen Kaviar, dessen Körner zum Unterschied von denen aus der Abschlammleitung ungleichmässiger in Grösse und Bau waren und eine rauhe Oberfläche aus blasigem Koks aufwiesen (Bild 3). Bild 4 zeigt einen Reliefschliff des Kaviars eingebaut in Zement.

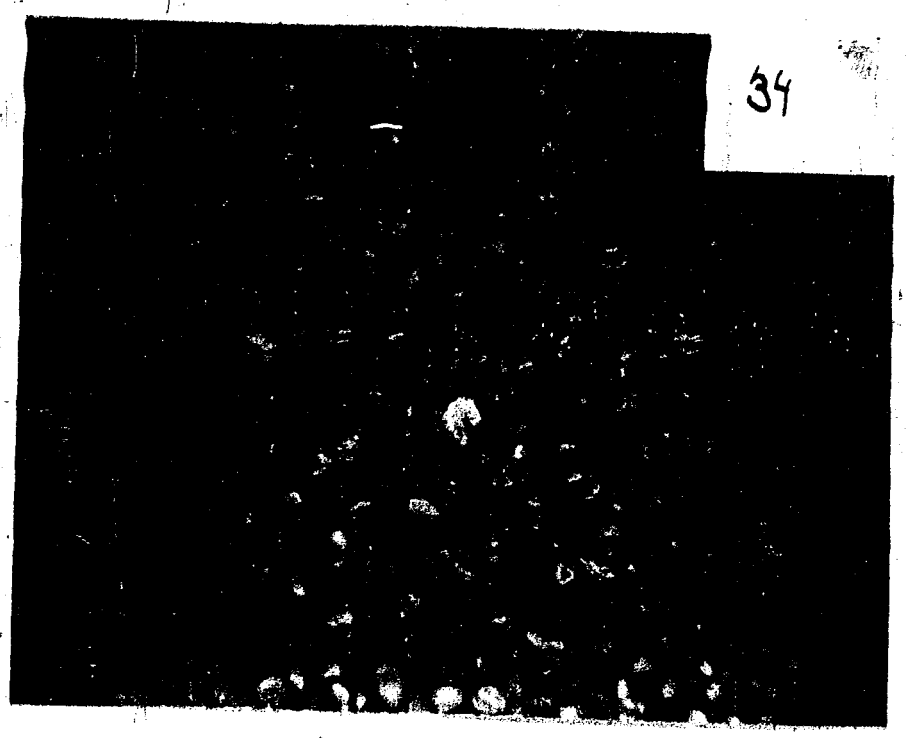
12.9

Bild 1



Kevlar aus Ofen 455 unten vom 1.9.42 X 50

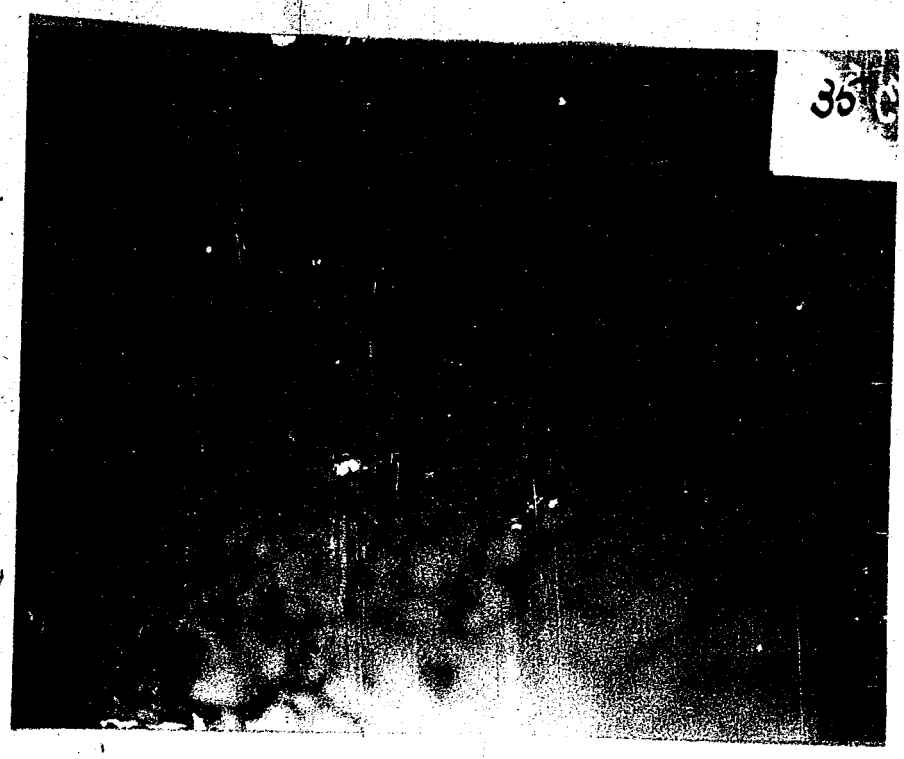
Bild 2



Kevlar aus Absolia [illegible] vom Ofen 455 vom 21.10.42 X 50

1269

Bild 3



Kavier aus Ofen 455 unten vom 22.10.42 X 50

Bild 4

Kavier von Abgeb. Platte aus Ofen 455 vom 22.10.42
Rollenschliff in Zeuners Verf. 2.13 2. X 150

TITLE PAGE

34. Versuchsbericht: Verarbeitung eines Gemisches schlesischer Steinkohlenteere bei 600 atm auf Schweröluebersohuss im 10 Ltr.-Ofen.
Experimental report: Processing a mixture of Silesian mineral coal tars at 600 atm to heavy oil excess in the 10 liter furnace.

Frame Nos. 1261 - 1283

28.10.42 1261

Versuchsbericht

F. Krönig, G. v. Hartmann und H. Kupfer

Verarbeitung eines Gemisches schlesischer Steinkohlenteere bei 600 atü auf Schwerölunterschub im 10 Ltr.-Ofen

Ofen 411 vom 4.2. - 27.2.1943

Hochdruckversuche
Lu 558

28. Oktober 1942 Hu/Fu

Verarbeitung eines Gemisches schlesischer Steinkohlenteere bei 600 atm auf Schwerölüberschuß im 10 Ltr.-Ofen

Die Verarbeitungsmöglichkeit einer Teermischung sollte geprüft werden, wie sie als Rohstoff für Blechhammer vorgesehen war. Sie sollte folgende Zusammensetzung haben:

50 % Schweldickteer. Da dieser nicht zur Verfügung stand, wurde statt dessen eine Mischung von 60 % Destillationspech aus Spülgasteer (P 1387) und 40 % Steinkohlenschwelteer über 350° (P 1320) eingesetzt, deren Eigenschaften denen des Dickteeres nahekommen dürfte.

36 % Hochtemperaturteerpech Kattowitz (P 1408)

14 % Generatorteer Kattowitz (P 1404)

Das Gemisch konnte mit Eisen-Titan-Grude ohne besondere Störungen auf Schwerölüberschuß gefahren werden und lieferte bei 472-473° Ergebnisse[1], die in der Mitte zwischen denen liegen, die bei der Verarbeitung von reinem Steinkohlenschwelheißteer einerseits und reinem Kokereiteerpech andererseits erhalten wurden.

	Schles. Teergemisch Bil.1-4	Schwelheißteer P 1376	Kokereiteerpech P 1407
Leistung	0,50	0,62	0,48
Schweröl i.Ölgew. %	41,4	46,0	47,0
Vergasung %	13,8	10,5	17,0
Asphaltabbau %	96,7	95,5	94,0
Festeabbau %	88,6	74,0	80,0

Die Abschlammschwelung ergab im großen ganzen ausreichende Ausbeuten. Allerdings wurden Festekonzentrationen von 30 % und darüber im Abschlamm erreicht, wie sie in der Technik nicht ungestraft eingestellt werden dürfen. Infolge der starken Eindickung nahm der Abschlamm zeitweise gallertige Konsistenz an.[2]

Eine wesentliche Erhöhung der Reaktionstemperatur und damit eine Verbesserung der Leistung war nicht möglich, da der Ofen recht unruhig lag. Hierzu haben auch die zahlreichen Pumpenstörungen beigetragen, wegen deren die Abschlammrückführung auf 1:0,6 erhöht werden mußte.

Es erscheint danach vorteilhafter, Schwelteer und Kokereiteer getrennt zu verarbeiten. Dies empfiehlt sich auch im Hinblick

1) Durch die bei der Kürze der Versuchsdauer sehr häufigen Änderungen von gleichzeitig mehreren Fahrbedingungen sind die Ergebnisse mit einer gewissen Unsicherheit behaftet.
2) Diese Erscheinung ist sonst nur bei der Verarbeitung reiner Kokereiteere auf Bi + Mi beobachtet worden.

auf die Qualität des anfallenden Heizöls, das infolge seines Paraffingehaltes bezüglich des Stockpunktes den Anforderungen der Marine nicht entspricht. Auch die sonstigen Eigenschaften der Öle hielten zwischen denen aus Schwelteer und Kokereiteer die Mitte.

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig

gemeinsam mit

Dr. v. Hartmann
" Hupfer

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg

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

Versuchsverlauf:

4.2.40 anschließend an einen Versuch mit Hochtemperatur-teer wird auf die Mischung umgestellt.

Frischoel: 1408 vom 4.12.39 [1]) geschroten + P 1387 vom 22.11.39 [1]) geschroten + P 1320 vom 23.5.38 getoppt - 350° + P 1404 vom 14.11.39 im Verhältnis 35:30:20:15.

Kontakt: 1% 7509 B Ch 12 trocken gemahlen und in Abstreifer-schweröl v. Ofen 411 angerührt + 0,1 % 6709 kolloidal i. Abstreiferschweröl von Ofen 411 auf Frischöl.

Abschlammrückführung: Frischöl : Abschlamm = 1:0,5

Druck: 600 atü

Temperatur: Ofen max. 25,2 MV; Abscheider 0,7 MV tiefer (40°C Kl.T.)

Durchsatz: 5,1 kg/h

Gas: 3 m^3/kg Frischöl

Abschlammprozente: 4-8

5.2.: Durchsatz stufenweise gesteigert auf 5,7 kg - alles übrige entsprechend. Wegen des relativ hohen Cl-Gehalts des Abwassers wurde die Kontaktmenge 6709 auf 0,2 % erhöht.

6.2.: Durchsatz weiter erhöht auf 6,0 kg. Wegen weiterer Anzeichen von Chlor-Korrosion Zugabe von 6709 auf 0,25 % erhöht.
Wegen Störung an beiden Kohlebreipumpen mußte mehrere Stunden auf Öl umgestellt werden.

7.2.: Da die Abschlammkonsistenz fällertig wurde, wurden die Abschlammprozente auf 7-11 erhöht.

8.2.: Bilanz 1

9.2.: Es zeigt, daß der Ofen sehr unruhig wird und die Tendenz zum hochgehen kommt, wenn die Temperatur über 250 gesteigert wird. Der Durchsatz wird daher stufenweise auf 5,0 kg/h zurückgenommen. Der Kontakt 7509 B Ch 12 wird ersetzt durch 7579, kolloidal gemahlen. Es ist dies der Kontakt 7509 mit einem Vanadinzusatz, der entsprechend den Erfahrungen der Gasphase, wo Vanadin gute Phenolreduktion bewirkt, den Asphaltabbau verbessern soll. -
Die 6709-Konzentration wird auf 0,3 % erhöht.
Die Kohlebreipressen arbeiten unregelmäßig.

10.2.: Da der Ofen nach wie vor sehr unruhig ist und der Abschlamm fällerig[2]);
Temp. max. 24.6 MV, Schlange max. 24,0 MV, Abschlamm-prozente 8-12. Durchsatz zurück auf 4,1. Erhöhung der 7579-Konzentration auf 1,5 %.

1) Die Peche werden wie Kohlen behandelt, gebrochen und in das Mischgefäß gefüllt.
2) Der Abschlamm war mit 20,7% F zu stark konzentriert.

11.2. Wegen zu dicker Frischölmischung, die in den Breipressen Schwierigkeiten macht, Breigefäß und Saugleitungen mit Mitteldruckdampf beheizt.

12.2. Weitere Verschlechterung der Abschlamm-Konsistenz.

13.2. Wegen zunehmender Störungen an den Kohlebreipressen vorübergehend auf Öl umgestellt. Auch die Druckleitungen an Mitteldruckdampf angeschlossen. Durchsatz weiter zurück auf 3,8 kg, um die Abschlammprozente zu halten.

14.2. Bilanz 2. Abschlamm-Konsistenz unverändert schlecht.

15.2. Abschlammprozente erhöht auf 10 - 15 %
Durchsatz erhöht auf 4,1 kg/h

16.2. Kontakt: 1 % 7509 B Ch 12.
Temp. auf max. 25,0 MV, Abschlammprozente 8-12.
Abschlammrückführung erhöht auf 1:0,6

17.2. Durchsatz vor auf 4,5 kg/h.

19.2. Bilanz 3.

Druckdifferenz in der Birne, wahrscheinlich durch Zusetzen mit Kontakt infolge des stark gallertartigen Abschlamms. Vorübergehend umgestellt auf Öl.

20.2. Starke Schwankungen der Eingangswage lassen auf Verstopfung in der Birne schliessen. Der Ofen wird kaltgefahren und drei Mal abgeschlammt. Den Mengen nach war der Ofen sauber.

Analysen	% Feste	% Asche i.F.	% Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	3,9	44,0	3,0
Kaltfahröl	1,1	0,3 i.Gz.	2,9 i.Gz.

21.2. Die Birne wird ausgebaut, war sauber. Wieder unter Druck gestellt und mit P 1214 hochgefahren.

22.2. Umgestellt auf Mischung mit Kat. 7593 anstelle des 7509. Kontakt in grober Mahlung, um die Gallertbildung im Abschlamm zu erschweren.

26.2. Kat. 6709 vor auf 0,35 %, da das Abwasser 0,86 g Cl/Ltr. enthielt. Der Abschlamm war nicht gallertig, obwohl in einer Zwischenprobe 30,3 % Festes gefunden wurde. Der neue Kontakt schien demnach einen besseren Asphaltabbau zu bewirken.

27.2. Bilanz 4.

28.2. Umgestellt auf neuen Versuch, da die Frischölmischung verfahren war.

Versuchsergebnisse.

Mit Kontakt 7509 (Eisen-Titan-Grude) in Mengen von 1,0 % wurden zwei kurze Versuche ausgeführt, deren wichtigste Zahlen hier wiedergegeben sind:

Bilanz		1	3
Temperatur	°C	478	474
Durchsatz		0,79	0,59
6709	%	0,25	0,3
Abschlammrückführung		1:0,5	1:0,6
Leistung		0,)	0,48
Ölgewinn aus Rein-frischöl	%	87,3	82,7
darin Schweröl	%	41,9	38,0
Vergasung	%	12,6	14,9
Festeabbau	%	93,9	84,0
Asphaltabbau	%	97,4	97,6

Bei verhältnismäßig hohen Temperaturen (478°) wurden recht gute Ergebnisse erzielt. Allerdings lag der Ofen sehr unruhig, so daß in der Großapparatur so wohl nicht gefahren werden könnte.

Deshalb wurde die Temperatur vermindert, wodurch sich der Durchsatz entsprechend niedriger einstellte. Die Na_2S-Menge wurde der Chlorkorrosion wegen erhöht. Durch Verstärkung der Abschlammrückführung sollte ein besser pumpbarer Brei erhalten werden. Die Ergebnisse waren in Leistung, Festeabbau und Vergasung (!) ungünstiger. Die Feststoffkonzentration des Abschlammes lag mit 30,5 % unzulässig hoch. Die Schwelumsetzung lag an der unteren Grenze des Brauchbaren.

Mit Kontakt 7593 (Grude mit verdoppelter Menge Eisen-Titan) wurde ein weiterer Versuch durchgeführt (Bilanz 4). Der Kontakt ist sicher etwas aktiver als 7509, doch nicht so sehr, daß die Temperaturverminderung um 5° auf 469° hierdurch ausgeglichen würde.

Weiterhin wurde der Kontakt 7579 (7509 + 1 % V_2O_5) in der gröberen Zugabemenge von 1,5 % geprüft (Bilanz 2). Bei gleichen Temperaturen wie mit 7593 wurde eine etwas geringere Leistung erhalten. Die übrigen Ergebnisse (Abbau von Festem und Asphalt und Vergasung) scheinen aber etwas besser zu sein. Eine verbessernde Wirkung des Vanadins ist zwar nicht zu beweisen, erscheint jedoch nicht ausgeschlossen, da nur 3/4 des Eisens und Titans vorhanden waren, dem in dem Versuch mit Kat. 7593 angewendet worden war.

Die anfallenden Öle aus der Teermischung liegen wie zu erwarten in ihren Eigenschaften zwischen den aus Schwelteer und den aus Hochtemperaturteer gewonnenen Produkten. Das Schweröl ist infolge seines hohen Stockpunktes, der auch durch Zumischung von Mittelöl nicht wesentlich abnimmt, als Heizöl nicht zu verwenden. Nur durch Entparaffinierung, die aber technisch nicht in Frage kommen dürfte, konnte ein Stockpunkt unter 0^{o} erreicht werden. Die Gasverteilung und der iso-Butangehalt lagen im Rahmen des für Steinkohlenteer üblichen.

Die einzelnen Komponenten des Teergemisches und dieses selbst wurden von Dr. Dinkler auf ihr Korrosionsverhalten hin geprüft. Der Angriff war in allen Fällen gering.

gez. Hupfer

Tabellenverzeichnis

Tabelle	1 a-c	Bilanzen
"	2	Eigenschaften des Frischöls
"	3	Leichtbenzinuntersuchungen
"	4	Schwerbenzinuntersuchungen
"	5	Untersuchung der Benzinfraktionen
"	6	Untersuchungen des Mittelöls
"	7	Untersuchungen vom Schweröl und vom Abschlammöl
"	8	Heizöluntersuchungen
"	9	Elementaranalysen
"	10	Verteilung des als KW vergasten C
"	11	iso-Butangehalt
"	12	organisch gebundener Schwefel in Abgasen
"	13	im Abwasser gelöste Stoffe
"	14	Phenolzerlegung
"	15	Schwelausbeuten

Tabelle 1a

Bilanzen

vom Fahren eines schlesischen Teergemisches auf Schwerölüberschuß bei 600 atm

Bilanz Nr. Tag 1940 Schicht	1 8.2. abc	2 14.2. abc	3 19.2. ab	4 27.2. abc
Art des Frischöls	P 1408 vom 14.12.39 + P 1387 vom 22.11.39, beide geschroten, + P 1320 vom 23.5.38 getoppt - 350° + P 1404 vom 14.11.39, gemischt im Verhältnis 35:30:20:15 Herkunft und Eigenschaften s. Tabelle 2			
Kontakt, % a. Frischöl:				
7509 B Ch 12 [1] angerührt	1.0	-	-	-
" " " " [2] trocken gemahlen	-	-	1,0	-
7579 Ch 12 [2] koll. gemahlen	-	1,5	-	-
7593 Ch 12 [3] trocken gemahlen, Durchgang durch 900er Sieb angerührt	-	-	-	1,0
6709 koll. gemahlen	0,25	0,3	0,3	0,35
	Alle Kontakte wurden als Suspension in Abstreiferschweröl zum Einfüllbrei gegeben			
Rückführung Frischöl:Abschlamm	1:0,5	1:0,5	1:0,6	1:0,6
Fahrbedingungen:				
Temperaturen: Vorheizer °C	456	459	449	454
Ofen °C	478	469	474	469
Abscheider °C	466	458	462	458
Durchsatz kg Frischöl/Ltr. Of.Vol./Std.	0,790	0,489	0,590	0,580
Eingangsgas cbm/kg Frischöl	3,53	3,71	3,52	3,53
Umdrehungszahl des Ofenrührers/Min.	38	38	38	38
Aufarbeitung	Nerabschlamm geschwelt, Schweröl + Abstreifer destilliert auf Leichtbenzin - 135°, Schwerbenzin 135-200°, Mittelöl 200 - 325° und Schweröl >325°			

1) Grude Charge 12 neutralisiert, + 7 % $FeSO_4$ + 5 % $TiOSO_4$, aufgetränkt
2) " " " " 7 % " 5 % " + 1% V_2O_5 (als Ammonvanadat) aufgetränkt
3) " " " " + 14% $FeSO_4$ + 10% $TiOSO_4$ aufgetränkt
4) Na_2S, Sulfigran.

1970
Tabelle 1b

BILANZEN (Fortsetzung)

Ergebnisse[1]

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Rohbilanz %	101,5	98,9	101,2	97,8[2]
Ausbeute aschefrei % von aschefreiem Frischöl+H_2	104,4	100,0	104,2	100,0
Festeabbau %	93,9	88,8	84,0	79,8
Ölgewinn % a.Reinfrischöl	87,3	82,5	82,7	75,7
darin % - 135°	6,4	6,4	6,2	5,4
% 135 - 200°	6,0	6,7	6,2	4,1
% 200 - 325°	45,7	48,5	49,6	43,2
% über 325°	41,9	38,4	38,0	47,3
Ölgewinn-Leistung kg/Of.Vol./Std.	0,688	0,398	0,483	0,434
Asphaltabbau %	97,4	96,9	97,6	94,9
Abschlammnote	40	30-40	40	40
Abschlammneuanfall aschefrei % v.Reinfrischöl	6,1	10,0	10,1	13,6
Schwelölanfall % v.Reinfrischöl	4,9	7,8	6,6	8,0
Vergasung % a.Ölgewinn + Vergasung	12,6	12,9	14,9	14,7
vergastes C % v. C des Frischöls	12,5	12,1	14,3	12,8
davon % als C O	2,3	3,5	3,5	3,8
% " CO_2	0,4	0,9	0,5	0,5
Abwasser neugebildet % a.Reinfrischöl	1,6	1,9	2,2	3,5
Aschebilanz Aus/Ein %	43,9	68,4	85,3	94,1

1) berechnet auf butanfreies Benzin
2) Abstreifer- und Abschlamm-Menge korrigiert

Tabelle 1271

Bilanzen (Fortsetzung)

Analyse des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Abstreifer + Schweröl				
spez.Gewicht / 20°	-	0,978	0,984	1,004
% - 135°	4,0	4,0	4,0	3,6
% 135 - 200°	5,3	5,4	5,2	3,6
% 200 - 325°	42,0	42,0	43,7	40,0
Abschlamm				
spez.Gewicht / 50°	1,130	1,056	1,080	1,100
% Benzolfestes	28,2	32,1	38,5	31,4
% Asche im Festen	32,3	33,9	32,2	31,5
im Öl % - 325°	20,0	19,8	16,0	16,7
% s-Asphalt	9,0	7,6	6,6	8,5

Tabelle 2

Eigenschaften des Frischöls

Zusammensetzung:

P 1320 vom 23.5.38 getoppt - 350° (Steinkohlenspülgasteer Karsten-Centrum)	%	20
P 1404 vom 14.11.39 (Generatorteer Bismarckhütte)	%	15
P 1408 vom 14.12.39 geschroten (Steinkohlenteerpech Bismarckhütte)	%	35
P 1387 vom 22.11.39 geschroten (Pech aus Lurgispülgasschwelteer Schlesag Odertal)	%	30
Erweichungspunkt Krä-Sar.	°C	+ 39
Wassergehalt	%	0
Benzolunlösliche	%	17,8
Asche im Festen	%	6,0
im Öl Gew. Engler 230 - 325°	%	8,0
s-Asphalt	%	25,2
Spez. Gewicht / 100°		1,084
Vakuumsiedekurve bei m/m Hg		20
Siedebeginn	°C	125
- 225°	%	9,6
spez. Gewicht/40°		1,025
- 275°	%	28,6
spez. Gewicht/60°		1,056
- 325°	%	55,9
spez. Gewicht/90°		1,080
- Rückstand	%	99,7
Elementaranalyse		s. Tabelle 9
disp. H		6,26

Tabelle 2

Laborbenzin-Untersuchungen

Herkunft		Benzin - 135° / Pentan / Butan (142 : 41 : 10)	Benzin - 145° / Pentan (110 : 37)
Benzin			
spez. Gewicht / 20°		0,730	0,744
A.P.	°C	43,2	44,0
Phenole	%	1,0	
	Raffination	Entphenoliert, mit Bleiacetat (3%) und Schwefel behandelt, mit 2x15 H_2SO_4 (96%ig) raffiniert, mit NaOH entsäuert und mit Dampf über NaOH redestilliert	Entphenolt, mit 1 x 10% H_2SO_4 (104%ig) raffiniert, in XXXXXX 1:1 mit NaOH + 0,1 % Schwefel behandelt und über Gas redestilliert
Abdampfverlust	Vol. %	1,5	1,8
Destillat	" %	1,0	
Destillationsverlust	Gew. %	1,5	2,6
Klopffestigkeit/Benzin			
Oktanzahl			19,4
Mot.-Test			an der unteren Grenze
Spez. Gew. / 20°		0,734	0,731
Anf.		[illegible]	"
10 %		+ 10,0	+ 11,6
50 %		+ 52,2	+ 55,0
Destillationskurve			
- 90°		3,0	2,0
- 80°		9,0	9,5
- 70°		19,0	19,5
- 60°		32,0	34,0
- 90°		45,0	51,5
- 100°		51,0	70.0
- 110°		72,0	
- 120°			

- 90°	45,0	51,5
- 100°	61,0	70,0
- 110°	72,0	81,5
- 120°	80,0	87,0
- 130°	86,5	91,5
- 135°	89,0	93,0
- 140°	90,0	93,5
- 150°	92,0	94,5
- 160°	93,5	-
- 170°	94,0	-
- 177°	95,0	-
Rückstand	95,5	95.0

Probe

Cu-Streifen	gut	gut
Cu-Schale	6 mg (gut)	6 mg (gut)
Porzellanschale	2 mg (gut)	5,2 mg
Dr.-Test	negativ	negativ
H_2SO_4-Test	2	< 2
Glas-Schale nachher	-	9,6 mg
Säure-Test	-	ohne Abfall
Verseifungsdruck	0,626	-

	spez.Gew.	A P	spez.Gew.	A P
Destillation 80 - 100°	0,719	+ 40,2°	0,735	+ 30,5°
110 - 140°	0,760	+ 31,8°	0,773	+ 19,0°

Destillation

Paraffine	43,0	33,0
Naphthene	41,5	46,5
Aromaten	14,0	17,5
Verunreinigte Kp	1,5	3,0
Ausbeutewert Motor	67,0	70,0

Tabelle 4

Untersuchungen von Schwerbenzin 135 - 200°

Bilanz Nr.		2	4
roh:			
spez. Gewicht / 20°		0,814	0,840
A.P.	°C	+ 27,5	+ 9,0
Phenol	%	7,6	12,8
entphenoliert:			
spez. Gewicht / 20°		0,794	0,815
A.P. I	°C	+ 27,5	+ 8,5
A.P. II	°C	+ 61,5	+ 60,5
Dr.-Test		negativ	positiv
ASTM-Siedekurve:			
Siedebeginn	°C	123	128
- 130°	%	6,0	-
- 140°	%	39,5	28,5
- 150°	%	68,0	58,5
- 160°	%	88,0	79,2
- 170°	%	96,0	91,5
- 180°	%	99,0 1)	96,0
- 190°	%	-	98,5
- 200°	%	-	99,0
- 210°	%	-	99,5
Rückstand		100,0	100,0
Paraffine	%	46,5	rd. 32,5
Naphtene	%	18,0	" 15,0
Aromaten	%	30,0	" 43,0
ungesättigte KW	%	5,5	9,5
Klopfwert Research		60,5	74,0

1) zu niedrig abgeschnitten angeliefert

Tabelle 5

Untersuchung der Benzinfraktionen zu Bilanz Nr. 2

Benzin bis 200° + Pentan + Butan (149 : 44 : 10) raffiniert

Fraktion		- 67°	67 - 105°	105 - 137°	137 - 172°	> 172°
Gewichts-%		20,2	19,9	20,4	20,2	19,1
spez. Gewicht		0,632/10°	0,738/20°	0,778/20°	0,810/20°	0,845/20°
A.P. I	°C	-	+ 35,8	+ 22,4	+ 17,0	+ 18,0
A.P. II	°C	-	+ 50,4	+ 54,5	+ 60,6	+ 64,5
ungesättigte K	%	-	2,0	3,0	2,5	3,5
Klopfwert						
Research		85,0	73,5	74,0	73,0	-
Motor		85,0	69,0	65,0	61,0	59,0
Motor + 0,12 % Pb		100,0	83,5	81,0	75,0	72,0

Tabelle 6

Untersuchungen von Mittelöl 200 - 325° aus Abstreifer + Schwelöl

Bilanz Nr.		2		4	
roh:					
spez.Gewicht/20°		0,952		0,974	
Phenole	%	11,2		10,6	
Cl	%	-		unter 0,01	
Gew.-Engler:					
Siedebeginn	°C	195		202	
- 225°	%	22,7		13,8	
- 250°	%	43,2		34,0	
- 275°	%	62,9		51,0	
- 300°	%	83,5		73,0	
- 325°	%	95,6		91,8	
- 335°	%	98,6		-	
- 342°	%	-		97,6	
Rückstand	%	99,9		99,9	
entphe ierte:					
spez.Gewicht/20°		0,936		0,964	
A.P. berechnet	°C	- 11		-26,5	
ungesättigte KW	%	9,0		12,5	
		spez.Gew. /20°	AP berechnet	spez.Gew. /20°	AP berechnet
Fraktion 180 - 210°		0,876	+ 6,0°	-	-
" 210 - 230°		0,893	- 4,0°	0,918	- 22,5°
" 240 - 270°		0,932	-12,0°	0,944	- 26,0°
" 280 - 310°		0,966	-15,0°	0,982	- 28,5°

Tabelle 7

Untersuchungen von Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schwelöl und von Abschlammöl

Bilanz Nr.		2	4	
		Schweröl	Schweröl	Abschlammöl
spez. Gewicht / 50°		1,022	1,054	1,100
Chlor	%	-	unter 0,01	-
Vakuumfraktionen				
Druck	mm Hg	17	10	10
180 - 225°	Gew.%	47,1	55,7	40,1
	Aussehen	gelb, flüssig	grüngelb, flüssig	gelb, flüssig
	spez.Gew./40°	1,010	1,038	1,014
- 275°	Gew.%	87,4	84,4	56,7
	Aussehen	gelb, dickflüssig	gelb, dickflüssig	gelb, dickflüssig
	spez.Gew./60°	1,020	1,049	1,064
- 325°	Gew.%	96,4	92,6	68,6
	Aussehen	gelb, fest	gelb, fest	gelb, fest
	spez.Gew./90°	1,035	1,055	1,090
- Rückstand	Gew.%	99,8	99,9	99,8
	Farbe	dunkelbraun	dunkelbraun	schwarzbraun

Heizöl-Untersuchungen

Tabelle 8

Bilanz Nr.		1	2				4
Art des Öles		Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schwelöl	Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schwelöl	Mittelöl + Schweröl (20 : 80)	Mittelöl + Schweröl (40 : 60)	Schweröl über 325° entparaffiniert 1)	Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schwelöl
Farbe		dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	schwarzbraun
spez. Gewicht		1,029/50°	1,022/50°	1,022/20°	1,002/20°	1,028/50°	1,054/50°
Stockpunkt	°C	+ 8	+ 9	+ 7	0	- 6	+ 1
Flammpunkt	°C	160	170	104	92	168	176
Brennpunkt	°C	207	208	148	119	212	226
Kokstest	%	0,8	0,23	0,18	0,10	0,31	2,15
Asche i. Ganzen	%	0,03	Spuren	Spuren	Spuren	-	0,01
s-Asphalt	%	0,4	0,46	0,40	0,24	0,8	1,2
Viskosität							
bei 20°	°E	-	-	9,93	4,09	-	-
" 50°	°E	3,88	3,80	2,08	1,51	4,10	9,03
" 80°	°E	1,65	1,61	-	-	1,65	1,32
Gew. Engler Siedebeginn	°C	-	-	212	204	-	-
- 225°	%	-	-	0,9	4,2	-	-
- 250°	%	-	-	3,4	11,2	-	-
- 275°	%	-	-	7,2	18,7	-	-
- 300°	%	-	-	12,0	28,6	-	-
- 325°	%	-	-	18,2	41,2	-	-
- 350°	%	-	-	35,9	56,0	-	-
- 360°	%	-	-	46,3	64,2	-	-
Rückstand	%	-	-	100,0	100,0	-	-
J Heizwert		-	-	9360	-	-	-

1) mit Dichloräthan 1:1 bei - 2°. Es wurden 3,0 % Paraffin vom Schmelzpunkt + 46,5 % abgetrennt

Tabelle 9

Elementaranalysen

zu Bilanz Nr. 2

	Frischöl	Benzin - 135°	Mittelöl 200 - 325°	Schweröl	Mittelöl + Schweröl (20:80)
% C	87,09	85,46	87,26	89,77	89,11
% H	6,34	14,27	10,01	8,78	9,16
% O	5,35	0,08	1,93	1,02	1,32
% N	0,91	0,17	0,76	0,34	0,32
% S	0,31	0,020	0,045	0,093	0,09

Verteilung des als KW vergasten C [1]

zu Bilanz Nr. 2

	%
als C_1 - KW	25,9
" C_2 - KW	22,0
" C_3 - KW	28,4
" C_4 - KW	23,7
C in ungesättigtem KW	**%**
vom C in C_2	1,6
" " in C_3	2,3
" " in C_4	4,7
" " in C_1 - C_4	2,1

1) Benzin butanfrei gerechnet

Tabelle 11

iso-Butan-Gehalt
% vom Gesamtbutan

1280

Bilanz Nr.	2	4
vom C_4 im Ofengas	15,3	-
" " " Produktgas	13,5	16,0
" " " Abschlammgas	19,1	16,65
" " " Produkt gelöst	9,2	14,6
vom Gesamtbutan	14,2	geschätzt 16,0

Tabelle 12

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

zu Bilanz Nr. 2

	Ltr/kg Frischöl	mg S/cbm
Ofengas	3150	2.48
Produktgas	43,6	9,6
Abschlammgas	17,5	2,82

Tabelle 13

Im Abwasser gelöste Stoffe

g/kg

Bilanz Nr. bezw. Anfalltag	N H_3	H_2S	C O_2	Phenole	Öl	Kat 6709 % auf Frischöl zum Brei gegeben
6.2.40	-	-	-	-	1,15	0,25
7.2.40	-	-	-	-	1,38	0,25
1	-	-	32,5	-	0,766	0,25
2	26,4	7,91	23,9	6,0	0,116	0,3 1)
15.2.40	-	-	-	-	0,046	0,3
3	-	-	28,3	-	0,02	0,3
23.2.40	-	-	-	-	0,86 2)	0,3
4	29,4	7,78	20,44	6,2	Spuren	0,35 3)

1) seit dem 9.2.40
2) nach Wiederanfahren
3) seit dem 25.2.40

Im Wasser aus dem kleinen Abstreifer gelöste Stoffe

g/kg

zu Bilanz Nr. 2

N H_3	H_2S	C O_2	Öl
11,0	9,52	5,61	0,021

1300

Tabelle 14

Phenolzerlegung
zu Bilanz Nr. 2

Im Abstreifer:	Benzin + Mittelöl	52,9 %
darin	Phenole 150 - 250°	8,6 %
darin	Karbolsäure[1)]	19,28 %
	O-Kresol	8,45 %
	p- u. m-Kresol	28,90 %
	Xylenol	21,60 %
	höhere Xylenole	8,55 %

1) Erstarrungspunkt + 27,5°
Phenolgehalt 72,9%

Tabelle 15

Schwelversuche

Bilanz Nr.		1	2		3	4		Mittel 1 - 4
Ausbeute	%	73,8	67,9		61,5	68,6		67,5
Gehalt: Perles im Abwasserm		1:6,5	1:6,6		1:9,5	1:5,4		1:6,5
		Betrieb	Betrieb	Labor[1]	Betrieb	Betrieb	Labor[1]	Betrieb
[illegible]	%	50,0	50,6	57,2	53,0	50,0	55,7	55,4
[illegible]	%	40,0	39,5	40,7	45,0	45,1	42,1	42,9
[illegible]	%	2,0	0,9	0,5	2,0	4,9	0,7	1,7
[illegible] Verlust	%			1,6			1,9	
Ammoniak % v.Gl. i.Abwasserm		80,8	85,2	74,3	86,2	72,9	78,5	82,9

1) 3/4 - 1 Std. in der Al.-Retorte aufgeheizt auf 550°, 72 Std. auf Temperatur gehalten.

TITLE PAGE

35. Erste Werte von der hydrierenden Verarbeitung von Primärbitumen.
First figures on processing primary bitumen by hydrogenation.

Frame Nos. 1284 - 1286

Hochdruckversuche
La 558

27.10.1942 Ka/Eb.

Erste Werte von der hydrierenden Verarbeitung von Primärbitumen.

Zusammenfassung.

Steinkohleextrakt aus der extrahierenden Hydrierung bei 600 atm läßt sich besser hydrieren als ein Steinkohlenteerpech mit ähnlichem Gehalt an hochmolekularen Anteilen.

Bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl unter Verwendung von Eisenkontakt ist die direkte Hydrierung von Kohle günstiger als die zweistufige Arbeitsweise.

Primärbitumen, das durch extrahierende Hydrierung von schlesischer Steinkohle bei 600 atm in Ka 804 gewonnen worden war, wurde in kurzen Versuchen bei 600 atm mit Eisenkontakt im 10 Ltr.-Ofen auf Benzin und Mittelöl und auf Schweröl überschuß gefahren. Die Ergebnisse sind in der anliegenden Tabelle aufgeführt und mit einem relativ hochasphalthaltigen Steinkohlenteerrückstand (P 1487) verglichen. Bei annähernd gleichem Gehalt an Hochmolekularen (Festes + Asphalt) unterscheidet sich das Primärbitumen von diesem entsprechend seiner Entstehungsart vor allem durch seinen geringen Gehalt an Tetralin-Kresol-Unlöslichem.

		Primärbitumen	P 1487
Tetralin-Kresol-Festes	%	1,2	14,0
Benzolfestes (Tetralin-Kres.-Festes)	%	16,2	8,6
a-Asphalt v. Gz.	%	24,9	18,8
Summe	%	42,3	41,4

Wie der Zusammensetzung nach zu erwarten ist, läßt sich das Primärbitumen mit besseren Ergebnissen auf Schweröl verarbeiten als das Teerpech. Im Gegensatz zu diesem muß mit einer geringen Mittelölrückführung gefahren werden, um den zähen Brei pumpbar zu machen. Außerdem wird eine größere Gasmengegebenötigt, um eine ausreichende Trennwirkung im Abscheider zu erzielen. Bei niedrigerer Temperatur wird ein besserer Asphalt- und Festeabbau erzielt. Die Vergasung liegt mit rd. 11 % (ein Wert) sehr niedrig. Der Versuch war nicht voll ausgefahren; er soll gelegentlich mit höherer Temperatur wiederholt werden.

Bei der Benzin- und Mittelölfahrweise werden dagegen keine günstigen Resultate erhalten. Insbesondere erreichte die Vergasung für einen ölartigen Rohstoff sehr hohe Werte. Damit bestätigt sich die in früheren Versuchen gewonnenen Erfahrung, daß sich Steinkohleextrakte bei der Hydrierung nicht günstiger verhalten als die Steinkohle selbst.

Das zum Vergleich herangezogene Teerpech hätte sich vermutlich nicht auf Benzin und Mittelöl verarbeiten lassen.

Aus den nachstehenden Zahlen läßt sich erkennen, um wieviel vorteilhafter in chemischer Beziehung die direkte Hydrierung von Kohle auf Benzin und Mittelöl gegenüber dem zweistufigen Verfahren ist, was sich vor allem in geringerer Vergasung, höherer Leistung und einer etwas höheren Ölausbeute auf Reinkohle bezogen, äußert. Der Ölgewinn aus der zweistufigen Verarbeitung enthielt mehr Benzin.

Verarbeitung von schlesischer Steinkohle auf Benzin und Mittelöl

	in zwei Stufen			direkt
	1.Stufe	2.Stufe	1+2	
Ausbeute auf R.K. %	79,8	-	58,8	60,0
Ölgewinn-Leistung (ohne Primärbitumen)	0,135	0,272	0,20	0,26
im Ölgewinn				
Benzin-200° %	32,9	24,9	27,0	23,2
Mittelöl %	67,1	75,1	73,0	76,8
Vergasung %	7,5[1])	24,5	26,3	23

Dagegen scheint die zweistufige Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß möglicherweise Vorteile, vor allem hinsichtlich der Vergasung bringen zu können, wenn es gelingt, in der 2.Stufe eine ausreichende Leistung zu erzielen. Hierzu sind weitere Versuche nötig.

gez. Hupfer
" Leonhardt

1) C - Vergasung.

Hydrierung von Primärbitumen.

Fahrweise	Primärbitumen Bi + Mi	Schweröl	s. Vergleich Steinkohlenteerp. P 1487 Schweröl
Kontakte: Eisen-Grude alkal.%	1,5	1,5	2,0
Na_2S	0,2	0,2	0,2
Rückführung Frischöl:			
" Abschlamm	1:0,5	1:0,5	1:0,5
" Schweröl	65:35	-	-
" Mittelöl	-	83:17	-
Fahrbedingungen: Temp. Sohl.	433	428	437
" Ofen	480	476	480
" Absch.	468	464	468
Durchsatz kg- r.Öl/l Ofen/h	0,372	0,524	0,594
Gas m³/ kg. Fr. Öl	3,96	4,03	2,72
Ergebnisse: Rohbilanz aus/ein	98,8	101,4	98,7
Ausbeute	94,7	98,5	97,5
Prakt.Ölgewinn-Leistung	0,271	0,437	0,450
Ölgew.auf R.Fr.Öl	67,2	85,9	76,3
darin Benzin -200	25,7	28,6	11,1
M'Öl 200-325	33,0	37,3	40,7
S'Öl	- 8,7	34,1	48,2
Vergasung auf pr.Ölgew.+Verg.	24,4	19,8	17,4
v.vergastem C: CO	3,7	6,6	5,1
CO_2	1,7	-	-
Abbau d.org.Fest. (Bzl).	95,5	93,4	81,0
(Tetr.Kres.)	93,3	96,7	70,8
Asphaltabbau	94,8	96,7	93,9
Neunbachlamm auf R.Fr.Öl	14,5	10,3	
Neuwasser " " "	2,9	3,5	0,6
Ofen	451	451	455
Datum	21.22.9.42	17.9.42	17.9.4.

TITLE PAGE

36. Versuchsbericht: Verarbeitung der Hydrierkohle Scholven K 1101 vom 30. Sept. 38 bei 250 atm mit Chlor in verschiedener Zugabeform und Snox auf Benzin und Mittelöl im 10 Ltr.Ofen.

Re: processing hydrogenation coal Scholven K 1101 of September 30, 1938 at 250 atm with chlorine, in various forms of admixture and with "Snox" for obtaining gasoline and middle oil. Report on experiments in the 10 liter furnace.

Frame Nos. 1287 - 1330

1237 7 Ferrit 10+ Ltr.

10.10.42. 1. ab

(36)

Versuchsbericht

Verarbeitung der Hydrierkohle Scholven
K 1101 vom 30.9.38

bei 250 atm mit Chlor in verschiedener Zugabeform

und Snox auf Benzin und Mittelöl

im 10 Ltr-Ofen

(Ofen 411 vom 23.9. - 9.10.39)
und vom 25.10.40 - 13.1.41)

1238

Dr. W. Krönig
Dr. G. v. Hartmann
Dr. H. Hupfer

10.10.1942 Hu/Pu

Verarbeitung der Hydrierkohle Scholven K 1101 vom 30.9.38 bei 250 atm mit Chlor in verschiedener Zugabeform und Snox auf Benzin und Mittelöl im 10 Ltr-Ofen

Zusammenfassung.

Da Scholven erwog, anstelle des Ammonchlorids elementares Chlor in den Sumpfofen zu fahren, sollte die Wirksamkeit des Chlors in verschiedenen Zugabearten geprüft werden.

Die Kohle und die Zusammensetzung des Breies war in allen Versuchen dieselbe. Der Kohle wurden 0,06 % Snox zugegeben.

In einem älteren Versuch von Dr. Krönig war Ammonchlorid (1,15 % a.T.K.) zum Kohlebrei zugemischt worden. In den neueren Versuchen wurden die Chlorkontakte, um den technischen Verhältnissen näher zu kommen, durch einen Linsenanschluß in den Ofen gedrückt. Zeitweise wurde die normale Menge NH_4Cl verwendet, zeitweise die Hälfte des Ammonchlorids durch eine ihr annähernd äquivalente Menge elementaren Chlors ersetzt. Die Hauptergebnisse sind in den nachstehenden kleinen Tabellen enthalten:

Chlorkontakt:	NH_4Cl zum Brei	%	1.15	0	0
	" in den Ofen	%	0	1.15	0.6
	Cl_2 " " "	%	0	0	0,45
	Cl gesamt	%	0.76	0.76	0.85
Ofentemperatur		°C	459	462	462
Abbau		%	97,0	97,2	96,5
Leistung			0,21	0,20	0,20
Vergasung		%	25,5	22,5	23,5
Asphalt a.R.K.		%	13,2	17,2	14,3
Bilanz Nr.			1-2	8-9	12-13

Deutlich kommt in diesen Zahlen die günstige Wirkung auf den Asphaltabbau zum Ausdruck, die das Chlor bereits im Vorheizer

entfaltet. Die Vergasung scheint hierbei trotz tieferer Ofentemperatur etwas höher zu liegen.

Der teilweise Ersatz des Ammonchlorids durch elementares Chlor führte zu einer gewissen Verbesserung des Asphaltwertes, die von einer entsprechenden leicht ansteigenden Vergasung begleitet war. Es ist möglich, daß die Änderung der Ergebnisse durch die - an sich nicht beabsichtigte - Erhöhung der Chlorzugabe um 12 % verursacht worden ist. Der gleiche Effekt konnte auch mit Ammonchlorid ohne elementares Chlor durch eine minimale Erhöhung der Reaktionstemperatur erzielt werden.

Daß größere Unterschiede nicht auftreten, ist nicht allzu überraschend, da das elementare Chlor sich mit dem Öl des Kontaktbreies (Anreibeöl) bereits in der dampfbeheizten Leitung vollständig umgesetzt haben dürfte und durch frühere oder spätere Abspaltung überwiegend als HCl im Ofen vorhanden sein müßte, ebenso wie das Chlor des Ammonchlorids, welches bei den hier eingestellten Reaktionsbedingungen praktisch vollständig in HCl und NH_3 zerfällt. +)

Chlor in Form von Tetrachlorkohlenstoff, der sich im Ofen sehr rasch in HCl + CH_4 umsetzen wird, und chloriertes Mittelöl wurden in kurzen Versuchen geprüft. Auch diese Zahlen, die nur als rohe Andeutungen zu werten sind, lassen keine besonderen Effekte erkennen; der Versuch mit chloriertem Mittelöl weist darauf hin, daß eine Verminderung der Chlorzugabe um ca. 30 % zu einem fühlbaren Ansteigen des Asphaltspiegels führt.

Apparativ bedingt die Anwendung von Chlor in aggressiverer Form als NH_4Cl besondere Schutzmaßnahmen. Ein störungsfreier Betrieb erscheint bei Einfahren des Chlorkontaktes zusammen mit einer ausreichenden Menge eines nicht zu Polymerisationen neigenden Spülöls durch ein mit Antimon geschütztes Einführungsrohr möglich. Die Verwendung von reinem Chlor würde vermutlich die Benutzung keramischen Materials nötig machen. Die hier verwendeten Porzellanrohre hielten den am Ofen auftretenden mechanischen Beanspruchungen nicht stand.

Die Verwendung von Cl_2 anstelle des Ammonchlorids erscheint demnach nicht ratsam.

Weiterhin wurde die zeitweilig in Scholven ausgeübte Rückstandsaufarbeitung mit zweimaligem Schleudern des Abschlamms geprüft. Die hierdurch eintretende Verschlechterung des Anreibeöls läßt den Asphaltspiegel derart ansteigen, daß die beabsichtigte Entlastung der Schwelerei zum mindesten zum Teil wieder aufgehoben wird. Außerdem steigt die Vergasung.

Die Versuche wurden ausgeführt von
Dr. Krönig bezw. Dr. v. Hartmann
gemeinsam mit
Dr. Hupfer
Dr. v. Müffling
Dr. Rank

gez. Hupfer

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg
Untersuchungen: Dr. Schiffmann, Dr. Lemme
Dr.v.Füner, Dr. Meier
Dr. Hirschberger, Dr. Scheiner

+) Auch in Drehbombenversuchen (Zusammenstellung 176931 Gr. v. 19.11.40 mit verschiedener Chlorzugabe hatten sich recht gleichmäßige Resultate ergeben.

Versuchsanordnung

Normaler 10 Ltr-Ofen [1]

Breischlange

geliert zu	1100ccm	Anfahrtag	23. 9.39
" "	990 "	"	25.10.40
" "	950 "	"	1.11.40
" "	1200 "	"	21.11.40

Ofen

Ab 25.10.40 mit Kontaktzuführung unten durch einen Linsenanschluß. Das zuerst gewählte Kontaktzuleitungsrohr 3 x 5, V_2 A schloß mit der inneren Ofenwandung ab und steckte zentral in einer 10er Leitung, die mit Mittelöl gespült wurde. Von außen wurde mit Luft gekühlt. Spätere Anordnung s. Versuchsverlauf vom 30.10.40 und 16.11.40.

Geliterter Reaktionsraum des Ofens		Ofenrührer
23.9.-9.10.39	7.80 Ltr	38 V/Min.
25.10.40	8.43 "	38 "

Chlorpresse

Schema siehe anliegende Skizze. Aus der Bombe wird das Chlor unter Eigendruck in ein Tiefkühlgefäß entspannt, in dem es in flüssigem Zustand bleibt. Beim ersten Anfahren wird gleichzeitig die Leitung zur Kontaktpresse entlüftet. Nach Schließen der Bank wird das Tiefkühlgefäß unter 150-200 atm N_2 gestellt und der obere Zylinder der Chlorpresse entlüftet, wodurch sich der untere Pressenzylinder mit Cl_2 füllt. Die Anwendung des hohen N_2-Druckes zum Füllen hat den Vorteil, daß die Böschpumpe der Presse rascher den Ofendruck erreicht, und daß sich damit die Unterbrechung der Chloreinfahrt in den Ofen verkürzt.

Neutralisationsbirne zwischen Ofen und Abscheider, 58/120/475, V_2 A, geliert zu 690 ccm, mit elektrischer Mantel- und Bodenheizung.

Abscheider im Bleibad stehend, mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 23. 9. - 9.10.39
" " " 25.10.40 - 13. 1.41

1) vergl. z.B. Zusammenstellung 20244i Hu vom 9.3.42. (Kl197 auf Bi+Mi)

Versuchsverlauf

23.9.39 Ofen angeheizt

Unter 250 atm, 5000 Ltr Nullgas über Dach entspannt

24.9. Ausgeschaltet und entspannt wegen Reparatur am Luftbad-propeller.

Der Propeller hatte die Stromzuleitung zum Luftbad erfaßt und aufgewickelt.

Wieder angeheizt und unter Druck gestellt wie zuvor.

Ab 12 MV mit Einlauf von 5 kg Startöl: P 1214 (Hibernia-anreibeöl von Rütgers + P 1360 (Mischung verschiedener Ruhrteere) 3:1; einmaliger Einsatz 700 kg.

25.9. Umgestellt auf Kohlebrei:

K 1101 vom 30.9.38 geschroten, getrocknet und gemahlen. + 0,06 % auf T.K. Kontakt 5146 (Zinnoxalat) + 1,5 % 5976 (Ammonchlorid), beide kolloidal in Abstreiferschweröl vom Ofen 411 aus K 1060 gemahlen.

+ Anreibeöl (Startöl) 1:1

+ Abschlammrückführung 1:0,1

Abweichend von Scholven wird hier Abschlammrück-führung benutzt, während in Scholven dünner angerieben wird. Beides dürfte dieselben Wirkungen haben.

Kohledurchsatz 3,5 kg/Std, Gasmenge 3 cbm/kg Kohle. Der Ofen war so zu fahren, daß 95 - 105 % Abschlamm anfielen. Dabei waren folgende Höchsttemperaturen einzu-halten: Schlange 23.5 MV[1], Ofen 24,0 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer als Ofen. 1,3 % Kontakt 2182 (Soda) kolloidal in Abstreiferschweröl in die Birne.

Aufarbeitung: Neuabschlamm mit Schweröl über 325° ver-dünnt und geschleudert. Schleuderrückstand geschwelt. Schweröl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 135° Mittelöl 135 - 325° und Schweröl. Schleuderöl = Rücklauföl.

Abschlammrückführung vor auf. 1:0,3

Die starken Ausschläge der Druckwage deuteten auf erhebliche Quellung der Kohle in der Vorheizung hin.

Kat. 2182 vor auf. 1,5 %

Das Aussehen des Abwassers läßt auf starke Korrosion schließen.

1) Klemmentemperatur 40°

27.9.39 Mit eigenem Rücklauföl

MP 4 (Birne) ausgefallen, wurde mehrmals repariert.

Überdruck an MP 4, der mit der MP nicht durchgerissen werden konnte.

28.9. Kaltgefahren zur Reparatur der Sodabrei-Leitung. 3 x abgeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber.

29.9. Der in die Birne gehende Stutzen war in dem nach der Pumpe zu liegenden Teile mit einer sehr harten kohligen Masse verstopft, ebenso die Zuleitung und der Krümmer vor dem Stutzen. Da die Menge der Krusten gering war, wurde die Birne als sauber angenommen. Die Leitungen wurden gereinigt.

Als Grund für die Verstopfung wurde die Verwendung unfiltrierten Schweröls für den Sodabrei angesehen, dessen Schmutzstoffe sich bei Versagen der MP bei der hohen Temperatur absetzten.

Angefahren.

Defekt an der Innenheizung des Luftbades, wurde repariert.

30.9. Bei 22 MV umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor. Sodabrei in eigenem filtriertem Abstreiferschweröl. Mehrmals Druckdifferenzen bis zu 70 at im Gas-Ausgang hinter dem 10 Ltr-Gefäß.
Deshalb Wasserspülung vor von 100 auf 150 g/Std.
Erneute Druckdifferenz von 20 atm an der gleichen Stelle; sie wurde durch einmaliges Eindrücken von 300 g Wasser und stärkere Beheizung der Ausgangsleitung beseitigt.

Ursache der Störungen waren offenbar Ammonsalze.

1.10. Schluß an der Innenheizung des Luftbades. Da eine Reparatur während des Betriebs nicht möglich war, wurde, um Zeit zu sparen, ohne die Innenheizung weitergefahren.
Filter an der druckl[illegible]osen Wage ausgewechselt.

Durch das verstärkte Heizen der Gasausgangsleitung war Wasser in das Filter gelangt.

Kohledurchsatz vor auf 3.7 kg/Std.

Bei 240 MV Ofent[illegible]el zu wenig Abschlamm an.

2.10. Gasvorwärmer vor von max 9 auf max 11 MV, Gaseingang vor von 1-6 auf 1-8 MV.

Infolge des Ausfallens der Innenheizung war die Temperaturverteilung im Luftbad schlechter geworden. Das Bad war oben 1 MV kälter als unten. Durch stärkere Vorwärmung des Eingangsgases sollte die Badheizung etwas entlastet werden.

3.10. abo <u>Bilanz 1</u>

5.10. Standstörung am 10 Ltr-Gefäß, durch verstärktes Spülen und Entleeren auf Gas beseitigt.

Möglicherweise war infolge einer Verstopfung der Mischdüse durch schlammiges Wasser die Beheizung zu schlecht gewesen.

7.10. abc **Bilanz 2**

8.10. **Kat. 2182 zurück auf 1,2 %.**

In früheren Versuchen hatte ein größerer Überschuß an Soda zur vollständigen Neutralisation angewendet werden müssen. Die Verwendung des mehr Soda enthaltenden Rücklauföls schädigte möglicherweise die Vorheizung. Die hier verwendete größere Birne erhöhte die Verweilzeit berechnet für Gase und Dämpfe auf 2 Sek. und erlaubte wie erwartet eine Verringerung der Sodazugabe.

9.10. **Kaltgefahren.**

Ursprünglich waren Versuche mit Bleikontakten beabsichtigt gewesen, die jedoch wegen anderer dringender Versuche zurückgestellt werden mußten.

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

Analysen	% Pestes	% Asche i.F.	% s-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	13,1	53,3	9,9
Kaltfahröl	7,6	18,0	10,0

10.10. Der Ausbau der Innenheizung ergab, daß die Stromzuführungsdrähte für den Heizkörper an der Durchführung durch die Blechzylinder abgebrochen und deutlich verschmort waren.

Augenscheinlich war dort die Isolierung durch das Rütteln des Bades defekt geworden.

Die Schlange wurde ausgebaut und zu 1025 ccm gelitert. Sie hatte demnach nach einer Fahrzeit von 14 Tagen nur 6,8 % ihres Anfangsvolumens verloren.

25.10.40 Ofen angeheizt

Unter 250 atm, 5000 Ltr. Nullgas über Dach entspannt.

26.10. Ab 10,5 MV mit Einlauf: P 1214 getoppt bis 325°. Einmaliger Startöleinsatz 700 kg.

Bei 22.5 MV umgestellt auf Kohlebrei: K 1101 vom 30.9.38 getrocknet und gemahlen, + 0,06 % auf T.K. Kontakt 5146 (Zinnoxalat) kolloidal 50%ig, zunächst in P 1214 getoppt, + Anreiböl (Startöl) 1:1, + Abschlammrückführung 1:0,3.

Da der Versuch eilig durchgeführt werden sollte, wurde die hier greifbare und nicht die jetzt von Scholven gefahrene schlechtere Zweckelkohle verwendet. Um eine unmittelbare Vergleichsmöglichkeit mit dem früheren Versuch zu haben, wurde nur mit Snox und nicht wie z.Zt. in Scholven mit Snox + Bleiazetat

gearbeitet. Auch die übrigen Bedingungen waren, abgesehen vom Chlorkontakt, im wesentlichen die des früheren Versuches.

Kohledurchsatz 4,0 kg/Std, Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Mit 0,7 % = 26 g/Std Tetrachlorkohlenstoff verdünnt mit Mittelöl (zunächst aus P 1416 vom Ofen 411) auf 200 g/Std in den Linsenanschluß.

Scholven erwog, elementares Chlor anstelle des bis jetzt verwendeten Ammonchlorids in den Ofen zu fahren. Hier wurde CCl_4 als Chlorträger gewählt, da es in seiner Wirkung dem elementaren Chlor vermutlich nahekommt und sich in Mischung mit Mittelöl besser pumpen und dosieren läßt.

100 g/Std Mittelöl in den Linsenanschluß außen (siehe Versuchsanordnung)

Abschlammprozente und Temperaturen wie beim früheren Versuch.

Rechnerisch ergibt sich aus diesen Bedingungen ein übermäßiger Rücklaufölüberschuß. Dieser sollte zur Erhaltung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse in Kauf genommen werden.

Aufarbeitung des Anfalls wie zuerst, nur wurde das Benzin bei 203° abgeschnitten.

1,5 % Kat. 2182 (Soda) verdünnt mit Anreiböl auf 300g/Std. in die Neutralisationsbirne.

29.10. Mit eigenem Rücklauföl und eigenem Mittelöl und Schweröl für Kontaktmischung und Spülungen.

abc **Bilanz 3**

Es wurden nur Proben des Anfalls ohne Gasanalysen zur Untersuchung gegeben. Ursprünglich war beabsichtigt gewesen, am 30.10. eine normale Bilanz zu nehmen.

30.10. Der Ofen wurde am Linsenanschluß undicht und entspannte sich völlig. Alles ausgeschaltet, umgestellt auf Anreiböl und kaltgefahren.

Wie der Ausbau zeigte, war das Chlorzuleitungsrohr (V_2A) in einer Länge von 100 mm vom Ofen an aufgelöst und verschwunden. Auch der Linsenanschluß und die Linse selbst waren vor allem nach oben hin angefressen. Der Anschluß enthielt koksartige Ansätze, die vermutlich aus eingedrücktem und durch das Chlor polymerisiertem Kohlebrei entstanden sind. Sie hatten folgende Zusammensetzung:

Benzol festes	86,0 %
Asche im Festen	48,3 %

Das Benzolfeste war körnig bis pulverig und enthielt steinharte Brocken von schwarzer bis graubrauner Farbe. Der Mikrobefund zeigte ein Pulver von koksartigem Charakter, durchsetzt mit Quarzkörnchen. Der Ofenrührer war nicht angegriffen.

Der Linsenanschluß wurde erneuert und das V_2A-Chlorzuleitungsrohr durch ein weiteres Porzellanrohr ersetzt, das eng in das Rohr des Linsenanschlusses eingepaßt wurde. Auf die Umspülung mit Mittelöl wurde verzichtet.

Die Schlange wurde ausgebaut und zu 765 ccm gelitert. Sie hatte also nach einer Fahrzeit von nur 5 Tagen infolge des anormalen Abstellens 23 % ihres Volumens verloren und wurde daher ausgewechselt.

In dem nächsten Versuch sollten weitgehend die Fahrbedingungen von Scholven eingestellt werden.

1.11. Angefahren wie zuvor.

2.11. Ab 11 MV mit Einlauf: Rücklauföl aus K 1101 vom bisherigen Versuch.

Ab 14,5 MV umgestellt auf P 1214 gst.

Um die Vergleichbarkeit mit dem vorhergehenden Versuch zu erhalten, wurde dasselbe Startöl verwendet. Einmaliger Einsatz wiederum 500 kg.

Bei 22,5 MV umgestellt auf Kohlebrei wie am 26.10.

Mit 1.15 % 5976 (NH_4 Cl) kolloidal in Abstreiferschweröl verdünnt auf 300 g/Std. in den Linsenanschluß.

Sämtliche übrigen Bedingungen wie am 26.10.

3.11. 5 Stunden lang Reparatur an MP 5 (Linsenanschluß). Solange wurde Abstreiferschweröl ohne Kontakt eingedrückt.

4.11. Kontaktbrei 5976 in Anreiböl anstelle von Abstreiferschweröl.

Das Absitzen des Kontaktes sollte durch Verwendung des schwereren Anreiböls verhütet werden.

Störung an MP 5 (Linsenanschluß). In der Pumpe wurden geringe Mengen von Ansatz gefunden, die 76 % Festes enthielten. Das Feste war zu 98,44 % wasserlöslich.

Wahrscheinlich war der Kontakt ungenügend gemahlen.

5.11. Mit eigenem Rücklauföl.

Die Sodabreileitung zur Birne verstopfte sich und war auch mit der H.P. nicht freizudrücken.

Um eine Analyse nehmen zu können, wurde noch einen Tag lang ohne Neutralisation weitergefahren.

abe **Bilanz 4**

6.11. Mehrfach Druckdifferenzen bis zu 60 atm in der Gasausgangeleitung hinter dem 10 Ltr-Gefäß, die sich durch Beheizen mit Mischwasser von 60° nicht, wohl aber durch Wasserspülung zunächst beseitigen liessen.

Die Ursache der Störungen sind sicher durch das Fehlen der Chlorneutralisation verstärkte Ammonsalzablagerungen, zu deren Verhinderung die normale Wasserspülung nicht ausreicht.

ab **Bilanz 5**

Analysen vorzeitig abgehängt und umgestellt auf Anreiböl, da die Druckdifferenz schließlich auf 100 atm anstieg. MP 5 (Linsenanschluß) ohne Kontakt. Ofen kaltgefahren.

MP 1 (Ofen unten) und MP 5 umgestellt auf Abstreiferschweröl.

7.11. Umgeschlossen auf 230 atm und 3 x abgeschlammt, ging gut. Den Mengen und Analysen nach war der Ofen sauber.

Mengen in g	I	II	III
Ofen	9200	10000	10000
Abscheider	1200	2750	1500

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% a-Asphalt
Ofenabschlamm I	14,1	58,8	7,9
" II	6,3	19,o	8,7
Kaltfahröl	8,o	29,o	8,5

Die Kontaktleitung zur Birne wurde ausgebaut. Sowohl sie wie der Kontakteingangsstutzen der Birne waren verstopft. Sie wurden ausgebohrt. Der Ansatz bestand zu 82,8 % aus Benzolfestem mit 54,8 % Asche. Von dieser waren 81,6 % wasserlöslich und enthielten der qualitativen Prüfung nach $Na_2 CO_3$ und Chloride.

Offenbar hatte die Soda auch zum Absitzen des Anreiböls festen geführt. Die Mahlfeinheit des Kontaktbreies 2182 wurde geprüft, da ungenügende Mahlung an dem Zugehen der Birnenzuleitung schuld sein konnte. Die Sieb-Analyse (siehe Tabelle 16) lässt jedoch erkennen, daß hierin nicht die einzige Ursache der Störungen zu suchen ist, wenn auch die Mahlung hätte besser sein können.

Die Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr-Gefäß wurde erneuert.

1297

An den Linsenanschluß wurden angeschlossen:

a) MP 5 zum Eindrücken von NH_4 Cl-Brei

b) eine Chlorpresse

c) MP 6 als Reserve für chloriertes Mittelöl

Parallel zu den beiden bisherigen Versuchen sollte nun in genau der gleichen Anfahrweise die Wirkung von elementarem Chlor oder, falls die Chlorzuführung Schwierigkeiten machen würde, von chloriertem Mittelöl als Zusatz zum Ammonchloridbrei untersucht werden.
/z.T. Da das elementar zugeführte Chlor auch in organisch gebundener Form in den Ofen gelangen wird, ist von beiden Zuführungsweisen praktisch die gleiche Wirkung zu erwarten.

Angefahren wie am 25.10. mit P 1214 getoppt.

8.11. Bei 22.5 MV umgestellt auf Kohlebrei wie am 26.10.

0,6 % 5976 verdünnt mit Anreiböl auf 300 g/Std. und 100 g/Std. chloriertes Mittelöl 1) in den Linsenanschluß (MP 6)

Die Chlorpresse war noch nicht in Ordnung.

Sonstige Bedingungen wie zuvor.

MP 6 umgestellt auf 20 g P 35 ($C Cl_4$) verdünnt mit Mittelöl auf 100 g/Std.

Das mit Chlor gesättigte Mittelöl entwickelte Dämpfe, die ein einwandfreies Pumpen unmöglich machten.

9.11. MP 6 umgestellt auf 200g/Std. chloriertes Mittelöl + unbehandeltes Mittelöl 1:1.

Diese Mischung ließ sich einwandfrei fördern.

10.11. Leichte Produktstandstörung, durch mehrfaches Hochziehen behoben. Möglicherweise waren Ammonsalzablagerungen die Ursache.

Zeitweise Überdruck an MP 5 und 6.
Infolge einer Beschädigung der Dampfleitung war die Druckleitung zum Ofen zu kalt geworden.

11.11. Mit eigenem Rücklauföl.

ab <u>Bilanz 6</u>

Anschliessend 15 g/Std. Cl_2 mit der Chlorpresse in den Linsenanschluß und ohne chloriertes Mittelöl (MP 6)

12.11. 100 atm Überdruck an MP 5 (Linsenanschluß), durch Spülen mit der HP durchgerissen.

13.11. Zeitweilig mit chloriertem Mittelöl wie am 9.11. anstelle von Chlor. Die Chlorpresse hatte sich nicht füllen lassen, da sie mit festem Dreck verstopft war. Dieser enthielt in der Ursubstanz 4,89% NH_3 und 19,6% Cl sowie 61,7 % Wasserunlösliches. Der wasserunlösliche Rückstand gab 2,5 % Asche. Offensichtlich war die Verstopfung durch

1) Das Mittelöl war bei Zimmertemperatur mit Chlor gesättigt worden. Es enthielt folgende Chlormengen: Probe v.7.11.40 5,13%
Probe v.9.11.40 3,83%

5976-Brei entstanden, der beim Anhängen der Chlorleitung xxxxxxx zurückgedrückt worden war. Um solche Störungen zu vermeiden, wurde von nun an die Leitung vor Öffnen des Ventils zum Ofen mit einer HP auf den nötigen Druck gebracht.

Beim Eindrücken des elementaren Chlors stieg die Dichte des Ausgangsgases von 6,4 auf 7,9 % N_2, um beim Abstellen des Chlors wieder abzusinken.

Vielleicht hatten sich in dem flüssigen unter 200 atm N_2 eingefüllten Chlor erhebliche Mengen Stickstoff gelöst.

14.11. Verstopfung der Sodabreileitung zur Birne. MP 4 abgestellt. Die Störung vom 5.11. hatte sich also wiederholt. Vielleicht haben gelegentliche Pumpenstörungen zu dem Absitzen geführt. Möglicherweise wurde aber auch durch die diesmal neu eingeführte Bodenheizung der Birne der seitlich eingehende Sodabreistutzen zu heiß und dadurch das Öl des Kontaktbreies zu dünn.

2 x Ausfall der KBP II, durch Spülen behoben.

150 atm Überdruck an MP 5 (Linsenanschluß), wurde mit der HP durchgerissen.

ab Bilanz 7

Anschließend Fat. 5976 vor auf 1,15 %; Chlorpresse abgestellt.

Unter Verzicht auf die Neutralisation sollte der Unterschied zu dem Zusatz des elementaren Chlors noch einmal erfaßt werden.

15.11. Erneut Überdruck an MP 5 (Linsenanschluß). Daher umgestellt auf Rücklauföl und kaltgefahren.

Das erste Abschlammen ging anfangs gut. Plötzlich fing der Ofenrührer an, aufzustoßen, sodaß er abgeschaltet werden mußte. Nach Ausbau des Ofenabschlammventils 4, das sich verstopft hatte, und nach mehrmaligem Eindrücken von Öl mit der HP konnte 3 x abgeschlammt werden.

Mengen	I	II	III
Ofen	17 800	7 950	9 500
Abscheider	1 950	1 150	1 700

Analysen	% Pesten	% Asche i.T.	% s-Asphalt in Öl
Ofenabschlamm I	8,4	50,2	7,0
Kaltfahröl	6,1	13,7	14,3 (?)

16.-20.11. Der Ausbau zeigt folgendes:

Das in den Linsenanschluß eingekittete Porzellanrohr war abgebrochen und zwar wohl schon seit einiger Zeit, da das Außenrohr etwas korrodiert war. Möglicherweise ist dies beim Durchreißen einer der häufigen Verstopfungen der Kontaktleitung geschehen. Das abgebrochene Stück ist beim Abschlammen - vielleicht infolge des hinter ihm stehenden Überdrucks - in den Ofen gefallen und von dem Rührer zerkleinert worden. Die zerbrochenen Stücke fanden sich am Boden des Ofens eingebacken in einem harten Rückstand (130g), der 49,3 % Asche enthielt.

Der Rührer war infolge des Aufstoßens in Höhe von 50 cm oberhalb der Krone und unterhalb des Verdrängerkörpers gestaucht. Die Zackenkrone war an einer Stelle ausgebrochen. Der Rührer (V_2A) zeigte auch diesmal wie am 30.10. keine erkennbaren Korrosionsschäden.

Dagegen war die druckfeste Hülse am obersten Ende, das unnötigerweise rund 100 mm in den toten Gasraum hineinragte, stark korrodiert. Daraufhin wurde beim nächsten Versuch eine um 200 mm kürzere Hülse eingebaut.

Beim Reinigen des Druckrohres vom Ofen fielen 480 g Krusten (85,9 % Festes, 83,9 % Asche im Ganzen) an, d.h. etwa die vierfache Menge des Normalen; möglicherweise war zeitweilig mehr Chlor als vorgesehen in den Ofen gelangt.

Die Leitung zum Birnenstutzen wurde ausgebohrt. Die Untersuchung der Ansätze aus dem Bogen vor der Birne und aus der Reduzierlinse vor der Birne, dem härtesten Teil der Verstopfung, ließ erkennen, daß zunächst abgesetzte Soda die Leitung hat zugehen lassen und daß dann Festes aus dem Ofeninhalt allmählich in den Stutzen gespült worden und dort angebacken ist.

		Ansatz aus dem Bogen vor der Birne	Ansatz aus der Reduzierlinse vor der Birne
Festes	%	68,1	73,3
Asche in Festem	%	85,3	74,4
Wasserunlöslich v.F.	%	2,2	55,5
Asche v.Wasserunlöslichem	%	45,0	69,1
in dieser Asche		-,-	Fe_2O_3
Im Wasserlöslichen	Na	sehr viel	sehr viel
	CO_2	viel	viel
	Cl	wenig	wenig
	NH_3	kein	wenig

Zur Vermeidung dieser Ansätze wurde der Birnenstutzen mit Luftkühlung versehen und die Bodenheizung nicht mehr eingeschaltet. Der Ofen wurde mit einem neuen Linsenanschluß versehen, der ein Prozellanrohr eingebettet in Antimonmetall enthielt, und wieder eingebaut. Das gegen HCl praktisch unempfindliche Antimon würde auch bei einer Zerstörung des Prozellanrohres jede Korrosion des Anschlusses verhindern.

Die Breischlange wurde ausgewechselt.

21.11. Mit Rücklauföl angefahren.

22.11. Bei 22,5 MV umgestellt auf Kohlebrei wie vor dem Abstellen am 15.11. Alle Bedingungen unverändert.

Da größere Feuchtigkeitsmengen das Anbacken der Soda begünstigen könnten, wurden Proben untersucht, die indessen nur geringe Wassermengen erkennen liessen.

Anreiböl	Spuren H_2O
Sodabrei	0,6% "
Abstreiferschweröl	0,1% "

23.11. Ofenhöchsttemperatur vor auf 24,2 MV

Zur Einhaltung der Abschlammprozente

Mit Kat. 2182 im Anreiböl gemahlen.

Bisher war die Soda in reinem Abstreiferschweröl gemahlen worden, was nicht nötig ist, da der Kontaktbrei vor dem Pumpen mit Anreiböl verdünnt wurde.

24.11. Überdruck an MP 4 (Birne); die Verstopfung war mit der HP nicht durchzureißen. Daher umgestellt auf Rücklauföl und kaltgefahren. 3 x abgeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen, wie zu erwarten, sauber.

Mengen	I	II	III
Ofen	8 840	8 560	10 600
Abscheider	1 000	1 110	1 800

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	11,4	52,7	8,5
Kaltfahröl	7,3	15,5	11,9

25.11. Die Leitung zur Birne war, wie der Ausbau ergab, im Bogen vor dem Birneneingang bis zur Reduzierlinse hin verstopft. Die Leitung vom Bogen zur Birne war frei. Offenbar war die Strömungsgeschwindigkeit in dem vor dem Bogen befindlichen 1 m langen vertikalen 6er Rohr, in dem der Sodabrei abwärts strömte, zu gering für die Sodakonzentration von 20 %, sodaß Absitzen im Bogen erfolgte.

Zur Ausschaltung dieser Störungsquelle wurde von nun an die Konzentration des Sodabreies auf unter 15 % vermindert durch Verdünnen mit Anreiböl auf 500 g/Std. Außerdem wurde die Sodabrei leitung nicht mehr mit Dampf, sondern mit Mischwasser beheizt, um das Öl dicker und damit tragfähiger zu halten.

Ofen angefahren.

26.11. Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie vor dem Abstellen, Sodaeinspritzung wie zum 25.11. angegeben.

Zeitweilig Überdruck an MP 4 (Birne) infolge ungenügender Beheizung der Druckleitung. Die Mischdüse war verstopft; sie wurde mittels Durchblasen von N_2 freigemacht.

27.11. Sämtliche Hydros nachgeeicht.

Die Hydroanzeige des Ölmeßgefässes wich um rund 10 % von der des Anreiböl vorratsgefässes ab. Möglicherweise sind die Mischungen für die bisherigen Versuche nicht ganz einwandfrei gewesen.

Abschlammprozente vor auf 105 - 115

Infolge des verstärkten Einpumpens von Anreiböl in die Birne mußte mehr Abschlamm anfallen.

28.11. Ofenhöchsttemperatur vor auf 24,5 MV.

Um die Abschlammprozente einhalten zu können. Die größere Anreiböleinspülung in die Birne führte offenbar zu verstärkter Kondensation.

Kohledurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std., Ofenhöchsttemperatur zurück auf 24,2 MV.

Bei ausgefahrener Temperatur war die Gasdichtedifferenz zu hoch angestiegen.

29.11. Kohledurchsatz weiter zurück auf 3,4 kg/Std.

Es war zuviel Abschlamm angefallen.

30.11. ab

<u>Bilanz 8</u>

Anschließend Verdünnung des Sodabreies auf 400 g/Std. verringert.

Es sollte versucht werden, mit etwas geringerem Ölkreislauf auszukommen (s. 28.11.)

2.12. Kohledurchsatz weiter zurück auf 3,1 kg/Std.

Der Abschlammanfall war noch zu groß gewesen.

3.12. Umgestellt auf Rücklauföl, Temperatur zurück auf 22 MV, Öldurchsatz zweitweise 15 kg/Std.

Die dauernde Verschlechterung der Ofenleistung ließ es möglich erscheinen, daß durch die Zugabe des Chlorkontaktes in dem Ofen Polymerisationen stattfinden, deren Produkte sich im Ofen ansammeln und zur Verringerung des Reaktionsraumes führen. Daher wurde versucht, den Ofen durch Spülen zu reinigen.

Wieder umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor.

Kohledurchsatz vor auf 4,o kg/Std.

Es wurde erhofft, daß der gereinigte Ofen nun eine höhere Leistung gibt. Tatsächlich liegen nun auch die Abschlammprozente wieder in der Höhe der früheren Versuche.

Die Kontaktbreie wurdenauf ihre Beschaffenheit hin untersucht. Es ergaben sich folgende Werte:

Kontakt Nr.		2182	5146	5376
Festes	%	46,4	52,o	64,8
Wasserlöslich v.F.	%	91,75	-	95,5
Asche in Wasserunlöslichem	%	25,5	-	26,4

Die Konzentration des Ammonchloridbreies war also etwas zu hoch.

4.12. Kohledurchsatz zurück auf 3,5 kg/Std.

Es sollte nun im Gegensatz zu den bisherigen Versuchen ohne Temperaturerhöhung auf normalen, d.h. niedrigeren Anreibeölüberschuß gefahren werden.

5.12. Mit Kat. 5146 30%ig in Anreibeöl gemahlen.

In dem Abstreiferschweröl hatte es zu sehr zum Absitzen geneigt.

6.12. ab **Bilanz 9**

7.12. Neue Rückstandsaufarbeitung: Verdünnungsöl = Abstreiferschweröl über 325° + Schwelöl + Schleuderöl II

1) Abschlamm verdünnt mit Verdünnungsöl auf 16 % Festes und geschleudert. Schleuderöl I zum Anreibeöl.

2) Schleuderrückstand I verdünnt 1:1 mit Verdünnungsöl und geschleudert. Schleuderöl II zum Verdünnungsöl.

3) Schleuderrückstand II geschwelt, Schwelöl zum Verdünnungsöl.

Anreibeöl = Schleuderöl I + Überschuß an Verdünnungsöl

Abstreifer ohne Schwelöl destilliert wie bisher.

Dies entspricht der seinerzeit in Scholven geübten Aufarbeitung mit dem Unterschied, daß dort der Schleuderrückstand I mit Mittelöl 1:0,5 verdünnt wurde, da der höheren Festekonzentration im Abschlamm wegen das gesamt verfügbare Schweröl als Verdünnungsöl in die 1. Schleuderstufe ging.

9.12. Mit dem neuen Rücklauföl.

11.12. ab **Bilanz 10**

Anschließend Kat. 5976 zurück auf 0,6 % und mit 15 g/Std. Chlor in den Linsenanschluß.

Der Versuch, 5976 teilweise durch elementares Chlor zu ersetzen, sollte mit der neuen Rückstandsaufarbeitung wiederholt werden, da Dr. Urban es für möglich hielt, daß in der Anfangszeit der Ofen so günstig lag, daß ein Chloreffekt nicht erkennbar werden konnte.

Chlorpresse an der Stopfbüchse sehr stark undicht, abgestellt und repariert.

12.12. Kat. 5976 vor auf 1.15 %

Bis zum Wiederanfahren der Chlorpresse.

Bei dem Versuch, die Chlorpresse wieder einzuhängen, zeigte sich eine Verstopfung des Ventils vor der Vereinigung der Chlorleitung mit der Kontaktbreileitung.

Bei dem plötzlichen Undichtwerden und Abblasen der Chlorpresse am 11.12. war etwas Kontakt in das Ventil und die Chlorleitung gedrückt worden.

13.12. Chlorleitung und Ventil wurden freigemacht.

0,4 % = 15 g/Std. Cl_2 in den Linsenanschluß.

14.12. Kat. 5976 zurück auf 0,6 %

Druckleitungen mit Mitteldruckdampf beheizt.

Infolge der kalten Außentemperatur waren die Druckleitungen bisher nicht genügend beheizt worden, sodaß die Druckwage sehr breit geschrieben hatte. Die Wage schrieb jetzt wieder normal.

15.12. Mehrfach Überdruck an MP 5 (Linsenanschluß), durch Spülen mit der HP durchgedrückt.

16.12. Überdruck am Linsenanschluß, der nicht zu beheben war. Daher Chlorpresse und MP 5 abgestellt. Umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 2 x abgeschlammt, ging anfangs etwas schwierig, da die Abschlammventile 3 und 4 verstopft waren. Sie wurden durch Eindrücken von Öl mit der HP freigemacht. Der Menge an Ofenschlamm II nach war der Ofen sauber. Vom Ofenabschlamm I waren 3 - 4 kg verloren gegangen.

Mengen	I	II
Ofen	3 860	9 800
Abscheider	2 080	1 320

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	13,8	33,5	11,4
Kaltfahröl	13,0	32,7	10,7

Der Linsenanschluß war in einer Länge von rund 100 mm vom Ofen her verstopft. Eine zweite Verstopfung fand sich in der Kontaktleitung vom Rückschlagventil an aufwärts und in diesem selbst.

Analysen		Ansatz aus dem Linsenanschluß	Ansatz aus dem Rückschlagventil
Festes	%	80,0	62,0
Asche i.F.	%	12,0	11,5

Das NH_4 Cl war in Anreiböl suspendiert worden. Da das Anreibeölfeste der letzten Fahrzeit mehr Asche enthielt (rund 20 - 30%), ist der Beweis erbracht, daß Polymerisationen durch das Chlor die Verstopfungen verursacht haben. Da das Feste der Ansätze an beiden Stellen die gleiche Zusammensetzung hat, ist die Vermutung ausgeschlossen, daß etwa in den Linsenanschluß gelangter Ofeninhalt das Zugehen des Rohres bewirkt haben könnte.

Der Linsenanschluß wurde ausgebohrt und die Kontaktleitung erneuert.

20.12. Angefahren.

21.12. Bei 22,5 MV umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor.

Absperrventil der Chlorleitung zur Kontaktbreileitung verstopft. Die Verstopfung ließ sich nicht mit der HP durchdrücken. Daher umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 2 x abgeschlammt, ging gut.

Die Kontaktleitung war vom Absperrventil bis zum T-Stück vor dem Rückschlagventil verstopft. Sie wurde erneuert.

Ursache der Störung waren offenbar Chlorpolymerisationen.

22.12. Ofen mit Anreiböl angefahren.

Chlorpresse war beim Anfahren stark undicht, obwohl sie vorher neu verpackt worden war. Sie wurde abgestellt und repariert.

23.12. Chlorpresse wieder undicht; sie wurde ausgebaut.

Ofen kaltgefahren.

24.12. Der Ausbau der Chlorpresse ergab, daß der Plunger angefressen war. Er wurde ausgewechselt.

25.12. Ofen angefahren.

Chlorpresse angefahren, war wieder stark undicht und mußte abgestellt werden.

Früher hatte die Chlorpresse einwandfrei gearbeitet. Möglicherweise hat damals die Gegenwart eines Restes von Mittelöl aus der Zeit vor dem Anfahren der Presse einen längeren Betrieb ermöglicht.

Druck erhöht auf 600 atm.

Da während der Feiertage die Reparatur der Chlorpresse nicht möglich war, sollte nun ein für später vorgesehener Versuch mit Snox und Ammonchlorid bei 600 atm durchgeführt werden.

Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor, Durchsatz und Bedingungen unverändert. 1.15 % 5976 in den Linsenanschluß.

Zeitweilig umgestellt auf Öl wegen Ausfallen des Kompressors.

26.12. Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,0 MV, Kohledurchsatz vor auf 4,0 kg/Std.

Dem höheren Druck entsprechend.

Ofen hoch auf 29,5 MV infolge einer Störung des Thermostaten.

Umgestellt auf Öl und Druck zurück auf 230 atm.

Da die Reparatur der Chlorpresse rascher als ursprünglich vorausgesehen beendet sein sollte, wurde auf die Vorwegnahme des 600 atm-Versuchs verzichtet.

27.12. Druck erhöht auf 250 atm

Chlorpresse angefahren wie bisher.

Die Packung war nun auf beiden Seiten mit Asphaltringen versehen. Außerdem wurden einige ccm Mittelöl in der Presse belassen. (s. 25.12.)

Bei 22,5 MV umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie vor dem 25.12.

31.12.40 ab Bilanz 11

2.1.41 Rückstandsaufarbeitung mit 1 x Schleudern (vgl. 26.10.40)

Das zweimalige Schleudern hatte zu einer stetigen Verschlechterung des Anreibeöls geführt.

3.1. ab Bilanz 12

5.1. abc Bilanz 13

Die Analysen mußten vorzeitig abgehängt werden, da an der Chlorpresse und an MP 5 (Linsenanschluß) Überdruck auftrat, der nicht mit der HP durchgedrückt werden konnte.

Umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Die Chlorpresse wurde abgehängt, entspannt und mit Mittelöl gespült und voll gestellt.

Wieder dürfte es sich um Zusetzen der Leitung durch Chlorpolymerisationen gehandelt haben. Diesmal ist die Störung am 8. Tage nach dem Anfahren mit Chlor eingetreten, während sie am 16.12.40 5 Tage nach dem Beginn des Chlorfahrens stattfand.

6.1. Ofen 3 x abgeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

Mengen	I	II	III
Ofen	9 600	6 580[1)]	9 800
Abscheider	1 250	850	850

1) rund 2 kg gingen verloren.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	14,4	42,4	12,0
Kaltfahröl	14,2	46,0	11,8

Die Kontaktleitung zum Linsenanschluß hatte folgenden Inhalt:

1) Vom Linsenanschluß bis zur Hälfte des Weges zum 1. Bogen trockener Ansatz, der ausgetohrt wurde.

2) Von dort bis vor den 3. Bogen (vom Ofen aus gesehen) mit halbfestem Dreck, der sich mit der HP bei 8-900 atm wurstförmig herauspressen ließ.

Der Ansatz aus dem 1. Bogen erwies sich unter dem Mikroskop als mit Fasern durchsetztes schwarzes Pulver von ausgesprochenem Kokscharakter. Der Ausbaubefund zeigt wieder, daß sich elementares Chlor auch bei tiefen Temperaturen (100°) nicht mit Anreiböl in derselben Leitung fahren läßt.

Die Kontaktleitung wurde wieder zusammengebaut und gespült.

Ofen angefahren.

7.1. Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor

Mit 1,15 % 5976 in den Linsenanschluß. Ohne Chlor.

Der Versuch mit elementarem Chlor war abgeschlossen. Es wurde nun noch einmal ein Gegenversuch mit Ammonchlorid allein angestellt, um den Unterschied der beiden Fahrweisen zu erhärten.

12.1. ab Bilanz 14

Anschließend zur Beendigung des Versuches umgestellt auf Öl und kaltgefahren.

13.1. 3 x abgeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

Mengen	I	II	III
Ofen	8 760	8 480	9 450
Abscheider	1 150	1 250	1 750

1307

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	13,9	37,1	10,6
Kaltfahröl	21,8 ?	17,7	9,3

Die Breischlange wurde ausgebaut und zu 925 ccm gelitert. Sie hatte somit nach einer Fahrzeit von 43 Tagen mit Kohlebrei und einer Gesamtfahrzeit von 50 Tagen 23 % ihres Anfangsvolumens verloren. Die Verkrustung war also normal.
Der Ofen wurde ausgebaut und geöffnet. Er war sauber und zeigt keine besonderen Korrosionsspuren. Das Prozellanrohr im Linsenanschluß war etwa in der Mitte in 2 Stücke gerissen, wahrscheinlich durch die Längung des Stutzens beim Anheizen
Abscheider und Förderschnecke waren sauber.
Das T-Stück für die Wasserspülung in den Abscheiderausgang wurde ausgebaut; es erwies sich als nicht angegriffen.
Der Schlangenkühler wurde zu 640 ccm gelitert. Der Berechnung nach müßte er rund 471 ccm fassen (10 x 23 x 6000, V_2A).
Danach hatte die Wandstärke im Laufe jahrelanger Versuche um rund 0,8 mm abgenommen. Ein Ersatz war noch nicht notwendig.

1308

Versuchsergebnisse

Die Versuche hatten den Zweck, die Wirkung des Chlors in verschiedener Zugabeform und -Art bis 250 atm zu prüfen. Daher hatte der Kohlebrei in allen Versuchen dieselbe Zusammensetzung:

Kohle: Rücklauföl 1 : 1
Kohle: Rückführabschlamm 1 : 0,3

In allen Fällen wurden der Kohle 0,06 % Zinnoxalat zugegeben.

I. Versuche mit 1,15 % Ammonchlorid.

In einem kurzen Versuch (Bilanz 1-2) im Jahre 1939 wurde das Ammonchlorid kolloidal zum Kohlebrei gegeben. Trotz des mit 0,43 hohen Reinkohledurchsatzes wurde bei 459° Ofentemperatur ein guter Abbau (rund 97 %) erzielt. Die Leistung betrug nur 0,21[1], da ein zu hoher Anreibeölüberschuß anfiel. Die wichtigsten Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle denen des späteren Versuchs gegenübergestellt:

Bilanz Nr.	1-2	4-5	8-9	10[2]	14
Ammonchlorid	zum Brei gegeben	durch Linsenschluß in den Ofen	"	"	"
R.K.Durchsatz	0,43	0,44	0,39	0,38	0,39
Ofentemperatur °C	459	460	462	462	463
Abbau	97,0	94,6	97,2	96,9	97,0
Leistung	0,21	0,22	0,20	0,20	0,20
Vergasung	25,5 ?	22,4	22,5	23,7	23,1
Asphalt a.R.K.	13,2	9,5	17,2	21,1	13,9
" i.festefr.Rü'öl	9,5	6,5	11,7	14,5	9,4
" i.Anreibeöl	9,0	8,3	10,8	12,4	8,0
Anreibeölüberschuß	29,6	28,4	32,5	30,3	31,0

Der unmittelbare Parallelversuch mit Einführung des Ammonchlorids in den Ofen unter sonst gleichbleibenden Bedingungen (Bilanz 4-5) ist insofern nur beschränkt vergleichbar, als die Werte nach zu kurzer Fahrzeit erhalten worden sind. Die mittlere Betriebsstundenzahl betrug 85 gegen 214 bei den Bilanzen 1-2. Daraus erklärt sich die an sich nicht zu erwartende niedrige Lage der Asphaltzahlen. Das Sinken des Abbaues und die Tatsache, daß in den weiteren Versuchen trotz niedrigerem Durchsatz und höherer Ofentemperatur keine besseren Ergebnisse erhalten wurden als die der Bilanzen 1 und 2, läßt deutlich erkennen, daß die Gegenwart des Chlors in der Vorheizung für die Kohleverflüssigung von erheblichem Vorteil ist. In der gleichen Richtung wie die Änderung des Ortes der Kontaktzugabe wirkt die Anoxydierung der Kohle, die, wie aus den Elementaranalysen zu schließen ist, durch das Lagern zwischen den Versuchsperioden in geringem Umfang eingetreten ist, und die nach früheren

1) Wert der Bilanz 2; Bilanz 1 war noch zu weit vom Gleichgewicht entfernt.
2) Aufarbeitung mit 2maligem Schleudern.

Erfahrungen an sich schon ein wenig ungünstigere Resultate erwarten lassen muß.

In den weiteren Versuchen dieser Fahrweise wurde zur Verhütung eines weiteren Ansteigens des Anreibeölüberschusses der Durchsatz vermindert und die Temperatur auf 462° (Bilanz 8-9) erhöht. Durch diese Maßnahmen hob sich der Abbau auf 97%. Der Anstieg des Asphaltspiegels konnte durch sie nicht völlig aufgehalten werden. Die Vergasung änderte sich anscheinend nur geringfügig.

Bei praktisch gleichbleibenden Bedingungen wurde eine Rückstandsaufarbeitung mit zweimaligem Schleudern des Abschlamms eingeführt, ähnlich der, die seinerzeit in Scholven versucht worden war (s. Versuchsverlauf 7.12.40), um die Schwelerei zu entlasten. Da hierdurch dem Ofen mehr unverdauliche Asphalte zugeführt wurde, stieg der Asphaltspiegel stark an und das Rücklauföl verschlechterte sich im Festegehalt. Auch die Vergasung scheint durch diese Art der Rückstandsaufarbeitung, die danach wieder aufgegeben wurde, ungünstig beeinflußt zu werden.

Durch eine geringe Erhöhung der Reaktionstemperatur um rund 1° (Bilanz 14) ließ sich der Asphaltabbau wesentlich verbessern, ohne daß die Vergasung allzu viel zunahm. Auf die Ölspaltung und den Abbau war die Temperaturerhöhung ohne merklichen Einfluß.

II. Mit elementarem Chlor und Ammonchlorid.

In diesen Versuchen wurde elementares Chlor zusammen mit 0,6 % koll. Ammonchlorid in Öl durch den Linsenanschluß in den Ofen gedrückt. Die Gesamtchlormenge war ungefähr dieselbe wie in der Versuchsreihe I. Folgende Resultate wurden erhalten:

Bilanz Nr.	7	11[1]	12-13
R.K.Durchsatz	0,45	0,38	0,38
Ofentemperatur	461	462	462
Abbau	97,5	95,6	96,5
Leistung	0,23	0,23	0,20
Vergasung	22,6	22,8	23,5
Asphalt a.R.K.	10,2	13,9	14,3
" i.festefr. RÜ'Öl	7,0	9,9	9,0
" i.Anreiböl	7,0	9,3	9,1
Anreiböllüberschuß	31,5	18,9	32,2

1) Abschlamm 2 x geschleudert.

Bilanz 7 ist nach nur 148 Std. Fahrzeit genommen worden, d.h. der Ofen war noch nicht im Gleichgewicht, aber dem Endzustand doch schon etwas näher als während der Bilanzen 1-5 (85 Std.). Verglichen mit diesen, die bei ein wenig niedrigerer Temperatur erhalten worden waren, liegen die Ergebnisse etwa gleich mit Ausnahme des Abbaus, der aber möglicherweise etwas zu hoch bestimmt worden ist. Die Wirkung des elementaren Chlors ist offenbar der des Ammonchlorids so ähnlich, daß der Effekt durch andere Einflüsse leicht verwischt wird. Infolge der kurzen Fahrzeit wurden aromatischere Anfallprodukte als bei Bilanz 2 erhalten; das Startöl war also noch nicht völlig durch Kohlerücklauföl ersetzt.

Bei der sinngemäß folgenden Bilanz 11, die bei verringertem Durchsatz und ein wenig höherer Temperatur genommen wurde und deren Anreiböl durch zweimaliges Schleudern gewonnen worden war, kann eine Erklärung für die überraschend hohe Ölspaltung nicht aus den Versuchsbedingungen gefunden werden. Es ist nur zu vermuten, daß das Anreiböl durch das mehrfache Kaltfahren und Ergänzen mit Schwelöl und Steinkohlenteeröl sowie durch das kurzzeitige Fahren bei 600 atm vor der Bilanz zu stark verbessert worden war.

Dagegen lassen die weiteren Bilanzen 12-13, verglichen mit den Bilanzwerten 8-9, die Wirkung des elementaren Chlors klar erkennen. Sie äußert sich vorteilhaft in einer wenn auch nicht allzu starken Verbesserung der Asphaltreduktion, die von einem geringen Ansteigen der Vergasung begleitet wird. Die Gegenüberstellung mit den Bilanzwerten 14 läßt erkennen, daß der gleiche Effekt auch durch eine geringfügige Erhöhung der Ofentemperatur erzielt werden kann. Die Wirkung, die man dem elementaren Chlor zuschreiben kann, wird noch abgeschwächt durch den Umstand, daß in den Versuchen 11-13 insgesamt rund 12 % Cl mehr in den Ofen gingen als mit NH_4 Cl allein.

Die erhaltenen Öle zeigen denen der Bilanz 2 gegenüber nun keine charakteristischen Unterschiede mehr. Verglichen mit der Anfahrbilanz 7 weist das nun weniger aromatisch gewordene Schweröl einen höheren Stockpunkt und eine höhere Viskosität auf.

III. Mit Tetrachlorkohlenstoff und mit chloriertem Mittelöl.

78 Stunden nach dem Neuanfahren mit Steinkohlenteeröl wurden Bilanzen genommen, bei denen das Chlor einmal als $C Cl_4$ und dann in Form von chloriertem Mittelöl durch den Linsenanschluß in den Ofen gepumpt wurde. Die auf diese Weise eingebrachte Chlormenge war etwas geringer als normal. Die Ergebnisse, denen infolge der Kürze der Betriebszeit keine allzu große Sicherheit zugemessen werden kann, sind nachstehend aufgeführt:

Kontakt	CCl_4	Mi chloriert	NH_4Cl
darin Cl a.K. %	0,65	0,52	0,76
R.K.Durchsatz	0,44	0,44	0,44
Temperaturen °C	460	461	460
Bilanz Nr.	3	6	4
Abbau	96,9	97,7	95,3
Leistung	0,21	0,21	0,22
Asphalt a.R.K.	10,0	12,8	10,2
" i.festefr. Rü'öl	7,0	8,4	7,0
" i.Anreibeöl	8,6	8,1	8,2

Aus den Zahlen läßt sich kein deutlicher Unterschied der Wirkungen der verschiedenen Zugabeformen erkennen, sodaß angenommen werden kann, daß diese Unterschiede kaum größer sein werden als die zwischen Ammonchlorid und Cl_2. Derart kleine Effekte können aber nur in längeren 10-Ltr-Ofen-Versuchen erfaßt werden. Bilanz 6 deutet an, daß eine Verminderung der Chlormenge um rund 30 % in einer Verschlechterung der Asphaltlage merklich fühlbar wird.

IV. Apparatives.

Apparativ bringt die Anwendung von Chlor in aggressiverer Form als NH_4Cl xxxxxxxx Schwierigkeiten mit sich.

Wird elementares Chlor zusammen mit relativ viel Öl eingefahren, so ist bei nicht vollständigem Feuchtigkeitsausschluß mit Korrosion durch den sich bildenden Chlorwasserstoff bereits in der Zuleitung zu rechnen. Durch Antimonüberzug vor allem des Einführungsrohres könnte diese Gefahr weitgehend beseitigt werden. Das hier geübte Zusammenfahren von Cl_2 mit Anreibeöl läßt keinen Dauerbetrieb zu, da die Leitung häufig durch Polymerisationen verstopft wurde. Dagegen erscheint mit Mittelöl und vielleicht auch mit Abstreiferschweröl ein störungsfreies Eindrücken möglich.

Die Verwendung von Tetrachlorkohlenstoff + Mittelöl ließ hier wie in einem früheren Versuch[1]) erkennen, daß noch bei einer Verdünnung von 13:87 die H Cl-Konzentration an der Eintrittsstelle zu groß wird. Bereits nach wenigen Tagen wurde der Ofen undicht. Es wäre daher nötig, abgesehen vom Schutz des Einführungsrohres, die Verdünnung zu erhöhen oder die Umgebung der Eintrittsstelle zu schützen oder das Einführungsrohr in den Ofen hineinragen zu lassen.

1) Zusammenstellung 202891 Hu vom 8.5.42
(P 1416 auf Schwerölübersohuß)

Mit noch stärkerem Angriff in der Umgebung der Eintrittsstelle wäre bei reinem Cl_2 oder $C Cl_4$ zu rechnen. Da bei Ofentemperatur zum mindesten das Chlor Antimon und vermutlich auch Eisen unmittelbar angreift, müßte mit keramischem Material gearbeitet werden. Mit diesem wurden hier keine günstigen Erfahrungen gemacht. Porzellanrohre, die in den Linsenanschluß eingekittet oder mit Antimon eingegossen worden waren, hielten den durch das Anheizen auftretenden Spannungen nicht stand und zerbrachen.

gez. Hupfer

Tabellenverzeichnis

Tabelle	
1 a-c	Bilanzen
2	Eigenschaften der Kohle
3 a-b	Benzinuntersuchungen
4	Untersuchung von Benzinfraktionen
5	Mittelöluntersuchungen
6	Schweröl- und Anreibeöl-Untersuchungen
7	Heizöluntersuchungen
8	Elementaranalysen, Heizwert und Ascheschmelzpunkt
9 a-b	Elementarbilanzen
10	Verteilung des als KW vergasten C
11	Isobutangehalt
12	Abwasseruntersuchungen
13	Schwelausbeuten
14	Asphaltzerlegungen
15	Phenolzerlegungen
16	Sieb-analysen von Kontaktbreien

B 1 l a n z

vom Fahren der K 1101 vom 30.9.38 bei 250 at

Versuchsbedingungen

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5
Tag		3.10.39	7.10.39	29.10.40	5.11.40	6.12.40
Betriebsstunden[6]		166	262	79	77	90
Kohle						
Aschegehalt a.T.	%	4.7	5.0	-	-	4,7
Vorbehandlung						
Kontakt zum Brei:		+1,15% 5976	+1,15% 5976			1,06%
in Linsenanschluß		-	-	0,7% P 35[2]	-	-
5976[1]	koll. %	-	-	-	1.15	1,15
Cl insgesamt	%	0,76	0,76	0,65	0,76	0,76
in die Birne 2182[4]	koll. %	1,5	1,5	1,5	-	-
Anreiböl spez.Gew. / 50°		1.093	1.092	1.110	1.114	1.112
Benzol festes	%	6,5	6,5	5.6	5.6	4,6
Asche i.F.	%	24.1	20,1	16,4	8,9	11,5
i.Öl -325°	%	12.3	10.9	4.4	2.5	3,0
s-Asphalt	%	8.2	9.8	8.6	8.2	8.4
Anreibung Kohle : Öl						
Rückführung Kohle : Abschlamm						
Fahrbedingungen						
Temperatur Vorheizer	°C	449	451	449	451	54
Ofen	°C	459	459	460	460	59
Abscheider	°C	447	447	449	449	48
Reinkohledurchsatz kg/Ltr. Of.Vol./Std.		0,4[5]	0,420	0,442	0,413	,442
Eingangsgas cbm/kg R.K.		4,04	4,27	3,79	4,04	,75
Aufarbeitung		a	a	a	a	a

a Neuabschlamm verdünnt mit dem Schweröl über 325° und geschleudert. Schleuder mit dem Abstreifer desgl. auf Benzin - 200°, Mittelöl 200 - 325 und

b Neuabschlamm verdünnt und 16 % Festes mit Verdünnungsöl = Abstreifer ohne Anreiböl. Schleuderrückstand I verdünnt 1:1 mit Verdünnungsöl und geschleu gegeschwelt. Schweröl zum Verdünnungsöl. Anreiböl = Schleuderöl I + R

1) NH_4Cl

2) CCl_4

3) Cl-Gehalt (Mittel aus 2 Proben) 4,40 %

4) Soda

5) zeitweilig infolge Verstopfung der Leitung zur Birne abgestellt

6) mit Kohlebrei

Tabelle 1a

n e e n

Kalk auf Benzin und Mittelöl im Ofen 411

	6	7	8	9	10	11	12	13	14
.40	11.11.40	14.11.40	30.11.40	6.12.40	11.12.40	31.12.40	3.1.41	5.1.41	12.1.41
	76	148	307	444	564	731	853	897	1019
	(-	4,6	4.8	4.6	4.6	4.9	5.1	4.9	4.6
	geschroten, getrocknet und gemahlen								
05%	5146 (Zinnoxalat) kolloidal in Schwerö								
	2.56% chlor, 3) Mi'öl	0,38% Cl_2	-	-		0,44% Cl_2	0,44% Cl_2	0,44% Cl_2	-
15	0,6	0,6	1.15	1.25	1.3	0,6	0,6	0,6	1.15
76	0,52	0,78 5)	0,76	0,76	0,7	0,84	0,86	0,84	0,76
	1,5	0,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6
112	1.100	1.095	1.094	1,098	1.105	1,094	1,079	1.084	1.085
6	5.2	6,0	6,5	9,3	11	11,8	12.6	12.2	12,5
3	13.0	11.2	24.9	26.0	32.5	37.5	30.1	35.4	31.4
0	6.0	6.3	6.2	7.9	6.4	2.6	4.6	6.3	2.6
4	8.1	7,0	11.8	9,9	12.4	8,3	8.3	8,7	8,0
		1:1							
		1:0,3							
4	452	449	451	449	452	449	448	448	451
9	461	461	462	462	460	462	458	462	463
8	449	448	451	451	450	451	452	453	451
742	0,441	0,451	0,385	0,401	0,384	0,386	0,371	0,383	0,387
78	4,01	3,66	3,65	3,36	3,65	3,6	3,77	3,61	3,69
	a	a	a	a	b	b	a	a	a

leuderöl = Arzneiöl. Schwerölkoksband ... Schwerölkoksen und Schweröl

Schweröl + Schwerölkoks + Schwerölkoks II vorgesch... Schwerölkoks II T... schleudert, Schleuderöl II ... Verdünnungsöl, Schleuderöl II + dem Verdünnungsöl. Arzneiöl ohne Schwerölkoks ... a.

Ergebnisse

Bilanz

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	
Rohbilanz	%	99,5	99,8	-	-	99,1	
Prakt./theoret. Verflüssigung	%	98,3	94,5	-	-	98,8	
Abbau		97,3	96,7	96,9	95,3	93,8	97,
Theoret. Ölgewinn a.R.K.	%	69,8	68,5	-	-	69,7	
Hochdruckölgewinn a.R.K.	%	71,5	70,0	68,0	65,9	73,6	63,
Prakt. (Bi+Mi)-Ölgewinn-Leistung kg/Ltr.Of.Vol./Std.		0,25	0,207	0,186[3]	0,211[3]	0,230	0,18
-200° i. prakt. Ölgewinn	%	11,7[7]	12,5[7]	18,0	22,6	27,2	16,
Ausbeuteüberschuß auf Hochdruckölgewinn	%	14,2	29,6	38,2	27,5	29,2	32,
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Verg.	%	24,5	26,4	-	-	22,4	
Vergastes C auf C der R.K.	%	20,8	18,4	-	-	15,7	
davon als CO	%	5,5	5,2	-	-	2,5	
" CO_2	%	1,7	1,6	-	-	3,2	
Neubildung auf Tr.K	%	102,7	110,5	102,2	104,4	102,3	100,
darin a-Asphalt a.R.K.	%	12,3	14,1	10,0	10,2	8,8	12,
" " d.Benzol-freies Rückstandöl	%	9,2	9,8	7,0	7,0	6,0	8,
Wasserneubildung a.R.K.	%	10,4	10,3	9,3	10,0	9,0[2]	7,
Aschebilanz aus/ein	%	93,7	101,3	85,7	114,7	109,2	105,

1) Berechnet auf kohlenfreies Benzin
2) Wasser im Abscheider korrigiert
3) ohne Gasbenzin
4) Nach der Gewichtsdifferenz auf 1,4 % zu korrigieren
5) korrigiert, da Bestimmung des Abscheiderinhalts nicht möglich
6) Abscheiderinhalt korrigiert
7) bis 235°

Tabelle 1 b

e x 1)	7	8	9	10	11	12	13	14
–	97,4	99,2	89,0 6)	99,4	96,3	93,0 6)	97,7	99,0 6)
–	95,3	100,0	99,7	99,0	97,9	97,2	94,1	96,3
97,7	97,5	97,0	97,3	96,9	97,6	95,5	96,5	97,0 5)
–	72,4	74,2	75,0	73,0	70,4	76,7	73,1	75,0
83,3	74,1	77,5	77,8	75,4	75,0	77,1	71,5	74,9
100 3)	0,209	0,195	0,213	0,202	0,226	0,197	0,196	0,200
36,2	85,3	28,0	26,6	32,4	34,9	35,6	35,3	30,0
31,0	31,5	34,7	30,2	30,3	28,9	29,9	28,8	31,0
–	22,1	23,1	21,8	23,7	22,3	19,5 6)	23,7	23,1
–	15,4	15,9	15,6	17,0	14,2	12,6	16,5	16,2
–	4,1	4,2	4,2	5,6	4,3	5,3	4,6	4,7
–	3,1	1,2	0,7	2,3	1,6	2,2	1,2	1,5
96,7	102,0	122,5	115,8	120,9	111,4	125,0	125,1	120,7
12,8	10,2	10,6	11,3	21,1	13,3	13,9	14,7	13,9
8,4	7,9	10,7	12,6	14,5	8,9	8,5	9,4	9,4
7,3	9,0 6)	9,0 6)	9,0	11,7	9,0 6)	9,0 6)	9,0 6)	9,5
95,2	101,0	93,3	101,0	95,3	92,1	104,3	96,7	104,8

Tabelle 5a

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.		2	7	12
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin + Butan		83.2:11,7:5,1	84.4:15.6:0	80.2:19.8:0
Siedeende	°C	135	200	200
Roh: spez. Gew. / 20°		0,727	0,823	0,772
— Phenol	%	1,3	21,6	9,5
A P	°C	+40,7	+24,7	+34,0
Raffination		Entphenoliert, mit 5%Dr-Lösung + S behandelt, mit 2x 1% H_2SO_4 96%ig raffiniert, mit Na OH nachgewaschen und mit Dampf über Na OH redestilliert	1x mit 10% H_2SO_4 10%ig raffiniert 1:1 mit Na OH + 0,1 % S behandelt[1] über Gas[illegible] redestilliert	3x mit 1% H_2SO_4 96%ig raffiniert mit Na OH 10%ig nachgewaschen über Gas[illegible] redestilliert
Raffinationsverlust	Vol %	2,6	0,7	2,3
Waschverlust	Vol. %	0,7	-	1,7
Redestillationsverlust	Gew. %	3,0	10,5	5,8
Raffiniert: spez.Gew /20°	-	0,728	0,771	0,7[illegible]
AP I	°C	+41,0	+28,5	+37,5
AP Ia	°C	+41,7	+29,7	+37,6
AP II	°C	+51,5	+51,9	+52,8
ASTM-Siedekurve				
Beginn	°C	36	47	47
- 50°	%	6,0	-	-
- 60°	%	15,0	4,0	2,5
- 70°	%	26,5	9,0	5,5
- 80°	%	41,0	16,0	14,0
- 90°	%	56,0	23,0	25,5
-100°	%	69	31,5	36,5
-110°	%	79,	38,5	47,0
-120°	%	85,-	47,0	56,5
-130°	%	88,0		

-120°	%	85,-	47,0	56,5
-130°	%	88,0	54,0	64,5
-135°	%	90,0	-	-
-140°	%	92,0	60,5	71,5
-150°	%	93,-	66,0	79,0
-160°	%	-	72,0	85,0
-170°	%	-	78,0	89,0
-180°	%	-	84,0	92,0
-190°	%	-	90,0	94,0
-200°	%	-	94,5	96,5
-E.P	%	95,0	97,5	97,0
+ R	%	95,5	99,0	98,5
E.P	°C	185,0	210	210

ungenügende Raffination

Tabelle 3b

Benzinuntersuchungen (Fortsetzung)

Bilanz Nr.		2	7	12
Cu-Streifen		gut	korrodiert	schwach korrodiert
Cu-Schale	mg	16	96, schwarzer Belag	starke Anlauf-Farbe
Porzellan-Schale	mg	2	-	-
Dr-Test		negativ	positiv	negat.
H_2SO_4-Test		2	rund 10	5 - 10
Jodzahl		-	37,1	21,1
Dampfdruck		0,654	-	-
Fraktion 80-100° spez.Gew.	$20^0/0$	0,725	0,705	0,706
A.P.	°C	+40,0	+42,3	+42
" 110-140° spez.Gew.	$20^0/0$	0,759	0,771	0,754
A.P.	°C	+35,5	+29,1	+33
" 150-180° spez.Gew.	$20^0/0$	-	0,833	0,792
A.P.	°C	-	+17,3	+29,5
Zusammensetzung:				
Paraffine	%	34	29,5	36,0
Naphthene	%	53	44,0	47,5
Aromaten	%	9	20,0	14,5
unges. KW	%	4	6,5	2,0
Klopfwert Research		71,5	80,5	66,0

Tabelle 4

Untersuchung von Benzinfraktionen

zu Bilanz 2

Benzin - 200° aus Abstreifer + Gasbenzin + Butan 83.2 : 11,7 :5,1

Fraktion		I	II	III	IV	V
Gew. %		20,1	19,8	20,4	20,4	18,9
Siedebereich	°C	-68	68-97	97-118	118-150	über 150
Spez.Gew./20°		0,639	0,721	0,755	0,778	0,825
A.P. I	°C	-	+39,8	+34,0	+29,5	+26,4
A.P. II	°C	-	+49,5	+50,2	+55,4	+59,4
Ungesättigte KW	%	-	5,0	6,0	5,0	6,0
Klopfwert Research		83,0	75,2	72,0	64,0	42,0
Motor		82,0	68,5	64,0	57,5	44,5
" +0,09 % Pb		92,0	86,5	78,5	71,5	65,0

Tabelle 5

Mittelöluntersuchungen

Bilanz Nr.			2	7	12
Abstreifer gestrippt + Schwelöl			90.4 : 9,6	92.2 : 7.8	92.5 : 7.5
daraus Mittelöl - 325°		%	46,3	40,1	44,7
Roh:	spez.Gew./20°		0,958	0,982	0,968
	Phenole	%	13,2	9,8	16,2
	Gesichts-Engler-Kurve				
	Siedebeginn	°C	140	225	210
	- 180°	%	4,0	-	-
	- 200°	%	10,3	-	-
	- 225°	%	25,3	-	9,0
	- 250°	%	46,2	10,5	33,0
	- 275°	%	64,8	42,5	53,5
	- 300°	%	83,0	71,5	75,0
	- 325°	%	94,5	93,0	92,5
	- 340°	%	98,5	-	-
	- 344°	%	-	98,8	-
	- 345°	%	-	-	98,5
	+ R	%	99,9	100,0	100,0
Entphenoliert:	spez. Gew./20°		0,938	0,976	0,952
	A.P. berechn.	°C	- 12,4	- 24	- 15
	ungesättigte KW	%	9,0	11,5	8,0
Fraktion	180 - 210° spez.Gew. / 20°		0,853	-	-
	A.P. ber.	°C	+ 4,0	-	-
"	210 - 230° spez.Gew. / 20°		0,880	-	-
	A.P. ber.	°C	- 3,0	-	-
"	240 - 270° spez.Gew. / 20°		0,934	0,951	0,933
	A.P. ber.	°C	- 5,0	- 21,0	- 20
"	280 - 310° spez.Gew. / 20°		0,970	0,980	0,960
	A.P. ber.	°C	- 18,4	- 25,0	- 17

Tabelle 6

Schweröl- und Anreibeöl-Untersuchungen

Bilanz Nr.			2	7	12	2
im gestrippten Abstreifer + Schweröl Schweröl über 325°		%	53,5	59,7	55,2	Anreibeöl
spez. Gew. / 50°			1,043	1,042	1,032	-
Abstreiferschweröl + Abschlammöl			34,4 : 65,6	100 : 0	100 : 0	-
spez. Gew. / 50°			1.100	-	-	1,092
Vakuumsiedekurve		bei mm	25	11	13	22
Siedebeginn		°C	120	175	175	130
- 225°		%	13,4	75,4	49,8	23,3
	spez. Gew. / 40°		0,992	1.038	1.014	1.015
- 275°		%	46,0	94,5	85,4	55,4
	spez. Gew. / 60°		1.032	1.060	1.036	1.060
- 325°		%	68,1	99,4	93,8	68,8
	spez. Gew. / 90°		1.060	1.080	1.058	1.080
+ R		%	99.8	100,0	99,8	99,7
Gew. Engler	260 - 325°	%	-	-	-	10,9
	+ R	%	-	-	-	100,0

Tabelle 7

Heizöl-Untersuchungen

Bilanz Nr.		7	12	
Schweröl über 325° im Abstreifer über 200° + Schwelöl hergestellt von	%	59,7 Labor	55,2 Labor	- tech.Best.
spez. Gew. / 20°		1.073	1.059	1.057
Stockpunkt	°C	0	+ 8	+ 6
Flammpunkt	°C	168	172	168
Brennpunkt	°C	222	223	222
Koksrest	%	0,75	1,1	1,2
s-Asphalt	%	0,5	1,2	0,8
Asche im Ganzen	%	Spuren	0,07	0,1
Viskosität	°E/20°	rund 64	-	72,4
	°E/50°	4,54	5,57	5,20
	°E/80°	1,72	1,85	1,80

Elementaranalysen, Heizwert und Ascheschmelzpunkt

Tabelle 8

Bilanz Nr.	Benzin 2[1]	Benzin 7	Benzin 12	Mittelöl 2[2]	Mittelöl 7	Mittelöl 12	Schweröl 2[4]	Schweröl 7	Schweröl 12	Anreiböl 2[3]	Anreiböl 7	Anreiböl 12
C %	85,12	84,12	84,13	86,71	87,58	86,65	89,84	90,05	89,12	90,54	90,07	86,96
H %	14,71	12,07	13,03	9,63	9,09	9,51	7,28	7,70	8,12	7,08	6,92	7,26
O %	0	3,07	2,53	2,73	2,48	3,10	2,10	1,49	2,32	1,42	1,68	4,92
N %	0,20	0,63	0,27	0,78	0,71	0,67	0,48	0,53	0,29	0,57	0,81	0,54
S %	0,067	0,10	0,04	0,15	0,14	0,07	0,30	0,23	0,15	0,39	0,52	0,32
Cl %	-	0,015	unter 0,01	-	0,024	0,086	-	0,028	0,02	-	0,107	0,435?
U H W kal/kg	10 328	-	-	9 357	-	-	9 080	9 296	9 388	9 059	-	-

Bilanz Nr.	Festes aus Anreiböl Abschlamm 2	Festes aus Anreiböl Abschlamm 2	Kohle[5] 2	Kohle[5] 7	Kohle[5] 12	Schwelrückstand[6] 7	Schwelrückstand[6] 12
C %	67,47	44,32	83,02	81,35	81,03	44,53	43,42
H %	3,16	1,81	5,27	5,23	5,37	1,47	1,50
O %	3,78	3,03	9,20	10,85	11,57	3.09	5,17
N %	1,13	0,85	1,72	2.06	1,25	0,57	0,37
S nach Kjeldahl %	-	-	-	1,14	1,41	-	-
S flüchtig %	1,01	1,38	0,79	0,51	0,78	1,03	1,11
S gesamt %	1,44	2.70	0,97	0,76	0,92	3.21	3.09
Cl	-	-	-	0,125	0,165	5.73	7.93
U H W kal/kg	6144	4018	7848	-	-	4157	-
Asche %	23,44	48,61	-	-	-	49,51	48,43
Ascheschmelzpunkt °C	-	-	-	-	-	1162	-

1) - 135°
2) 135 - 325°
3) entfestet
4) Gesamtschweröl
5) Wasser- u. Asche-frei
6) Wasserfrei

Elementarbilanz

zu Bilanz 7

Tabelle 9e

		O	H	O	H	S	Cl
Ein:	Kohle	3 069,0	198,2	411,2	53,5	52,7	4,8
	Kontakt 5976	0	1,5	0	5,3	0	13,2
	Cl_2	0	0	0	0	0	15,0
	Eingangsgas	32,0	244,5	17,3	0	0	0
	Gesamteingang	3 101,0	444,2	428,5	58,8	52,7	33,0
Aus:	Benzin	419,8	66,2	13,3	3,1	0,5	0,1
	Mittelöl	1 253,0	130,0	35,5	10,2	2,0	0,3
	Anreibeölüberschuß	571,7	44,1	10,6	5,2	3,4	0,7
	Abwasser	8,3	43,2	301,8	31,1	13,7	0
	Gas im Produkt gelöst	9,4	1,9	-	-	-	-
	Ofengas	515,9	128,9	29,1	1,4	11,3	-
	Produktgas	48,1	10,7	3,7	0,1	1,0	-
	Abschlammgas	17,5	4,4	3,7	0	0	-
	Gas im Wasser der Gaswäsche	1,1	1,2	3,0	4,5	3,0	-
	Schwelrückstand	247,2	8,2	17,2	3,2	17,8	31,9
	Schwelwasser 1)	-	1,4	11,6	-	-	-
	Schwelgas 1)	9,0	10,0	3,0	-	-	-
	Gesamtausgang	3 101,0	444,2	428,5	58,8	52,7	33,0
Aus/Ein % der unkorrigierten Bilanz		99,8	-	91,8	102,7	145,2	100,0

1) geschätzt

Korrekturen: O-Bilanz : Eingangsposten
O- " : Abwasser
H- " : H-Gehalt der Kohle
S- " : S-Gehalt " "

1033

Elementarbilanz

zu Bilanz 12

Tabelle 9b

		O	H	C	N	S	Cl
Ein:	Kohle	2 513,7	167,5	361,0	34,1	40,5	5,1
	Kontakt 5976	0	1,5	0	5,3	0	13,2
	Cl_2	0	0	0	0	0	15,0
	Eingangsgas	27,1	230,7	10,9	0	0	0
	Gesamteingang	2 540,8	399,7	371,9	39,4	40,5	33,3
Aus:	Benzin	460,2	71,2	13,8	1,5	0,2	0
	Mittelöl	870,0	95,6	31,1	6,8	0,7	0,8
	Anreibölüberschuß	435,4	36,0	24,4	2,7	1,6	0,5
	Abwasser	7,5	28,5	243,0	17,5	9,2	0,5
	Gas im Produkt gelöst	4,0	0,8	-	-	-	-
	Ofengas	512,6	123,2	40,3	0,7	11,5	-
	Produktgas	36,1	8,1	0,4	0,1	1,0	-
	Abschlammgas	11,1	2,6	0,1	0,1	0	-
	Gas im Wasser der Gaswäsche	1,9	1,3	4,9	5,0	2,4	0
	Schwelrückstand	194,8	23,2	1,7	5,0	13,9	31,5
	Schwelwasser 1)	-	1,2	9,8	-	-	-
	Schwelgas 1)	7,2	8,0	2,4	-	-	-
	Gesamtausgang	2 540,7	399,7	171,9	29,4	40,5	33,3
Aus/Ein % der unkorrigierten Bilanz		105,5	-	97,9	88,8	130,8	117,1

1) geschätzt

Korrekturen: C-Bilanz : Ölanfall
O- " : Abwasser
H- " : H-Gehalt der Kohle
S- " : S- " " "
Cl- " : Cl- " des Anreiböls entspr. Bil. 5
Cl- " " Abwassers entspr. den Nachbarbil.

Tabelle 10

Verteilung der als KW vorhandenen C

Bilanz Nr.		2	7	12
als C_1 - KW	%	29,2	25,3	23,1
" C_2 - KW	%	20,2	22,2	16,6
" C_3 - KW	%	27,9	32,3	22,9 ?
" C_4 - KW	%	22,7	20,2	37,4 ?
Ungesättigt von C_2 - KW	%	2,8	3,2	4,0
" C_3 - KW	%	4,8	5,7	4,7
" C_4 - KW	%	8,0	6,2	5,2
" C_1 - C_4 - KW	%	3,7	3,8	3,7

Tabelle 11

iso-Butan-Gehalt
% von Gesamtbutan

Bilanz Nr.		2	7	12
im Ofengas	%	18,2	9,1	10,4
im Produktgas	%	10,0	8,6	9,2
im Abschlammgas	%	13,2	8,0	-
im Produkt gelöst	%	7,0	8,0	9,1
im gesamten Butan	%	14,0	8,9	10,3

Abwasseruntersuchungen
g/kg

Tabelle 12

Bilanz Nr. bezw. Anfalltag	CO_2	NH_3	H_2S	Öl	Phenol
26.9.39 a	-	-	-	4,03	-
27.9.39 a	-	-	-	1,74	-
2.10.39 a	-	-	-	0,965	-
3.10.39 a	-	-	-	3,36	-
1	92,7	-	-	1,33	-
5.10.39 a	-	-	-	0,264	-
6.10.39 a	-	-	-	0,62	-
2	89,6	86,5	15,8	2,84	6,2
9.10.39 a	-	-	-	4,20	-
3	-	-	-	18,20	-
5	56,7	-	-	3,26	-
9.11.40 a	-	-	-	1,71	-
13.11.40 a	-	-	-	3,6	-
14.11.40 a	-	-	-	1.81	-
7	50,8	86,4	33,1	Spuren	6,9
29.11.40 b	-	-	-	0	-
8	60,6	-	-	2,43	-
9	18,1	-	-	0,20	-
10	88,2	-	-	0,72	-
11	78,5	-	-	1,1	-
12	55,5	61,(	27,9	13,85 ?	8,0
13	69,8	-	-	7,75	-
14	70,6	-	-	1,3	-
		Wasser aus der Gaswäsche			
7	27,2	36,3	21,0	Spuren	-
12	45,5	40,5	17,2	Spuren	-

Tabelle 13

Schwelausbeuten

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Schwelgut	Öl %	39,5	39,5	39,0	39,0	39,7	39,5	39,5	40,5	40,7	39,0	40,5	38,5	41,5	42,9
Ausbeute	Öl %	34,4	34,7	33,9	34,5	34,5	34,0	34,4	34,8	35,8	35,7	35,0[1]	33,2	38,1	37,6
	Koks %	64,0	64,3	64,6	64,0	64,2	64,5	63,1	64,1	62,1	63,0	63,5[1]	65,5	59,0	60,4
	Gas + Verlust %	1,6	1,0	1,5	1,5	1,3	1,5	2,5	1,1	2,1	1,3	1,5[1]	1,3	2,9	2,0
Ölausbringen auf Öl des Schwelgutes %		87,1	87,8	87,0	88,5	86,9	86,1	87,1	86,0	88,0	91,5	86,5	86,2	91,8	89,5

1) geschätzte Werte. Der Schwelofen wurde undicht und brannte.

1944

Tabelle 14

Asphaltzerlegungen

Bilanz Nr.		Anreibeöl 5	Anreibeöl 7	Anreibeöl 14	Abschlamm 5	Abschlamm 7	Schleuderrückstand 5
Öl	%	45,5	41,6	59,9	44,0	47,2	53,9
Ölharz	%	32,0	28,8	16,3	31,0	29,4	9,4
Asphaltharz	%	3,0	3,0	1,4	6,5	3,0	3,0
Hartasphalt	%	19,5	26,6	22,4	18,5	20,4	33,7

1 C 3 2 2

1329

Tabelle 15

Phenolzerlegungen

Bilanz Nr.		7	12
Phenol 150 - 250° redest. im Abstreifer	%	4,3	5,2
davon			
Karbolsäure	%	24,8	9,1
O-Kresol	%	10,5	13,0
p- + m-Kresol	%	27,9	22,7
Xylenol	%	20,6	31,7
höhere Xylenole	%	3,7	8,0

Tabelle 15

Siebanalysen von Kontaktbreien

Proben vom 7.11.40

Kontaktbrei		5146	2182
Feuchtes	%	48,6	33,8
Rückstand auf dem	100er Sieb %	0	0
" " "	400er " "	0	0
" " "	900er " "	0	0
" " "	2 500er " "	0,2	1,5
" " "	4 900er " "	0,2	4,1
" " "	10 000er " "	0,6	8,6
" " "	12 000er " "	1,0	1,5
" " "	16 000er " "	2,1	6,5
Durchgang durch das	16 000er " "	95,9	77,8

TITLE PAGE

37. Extrahierende Hydrierung in 10 Liter Ofen.
Extractive hydrogenation in 10 liter furnace.

Frame Nos. 1331 - 1335

Hochdruckversuche
Lu 558

1331

18. 9. 1942. v.Htm/Pf.

Extrahierende Hydrierung im 10 Ltr.-Ofen.

(Vorläufiger zusammenfassender Bericht über die bisher durchgeführten Versuche.)

Ausgehend von den bekannten und auch im 10 Ltr.-Ofen technisch durchführbaren Bedingungen der Uhde-Extraktion wurden Versuche durchgeführt, im 10 Ltr.-Ofen die Abhängigkeit der Filtrierbarkeit des Anfallproduktes von den angewandten Verarbeitungsbedingungen zu untersuchen. Die aus diesen Untersuchungen erhaltenen Aufschlüsse führten zu der Entwicklung eines neuen Verfahrens, bei dem es sich allerdings in keiner Weise um eine eigentliche Extraktion handelt und das mit Rücksicht hierauf daher als „extrahierende Hydrierung" bezeichnet wird.

In der nachfolgenden Tabelle ist eine Übersicht über alle in diesem Zusammenhang durchgeführten Versuche gegeben, in der neben den Versuchsbedingungen die für diese Verarbeitungsweise wichtigsten Versuchsergebnisse zusammengestellt sind. In dieser Tabelle sind die Versuche der besseren Übersicht halber nicht chronologisch aufgeführt, sondern nach dem Druck in zwei Hauptgruppen unterteilt und innerhalb dieser steigender Temperatur folgend aufgeführt. Die Versuchsreihen bei gleicher Temperatur (unter gleichem Druck) sind ihrerseits wieder nach steigendem Durchsatz nebeneinandergestellt. Die beiden Versuche ohne Kontakt sind in einer besonderen Gruppe am Schluß aufgeführt. Zu den in dieser Tabelle angeführten Filterleistungen ist festzustellen, daß es sich um Zahlen der 100 kg-Filtration im Standfilter handelt, und die Filterleistungen bei einer technisch anzuwendenden Dünnschichtfiltration entsprechend höher liegen würden. Die in der Tabelle aufgeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsperioden dar, die nötigenfalls wegen der betrieblichen Schwankungen der 100 kg-Filtration auf Grund der parallel durchgeführten kg-Filtration und 100 g-Filtration umgeschätzt wurden. Den Werten kommt daher höchstens eine Genauigkeit von 10 % zu. Im Ganzen lassen sich diese Ergebnisse wie folgt zusammenfassen:

Die bisher als gültig angesehene Erfahrung, daß eine stärkere Aufhydrierung sich ungünstig auf die Filtrierbarkeit des Anfalls auswirkt, kann, wie diese Versuche zeigen, für den Bereich oberhalb der Uhde-Bedingungen d.h. also für höheren Druck und höhere Temperatur nur noch als beschränkt gültig angesehen werden. Die Temperatur ist von bedeutendem Einfluß auf die Filtrierbarkeit und zwar verbessert sich die Filtrierbarkeit bei sonst gleichen Bedingungen erheblich mit steigender Temperatur. Dies veranschaulicht Kurventafel I. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrationswerte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der Funktion angegeben werden, zumal sicher scheint, daß der Temperatureinfluß als in erster Näherung linear angenommen werden kann. Wenn die 3 Punkte, wie in dem Fall bei 300 at wirklich auf einer Geraden liegen, muß das als Zufälligkeit angesehen werden. Von nicht so großem, aber deutlichem Einfluß ist der Druck. Wie ebenfalls die

Kurventafel I zeigt, verschlechtert eine Druckerhöhung die Filtrierbarkeit und zwar ziemlich gleichmäßig über das ganze in Frage kommende Temperaturgebiet. Von geringem und nicht einheitlichem Einfluß ist der Durchsatz, der (vgl. Kurventafel 2) eine Abhängigkeit der Filtrierbarkeit im Sinne einer Verschlechterung mit zunehmendem Durchsatz zeigt. Von nur geringem Einfluß sind die Gasmenge (vgl. Versuch 5 und 6), die Abschlammrückführung (vgl. Versuch 14 und 15) und die Qualität des Anreiböls. Eine deutliche Verbesserung der Filtrierbarkeit bringt dagegen das Arbeiten ohne Kontakt mit sich, wie der Vergleich der Versuche 18 und 19 mit den Versuchen 16 und 17 zeigt. Die Mittelölneubildung nimmt naturgemäß wie auch bei der normalen Hydrierung mit steigender Temperatur sowohl wie mit steigendem Druck zu, dagegen mit steigendem Durchsatz, Verringerung der Gasmenge und Weglassen des Kontaktes ab.

Diese Zusammenhänge zeigen, daß für die Filtrierbarkeit des Anfallproduktes zwei gegenläufige Effekte wirksam sind. Eine nicht oder nur wenig spaltende Aufhydrierung der primären Abbauprodukte der Kohle ist entsprechend den oben erwähnten bisherigen Erfahrungen der Extraktion nachteilig für die Filtrierbarkeit. In dieser Richtung wirkt vor allem der Kontakt und höherer Druck. Spaltende Hydrierung bezw. die Spaltung als solche, wie sie durch höhere Temperatur und auch höhere Verweilzeit verursacht wird, wirkt sich dagegen günstig auf die Filtrierbarkeit aus. Die günstigste Verarbeitungsweise stellt daher einen Kompromiß dar, bei dem - wie etwa der Versuch 19 zeigt - die Kohle unter hohem Druck bei hoher Temperatur und hohem Durchsatz ohne Kontakt verarbeitet wird. Bei dieser Fahrweise ist allerdings der Mittelölkreislauf nicht vollständig herzustellen. Es muß hier daher ein geringer Prozentsatz des Anreiböls (Mittelöls) aus der Verkokung des Rückstandes (Elektrodenkokserstellung) ergänzt werden. Legt man Wert auf diese Neubildung an Mittelöl, so muß man mit Kontakt und etwas geringerem Durchsatz arbeiten und eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit von ca. 30% in Kauf nehmen 1). Möglicherweise ließe sich dies auch mit einem nicht hydrierend, sondern vornehmlich spaltend wirkenden Kontakt ohne Verschlechterung der Filtrierbarkeit erreichen.

Die reine Extraktion unter den von Stinnes angewandten Bedingungen läßt sich im 10 Ltr.-Ofen, wie ein kürzlich unternommener Versuch bewiesen hat, nicht durchführen. Die Strömungsverhältnisse des 10 Ltr.-Ofens führen bei so geringen Durchsätzen ohne Gas und ohne Abschlammrückführung zum Absitzen 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.

1) wie bei Versuch 13-15.

gez. v.Hartmann

Tabelle I

Versuche bei 300 atm.

Vers.Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Ofen	451	-	-	-	-	-	4 1	-	-
Datum	1.u. 4.6.	11.u. 19.6.	28.5.	24.u. 28.6.	5.7.	13.8.	2o./21.5	6.9.	18.7 5.8
Bil.Nr.	4u 5	6 u.7	3	8 u.9	10	16	1 u.2	18	12 u.
Temp. °C	403	421	425	435	454	454	425	425	454
Reink.Ds	o.4	o 4	o.4	o.4	o.4	o.5	o.8	o.5	o.5
Ging.gas m^3/kg Rk.	o.6	o.6	o.7	o.6	o.7	o.4	o.9	o.4	o.7
Anreibung	1:0.8	1:1	1:0.8	1:1	1:1	1:1	1:0.8	1:1	1:1
Kohle Abschlamm	1:0.5	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1.0.3	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.
Kontakt:	1.2% $FeSO_4$. 7 aq	-	-	-	-	-	- 1.2%$FeSO_4$ 7 aq	-	-
Abbau Bzl.	42	55	55	7o	73	7o	51.5	67	6
Abbau Anr.Oel bzw. Tetr.Kre.	74	79	76	86	83	87	76.6	83	9
Oelgewinn % v. Rkohle	-	7o	-	72	69	75	-	75	7
% Benzin	-	6(?)	-	2	3	2	-	1	
% Mittelool	-	o	-	o	o	o	-	o	o
% Rückstand	-	94	-	98	94	98	-	99	9
Leistung(Bi.+ Bit.)	-	o.26	-	o 26	o.26	o.35	-	o.36	o.
Vergasung(% C v. C i Rk.)	-	4	-	7	3	6	-	2	
Anreiboel-Bilanz	ca-18	ca-1o	ca-1o	ca-1o	-8	-2	-12	-6	-5
% Asphalt a. Rk.	23	21	23 3	21	19	22	18.8	23	2o
Filterleistung v.Anfall	richt filtrierbar	ca 3o	-	9o	17o	18o	nicht filtrierbar	1o	9o

I

Versuche bei 600 atm.

9	1o	11	12	13	14	15	16	17	18	19
-	-	-	-	451	411	411	451	411	451	411
18.7 u. 5.8.	31.8.	24.7.	29.7.	3.4.	19.9.	24.u. 28.9	6.5	4.1o	21.5.	18.u. 21.1o.
12 u.15	17	13	14	3	3	4 u.5	8	6	9	
454	454	454	454	472	476	474	476	476	476	474
o.5	o.5	o.6	o.7	o.6	o.7	o.7	o.8	o.9	o.8	o.9
o.7	o.4	o.7	o.8	o.9	o.7	o.6	3.o	o.6	2.8	o.6
1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1.2	1:1	1:1.2	1:1
1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.5	1:0.5	1:2	1:0.5	1:1	1:0.5	1:0.5
-	-	-	-	1.2%FeSO 7 aq 1.52 Bayer-masse 0.3% Na2S	-	-	1.2%FeSO 7 aq	1.2% $FeSO_4$ .7 aq 1.5%Bayer-masse 0.3% Na2S	ohne	olme
6o	83	75	74	89	91	85	84	9o	76	75
91	91	91	92	93	93	93	-	94	82	89
71	75	73	75	73	64	7c	64	71	58	68
3	6	4	3	12	2	3	1o	3	1o	1
c	3	1	4	4	9	8	7	17	o	o
97	91	95	93	84	89	89	83	8o	9o	99
o.35	o 36	o.42	o.54	o.47	o.47	o 47	o.5o	o.66	o.45	o.64
5	5	7	6	7	6	7	11	5	-	8
-5	+3	+1	+4	+4	+9	+8	+7	+17(?)	-8	-2
2o	31	3o	33	16	23	31	14	25	14	31
9o	1oo	9o	8o	22o	22o	21o	1oo	18o	19o	34o

Anlage 42 a zu T

Temperatur-Einfluss

bei der

extrahierenden Hydrierung

Filter-Leistung

kg/m².h

● 300 at Ds 0.4

◉ 600 at Ds 0.5

300

200

100

410 420 430 440 450 460 470 °C

Anlage Nr. 11

Explosionsgrenzen des Dimethylamins

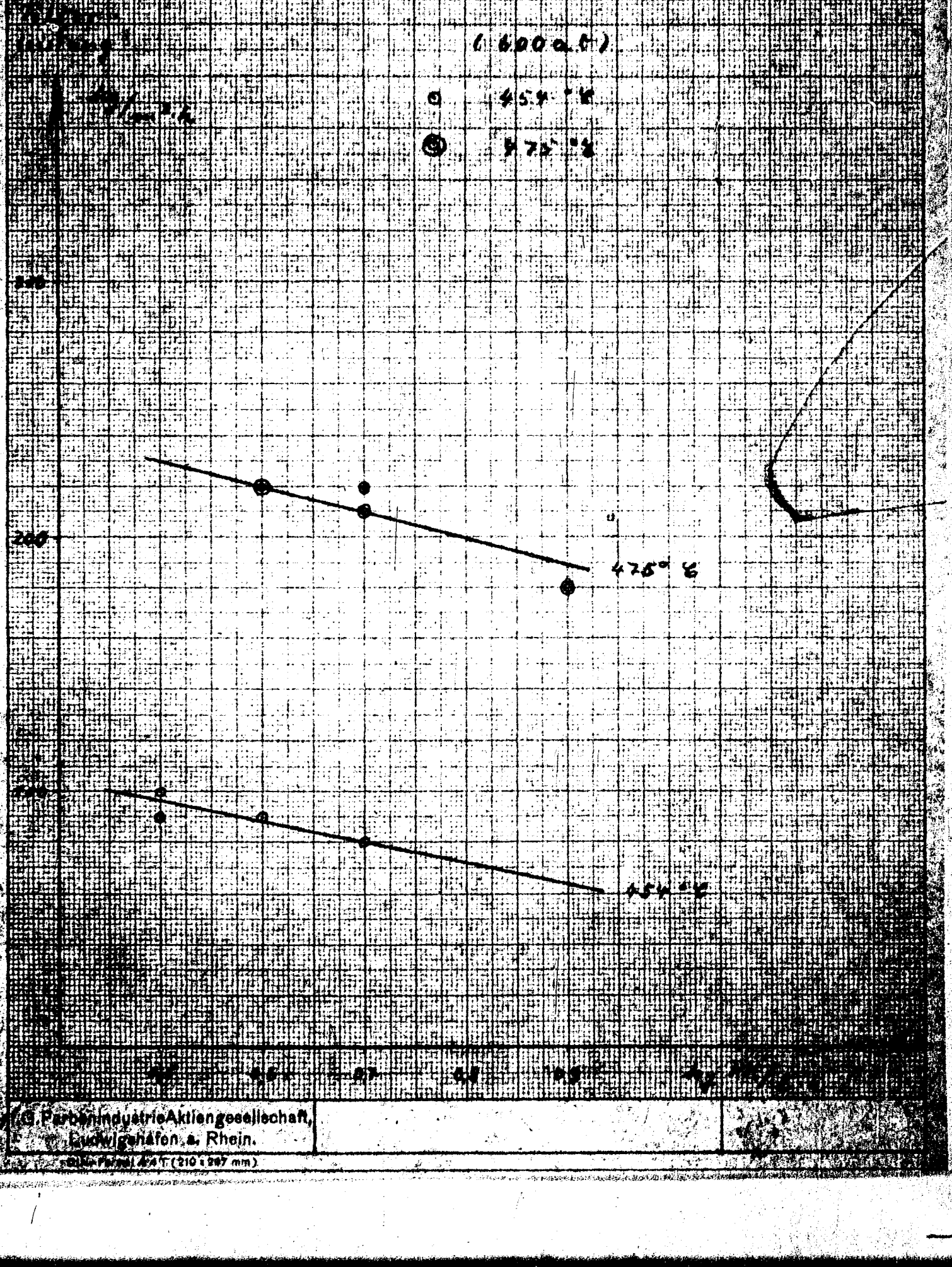
bei 600 at

Gehalt an Sauerstoff in Vol.-%

(600 at)

○ 454 °K

● 475 °K



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

Gültig für Blatt A 4 (210 x 297 mm)

TITLE PAGE

38. Betr. Beseitigung der Ansätze und Verstopfungen der Scholvener Kohleöfen.
Preventing crusts and blockings of coal furnaces at Scholven.

Frame No. 1336

Hochdruckversuch
Lu 550

15. 9 19 2 Scha/Pf

1 Durchschlag
Frau Wagner Fa.
Vermerk Ko

Aktennotiz

Betr: Beseitigung der Ansätze und Verstopfungen der Scholvener Kohleöfen.

Herr Dr. Urban führte am 11 9 42 anläßlich meines Besuches in Scholven etwa folgendes aus:

„Die Verstopfungen der Kohleöfen nahmen ein immer beängstigenderes Ausmaß an. Die Lebensdauer einer Kammer betrug nur noch ein Bruchteil der projektierten. Bei der geringen Möglichkeit Reserveöfen usw. zu halten, schien die Produktion stark gefährdet.

Da brachte die Zugabe von Ammonsulfat zur Kohle die Erlösung. Die z. Zt verarbeitete Kohle (60 % Blumenthal + 40 % Zweckel) hat

9,6 % Alkali
in 4 % Asche
= 0,43 % Gesamtalkali.

Dazu ist erforderlich 0,5 % Ammonsulfat.

Diese Menge genügt gerade, um die seitherigen Störungen zu beseitigen. Als man die Menge auf 0,4 % senkte, traten die Störungen wieder auf. Scholven wird demnächst auf Eisensulfat übergehen, wovon dann die doppelte Menge benötigt wird.

Erklärung der Wirkung: Durch die Zugabe von Ammonsulfat wird die Bildung eines eutektischen Gemisches gestört."

Dr. Urban erwähnte, daß zwar auch der Aschegehalt der Kohle in der letzten Zeit sich gebessert habe, er spricht jedoch den Erfolg ~~und~~ der Zugabe von Ammonsulfat zu. Demnächst muß wieder aschereichere Kohle vorübergehend gefahren werden - aus einem Vorrat -, wobei dann der Gegenbeweis für die Wirkung des Ammonsulfats erbracht werden kann.

gez. Schappert

TITLE PAGE

39. Versuche zur "Kaviar" Bildung in Drehautoklaven.

Experiments on "Caviar" formation in the rotary autoclave.

Frame Nos. 1337 - 1338

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

H I 92 aus 1950

8. Septemb[illegible] 42.Ro/Ob.

Versuche zur „Kaviar"-Bildung im Drehautoklaven.

Im Zusammenhang mit den „Kaviar"-Schwierigkeiten bei Rheinbraun im Juni 1942 wurden u.a. auch in Drehautoklaven Kontakt-Versuche durchgeführt.

Vor allem wurde versucht, unter Anwendung der bei Rheinbraun üblichen Kontaktmengen im Drehautoklaven „kaviar"-ähnliche Abscheidungen zu erhalten. Es wurde vorausgesetzt, dass dazu genügend lange Versuchsdauer nötig sei; gleichzeitig wurden die bei Drehbomben-Versuchen verwendeten Stahlkugeln fortgelassen. Es konnte festgestellt werden, dass das Weglassen der Stahlkugeln bei diesen Versuchen keine Nachteile mit sich brachte, vor allem trat kein Festbacken an der Bombenwandung ein.

In der beigefügten Tabelle sind die erhaltenen Versuchsergebnisse zusammengefasst; um durch die jeweils auf ein Vielfaches erhöhte Verweilzeit nicht allzu starke Spaltung zu bekommen, wurde die Versuchstemperatur erniedrigt.

Während bei den auch sonst üblichen Versuchsbedingungen (Spalte I) und einer Versuchsdauer von 3 Stunden keine Anzeichen von „Kaviar"-Bildung vorhanden waren, zeigte sich bei 10-stündiger Verweilzeit und 21 mV (408°C) Arbeitstemperatur (Spalte II) im Benzolfesten auf dem 16 000er Sieb eine Abscheidung von Calcium-Carbonat vermengt mit Kohle, die zum Teil schalenförmige Struktur aufwies. Eine Verlängerung der Versuchsdauer auf 30 Stunden zum Zwecke der Vergrößerung der erhaltenen $CaCO_3$-Körnchen führte zu keinem Erfolg (Spalte III), es konnte im Gegenteil sogar die bei dem 10 Stunden-Versuch beobachtete Erscheinung nicht wieder gefunden werden.

gez. Rotter

gemeinsam mit:

Dr. Lemme
" Schiffmann
" Leonhard

Anlage: 1 Tabelle

Versuche zur „Kaviar"-Bildung im Drehautoklaven.

Tabelle

Kohle	K 229, Rheinische Braunkohle, Rohkohle vom 30.6.42.		
Anreibung 1 : 1	P 1214 + P 1235 (9 : 1) Hybernia-Anreiböl + Steinkohlen-Teerpech		
Kontakt bezogen auf Trockenkohle	6% Bayermasse 2% elementarer Schwefel		
Spalte	**I**	**II**	**III**
Höchstdruck at ü	560	580	580
Temperatur ΔV/°C	22,o/425°C	21,o/408°C	20,o/392°C
Versuchsdauer Std.	3	10	30
Bombe/Versuch	6 /1265	6 /1268	6 /1269
Reinkohle-Abbau	100	100	100
s-Asphalt im Öl	3,1	2,2	1,1
" " Schweröl	5,5	3,2	2,2
Neubildung - 350°C	104	70,5	140,5
spez.Gew. des Öls	1,041	1,058	1,018
% Vergasung auf Neubildung-350°+Verg	19,6	12,3	13,1
Mikrountersuchungsbefund:	kein Klebasphalt keine Kaviarbildung	kein Klebasphalt. In Rückstand auf dem 16 000er Sieb (Benzolfestes) leicht zerbröckelnde, Schichten-struktur zeigende Calciumcarbonat-Körner, vermischt mit Kohle	kein Klebasphalt keine Kaviarbildung.

BEILAGE

40. Versuche mit rheinischer Braunkohle im 1 Ltr.-Ofen. Aktennotiz 3.
Neutralisation der Kohle und Absitzverhalten.
Experiments with Rhine brown coal in 1-liter furnace.
Note No. 3: Neutralisation of coal and its tendency to deposit.

Frame Nos. 1339 - 1340

[illegible]
La 556

H. d. Peters
28. August 1942/R.s/Gr
1339

(40)

Versuche mit rheinischer Braunkohle im 1 Ltr-Ofen.

Akten-Notiz Nr. 3[1]

Neutralisation der Kohle und Abeitsverhalten:

In Fortsetzung der früheren Versuche im 1,5 Ltr-Ofen ohne Rührer zur Untersuchung des Abeitsverhaltens bei verschiedenen Fahrbedingungen wurden Versuche mit teilweiser Neutralisation der Kohle durchgeführt, und zwar ein Versuch, in dem die Kohle zu 50% mit H_2SO_4 neutralisiert war und ein Versuch, in welchem der Kohle vor dem Trocknen 7,5% $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ zugesetzt waren, entsprechend ebenfalls einer 50%-igen Neutralisation der Asche. Im Falle der Eisensulfatzumischung wurde die sonst als Kontakt verwendete Bayermasse weggelassen. Die Versuche sind in der folgenden Tabelle denen mit nicht behandelter Kohle gegenübergestellt.

Die in sämtlichen Versuchen gemeinsamen Versuchsbedingungen waren folgende:

600 atm H_2-Druck, Temp. 24,5 mV
Anreiböl: Wesseling Kohle : Anreiböl = 45 : 55
1% Schwefel auf Kohle zum Brei
Breidurchsatz: 0,93 kg/Ltr u.Std.
15% Abschlammrückführung

Kohle	unbehandelt	50% H_2SO_4 neutralisiert	50% $FeSO_4$ neutralisiert	unbehandelt
Kontakt	3% Bayermasse	3% Bayermasse	-	3% Bayermasse
Versuch vom .. 1942	17.-18.7.	25.7.-1.8.	5.8.-10.8.	12.8.-16.8.
Betriebsstunden mit Brei	26	169	165	64
g Ansatz im Ofen je ltr.Ofen-Vol.u.Tag	200	35 x)	14	58 x)
Produkt				
spez.Gew./20°	0,976	0,980 → 1,038	0,976 → 1,008	0,982 → 0,990
% - 325°	39	42 → 70	51 → 34	45 → 39
- 350°	54	59 → 42	66 → 48	59 → 53
% a-Asphalt i.Abschl.	8,6	4,8 → 9,9	5,8 → 9,5	6,7 → 8,1
Leistung - 325°	0,20	0,25 → 0,19	0,30 → 0,18	0,27 → 0,25
Vergasung/Leistung -325° +Verg.	-	15,1/15,1	16,7 – 17,2	19,8
Analyse des Ofen-Ansatzes:		x) Ansatz vorwiegend in d.ob(r.Ofen-hälfte, teilw.vermutl.durch Verkokung b.Durchgehen d.Of.Tem. i.dies.Teil des Ofens.		x) wie Vers. v.25.7.-1.8.
% Asche	63,4			
% SiO_2 i.d. Asche	4,7			
% Fe_2O_3 " "	32,5			
% CaO " "	25,4			
% CO_2 i.A.	1,3			

1) s.Seite 2.

Bei den beiden Versuchen mit neutralisierter Kohle wurden die geringsten Ansätze im Ofen entsprechend den längsten störungsfreien Fahrzeiten erhalten, wobei der Asphaltgehalt der Abschlämme (bei gleichen Laufzeiten der Versuche verglichen) und anscheinend auch die Vergasung etwas niedriger waren als bei nicht neutralisierter Kohle. Die Neutralisation durch H_2SO_4 bezw. durch Eisensulfat unter Weglassen der Bayermasse lieferten sehr ähnliche Ergebnisse. Z.Zt. läuft noch ein weiterer Versuch, bei welchem die Kohle nur zu etwa 20% durch Eisensulfat und zu etwa 40% durch Magnesiumsulfat neutralisiert ist. Das Abschlamm-Aussehen war in allen Fällen gut, Klebasphalte oder Ausscheidungen in Abschlamm oder kaviarähnliche Teilchen in den festen Ansätzen wurden nicht beobachtet. Entsprechende Großversuche mit neutralisierter Kohle zur Nachprüfung der obigen günstigen Ergebnisse sind wünschenswert, da wie die beiden Versuche mit unbehandelter Kohle zeigen, das Ausmaß des Abziehens bei den vorliegenden Kleinversuchen offenbar stark durch Zufälligkeiten bei der Bedienung der Öfen beeinflußt wird.

Fahrtechnisch scheinen nach den Kleinversuchen keine Bedenken gegen entsprechende Großversuche zu bestehen.

gez. Reitz

gemeinsam mit

Dr. Donath
" Schiffmann

(siehe S.1) 1) Vergl.Notizen vom 14.7. und 25.7.42 (Ber. 20 4541 und 20 4781

TITLE PAGE

41. Gemeinsame Verarbeitung von oberschlesischer Kohle und Spulgasteer auf Brikettiermittel und Heizöl.
Joint processing of Upper Silesian coal and rinsing gas tar to briquet binding agents and to heating fuel.

Frame Nos. 1341 - 1345

Hochdruckversuche
Lu 558

1341

15. 8. 1942

Gemeinsame Verarbeitung von oberschlesischer Kohle und Spülgasteer auf Brikettiermittel und Heizöl

(vorläufiger Bericht).

Zusammenfassung.

In Kammer 804 (Ofenvolumen 431 Ltr.) lief bei 700 atm ein kurzer halbtechnischer Versuch zur gemeinsamen Verarbeitung von oberschlesischer Kohle (Beuthen + Heinitz 1:1) und Lurgispülgasteer (aus Carsten-Zentrumkohle). Es wurde ein Brei aus 40 % Kohle 60 % Teer mit Gesamtdurchsatz 2,2 unter Zusatz der üblichen Eisenkontakte verarbeitet. Der Teer enthielt ca. 42 % Mittelöl.

Es wurden auf mittelölhaltigen Teer bezogen 76 % asphaltfreie Öle und 123 % Brikettiermittel vom Erweichungspunkt 74° auf eingesetzte Kohle erhalten. Der asphaltfreie Ölgewinn bestand zu 10 % aus Benzin, 70 % Mittelöl und 20 % Schweröl.

Anschließend an den halbtechnischen Versuch zur hydrierenden Extraktion in Kammer 804 wurde ein kurzer Versuchsbetrieb von etwa 3 Tagen zur gemeinsamen Verarbeitung von Kohle und Schwelteer bei 700 atm durchgeführt.

Dem Versuch lag folgender Gedankengang zu Grunde:

Aus einem Gemisch von Kohle und Schwelteer sollten gleichzeitig Brikettiermittel und asphaltfreie Öle (Benzin, Mittelöl, Heizöl) hergestellt werden. Dabei war das Ziel, einerseits möglichst ebensoviel Brikettiermittel wie eingesetzte Kohle und andererseits möglichst ebensoviel asphaltfreie Öle wie eingesetzter Teer zu erzeugen; dadurch, in einem Arbeitsgang eine Extraktion der Kohle zu Pitchen und eine Raffination bezw. spaltende Hydrierung des Schwelteeres zu Benzin, Mittelöl und asphaltfreien schweren Ölen von Heizölqualität durchzuführen. Die Apparatur wurde gegenüber dem Extraktionsversuch unverändert belassen (siehe Zusammenstellung Rank v. 24.7.42 Nr.20481 12. Woche zur hydrierenden Extraktion von Steinkohlen in Kammer 804). Die Abscheider wurden wie beim Extraktionsversuch Temperaturen von etwa 240° eingehalten.

Als Kohle wurde gewaschene oberschlesische Waschkohle Beuthen + Heinitz 1:1, als Teer Spülgasteer aus Carsten-Zentrumkohle von der Lurgi-Anlage der Schles. A.G. verwendet.

Der Teer hätte entsprechend Kleinversuchen besser im mittelölfreien Zustand zum Einsatz kommen sollen, aus mengenmäßigen und technischen Gründen mußte jedoch mittelölhaltiger Teer eingesetzt werden. Infolge dieser Maßnahme konnten nur 76 % des Teeres als asphaltfreie Öle erhalten werden, dafür entstanden 23,5 % Brikettiermittel auf eingesetzte Kohle. Dennoch gibt der durchgeführte Versuch wertvolle Hinweise für den Fall der Verarbeitung von mittelölfreiem Teer, welche Arbeitsweise nach Kleinversuchen dem gesetzten Ziel näherkommt.

Die anliegende Bilanzübersicht gibt Verarbeitungsbedingungen und Resultate wieder.

Die mit den üblichen Eisenkatalysatoren versetzte Kohle wurde im Verhältnis etwa 40:60 mit Schwelteer angemaischt. Der Teer enthielt 36-47,5 % Mittelöl. Gefahren wurde im geraden Durchgang ohne Rückführung von Abschlamm. Abschlamm und Abstreifer wurden vereinigt und das Gemisch auf einen Rückstand mit Erweichungspunkt 74° (Brikettiermittel) abgetoppt. Das Topplöl bestand aus Benzin, Mittelöl und Schweröl.

Der Kohledurchsatz entsprach mit 0,82 kg/l/St. Reinkohle dem Durchsatz der hydrierenden Extraktion, der Teerdurchsatz betrug 1,33, Gesamtbreidurchsatz 2,2. Die Eingangsgasmenge war mit 1,04 m^3/kg Brei entsprechend 2,5 m^3 Gas/kg Kohle höher wie bei der hydrierenden Extraktion (1,5 m^3/kg RK). Der Gesamtdruck betrug 700 atm, der H_2-Partialdruck 468 atm, die mittlere Ofentemperatur 472°.

Bei diesen Verarbeitungsbedingungen wurde das organisch Feste zu 89,4 % abgebaut und auf Reinkohle ein Hochdruckölgewinn von 75,3 % erhalten. Die Vergasung war 11,3 % bezogen auf C der eingesetzten Reinkohle.

Auf 1000 kg Brei bestehend aus 398 kg T-Kohle + Kat. und 602 kg Schwelteer wurden als praktischer Ölgewinn erhalten:

46 kg	Benzin -200°
320 kg	Mittelöl 200-325°
91 kg	asphaltfreies Schweröl
490 kg	Brikettiermittel
947 kg	Gesamtausbeute

das heißt 76 % asphaltfreie Öle auf eingesetzten Schwelteer und 123,5 % Brikettiermittel mit Erweichungspunkt 74° bezogen auf eingesetzte T-Kohle.

Entsprechend waren die Leistungen:

Benzin	0,10	
Mittelöl	0,71	(Neuleistung 0,17)
Schweröl	0,20	
Brikettiermittel	1,08	
Gesamtleistung	2,09.	

Der Vergleich der beiden aufgeführten Bilanzen vom 27.6.42 und 29.6.42 zeigt, daß der am 27.6. eingesetzte Teer mit 47,5 % Mittelöl mehr Mittelöl enthielt als der Teer vom 29.6.42 (35,9%). Bei 2° höherer Ofentemperatur am 29.6. und kleinerer Mittelölmenge im Einspritzprodukt ist an diesem Tage die Benzin- und Mittelölneubildung größer als am 27.6. Dieser Umstand weist darauf hin, daß bei Einsatz von mittelölfreiem Teer und geeigneten Verarbeitungsbedingungen ein noch größerer Prozentsatz des Teeres als asphaltfreies Öl wiedergewonnen werden kann.

Über die Heizöleigenschaften des Schweröles liegen zur Zeit noch keine Zahlen vor.

Beim Versuch traten 1) keinerlei verfahrenstechnischen Schwierigkeiten auf.

gez. Rank

---

1) soweit in der kurzen Fahrperiode ersichtlich.

Bilanzübersicht:

Datum Kammer 804	27.VI.42	29.VI.42	Mittelwert
Kohle	Oberschlesische Kohle Beuthen + Heinitz 1 : 1		
% Asche/TK	4,90		
% C/aK	81,96		
% Flüchtiges/FK	37,59		
Schwelteer			
% Festes	0,4	0,4	0,4
% Asphalt	11,0	12,8	11,9
% Mittelöl	47,5	35,9	41,7
Ofenvolumen	431 l	431 l	
Gesamtdruck atm	700	700	700
H_2-Partialdruck atm	472	463	468 atm
Ofentemperatur maximal °C	476°	476°	476°
" Mittel	471°	473°	472°
Kohlevorbehandlung	Kohle geschroten, gemahlen, mit 1,2% $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ getränkt, getrocknet. 1,5 % Bayermasse + 0,3 % Sulfigran pulverförmig zur Trockenmühle		
Kohlebrei:			
Kohle : Schwelteer	1 : 1,56	1 : 1,47	1 : 1,52
im Kohlebrei % Ges.-Festes	39,3	40,7	40,0
% TK + Kat.	39,1	40,5	39,8
% Reinkohle	36,2	37,4	36,8
Breidurchsatz	2,21	2,20	2,20
Durchsatz: TK + Kat.	0,86	0,89	0,88
Reinkohle	0,80	0,83	0,82
Schwelteer	1,35	1,31	1,33
m^3 Eingangsgas/kg Brei	1,03	1,05	1,04
" Kaltgas / kg Brei	0,02	angerissen	—
Rohbilanz	99,2	100,2	99,7
Aschebilanz	104	106,7	105,4
Wasserneubildung/Kohle + Teer	2	0,7	1,4
Hochdruckölgewinn/aK %	71,3	79,2	75,3
Zusammensetzung des Hochdruckölgewinnes: % Benzin -200°	15,0	17,9	16,5
% Mittelöl 200-325°	21,5	33,4	27,4
% asphaltfreies S'Öl, 325°	49,3	34,4	41,8
% Asphalt	14,2	14,3	14,3
% Abbau des organisch Festen	88,8	90,0	89,4
% C Vergasung/ C in Reinkohle	10,5	12,1	11,3
% Vergasung/Bi + Mi + S'Öl + Vergasung	7,5	8,6	8,0

%

Bilanzübersicht
Fortsetzung

Datum Kammer 804	27.VI.42	29.VI.42	Mittelwert
Prakt. Ölgewinn:			
Aus 1000 kg { kg Kohle	391	405	398
{ kg Schwelteer	609	595	602
werden erhalten: kg Benzin -200°	39	53	46
kg Mittelöl 200-325°	337	302	320
kg asphaltfreies Schweröl >325°	79	104	91
kg Brikettiermittel (Krä Sar)	483 (74°)	498 (73°)	490 (74°)
Leistung: Benzin	0,086	0,116	0,10
Mittelöl	0,745	0,668	0,71
Schweröl	0,174	0,230	0,20
Brikettiermittel	1,068	1,10	1,08
Gesamt	2,073	2,114	2,09
Nutzleistung Benzin	0,086	0,116	0,10
Mittelöl	0,123	0,216	0,17
% asphaltfreies Öl/eingesetzten Teer	74,7	77,2	76
% Brikettiermittel/eingesetzte Kohle	124	123	123,5

TITLE PAGE

42. Versuchsbericht: Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Kohle (K 1197) und Heisschwelteer aus schlesischer Kohle (P 1376) auf geringen Schweröluberschuss bei 600 atm im 10 Ltr.Ofen.

Experimental report: Joint processing of Silesian coal (K 1197) and high temperature carbonization tar from Silesian coal (P 1376) for obtaining slight excess heavy oil at 600 atm im 10 liter furnace.

Frame Nos. 1346 - 1373

Hochdruckversuche
Lu 558

28. Juli 1942. Hu/Pf.

H. F. Peters

1346

Versuchsbericht

G. v. Hartmann und H. Hupfer

Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Kohle (K 1197) und Heißschwelteer aus schlesischer Kohle (P 1376) auf geringen Schweröldurchsatz bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.

G. v. Hartmann und H. Hupfer

Gemeinsame Hydrierung von Förderkohle der Heinitzgrube OS (K 1197 v. 25.6.40) und Schwelheißteer der Schlesag (P 1376 v. 6.6.40) bei 600 atm auf geringen Schwerölüberschuß im 10 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Für Blechhammer war zu klären, ob die Verarbeitung des dort anfallenden Schwelteeres vorteilhafter für sich allein oder gemeinsam mit der Steinkohle erfolgt. Ein Schwelheißteer aus schlesischer Kohle (P 1376) hatte sich zwar im 10 Ltr.-Ofen störungslos verarbeiten lassen [1], jedoch infolge seines hohen Chlorgehaltes von 0,6 % die ungewöhnlich hohe Zugabe von 1,1 % Sulfigran erfordert und infolge seines Paraffingehaltes ein hochstockendes Heizöl geliefert.

Der in einem vorhergehenden Versuch [2] in üblicher Weise bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeiteten Kohle 1197 (Heinitzgrube OS) wurde nun Schwelheißteer + 1 % (auf Teer bezogen) Grude-Eisen-Titan im Verhältnis 100 : 20 zugegeben; dies entsprach der damaligen Planung nach dem Verhältnis des zu erwartenden Teeranfalles zu der zu hydrierenden Kohle. Die Gasmenge wurde des Teeres wegen nicht erhöht, da sie mit 4 cbm/kg Kohle bereits reichlich bemessen war. Auf eine anfänglich noch angewendete geringe Abschlammrückführung konnte später verzichtet werden, da der Teer die Gefahr der Austrocknung des Vorheizers mit Sicherheit ausschloß.

Unter diesen Bedingungen ließ sich das Kohle-Teer-Gemisch bei 468-466° störungsfrei verarbeiten. Insbesondere war es nicht notwendig, mit der Natriumsulfidzugabe über das normale Maß von 0,3 % auf Kohle hinauszugehen. Diese Menge im Verein mit den alkalischen Bestandteilen der Kohleasche reichte zur völligen Neutralisation des Chlores aus. Die anfangs für möglich gehaltenen Ausflockungen von Asphalten durch paraffinische Anteile des Teeres waren nicht festzustellen; bezüglich des Wärmeüberganges in der Vorheizung verhielt sich das Gemisch nicht anders als normaler Kohlebrei. Bei gleicher Ofentemperatur konnte die Sohlange mit Teer um 0,3 mV tiefer gefahren werden als ohne Teer; die Hydrierung des Schwelteeres lieferte demnach soviel Wärme, daß trotz des zusätzlichen Teerdurchsatzes der Vorheizer ein wenig entlastet wurde.

Die wichtigsten Ergebnisse (Bilanz 2-3 [3]) sind anschließend den unter praktisch gleichen Bedingungen aus der Kohle ohne Teer erhaltenen gegenübergestellt.

---

1) Zusammenstellung 20 344 i Hu v. 2.6.42.

2) " 20 244 i Hu v. 9.3.42.

3) Bilanz 1 lieferte nicht ganz so günstige Resultate, da sich der Teerzusatz erst allmählich auswirkte.

	Kohle + Teer gesamt	Kohle + Teer nach Abzug des Teeranteils	Kohle ohne Teer
Leistung	0,362	0,283	0,265
Schweröl im Ölgewinn	8,9	0	0
Vergasung	21,9	24,7	27,1
s-Asphalt im feststofreien Rücklauföl	7,9	7,9	9,2
s-Asphalt auf R.K.	10,9	10,9	11,2
Abbau	93,8	94,0	95,6

Wie die Werte zeigen, die sich für die Kohle allein durch Subtraktion der Ausbeuten aus dem Teer ergeben, hatte der Schwelteer einen überraschend günstigen Einfluß auf die Hydrierung der Kohle. Es ergab sich eine fortschreitende Verminderung der Vergasung, mit der eine Senkung des Asphaltspiegels parallel ging. Nur für den Abbau werden etwas ungünstigere Werte gefunden.

Die vorteilhaften Ergebnisse dieser Fahrweise sind wohl außer auf den Effekt des Chlors im Teer darauf zurückzuführen, daß sich durch das Herausziehen einer geringen Schwerölmenge eine dauernde Erneuerung des Rücklauföls ergab und daß die Phenole des Teeres eine gute Lösung und Verteilung der entstandenen Asphalte und damit ihre leichtere Verarbeitung bewirkten.

Die entstandenen Produkte waren entsprechend dem Mischungsverhältnis der eingesetzten Rohstoffe den reinen Kohleölen recht ähnlich. Das Schweröl hatte eine bessere Viskosität als die Öle, die bei der Verarbeitung von reiner Kohle auf maximalen Schwerölüberschuß gewonnen wurden. Im Stockpunkt bestand kein wesentlicher Unterschied.

Bei praktisch gleichbleibender Temperatur (468°) ließ sich die Leistung durch Erhöhung des Durchsatzes nicht weiter steigern. Die übrigen Ergebnisse wurden hierbei, wie zu erwarten, allmählich ungünstiger.

Die Versuche wurden ausgeführt von
Dr. v. Hartmann
gemeinsam mit
Dr. Hupfer

gez. Hupfer

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg
Untersuchungen: Dr. Schiffmann
" Meier
" Scheiner
" Boente
" Hirschberger
" Lemme.

Versuchsanordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen[2].

Breischlange gelitert zu 1 120 ccm. Anfahrtag 15.5.40

Ofen Reaktionsvolumen gelitert zu 8,05 Ltr.
Umdrehungszahl des Ofenrührers 36 U/Min.

Abscheider mit elektrisch beheiztem Bleibad.

Ofen 451 v. 27.7. - 18.8.1940.

Versuchsverlauf.

27.7.40 Nach Beendigung des Versuches zur Verarbeitung der Kohle 1197 bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl, der mehrere Monate gelaufen war, wurde umgestellt auf folgenden Kohlebrei:

K 1197 v. 25.6.40 geschroten, technisch in Lu mit $CaCl_2$ entascht, getränkt mit 1,2 % Ilöl ($FeSO_4 \cdot 7$ aq), getrocknet und gemahlen

+ P 1376 v. 6.6.40 im Verhältnis 100 : 20

+ 1,5 % auf Kohle bezogen 6531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,3 % auf Kohle bezogen 6709 (Na_2S, Sulfigran), beide kolloidal 50 %ig im Abstreiferschweröl aus K 1197, + 1,0 % auf Teer bezogen 7509 b. Ch. 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 33%ig im Abstreiferschweröl aus K 1197;

+ Anreibeöl (Rücklauföl aus K 1197) zu Kohle 1 : 1

+ Abschlamm zu Kohle 0,1 : 1.

Der Teer erhielt seinen Grudekontakt, dagegen kein zusätzliches Na_2S, da erwartet wurde, dass die der Kohle gegebene Menge Na_2S zusammen mit der Alkalität der Kohleasche zur völligen Neutralisation des Chlors ausreichen würde.

Da das Anreibeöl der Kohle viel schwerflüchtige Öle enthält und dadurch eine Austrocknungsgefahr nicht besteht, wurde für den Teer keine Erhöhung der Abschlammrückführung vorgesehen.

Kohledurchsatz 3,7 kg/Std., Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Auf einen Gaszusatz für den Teer wurde verzichtet, da die Gasmenge für die Kohle allein sehr reichlich bemessen war.

Der Ofen sollte so gefahren werden, dass 95 - 105 % Neuabschlamm auf Kohle berechnet anfallen. Dabei waren folgende Hochsttemperaturen einzuhalten: Breischlange 24,0 mV[1], Ofen 25,0 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer.

Aufarbeitung: Produkt + Schweröl wurden zusammen destilliert auf

---

2) Klemmentemperatur 40°.
Vergl. z.B. Zusammenstellung 202441 v.9.3.42 (K 1197 auf Bi + Ib

Benzin - 135°, Schwerbenzin 135 - 200°, Mittelöl 200 - 325° und Schweröl. Vom Schleuderrückstand wurden 2 kg/Schicht gesammelt.

Etwa ebensoviel Schweröl (= rd. 34 % v. Teer) waren den Bilanzen nach aus dem Teer bei dessen alleiniger Verarbeitung auf Schwerölüberschuß erhalten worden.

Der Neuabschlamm wurde mit Schweröl auf 16% Festes verdünnt und geschleudert, der Schleuderrückstand mit Schleuderöl auf 40 % Festes verdünnt und geschwelt. Der Rest des Schleuderöls diente in Mischung mit dem Rest des Schweröls als Rücklauföl.

29.7. Vorübergehend Abfall des Kompressordruckes auf 500 atm infolge Undichtwerden eines kleinen Ofens (325). Daraufhin Standstörung am Abscheider mit Überkotzen. Die Störung konnte durch Entschlammen auf Gas und durch Spülen beseitigt werden.

30.7. Leichte Standstörung am 10 Ltr.-Gefäß, wurde durch mehrmaliges Hochziehen behoben.

Grund war das Überkotzen des Ofens am Vortage.

31.7.
ab Bilanz 1:

90 kg Frischöl ergänzt wegen Anreiböl mangels: P 1214 (Hibernia-Anreiböl von Rütgers, getoppt -325° + P 1376 im Verhältnis 80:20). Anschließend an die Analyse Abschlammprozente zurück auf 90-100.

Einer überschlägigen Rechnung nach mußte dieser Anfall zur Gewinnung einer ausreichenden Rücklauföl menge genügen.

4.8.
ab Bilanz 2:

Während der Bilanzzeit Überdruck an M.P. 2 (Ofen unten), durch Spülen behoben.

5.8. Standstörung am 10 Ltr.-Gefäß, durch mehrmaliges Hochziehen behoben.

Grund waren vermutlich Paraffinausscheidungen, die aus dem Schwelteer stammten, da das 10 Ltr.-Gefäß kalt gefahren wurde.

5.8. Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen von Druckausgleich und Standschauglas behoben.

7.8. Ohne Abschlammrückführung.

Durch die Zugabe des Schwelteers war die Austrocknungsgefahr mit genügender Sicherheit ausgeschaltet.

8.8.
ab **Bilanz 3**:

Abschlammprozente vor auf 95-105. 100 kg Frischöl (P 1214 get. + P 1376, 80:20) ergänzt.

Beides wegen Anreibeölmangels.

Kohledurchsatz vor auf 4,2 kg/Std.

Es sollte eine Bi- + Mi-Leistung von etwa 0,27 erreicht werden.

13.8. Entsprechend der Durchsatzänderung wurden von nun ab 2,25 kg Schweröl je Schicht herausgezogen.

14.8.
ab **Bilanz 4**:

Später Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen behoben.

16.8. Abschlammprozente zurück auf 92-102.

Es fiel zuviel Rücklauföl an.

18.8.
ab **Bilanz 5**:

Anschließend umgestellt auf neuen Versuch (K 1197 + schlesisches Teergemisch.

Versuchsergebnisse.

Die oberschlesische Steinkohle „Heinitzgrube" (K 1197) wurde mit Heißschwelteer der Schlesag (P 1376) gemeinsam hydriert in dem Verhältnis (100:20), in dem der damaligen Planung nach die Menge der (in Blechhammer) zu verarbeitenden Kohle zu dem zu erwartenden Teeranfall stand. Es wurde in üblicher Weise bei 600 atm auf Benzin + Mittelöl gefahren und dabei soviel Schweröl herausgezogen, wie aus dem Teer bei dessen Verarbeitung für sich allein auf Schwerölüberschuß [1]) gewonnen worden wäre. Die Kohle erhielt ihre normale Kontaktkombination (1,2 % Eisensulfat, 1,5 % geschwefelten Bayermasse, 0,3 % Na_2S), der Teer 1,0 % Eisen-Grude-Titan. Die Natriumsulfidmenge des Teeres wegen zu erhöhen, wurde unterlassen in der Hoffnung, daß die verwendete Menge zusammen mit der Alkalität der Kohleasche zur völligen Neutralisation des Chlors ausreichen würde. Die Gasmenge war dieselbe, mit der die Kohle ohne Teer hydriert wird; da sie für diese mit rd. 4 cbm/kg sehr reichlich bemessen ist, wurde auf einen Zusatz für den Teer verzichtet. Anfänglich wurde auch die geringe Abschlammrückführung 1 : 0,1 beibehalten, die bei der Verarbeitung der Kohle allein [2]) angewendet worden war.

I) Mit Kohledurchsatz 0,44.

Bilanz 1-2.

Zunächst wurde derjenige Kohledruchsatz und diejenige Temperatur gefahren, mit denen die Kohle ohne Teer unmittelbar vorher auf Benzin und Mittelöl verarbeitet worden war. Die wichtigsten Ergebnisse sind nachfolgend aufgeführt:

		Kohle + Teer: Gesamtergebnis	Kohle + Teer: nach Herausrechnung der Teerausbeuten	Kohle ohne Teer zum Vergleich
Leistung		0,355	0,275	0,265
Ölgewinnverteilung:	Benzin -135° %	11,9	13,4	13,4
	" 135-200° %	10,4	11,8	) 86,6
	Mittelöl -325° %	68,7	74,8	)
	Schweröl %	9,0	0	0
Vergasung	%	23,1	26,1	27,1
Anreiböl-Überschuß auf Hochdrucköl-Gewinn	%	3,3	5,0	11,1
Abbau	%	93,8	94,0	95,6
a-Asphalt	auf R.K. %	10,6	10,6	11,2
"	auf festefreies Rücklauföl %	9,3	9,3	9,2
"	im Anreiböl %	6,5 [3])	6,5 [3])	8,0
Benzolfestes im Anreiböl	%	5,2	5,2	5,7
Neuabschlamm auf T.K.	%	80,8	80,8	84,0

1) Zusammenstellung 20 344 i Hu v. 2.6.42.
2) " 20 244 i Hu v. 9.3.42.
3) Bilanz 2.
4) 458°.

Um den Einfluß des Teerzusatzes auf die Kohlehydrierung beurteilen zu können, wurden rechnungsmäßig diejenigen Ausbeuten in Abzug gebracht, die aus dem Teer bei der Verarbeitung für sich allein im geraden Durchgang erhalten worden waren. Dies dürfte ein hinreichend genaues Bild ergeben, da der Zusatz des Teeres verhältnismäßig klein war, und da die Teerverarbeitung bei annähernd gleicher Verweilzeit im Ofen und bei nur wenig höherer Temperatur erfolgt war.

Wie die Zahlen erkennen lassen, beeinflußt der Teerzusatz die Ölausbeute (Leistung) aus der Kohle und deren Verteilung wenig. Dagegen war eine fortschreitende Verbesserung der Vergasung sowie des Asphaltabbaues zu erkennen. Letztere führte auch zu einer geringen Steigerung des Schleudereffektes. Der Festeabbau wurde dagegen etwas niedriger gefunden.

Die günstigen Ergebnisse des Teerzusatzes beruhen vermutlich auf der Wirkung mehrerer Faktoren. Die ständige Herausnahme des dem Teer entsprechenden Schweröleanteils bringt eine dauernde Erneuerung des Anreiböls mit sich. Vermutlich fördern außerdem die Phenole des Schwelteeres den schonenden Aufschluß der Kohle bezw. bewirken als Lösungsmittel eine besonders gute Verteilung der entstehenden Asphalte. Ferner kommt die Kontaktaktivität des Chlorgehaltes vom Schwelteer zum Tragen.

Wie zu erwarten, zeigen die erhaltenen Öle weitgehend Ähnlichkeit mit den ohne Teerzusatz bei gleicher Fahrweise gewonnenen Produkten. Sie sind durch den Teer ein wenig paraffinischer. Das Schweröl liegt im spezifischen Gewicht etwa gleich. Stockpunkt, Koksteat und Viskosität sind etwas höher, letztere aber besser als die der Schweröle, die aus reiner Steinkohle bei der Verarbeitung auf maximalen Schweröleüberschuß anfallen. In der Zusammensetzung der KW-Vergasung zeigte sich kein Unterschied, nur wurde der iso-Butangehalt etwas höher bestimmt.

Bilanz 3.

Auf die Abschlammrückführung wurde nun verzichtet, da die Teerzugabe die Austrocknungsgefahr mit genügender Sicherheit ausschloß. Da der Abschlammanfall abnahm, konnte die Temperatur auf 466° zurückgenommen werden. Trotzdem senkte sich der Asphaltspiegel weiter. Die Vergasung erreichte mit 24,0 % (nach Herausrechnung des Teeranteils) einen für die Kohle 1197 außerordentlich günstigen Wert. Erwartungsgemäß nahm der Anreiböleüberschuß ein wenig zu. Die übrigen Ergebnisse blieben unverändert.

II. Mit Kohledurchsatz 0,51.

Anschließend wurde die Temperatur wieder auf 488° vorgenommen und der Durchsatz auf den oben angegeben Wert erhöht. Hierbei wurd ein zu hoher Anreiböldurchschuß erhalten, ohne daß die Leistung sich hob. Die Verbesserung des Asphaltabbaues sohien sich trotzdem noch ein wenig fortzusetzen. Die Vergasung wurde ungünstiger. Der Anfall zeigte fast unveränderte Eigenschaften.

III. Bemerkungen.

1) Das Abwasser war praktisch chlorfrei. Wie erhoffe wurde, genügte also die für Kohle normale Natriumsulfidmenge in Verein mit der Asche der Kohle zur völligen Neutralisation des Chlors, von dem der Teer die große Menge von 0,6 % enthielt. Bei der Verarbeitung des Teeres für sich allein mußten ihm 1,1 % Na_2S zugesetzt werden.

2) Während das verhältnismäßig rasche Ansteigen der Temperaturdifferenz S_4M_1 bei der Verarbeitung des Teeres ohne Kohle auf eine gewisse Temperaturempfindlichkeit bei der Aufheizung hindeutete, war die Entwicklung der Differenz in dieser Versuchsreihe dieselbe wie bei der Verarbeitung von Kohle für sich allein.

3) Der Vorheizer (S_4) konnte in diesen Versuchen um 0,3 mV niedriger gefahren werden als bei dem Fahren der Kohle ohne Teer. Die Hydrierung des Teeres verläuft demnach derart exotherm, daß der Vorheizer trotz des zusätzlichen Teerdurchsatzes eher entlastet als zusätzlich belastet wird.

4) Die Befürchtung, daß die Paraffine des Schwelteeres zu Asphaltausfällungen führen könnten, hat sich nicht bewahrheitet. Die beiden Standstörungen, die sich am Abscheider ereigneten, haben wohl andere Ursachen gehabt.

Tabellenverzeichnis

Tabelle	1 a-d	Bilanzen
"	2 a-b	Untersuchungen des Benzins - 135°
"	3 a-b	" " " 135 - 200°
"	4	" der Benzinfraktionen
"	5	" des Mittelöls
"	6	" " Schweröls
"	7	Heizöluntersuchungen
"	8	Elementaranalysen
"	9 a-b	Elementarbilanzen
"	10	Verteilung des als KW vergasten C
"	11	Isobutangehalte
"	12	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
"	13	Im Abwasser gelöste Stoffe
"	14	Schwelausbeuten
"	15	Zusammensetzung des Schwelgases
"	16	Paraffingehalte
"	17	Phenolzerlegung
"	18	Asphaltzerlegungen

Tr oelle 1 a.

Bilanzen

vom Fahren der Kohle „Heinitzgrube" OS (K 1197 v. 25.6.40) zusammen mit Schlesag-Hellschwelteer (P 1376) bei 600 atm auf geringen Schwerölüberschuß.

Ofen 451.

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5
Tag 1940		31.7.	4.8.	8.8.	14.8.	18.8.
Schicht		ab	ab	ab	ab	ab
Betriebsstunden		98	194	290	458	554
Kohle	Vorbehandlung	geschroten		technisch entascht		
	C in der Reinkohle			81,3		
	Aschegehalt der Tr.K.	2,9	2,4	2,3	2,8	2,0
Teerzusatz	Kohle : P 1376	1 : 0,2	1:0,2	1:0,2	1:0,2	1:0,2
Anreibung	Kohle : Anreiböl	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1	1 : 1
	Art des Anreibeöls	Schleuderöl aus Abschlamm + Schweröl				
	spez. Gew./50° %	1,077	1,072	1,070	1,074	1,070
	Benzolfestes %	5,6	4,7 1)	5,4	5,2	5,1
	Asche im Festen %	9,0	7,2	10,8	13,2	17,2
	im Öl - 325° %	6,5	8,8	10,2	5,1	8,3
	S-Asphalt %	10,6	6,5	6,2	5,5	6,4
Kontakt	auf die Kohle aufgetränkt bez.a.T.K. %	1,2% 1181 ($FeSO_4 \cdot 7$ aq)				
	kolloidal im Abstreiferschweröl aus Brei bez. a.T.K. %	1,5 % 6531 (geschwefelte Bayermasse)				
	" " " " "	0,3 % 6709 (Na_2S, Sulfigran				
	" " P 1376	1,0 % 7509 b.Oh.12 (Grude-Eisen-Titan				
Rückführung Kohle : Abschlamm		1:0,1	1:0,1	0	0	0
Fahrbedingungen	Temperaturen Schlange °C	447	440	439	434	435
	Ofen "	468	468	466	468	468
	Abscheider"	456	456	456	456	456
	Reinkohledurchsatz kg/Ltr. Of.Vol./Std.	0,444	0,443	0,434	0,507	0,520
	Eingangsgas cbm/kg R.K.	4,17	4,20	4,19	4,00	3,89
Aufarbeitung		Neuabschlamm mit Schweröl verdünnt auf 16% Festes und geschleudert; Schleuderrückstand verdünnt mit Schleuderöl auf 40% Festes und geschwelt. Schleuderölrest + Schwerölrest = Anreiböl. Schwelöl + Abstreifer dest. auf Benzin -135°, Schwerbenzin 135-200°, Mittelöl -325° und Schweröl. Vom Schweröl wurden 33 % auf P 1376 berechnet herausgezogen.				

1) berichtigt anhand der Betriebsanalysen.

Tabelle 1

1937

Bilanzen

Gesamtergebnisse [1].

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5
Rohbilanz	%	99,3	99,4	100,2	99,5	99,4
prakt./theor. Verflüssigung	%	98,8	99,3	100,1	98,5	96,9
Festeabbau	%	94,0	93,6	93,9	94,4	93,6
Theoret. Ölgewinn auf Reinkohle + Teer	%	68,7	68,9	70,9	69,7	70,4
Hochdruckölgewinn auf Reinkohle + Teer	%	69,2	69,1	71,9	71,7	70,9
Prakt. (Bi + Ei + s'Öl)-Ölgewinn-Leistung		0,341	0,371	0,353	0,355	0,356
im Ölgewinn - 135°	%	12,1	11,7	11,4	10,9	11,3
135 - 200°	%	13,1	7,6	5,9	5,7	8,5
200 - 325°	%	65,7	72,4	73,9	73,5	70,3
über 325°	%	9,1	8,9	8,8	9,9	9,9
Anreibeölüberschuß vom Hochdruck-Ölgewinn	%	7,9	-1,4	6,0	19,8	19,9
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Vergasung	%	23,6	22,5	21,2	23,9	23,4
vom vergasten O als CO	%	5,6	5,3	6,2	6,4	6,0
" CO_2	%	1,3	1,2	0,9	1,2	1,5
Wasserneubildung auf R.K. + Teer	%	8,9	8,4	8,7	9,3	9,4
Neuabschlamm " Kohle + Teer		82,5	79,0	81,3	83,2	81,1
darin s-Asphalt a.R.K. + Teer	%	11,1	8,2	7,9	5,5	6,7
s-Asphalt im festefreien Rücklauföl ger.	%	10,5	8,1	7,7	4,9	6,1
Aschebilanz aus/ein	%	110,6	112,4	113,9	96,3	110,0 [2]

1) berechnet auf butanfreies Benzin.

2) berichtigt.

Tabelle 1 a.

Bilanzen

Ergebnisse der Kohlehydrierung 1) (nach Herausrechnung des Teer-anteils)

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5
Abtrieb	%	94,2	93,8	94,1	94,6	93,8
Hochdruckölgewinn auf A.K.	%	66,0	66,3	69,5	69,4	68,5
Prakt. (Bi + M1)-Ölgewinn-Leistung		0,261	0,291	0,275	0,264	0,265
im Ölgewinn - 135°	%	13,7	13,0	12,8	12,3	12,9
135 - 200°	%	15,4	8,2	6,1	5,8	9,6
200 - 325°	%	70,9	78,8	81,1	81,9	77,5
Anreibeölüberschuß vom Hochdruck-ölgewinn %		10,8	~0,9	8,6	24,8	25,5
Vergasung	%	26,9	25,3	24,0	26,6	27,1
Vergastes C v. C der Steinkohle	%	23,0	23,6	21,2	20,1	20,1
Wasserneubildung	%	9,8	9,3	9,7	10,4	10,5
Asphalt im Abschlamm auf A.K.	%	13,3	9,9	9,5	6,6	8,1

1) berechnet auf butanfreies Benzin.

Tabelle 1 d.

Bilanzen

Analysen des Anfalls.

Bilanz-Nr.		1	2	3	4	5
Abstreifer + Schwe. Öl						
spez. Gewicht / 20°		0,980	0,985	0,986	0,992	0,985
- 135°	%	5,3	5,4	5,0	4,5	4,5
135 - 200°	%	7,9	4,8	3,7	3,2	4,8
200 - 325°	%	42,2	48,1	48,8	43,5	41,8
..beschlag						
Spez. Gewicht / 50°		1,095	1,088	1,083	1,086	1,080
Benzolfestes	%	17,6	17,5	17,2	15,6	15,5[1]
Asche im Festen	%	35,6	34,3	34,2	34,9	29,8[1]
...Öl - 325°	%	12,3	14,0	15,6	13,2	16,8
B-Asphalt	%	15,8	12,3	11,5	7,6	9,5

1) Berichtigte Analysenwerte der Betriebsanalysen.

Tabelle 2 a.

Untersuchungen des Benzins - 135°.

Bilanz-Nr.			2	5
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin			73,1 : 26,9	70,2 : 29,8
Roh:	spez. Gewicht/20°		0,732	0,722
	Phenol	%	1,6	1,6
	Anilinpunkt	°C	+ 36,5	+ 37,8
Raffination:			1 Bal mit 10% H_2SO_4 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH + 0,1 % Schwefel behandelt und über Gasöl redestilliert	
	Raffinationsverlust Vol.-%		0,8	1,3
	Redestillationsverlust Gew.-%		10,0	8,5
Raffiniert:	spez. Gewicht/20°		0,720	0,712
	Anilinpunkt I	°C	+ 39,8	+ 39,3
	" I a	°C	+ 41,4	+ 41,0
	" II	°C	+ 52,0	+ 51,2
	Cu-Streifen		gut	gut
	Cu-Schale		gut	gut
	Br.-Test		negativ	negativ
	H_2SO_4-Test		unter 2	unter 2
	Jodzahl		25,5	22,0
ASTM - Siedekurve				
	Siedebeginn	°C	48	38
	- 50°	%	--	4,5
	- 60°	%	4,5	12,0
	- 70°	%	22,0	28,0
	- 80°	%	41,5	46,0
	- 90°	%	61,0	64,0
	- 100°	%	77,0	78,5
	- 110°	%	86,0	88,0
	- 120°	%	92,5	93,0
	- 130°	%	95,0	95,5
	- 135°	%	96,0	96,5
	- 144°	%	97,0	98,0
	+ R	%	98,5	99,0

Tabelle 2 b.

Untersuchungen des Ben...

Fortsetzung

Bilanz			2	5
Fraktion	80 - 100°	spez. Gew./20°	0,728	0,722
		Anilinpunkt °C	+ 38,8	+ 37,0
"	110 - 140°	spez. Gew./20°	0,761	0,751
		Anilinpunkt °C	+ 31,5	+ 33,4
Zusammensetzung				
		Paraffine %	34,5	32,0
		Naphthene %	50,0	52,0
		Aromaten %	11,5	11,0
		Ungesättigte KW %	4,0	5,0
Klopfwert		Motor	68,4	69,6

Tabelle 1.

Untersuchungen des Benzi[illegible]

Silanz-Nr.			2	3
Roh-	spez. Gew. /20°		0,8[illegible]	0,[illegible]
	Phenol	%	22,1	31,3
	Anilinpunkt	°C	+ 18,6	+ 12,5
Raffination:			Mit 10% H_2SO_4 raffiniert, mit NaOH + 0,2% Bolus behandelt und über Gasch. redestilliert	
	Raffinatausbeute	Vol.-%	0,7	0,0
	Destillat-Ausbeute	Gew.-%	14,0	12,3
Destillat:	spez. Gew. /20°		0,805	0,[illegible]2
	Anilinpunkt I	°C	+ 18,6	+ 14,5
	" II	°C	+ 21,8	+ 18,0
	" III	°C	+ 59,4	+ 63,5
Fraktion 100 - 140°				
	spez. Gew. /20°		0,810	0,81[illegible]
	Anilinpunkt	°C	+ 19,[illegible]	+ 13,0

Tabelle 3 b.

Untersuchungen des Benzins 135 - 200°

Fortsetzung

Bilanz-Nr.		2	5
ASTM - Siedekurve			
Siedebeginn	°C	130	132
- 140°	%	2,5	2,5
- 150°	%	36,0	11,5
- 160°	%	66,0	34,0
- 170°	%	85,5	56,0
- 180°	%	93,0	72,0
- 190°	%	96,0	84,0
- 198°	%	97,5	—
- 200°	%	—	92,0
- 210°	%	—	94,5
- 218°	%	—	96,0
+ R	%	98,5	98,5
Zusammensetzung			
Paraffine		37,5	34,0
Naphthene		20,0	15,0
Aromaten		39,0	46,0
ungesättigte KW		3,5	5,0
Klopfwert Motor		59,5	59,2

Tabelle 4.

Untersuchung der Benzinfraktionen

zu Bilanz 5

Benzin - 200° + Gasbenzin (83,3 : 16,7) 3 mal mit 1 % H_2SO_4 96%ig raffiniert, mit NaOH ausgewaschen und redestilliert.

Fraktion		I	II	III	IV	V
Siedebereich	°C	-77	77-102	102-138	138-176	über 176
Gewichtsanteil		19,8	20,0	20,0	20,2	19,8
Spez. Gew. / 20°		0,679	0,742	0,777	0,814	0,854
Anilinpunkt I	°C	+ 48	+ 35,5	+ 25,5	+ 18,2	+ 17,4
" II	°C	—	+ 48,0	+ 54,3	+ 59,3	+ 64,5
ungesättigte KW	%	—	5,0	5,0	3,5	3,5
Klopfwert						
Res.		78,0	71,8	—	—	—
Motor		72,0	66,0	62,5	57,0	53,5
Motor + Pb		87,5	83,5	71,8	—	67,5

Tabelle 5.

Untersuchungen des Mittelöls.

Bilanz-Nr.			2	5
Abstreifer über 200° + Schwelöl		%	87,2 : 12,8	88,8 : 11,2
darin Mittelöl - 325°		%	48,0	—
Roh:	spez. Gew./20°		0,968	0,966
	Phenole	%	15,8	13,5
	Gew. Englerkurve			
	Siedebeginn	°C	205	215
	- 225°	%	8,0	—
	- 250°	%	32,0	27,7
	- 275°	%	52,7	55,1
	- 300°	%	77,9	80,6
	- 325°	%	94,6	95,9
	- 336°	%	—	98,9
	- 342°	%	98,8	—
	+ R	%	99,8	99,8
Entphenoliert:				
	spez. Gew. /20°		0,940	0,952
	Anilinpunkt	°C	- 22	- 16
	ungesätt. KW	%	14,0	—
Fraktion 210-230°	spez. Gew./20°		0,936	—
	Anilinpunkt ber. °C		- 14	—
" 254-270°	spez. Gew./20°		0,932	0,935
	Anilinpunkt ber. °C		-16	-15
" 280-310°	spez. Gew./20°		0,939	0,962
	Anilinpunkt ber. °C		-19	-16

Tabelle 6.

Untersuchungen des Schwerols.

Bilanz-Nr.		2	5
aus Abstreifer über 200° + Schwerol %		51,8	—
spez. Gewicht / 50°		1,044	1,038
Vakuumkurve bei mm Hg		22	22
Siedebeginn	°C	185	195
– 225°	%	29,8	13,9
spez. Gew. / 40°		1,015	1,012
– 275°	%	78,1	72,2
spez. Gew. / 60°		1,036	1,016
– 325°	%	88,8	90,7
spez. Gew. / 90°		1,058	1,036
+ R	%	90,8	99,9

Tabelle 7.

Heizölunterssuchungen.

Bilanz-Nr.	1		2			3
Schwer-Öl : Mittelöl hergestellt von	100:0 techn. Dest.	66:34 techn. Dest.	100:0 Labor	100:0 techn. Dest.	62:38 Labor	64:36 Labor
spez. Gew. / 20°	1,066	1,028	1,070	1,063	1,035	1,027
Stockpunkt °C	- 2	- 20	+ 11	+ 3	- 3	- 8
Flammpunkt °C	185	90	182	179	120	126
Brennpunkt °C	227	126	225	220	145	154
Koksrest %	2,0	1,4	1,3	1,5	0,88	0,75
n-Asphalt %	1,7	1,0	1,8	1,2	1,1	1,4
Asche i. Gw.-%	0,01	Spuren	Spuren	0,01	Spuren	Spuren
Viskosität						
°E / 20°	—	12,27	—	—	12,80	12,34
/ 50°	10,65	2,32	10,99	7,90	2,39	2,34
/ 80°	2,35	—	2,38	2,01	—	—
Entflammbarkeit	—	nicht frei	—	—	—	—
U. Heizwert Cal/kg	—	—	9251	—	9245	—
Gew. Engler						
235 - 250° %						3,7
- 275° %						13,3
- 300° %						24,7
- 325° %						38,0
- 350° %						53,5
- 360° %						61,9
° R %						100,0

Tabelle 8.

Elementaranalysen.

Bilanz-Nr.		Benzin – 135°		Benzin 135–200°		Mittelöl		Schweröl		Mittelöl + Schweröl
		2	5	2	5	2	5	2	5	2
C	%	85,05	84,42	84,76	85,93	85,56	86,78	89,40	89,08	88,33
H	%	14,31	14,54	11,85	10,85	9,92	9,60	8,42	8,50	8,52
O	%	0,32	0,78	3,34	4,70	3,64	2,70	1,34	1,72	2,26
N	%	0,28	0,24	0,31	0,48	0,84	0,87	0,82	0,63	0,83
S	%	0,042	0,022	0,04	0,039	0,033	0,048	0,025	0,070	0,057
Cl	%	unter 0,01	0	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01	0,014	unter 0,01	--

Bilanz-Nr.		Kohle 1)		Anreiböl		Schwelrückstand	
		2	5	2	5	2	5
C	%	80,18	79,95	89,40	89,13	64,66	63,26
H	%	5,23	5,42	7,54	7,57	1,24	1,85
O	%	12,87	12,78	2,11	2,36	-- 2)	-- 2)
N	%	1,46	1,58	0,85	0,75	0,35	0,45
N nach Kjeldahl	%	--	0,90	--	--	--	--
S flüchtig	%	0,26	--	--	--	1,65	--
S gesamt	%	0,55	0,27	0,10	0,19	4,00	1,96
Cl	%	0,039	0,048	0,031	0,035	1,13	1,01
Asche	%	--	--	--	--	32,79	33,72

1) Reinkohle.

2) Asche sulfathaltig.

1368

Tabelle 9 a.

Elementarbilanz

zu Bilanz 2.

		C	H	O	N	S	Cl
Ein:	Kohle 1197 getränkt mit 1,2 % 1181	2870,1	186,7	459,1	40,0	21,1	1,4
	P 1376	616,3	55,1	61,1	7,3	1,7	4,5
	Kontakt 6531	0	0	0	0	13,2	0
	" 6709	0	0	0	0	4,5	0
	" 7509	3,6	0,1	0,2	0	0,5	0
	Eingangsgas	26,3	323,2	8,1	0	0	0
	Anreibeölunterschuß	210,2	17,5	4,9	1,9	0,3	0
	Gesamteingang	3726,5	582,6	533,4	49,2	41,3	5,9
Aus:	Benzin - 135°	289,7	57,1	1,1	1,0	0,1	0
	" 135-200°	191,6	26,1	7,5	0,7	0,1	0
	Mittelöl - 325°	1849,0	214,3	78,6	18,2	0,9	0
	Schweröl	223,5	21,0	3,4	2,1	0	0,1
	Abwasser	9,9	48,8	366,4	22,5	13,1	0
	Gas im Produkt gelöst	11,7	2,5	0	0	0	0
	Ofengas	616,4	152,7	58,1	0	1,5	0
	Produktgas	168,9	38,1	6,3	1,1	4,7	0
	Abschlammgas	30,8	7,7	1,2	0,9	0	0
	im Wasser der Gaswäsche	0,2	0,2	0,2	0,9	0,5	0
	Schwelrückstand	329,0	6,3	--	1,8	20,4	5,8
	Schwelwasser	0	1,1	9,0	0	0	0
	Schwelgas	5,8	6,7	1,6	0	0	0
	Gesamtausgang	2726,5	582,6	533,4	49,2	41,3	5,9
	Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz %	101,5	--	88,0	111,7	103,7	100,0

Korrekturen: C-Bilanz Anreibeölausgang

O- " Abwasser

N- " N-Gehalt der Kohle

S- " S " " "

Tabelle 2 ...

1370

Element Bilanz
zu Bilanz 3

	C	H	O	N	S	Cl
Ein: Kohle 1197, getrocknet mit 1,2 % 1181	3574,1	226,9	535,0	59,7	16,0	2,0
P 1376	709,5	52,5	70,4	8,4	2,0	5,2
Kontakt 6931	—	—	—	—	14,0	—
" 6702	—	—	—	—	5,3	—
" 7342	4,1	0,1	0,2	—	0,6	—
Eingangsgas	30,2	311,8	13,0	—	—	—
Gesamteingang	4117,9	605,3	618,6	68,1	40,7	7,2
Aus: Benzin - 135°	274,3	47,3	2,5	0,8	0,1	—
" 135-200°	203,9	25,4	11,4	1,2	0,1	—
Mittelöl - 325°	1746,1	193,2	51,3	17,5	0,9	—
Schweröl	253,0	24,3	4,9	1,3	0,2	—
Auswaschölüberschuß	495,0	49,5	13,2	4,2	1,0	0,2
Abgase	1?,6	61,1	442,1	36,6	14,1	—
Gas im Kreislauf gelöst	12,9	2,7	—	—	—	—
Strippgas	594,7	146,0	69,0	—	1,7	—
Kreislaufgas	147,7	33,5	3,9	0,9	11,8	—
Abschlußgas	36,8	9,8	1,0	2,2	—	—
Im Wasser der Gaswäsche	0,2	0,2	0,2	0,9	0,5	—
Schwefelkohlenstoff	333,2	3,8	—	2,4	10,3	7,0
Schwefelwasser	—	1,1	8,9	—	—	—
Schwefelgas	5,7	6,6	1,6	—	—	—
Gesamtausgang	4117,9	605,3	618,6	68,1	40,7	7,2
Aus/Ein der unterstrichenen Bilanz %	99,8	—	89,7	126,4	113,2	80,7

Korrekturen: C - Bilanz : Anreibeöl
O - " : Abwasser
H - " : H-Gehalt der Kohle
S - " : S- " " "
Cl - " : Schwefelkohlenstoff

Tabelle 10.

Verteilung des als KW vorgegebenen C.

Bilanz-Nr.		2	5
Als C_1 - KW	%	27,3	27,6
" C_2 - "	%	21,4	23,0
" C_3 - "	%	28,1	29,6
" C_4 - "	%	23,2	19,8
Ungesättigte von C_2 - KW	%	3,9	2,7
" C_3 - KW	%	1,2	4,0
" C_4 - KW	%	9,1	7,5
" C_1-C_4-KW	%	3,3	3,3

Tabelle 11.

Isobutangehalt.

Bilanz-Nr.		2	5
von Butan im Ofengas	%	20,0	20,5
" Produktgas	%	15,7	22,9
" Abschlaugas	%	13,6	20,0
" Produkt gelöst	%	12,4	22,1
von Gesamtbutan	%	17,9	21,5

Tabelle 12.

Organisch gebundener Schwefel im Abgasen
zu Bilanz 5

	mg S/cbm
Ofengas	12,5
Produktgas	13,5
Abschlammgas	6,4

Tabelle 13.

Im Abwasser gelöste Stoffe
g/kg

Bilanz-Nr. bzw. Anfalltag	CO_2	NH_3	H_2S	Cl	Phenole
29.7.40 a	—	—	—	0	—
30.7.40 a	—	—	—	Spuren	—
1	50,2	—	—	Spuren	—
2	65,3	62,7	31,9	"	6,0
3	34,3	—	—	"	—
4	53,8	—	—	0	—
5	57,5	79,8	27,05	0	6,5
Im Wasser der Gaswäsche					
5	2,64	10,54	4,84	Spuren	0,8

Tabelle 14.

Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	
Schwelgut farin Öl %	58,6	58,6	58,5	58,3	58,2	
Ausbringen	Betrieb	Betrieb	Betrieb	Betrieb	Betrieb	Labor 1)
Schwelöl %	51,1	51,6	50,3	51,0	50,6	53,2
Koks %	47,2	45,3	47,2	45,7	47,5	41,7
Gas + Verlust %	1,7	3,1	2,5	3,3	1,9	4,2
Wasser %						0,9
Schwelöl auf Öl des Schwelgutes %	87,2	88,1	86,0	87,5	87,3	91,5

1) Fischerretorte; Mittel aus 3 Schwelanalysen.

Tabelle 15.

Zusammensetzung des Schwelgases 1)

Menge	5,4 Ltr./100 g Schwelgut
CO_2	1,5 %
C_mH_n	0,5 %
H_2	87,0 %
CO	0,3 %
KW	10,7 %
m C	1,27

1) aus der Laborschwelung.

TITLE PAGE

43. Ueber den Stand der Versuche mit Rheinischer Braunkohle.

The status of experiments with Rhine brown coal.

Frame Nos. 1374 - 1375

Hochdruckversuche
Lu 558

1374

17. 7. 1942. v.Htm/Pf.

Über den Stand der Versuche mit Rheinischer Braunkohle.

In dem einen 10 Ltr.-Ofen (mit Ofenentschlammung) war zunächst ein Versuch mit einem ähnlich dem in Wesseling zusammengesetzten Brei (Kohlekonzentration ca. 38 %) und der hohen Kontaktkonzentration, wie sie in Wesseling angewandt wird, gefahren worden. Die Ergebnisse dieses Versuches sind in der nachfolgenden Tabelle denen des früheren Versuches mit rheinischer Braunkohle (mit Ofenentschlammung) gegenübergestellt. Der Unterschied in den Ergebnissen entspricht der Abänderung der Fahrbedingungen. Diese unterscheiden sich nicht nur in der bereits erwähnten Kohle- und Kontaktkonzentration, sondern auch in der Temperatur. Der frühere Versuch war nicht voll ausgefahren worden, da gezeigt werden sollte, daß unter Anwendung der Ofenentschlammung durch Senkung des Asche-Spiegels im Ofen die gleiche Leistung mit niedriger Temperatur erreicht wird. Wie der frühere Versuch verlief auch dieser störungslos. Auch hier ist der Unterschied zwischen Ofenabschlamm und Abscheider-Abschlamm so gering, daß man daraus schließen muß, daß die Ofenentschlammung nicht grundsätzlich notwendig ist, wie das auch auf Grund des früheren Versuches von Dr. Krönig getan wurde.

Der Ofen wird jetzt entsprechend den ungünstigen Bedingungen von Wesseling - etwas niedrigerer Temperatur, niedrigerem Durchsatz, geringerem H_2-Partialdruck - gefahren, um zu sehen, ob der Ofenabschlamm sich nun in der Richtung auf stärkere Absetzungen im Ofen verändert. Er läuft unter dieser Bedingungen jetzt etwa 4 Tage. Bisher wurde eine Beschleunigung des Festeabbaues in der Vorheizung [1] und eine Verschlechterung des Asphaltabbaues beobachtet. Beide Effekte liegen in der Richtung der von Lu vertretenen Auffassung über die Verarbeitungsweise in Wesseling. Eine Verstärkung des Absitzens im Ofen konnte bisher nicht beobachtet werden, doch ist dafür die Laufzeit möglicherweise noch zu kurz.

In dem anderen 10 Ltr.-Ofen ohne Ofenentschlammung (455) wird die Rheinische Braunkohle ohne Bayermasse, von der vermutet werden kann, daß sie möglicherweise mit zu den Absitzerscheinungen beiträgt, gefahren und die Kohle statt dessen mit 5 % Eisensulfat getränkt. (Dies entspricht der Eisenmenge von 3 % Bayermasse.) Mit dieser Kontaktzugabe wird gleichzeitig eine teilweise Neutralisation der Kohle - etwa 1/3 - erreicht. Der Versuch läuft mit einer Störung durch Gasausfall in Oppau jetzt 6 Tage. Analysendaten liegen noch nicht vor. Die aus den Ofendaten angebbaren Zahlen sind in der dritten Spalte der nachfolgenden Tabelle aufgeführt. Es hat demnach allen Anschein, als ob dieser Kontakt erheblich günstiger wäre.

Die Fortführung der Versuche soll in der Weise erfolgen, daß an Ofen 451 (mit Ofenentschlammung) noch ca. 5 - 6 Tage gewartet werden soll, ob sich eine Andeutung von Kaviar oder Absitzen von Kalk zeigt. Ist dies nicht der Fall, dann sollen nach genauer Untersuchung des Ofens Versuche über den Einfluß der Kohlekonzentration, der Abschlammrückführung usw. durchgeführt werden. Im Ofen 455 ohne Ofenentschlammung wurde der Versuch mit Eisensulfattränkung abgebrochen und sofort die gemeinsame Verarbeitung von Braunkohle und Straßenteer geprüft.

gez. v. Hartmann

1) Der Aschegehalt des Festen im Ofenabschlamm stieg von ca. 80% auf ~90%.

Tabelle.

Versuchsbedingungen:

Ofen	451	411	455
Datum	8. 7. 42	6. 11. 38	16. 7. 42
Verfahrensart	mit Ofenentschlammung	mit Ofenentschlammung	ohne Ofenentschlammung
Kohle:			
% Wasser	2,6	1,8	2,5
% Asche in Tr.-Kohle	5,2	4,8	5,2
% C in Reinkohle	68,7	68,9	68,7
Anreiböl: Art	Schleuderöl >350°	Schleuderöl >350°	Schleuderöl >350°
% Festes	4,7	3,2	2,9
% Asche im F.	85,5	24,2	--
% a-Asphalt im Öl	6,0	7,8	--
Anreibung, Kohle : Öl	45 : 55	1 : 1	45 : 55
Kohle: Rückführabschlamm	1 : 0,4	1 : 0,2	1 : 0,4
Reinkohle - Durchsatz	0,79	0,73	1,15
Eingangsgas m^3/kg. Reinkohle	4,2	3,4	4,0
Kontakt	6,0% Bayermasse 2,0% Schwefel kolloidal z. Brei	2% Ammonsulfid aufgetränkt, 3% Rasenerzeisenerz koll. z. Brei	5% $FeSO_4$ aufgetränkt, 1% Schwefel koll. z. Brei
Temperatur °C	466	457	468
Ofenrührer Touren/Min.	40	27	40
Abbau	110,7	102,9	ca. 100
Leistung (prakt. Ölgewinn)	0,49	0,40	0,65
Vergasung/prakt. Ölgewinn u. Verg.	18,0	20,2	ca. 18,0
% Benzin im Benzin + Mittelöl	23,3	19,0	ca. 20,0
% Asphalt bez. auf Reinkohle			
Abscheiderabschlamm: % Festes	14,7	9,1	9,5
Abscheiderabschlamm: % Asche i. F.	99,2	86,6	75
Abscheiderabschlamm: % Asphalt	8,1	8,9	12
Ofenabschlamm: % Festes	23,2	29,5	--
Ofenabschlamm: % Asche i. F.	80,9	92,4	--
Ofenabschlamm: % Asphalt	13,5	14,7	--

TITLE PAGE

44. Versuche mit Rheinischer Braunkohle im 1-liter Ofen.
Vorläufige Versuche zur Kaviarbildung.
Experiments with Rhine brown coal in 1 liter furnace. Preliminary notes on "caviar" formation.

Frame No. 1376

Zechdruckerei
Nr 558.

14. Juli 1942. Wo/Le.

44

K Peters
26. 9th R.T.

Versuche mit Rheinischer Braunkohle im 1 Ltr.Ofen.

Vorläufige Notiz aus Mariaebildberg Stand vom 14.7.1942.

Ein 1,5 Ltr.Ofen wurde ohne Rührer eingebaut und mit einer Vorrichtung versehen, um bei voller Ofentemperatur den Ofeninhalt entschlacken zu können.

Die Versuche wurden mit 45 %igen Erei[1]) mit 3 % Bayermasse und 1 % Schwefel als Kontakt bei 600 atü, Kreidurchsatz 0,7 später 1,0 kg/ltr.Std., 100 bezw. 15 % Abschlammrückführung auf Erei, 2,0 später 2,0 cbm Gas/kg Erei und 24 KV angefahren. Ein Abschlammen nach 2 und nach 7 Tagen zeigte keinen Kavier im Ofenabschlamm. In Intervallen weniger Tage wurde der Kohlehaltabbau zusehends schlechter. Der Ofen zeigte aber Neigung zum Durchgehen. Nach insgesamt 143 Betr.Stunden mit Kohlebrei wurde der Ofen ausgebaut. Er war auf der ganzen Länge etwa zur Hälfte verkokt, der Abscheider hatte starken Ansatz, die Vorheizschlange war völlig ohne Ansatz. Der Koks im Ofen unten enthielt einige Bettfedern, völlig weisse knollenförmige Calciumcarbonatteilchen.

Dieses Ergebnis setzt grosse Ähnlichkeit mit den Vorgängen der Öfen in Wesseling, nur ist das Absitzen infolge der kleineren Geschwindigkeit im 1 Ltr.Ofen ca. 10 mal schneller. Unsere Empfehlung an Wesseling, den Durchsatz zu erhöhen, findet also in diesem Versuch eine Stütze, da ein Verkoken des 1 Ltr.Ofens mit Rührer früher nicht eingetreten war.

Der Versuch wird mit irgendeinem einigermassen guten Anreibeöl von Wesseling wiederholt, dann soll unter sonst gleichen Bedingungen ein Versuch mit 50 % neutralisierter Kohle durchgeführt werden.

gez. Krauch
gez. Peters

1) Anteil an aufgearbeitetem Steinkohle-Hydrieröl A V : 20.

TITLE PAGE

45. Nachtrag zum Bericht 20 4721 v. 16. Juli 42: Vorläufiger Bericht über Hydrierversuche mit B.T.-Teer aus Oheim-Nusskohle.

Supplement to report 20 4721 of July 16-42: Preliminary report on hydrogenation experiments with B. T.-tar from "Oheim" nut coal.

Frame No. 1377

Bericht Nr. 5[illegible] v. 15. Juli 42. Vorläufiger Bericht
über [illegible] aus Ober-Lausitzer Braunkohle.

[illegible] Verarbeitungsversuch [illegible] Ober-Lausitzer Braunkohle, die uns in liebenswürdiger Weise [illegible] zur Verfügung gestellt wurde. Bei der Beurteilung der [illegible] ist zu berücksichtigen, daß sie [illegible] Grube gewonnen wurde, [illegible] Sommer [illegible] Grube [illegible] Wasser [illegible] Feuchtigkeitsgehalt [illegible] Verarbeitung [illegible] Trocknung [illegible] Temperaturen [illegible] Anschluß [illegible] Verarbeitungsversuche [illegible] Verarbeitung [illegible] Aschegehalt [illegible] Liter-Gasen [illegible]

[illegible] Braunkohle [illegible]

[illegible] Feuchtigkeit [illegible] Asche [illegible] Schwefel [illegible]

[illegible] Verarbeitung [illegible] Temperatur [illegible] Gas [illegible] Koks [illegible] Teer [illegible] Wasser [illegible] Verlust [illegible]

[illegible] Gas [illegible] Heizwert [illegible] Kohlenoxyd [illegible] Wasserstoff [illegible] Methan [illegible] Kohlensäure [illegible] Stickstoff [illegible]

[illegible] Koks [illegible] Asche [illegible] Schwefel [illegible] Heizwert [illegible]

[illegible] Teer [illegible] Wasser [illegible] Phenole [illegible] Heizwert [illegible]

[illegible] Wasser [illegible] Ammoniak [illegible] Phenole [illegible] Cyan [illegible]

[illegible] Verarbeitung [illegible] Gas [illegible] Koks [illegible] Teer [illegible] Wasser [illegible] Verlust [illegible]

[illegible] Gas [illegible] Heizwert [illegible] Kohlenoxyd [illegible] Wasserstoff [illegible] Methan [illegible] Kohlensäure [illegible] Stickstoff [illegible]

[illegible] Koks [illegible] Asche [illegible] Schwefel [illegible] Heizwert [illegible]

[illegible] Teer [illegible] Wasser [illegible] Phenole [illegible] Heizwert [illegible]

[illegible] Wasser [illegible] Ammoniak [illegible] Phenole [illegible] Cyan [illegible]

REEL NO. | INDEX | FRAME NOS.

I. Hochdruckversuche Laboratories. Lectures. by Dr. Pier. S33/I-C-9.

1. Hydrierbenzin. Einfluss von Rohstoff, Katalysator und Arbeitsweise.
   Hydrogenation gasoline. Influence of crude material, catalyst and method of processing. 1 - 34

2. Konkurenz Unternehmen Michal.
   Competitor Michal. 35 - 40

3. Hydrierbenzin. Einfluss von Ronstoff, Katalysator und Arbeitsweise.
   Hydrogenation gasoline. Influence of crude material, catalyst and method of processing. 41 - 45

4. Fest angeordneter Katalysator und Gasphase. II.
   Solid-bed catalyst and gas phase. 46 - 54

5. Gasphase benzine in Abhängigkeit von Rohstoffen.
   Gas phase gasolines as dependent on the crude materials. 55 - 61

6. Fest angeordneter Katalysator und Gasphase. I.
   Solid-bed catalyst and gas phase. 62 - 69

7. Sumpfphase.
   Sumpf phase. 70 - 84

8. Hydrierbenzin. Einfluss von Rohstoff, Katalysator und Arbeitsweise.
   Hydrogenation gasoline. Influence of crude material, catalyst and method of processing. 85 - 100

9. Talk on hydrogenation delivered at Rom. 101 - 120

10. Hydrierbenzin. Einfluss von Rohstoff, Katalysator und Arbeitsweise.
    Hydrogenation gasoline. Influence of crude material, catalyst and method of processing. 121 - 129

11. The treatment of shale oil by hydrogenation. 130 - 156

12. Entwurf für den Schieferölvortrag, usw.
    Draft for the talk on shale oil. 157 - 162

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	13. Verarbeitung von schottischem Schieferöl. Working of Scotch shale oil.	163 - 165
	14. Druckhydrierungsversuche mit schottischem Schieferöl. Pressure hydrogenation experiments with Scotch shale oil.	166 - 178
	15. Schmieröl aus schottischem Schieferöl über 5058 und 6719 bei verschiedenen Drucken. Lubricant from Scotch shale oil over catalysts 5058 and 6719 at different pressures.	179 - 184
	16. Talk on hydrogenation delivered at Glasgow.	185 - 193
	17. Sumpfphase. Sumpf phase.	194 - 202
	18. Gasphase. Gas phase.	203 - 208
	19. Anforderungen der Verbrennungsmotoren an die Treibstoffe und Wege zu ihrer Verwirklichung in Deutschland. Requirements put to the fuels by the combustion engine and ways to their realization in Germany.	209 - 243
	II. Hochdruckversuche Laboratories. Reports on experimental work on hydrogenation in the Sumpfphase. Files of Dr. Peters. S33/I-D-6.	
	Versuchsberichte. Reports on experiments (High pressure experiments Lu 558).	
	1. Verarbeitung einer Pechmischung aus Welheim (P 1487 vom 18. Aug. 41) bei 600 atm. auf Schweroelueberschuss im 10 Ltr.-Ofen. Processing a pitch mixture from Welheim (P 1487 of August 18, 1941) at 600 atm to heavy oil excess in 10 litre furnace.	244 - 272
	2. Verarbeitung eines Steinkohlenteergemisches fuer Pölitz bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl im 10 Ltr.-Ofen. Processing a mineral-coal-tar mixture for Pölitz at 600 atm to gasoline and heavy oil in 10 litre furnace.	273 - 298

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	3. Verarbeitung von Heissschwelteer "Carsten-Zentrum" der Schlesag (P 1376 v. 6. Juni 40) bei 600 atm auf Schweröl überschuss. Processing high temperature carbonisation tar "Carsten-Zentrum of the "Schlesag" (P 1376 from June 6, 40) at 600 atm for excess heavy oil.	299 - 332
	4. Vergleich der verschiedenen Sumpfphasesysteme hinsichtlich des Wärmebedarfs und des Temperaturverlaufs. Comparing the various "Sumpfphase" systems as to the heat required and to the course of temperature.	333 - 336
	5. Vorläufiger Bericht über Hydrierversuche mit Otto-Teer aus Oheim-Nusskohle. Preliminary report on hydrogenation experiments with "Otto" tar and "Oheim" nutcoal.	337 - 338
	6. Über die Genauigkeit der unkorrigierten Elementarbilanzen am 10 Liter Ofen. The accuracy of elementary uncorrected balances on the 10 litre furnace.	339
	7. Verarbeitung eines Steinkohlenteergemisches für Pölitz bei 600 atm auf Schweröl überschuss im 10 Ltr.-Ofen. Processing a mineral-coal-tar mixture for Poelitz at 600 atm for excess heavy oil in 10 liter furnace.	340 - 372
	8. Verarbeitung einer Mischung von Kokereiteeren (Ruhr) (P 1416) getoppt bis 325° bei 600 atm auf Schweröl überschuss im 10 Ltr.-Ofen. Processing a mixture of coke oven tar (Ruhr) (P 1416) topped up to 325° at 600 atm, for excess heavy oil in the 10 litre furnace.	373 - 406
	9. Verarbeitung von Kokereiteer "Auguste Viktoria" (Ruhr) getoppt bis 325° P 1094 vom 11. Juli 39 bei 600 atm auf Schweröl überschuss im 10 Liter-Ofen. Processing coke oven tar "Auguste Viktoria" (Ruhr) (P 1094 of July 11-39) topped up to 325° at 600 atm, for excess heavy oil in 10 litre furnace.	407 - 437
	10. Verarbeitung von Kokereiteer "Auguste Viktoria" (Ruhr) getoppt bis 325° (P 1094 v.11.Juli 1939) bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl. Processing coke oven tar "Auguste Viktoria" (Ruhr) topped up to 325° (P 1094 of July 11-1939) at 600 atm, to gasoline and middle oil.	438 - 476

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

11. Zur Frage der Verarbeitung Rheinischer Braunkohle.
Problems in processing "Rheinische Braunkohle" (soft coal). 477 - 478

12. Verkrustung der Vorheizschlange am 10 Ltr.-Ofen.
Preheater coils of 10 litre furnace becoming incrusted. 479 - 485

13. Nachtrag: Verarbeitung von Scholvener Abschlamm in Sumpfphase bei 600 atm im 1,5 Ltr.-Ofen.
Supplement: Processing of "Scholven" sludge in "Sumpf" phase at 600 atm in 1.5 liter furnace. 486 - 489

14. Prüfung von Brüxer Grude als Kontaktträger.
Testing Brüx embers as catalyst carriers. 490 - 491

15. C-H-Analysen verschiedener Produkte aus Kammer 804 Lu, gefahren mit Oberschlesischer Kohle auf Benzin und Mittelöl (August 1941).
C-H-analyses of various products from chamber 804 Ludwigshafen charged with Upper Silesian coal for gasoline and middle oil (August 1941). 492

16. Über die Verarbeitung von Scholvener Kohle (Zweckel-Kohle) mit Eisenkontakten und Chlor.
Processing Scholven coal (Zweckel coal) with iron catalysts and chlorine. 493 - 495

17. Über die Anwendung sehr hoher Durchsätze bei der Verarbeitung von schlesischer Kohle auf maximalen Schweröluberschuss.
Applying very high thru puts in processing Silesian coal for maximal excess of heavy oil. 496 - 499

18. Verarbeitung von Schlesischer Kohle "K 1174."
"Castellengo-Abwehr" auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm in 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian coal "K 1174" "Castellengo - Abwehr" to gasoline and middle oil at 600 atm in 10 litre furnace. 500 - 534

19. Die zur Zeit im 10 Ltr-Ofen behandelten Sumpfphase-Probleme.
Experiments in 10 litre furnace on Sumpf-phase problems. 535

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

20. Verarbeitung von Schlesischer Kohle "K 1180" Beuthengrube auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian coal "K1180" from "Beuthengrube" for gasoline and middle oil at 600 atm in 10 litre furnace. 536 - 582

21. Abhaengigkeit der Heizölqualität vom Alter der Kohle.
The effect of the age of coal on the quality of the fuel oil. 583 - 584

22. Verarbeitung von Scholvener Abschlamm in Sumpfphase bei 600 atm im 1.5 Ltr.-Ofen.
Processing "Scholven" sludge in Sumpfphase at 600 atm in 1.5 litre furnace. 585 - 593

23. Versuche zur Verarbeitung von Rohölrückständen aus Heide bei 600 atm auf Dieselkraftstoff.
Experiments on processing crude oil residue from "Heide" at 600 atm to Diesel fuel. 594 - 597

24. Notiz zur Frageder Uberführung von Na_2CO_3 in Na_2S bei der Schwefelung der Bayermasse mit reinem H_2S und H_2S - CO_2- Mischungen.
Note re problem of conversion of Na_2CO_3 to Na_2S when sulfurizing the "Bayermass" with Pure H_2S and H_2S - CO_2 mixtures. 598

25. Betr. Pechhydrierung.
Re: Hydrogenation of pitch. 599

26. Verarbeitung von Schlesischer Steinkohle 1160 (Preussengrube) auf Schweröluberschuss bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian mineral coal 1160 (Preussengrube) to heavy oil excess at 600 atm in 10 litre furnace. 600 - 630

27. Mittelölkonzentrationen in der Steinkohlensumpfphase bei verschiedenen Fahrweisen.
Middle oil concentrations in the mineral coal "Sumpfphase" in different procedures of production. 631

28. Versuche zur Gewinnung von Primärbitumen für die Herstellung von Elektrodenkohlen. (Vorläufiger Stand).
Experiments on obtaining primary bitumen for the manufacture of electrode carbon. (Preliminary stage). 632 - 635

REEL NO. | INDEX | FRAME NOS.

29. Versuche zur Aufheizung von Kohlebrei.
Experiments on heating coal paste. 636 - 653

30. Verarbeitung von Schlesischer Kohle "K 1174" "Castellengo-Abwehr" auf Schweröluberschuss bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen.
Processing Silesian coal "K 1174" "Castellengo-Abwehr" to excess heavy oil at 600 atm in a 10 liter furnace. 654 - 685

31. Ueber den Einfluss des Mittelölgehaltes im Anreiböl auf die Zusammensetzung der neugebildeten Produkte beim Fahren der schlesischen Kohle "K 1197" in verschiedenen Fahrweisen.
The influence of the content of middle oil in paste oil on the composition of the re-formed products when processing Silesian coal "K 1197" by varying procedures. 686 - 691

32. Verarbeitung schlesischer Kohle der Heinitzgrube auf hohen Schweröluberschuss unter weitgehendem Abbau der Asphalte.
Processing Silesian coal from the "Heinitz" pit to heavy oil excess under extensive decomposition of the asphalts. 692 - 694

33. Aufarbeitung asphaltreicher Hydrierrückstände durch Verschwelen im Gemisch mit Kohle in loser Schüttung.
Processing hydrogenation residues rich in asphalts, by carbonising them mixed with coal to a loose charge. 695 - 707

34. Betr. Einsparung von Molybdän in der Sumpfphase.
Re: Economising molybdenum in the Sumpfphase. 708 - 710

35. Verarbeitung einer Steinkohlenteermischung (Pölitz) im 10-Ltr.-Ofen mit Grude-Eisen-Titan-Kontakt.
Processing a mineral coal-tar mixture (Poelitz) in the 10 liter furnace over "Grude" iron-titanium catalyst. 711 - 713

36. Zusammensetzung der Vergasung beim Fahren von schlesischen Steinkohlen und von Steinkohlen-hochtemperaturteeren bei 600 atü auf Schweröl.
Composition of gases from processing Silesian mineral coal and high-temperature tar from mineral coal at 600 atm. to heavy oil. 714 - 715

[redacted]

REEL NO. INDEX FRAME NOS.

47. Zur Frage der Verarbeitung von Kokereiteer-pech. (Chlorzusatz).
Processing coke oven tar pitch. (Admixture of chlorine). 799 - 801

48. Zur Frage der Hydrierung nicht entaschter-oberschlesischer Kohle mit Chlor.
Hydrogenating non-de-ashed Upper Silesian coal with chlorine. 802 - 806

49. Gemeinsame Hydrierung von schlesischer Steinkohle und Schwelteer.
Simultaneous hydrogenation of Silesian mineral coal and low temperature carbonization tar. 807 - 811

50. Erste Zahlen von der Verarbeitung von Heissteer aus der Steinkohlenverschwelung Oberschlesien.
First figures on processing high temperature tar from carbonization of Upper Silesian mineral oil. 812 - 813

51. Stand der Versuche mit Sudentendeutsher Kohle bei 600 atm.
Status of experiments with Sudeten coal at 600 atm. 814 - 815

52. Stand der Versuche mit Sudentendeutsher Kohle bei 250 atm.
Status of experiments with Sudeten coal at 250 atm. 816 - 817

53. Heizöl aus Abstreifer Schweröl.
Untersuchungen von Abstreifer-Fraktionen.
Fuel oil from stripper heavy oil.
Examining stripper fractions. 818 - 820

54. Stand der Versuche mit Rubiag-Kohle (K 197) bei 600 atm. Versuche im 1,5-Ltr.-Ofen mit Rührer.
Stage of experiments with "Rubiag" coal (K 197) at 600 atm. Experiments in 1.5 litre furnace with stirrer. 821 - 822

55. Hydrierung von Steinkohlenteer in Sumpf-phase bei 600 atm zu Benzin und Heizöl.
Hydrogenation of coal tar in Sumpfphase at 600 atm to gasoline and fuel oil. 823 - 832

56. Fortschritte in der Hydrierung von Gas-flammkohle. Versuche mit Gelsenberg-Kohle (83.9 % C in Reinkohle) im 10 Ltr.-Rührer-Ofen.
Progress in hydrogenation of open-burning coal. Experiments with "Gelsenberg" coal (83.9 % C in dry coal) in the 10 liter furnace with stirrer. 833 - 834

REEL NO. INDEX FRAME NOS.

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

Sumpfphase.

1. Zur Frage des Anspringens. Auswertung bisheriger 10 Ltr.-Ofen Versuche.
Problems of starting (in the "Sumpf" phase). Evaluation of the 10 liter furnace experiments up to now. 835 - 846

2. Verarbeitung von Steinkohle auf Benzin, Mittelöl und leichtes Schweröl.
Processing mineral coal to gasoline, middle oil and light heavy oil. 847 - 848

3. Schleudern von Teeren und Sumpfphase-asbschlämmen von Teeren.
Centrifuging tars and sumpfphase sludges from tars. 849 - 852

4. Abschlammdestillation. 1. Bericht.
Sludge distillation. Report I. 853 - 868

5. Verarbeitung der Janinakohle auf Benzin und Mittelöl bei 250 atm mit Eisenkontakten.
Processing "Janina" coal to gasoline and middle oil at 250 atm with iron catalysts. 869 - 875

6. Heizöl aus Janinakohle.
Heating fuel from "Janina" coal. 876

7. Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 atm auf Schweröluberschuss. 1. vorläufiger Bericht.
Processin "Janina" coal at 600 atm to excess heavy oil. First preliminary report. 877 - 879

8. Verarbeitung der Janina-Kohle bei 600 atm. auf Benzin und Mittelöl. (2. vorläufiger Bericht).
Processing "Janina" coal at 600 atm to gasoline and middle oil. (Second preliminary report). 880 - 887

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
9.	Beziehungen zwischen Kohleanalysen und Hydrierverhalten. Relation between analyses of coal and behaviour in hydrogenation.	888 - 890
10.	Ueber die Aufheizung von Krackrueckständen. On pre-heating cracking residues.	891 - 896
11.	Zur Frage der Anspringtemperatur. The question of incubation temperature.	897 - 898
12.	Messungen des Wärmeüberganges von Steinkohlebrei. Measuring the heat transfer from mineral coal paste.	899
13.	Hydrierung der Janinakohle auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm. Erste Ergebnisse. Hydrogenation of "Janina" coal to gasoline and middle oil at 600 atm. First results.	900 - 904
14.	Stand der Versuche an den 10 Ltr.-Öfen. Status of experiments on the 10 liter furnace.	905
15.	Verarbeitung von Erdöl im geraden Durchgang. Processing petroleum in straight passage.	906 - 907
16.	Versuche im 1 Ltr.-Ofen mit Schwefel als Sumpfphasekontakt. Experiments in 1-liter furnace with sulfur as "Sumpfphase" catalyst.	908 - 913
17.	Anspringen bei der Kohlehydrierung in Sumpfphase. "Starting" in coal hydrogenation in the Sumpfphase.	914 - 916
18.	Verarbeitung der Myslowitzkohle bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl. Processing "Myslowitz" coal at 600 atm to gasoline and middle oil.	917 - 918
19.	Herstellung anhydrierter Kohle aus K 1197 bei 300 atm. Producing slightly hydrogenated coal from K 1197 at 300 atm.	919 - 928

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
20.	Vergleich von Natriumsulfid-Rohschmelze mit Sulfigran. Comparing sodium sulfide raw smelting with Sulfigran.	929 - 930
21.	Kontaktversuche im 1,5 Ltr.Ofen zur Verarbeitung von Brüxer Teer. Catalyst experiments in 1.5 liter furnace for processing "Bruex" tar.	931 - 936
22.	Zugabe von Natriumsulfid bei der Steinkohlehydrierung. Aeltere Versuche mit K 1090 (Gelsenberg) im 10 Ltr.-Ofen. Admixture of sodium-sulfide in mineral coal hydrogenation. Older experiments with K 1090 (Gelsenberg) in 10-liter furnace.	937 - 964
23.	Gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Steinkohleextrakt. Processing mineral coal together with mineral coal extract.	965 - 966
24.	Verarbeitung von Steinkohlen hochtemperaturteer mit Steinkohlezusatz. Processing mineral coal high temperature tar with mineral coal admixed.	967 - 989
25.	Verarbeitung von Mischungen aus Böhlener Teer und Erdöl. Processing mixtures of "Böhlen" tar and petroleum. (August 1939).	990 - 1007
26.	Versuchsbericht. Verarbeitung von Panuco-öl im 10 Ltr.Ofen. Report on experiments: Processing of Panuco-oil in 10 liter furnace.	1008 - 1028
27.	Verarbeitung von Böhlener Teer bei 250 atm im 10 Ltr.Ofen. Processing"Böhlen" tar at 250 atm in 10 liter furnace. August 1939.	1029 - 1043
28.	Verarbeitung deutscher Erdöle im 10 Ltr.Ofen. Versuchsbericht. Report on experiments: Processing German petroleum in 10 liter furnace.	1044 - 1077
29.	Verarbeitung von Steinkohle und Schwelteer auf Brikettiermittel und asphaltfreies Oel. Processing mineral coal and carbonization tar to briquet binder and asphalt-free oil.	1078 - 1121

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
30.	Verarbeitung von Zweckolkohle (K 1216) auf Benzin und Mittelöl bei 600 und 250 atm und auf Schweröl-Überschuss 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.	1122 - 1163
31.	Die extrahierende Hydrierung von Steinkohle. Extractive hydrogenation of mineral coal.	1164 - 1231
32.	Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Kohle (K 1197) und schlesischem Steinkohlenteergemisch auf geringen Schweröl-Überschuss bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen. Processing Silesian coal (K 1197) together with Silesian mineral coal-tar mixture to a slight heavy oil excess at 600 atm in the 10 liter furnace.	1232 - 1254
33.	Zur Kaviarbildung: Versuche mit rheinischer Braunkohle im 10 l-Ofen. On "caviar" formation: Experiments with "Rhine" soft coal in 10 liter furnace.	1255 - 1260
34.	Versuchsbericht: Verarbeitung eines Gemisches schlesischer Steinkohlenteere bei 600 atm auf Schweröl-Überschuss im 10 Ltr.-Ofen. Experimental report: Processing a mixture of Silesian mineral coal tars at 600 atm to heavy oil excess in the 10 liter furnace.	1261 - 1283
35.	Erste Werte von der hydrierenden Verarbeitung von Primärbitumen. First figures on processing primary bitumen by hydrogenation.	1284 - 1286
36.	Versuchsbericht: Verarbeitung der Hydrierkohle Scholven K 1101 vom 30. Sept. 38 bei 250 atm mit Chlor in verschiedener Zugabeform und Snox auf Benzin und Mittelöl im 10 Ltr.Ofen. Re: processing hydrogenation coal Scholven K 1101 of September 30,1938 at 250 atm with chlorine, in various forms of admixture and with "Snox" for obtaining gasoline and middle oil. Report on experiments in the 10 liter furnace.	1287 - 1330

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
37.	Extrahierende Hydrierung im 10 Liter Ofen. Extractive hydrogenation in 10 liter furnace.	1331 - 1335
38.	Betr. Beseitigung der Ansätze und Verstopfungen der Scholvener Kohleöfen. Preventing crusts and blockings of coal furnaces at Scholven.	1336
39.	Versuche zur "Kaviar" Bildung in Drehautoklaven. Experiments on "Caviar" formation in the rotary autoclave.	1337 - 1338
40.	Versuche mit rheinischer Braunkohle im 1 Ltr.-Ofen. Aktennotiz 3. Neutralisation der Kohle und Absitzverhalten. Experiments with Rhine brown coal in 1-liter furnace. Note No. 3: Neutralisation of coal and its tendency to deposit.	1339 - 1340
41.	GemeinsameVerarbeitung von oberschlesischer Kohle und Spülgasteer auf Brikettiermittel und Heizöl. Joint processing of Upper Silesian coal and rinsing gas tar to briquet binding agents and to heating fuel.	1341 - 1345
42.	Versuchsbericht: Gemeinsame Verarbeitung von schlesischer Kohle (K 1197) und Heisschwelteer aus schlesischer Kohle (P 1376) auf geringen Schweröluberschuss bei 600 atm im 10 Ltr.Ofen. Experimental report: Joint processing of Silesian coal (K 1197) and high temperature carbonisation tar from Silesian coal (P 1376) for obtaining slight excess heavy oil at 600 atm im 10 liter furnace.	1346 - 1373
43.	Ueber den Stand der Versuche mit Rheinischer Braunkohle. The status of experiments with Rhine brown coal.	1374 - 1375
44.	Versuche mit Rheinischer Braunkohle im 1-liter Ofen. Vorläufige Versuche zur Kaviarbildung. Experiments with Rhine brown coal in 1 liter furnace. Preliminary notes on "caviar" formation.	1376

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
45.	Nachtrag zum Bericht 20 4721 v. 16. Juli 42: Vorläufiger Bericht über Hydrierversuche mit B.T.-Teer aus Oheim-Nusskohle. Supplement to report 20 4721 of July 16-42: Preliminary report on hydrogenation experiments with B.T.-tar from "Oheim" nut coal.	1377

GENERAL SUBJECT

Hochdruckversuche Laboratories

I. LECTURES BY DR. PIER.

II. REPORTS ON EXPERIMENTAL WORK ON HYDROGENATION IN THE SUSPENSION PHASE. FILMS OF DR. PETERS.

III. REPORTS ON EXPERIMENTAL WORK IN THE SUSPENSION PHASE. FILMS OF DR. PETERS.

Reel No.

Source of Documents: Griesheim Central I. G. Library

Folder Nos: 833/I-C-9
833/I-D-6
833/I-D-7

Filmed by: JIOA

Date:

END OF ROLL

REEL NO. LF-125