

3) Der Abschlamm wurde teilweise wie üblich durch die Ventilgruppe an Abscheider direkt auf 0 Atü entspannt, teilweise in ein Schleusengefäß, in dem ein Druck von 200 - 300 Atmosphären gehalten werden sollte. Dieses Gefäß wurde nach Abhängen von der Abscheider-Abschlammleitung auf einen geringen Überdruck von 0 - 3 Atü durch ein Ventil oben entspannt und dann der Schleusenabschlamm unten herausgezogen. Die Abschlämme wurden in wechselndem Verhältnis mit Tetralin oder Dekalin oder mit gestripptem Abstreifer verdünnt und auf der Labornutsche bei 180° filtriert (s. Tabelle 13).

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

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

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

#### Versuchsordnung.

Breischlange 10 x 23 x 10.000, N. 8, Inhalt gelitert zu 830 ccm, Anfahrtag 30.10.1937, im Bleibad.

S-Bogen zwischen Breischlange und Ofen mit Kontakteinspritzung

Ofen mit Ringscheibenrührer, 30 U/Min., gelitert zu 10,23 Itr.

Birne zwischen Ofen und Abscheider

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 451 vom 10.11.-21.12.1937

1) Zusammenstellg. 213751 v.H. vom 21.11.42

Versuchsverlauf.

10.11.

Fahrbedingungen.

Kohle K 1090 vom 29.7.37 getränkt mit 1,2 %  $\text{H}_2\text{S}$ <sup>1)</sup>

+ Anreibeöl = Rücklauföl > 325° 1:1

+ 0,8 %  $\text{FeSO}_4$ <sup>2)</sup> - koll. in Anreibeöl in S-Bogen + 1,5 %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ <sup>3)</sup>  
koll. in Abstr. S'Öl 50%ig zur Brei

+ 400 g Abschläm + Anreibeöl (1:1) in Birne

Gas: 3 cbm auf 4,6 kg Kohle

Durchsatz : 4,6 kg Kohle/Std.

Temperaturen: Vorheizer: 23,8 - 24,8 mV<sup>4)</sup>, Ofen 25,6 mV  
constant, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen

Es wird ohne Rücksicht auf Abschlämprozente gefahren.

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

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

11.11.37

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

Topprückstand = Anreibeöl

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

Mit Schleuderschweröl nachgetoppt über 325° vom 10.11. als Anreibung

Frischöl zugesetzt wegen Anreibeölmangel

1)  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

2)  $\text{Na}_2\text{S}$  Merck geschmolzen

3) Luxmasse ungeschwefelt

4) Klemmentemperatur 20°

- 12.11.57 50 kg Frischöl (vermutlich Teeröl<sup>1)</sup>) ergänzt
- 13.11. Frischöl ergänzt, da 60 kg Rücklauföl versehentlich für andere Zwecke verbraucht worden sind
- 14.11. Mit dem neuen Schleuderschweröl getoppt über 325°  
Überdruck an MP 3 (S-Bogen). Die Leitung wird durch Entspannen am Ofen-Abschlammausgang bei geschlossenem Ventil 1 (zum Ofen hin) frei.
- 15.11. Frischöl ergänzt wegen nicht ausreichenden Rücklaufölvorrats.  
Wieder Überdruck an MP 3 (S-Bogen), durch Spülen und bessere Beheizung der Leitung beseitigt  
Frischöl zugesetzt, um genügend Anreibung zu haben.
- 16.11. Bilanz 1  
Erneut Frischöl zugesetzt
- 18.11. Da der Vorrat an Abstreiferschweröl zu Ende gegangen ist, wurden die Spülungen und Kontaktanreibungen mit gestripptem Abstreifer vorgenommen.
- 19.11. Frischöl zugesetzt
- 20.11. MP 3 (S-Bogen) zeitweilig in Reparatur. Frischöl zugesetzt  
K 2175 jetzt gemahlen in gestr. Abstreifer  
Bilanz 2
- 21.11. MP 3 (S-Bogen) zeitweilig in Reparatur.
- 22.11. Die Temperaturen werden erhöht um 0,2 mV auf: Schlange 24 - 25 mV, Ofen 25,8 mV, Birne und Abscheider 25,1 mV.  
Es sollte versucht werden, die Leistung zu steigern.  
Durchsatz vor auf 4,8 kg;  
als Folge der Temperaturerhöhung.
- 23.11. Der Kohlebrei wird ab jetzt in 12-Stunden-Chargen ange-  
rieben, um die Entnahme von RÜ'Öl zeitlich besser mit der  
Nachlieferung in Einklang zu bringen.  
Frischöl zugesetzt.
- 24.11. Kohledurchsatz weiter vor auf 5,0 kg  
Weitere Auswirkung der Temperaturerhöhung.
- 25.11. Bilanz 3  
Ab Ofenkopf treten Druckdifferenzen von 70 at auf. Es wird  
deshalb auf Oel umgestellt, wodurch die Differenzen langsam  
zurückgingen. Der Grund für die Druckunterschiede dürfte in  
einer Verengung zwischen Ofeneingang und Kontaktzugang  
(S-Bogen) zu suchen sein (Polymerisation durch K 6063).  
Der Ofen wird kaltgefahren.

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

26.11.

Nach dem Umstellen der MP-3 auf Abstreiferschweröl (bei 18 mV) tritt ein Überdruck auf, der durch Einpressen mit HP beseitigt wird. Nach Umschließen auf 200 at wird versucht, abzuschlammen. Es kommt jedoch nichts aus dem Ofen heraus, wahrscheinlich weil der verengte Übergang sich durch Dreck vom Ofen vollends zugesetzt hat. Der Ofen wird deshalb entspannt und der Übergang Schlange - Ofen ausgebaut.

Befund: Schlängenausgang sauber, ebenso das Stück bis zum Kontaktzutritt. Kontaktleitung sauber. Das T-Stück war von der Zusammenreffstelle an verdrückt. Linsenanschluß zum Ofen zu. Er muß ausgebohrt werden. Die Analyse ergab:

Asche	100 %				
Na <sub>2</sub> O	20,3 %	im wässrigen Auszug der Substanz			bestimmt
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,0 %	in der Substanz bestimmt			
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,5 %	" " " "			
S gesamt	21,4 %	" " " "			
Sulfid-S	16,66%	" " " "			

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

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

28.11.

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

Einlauf: 7 kg Rü-Öl

Ab 23,5 mV Kohlebrei, der Kontakt 6063 (0,8 %) wird kolloidal zum Brei gegeben, da seine Zugabe durch den S-Bogen sich nicht bewährt hat und weil im Ofen 424 diese Art der Zugabe gut geht; alles andere wie zuvor.

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

29.11.

Frischöl zugesetzt;

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

- 30.11. Um das Element M 1 auszuwechseln, wird kurzzeitig auf Öl umgestellt.
- 1.12. Der Kohledurchsatz wird auf 5,4 kg erhöht.  
Der Abschlammfall ist geringer geworden.  
Mit Ru-Öl aus der neuen Aufarbeitung.  
Frischöl (P 1195<sup>2</sup>) + P 1214<sup>3</sup>) get. 1:2) zugesetzt  
verzögerte Rücklieferung des Anreibeöls aus der neuen Aufarbeitung.
- 2.12. Die Ofentemperatur wird auf 25,7 mV zurückgenommen.  
Es soll nicht über 95% Bi + Mi hinausgegangen werden.
- Bilanz 4
- 3.12. Kohledurchsatz vor auf 5,6 kg
- 4.12. Kohledurchsatz weiter vor auf 6,0 kg  
Es wird zu wenig Anreibeöl erhalten.  
Frischöl zugesetzt.
- 6.12. Bilanz 5  
Die Stopfbüchse an Förderschnecke wird plötzlich stark undicht, sodaß der Gaseingang gesperrt werden muß. Es wird auf Öl umgestellt und bei 250 at kaltgefahren. Die Stopfbüchse hält dabei einigermaßen dicht. Es wird 3 x abgeschlammt, was gut geht. Den Mengen nach ist der Ofen sauber.
- 7.12. Die Abscheiderförderschnecke wird ausgebaut und dann die Stopfbüchse neu verpackt.
- 8.12. Ofen hochgeheizt mit 3 kg Anreibeöl, 5000 Ltr Nullgas über Dach.  
Dann Brei wie zuvor.  
Statt 6063 0,8 % 6709<sup>1</sup>) koll.  
Dieser von Leverkusen gelieferte Kontakt sollte mit 6063 verglichen werden.  
Frischöl zugesetzt.
- 11.12. Die Förderschneckenstopfbüchse wird wieder stark undicht. Deshalb Umstellen auf Öl und kaltfahren n.V. Das 3-malige Abschlammen geht gut. Die Mengen sind ordentlich. Der Ofen wird 3 mal kräftig mit  $M_2$  durchgeblasen, damit sich in der Birne kein Öl ansammelt. Frischöl zugesetzt.
- 12.12. Die Förderschnecke wird ausgebaut und die Stopfbüchse neu verpackt. Wegen des schlechten Funktionierens des Abscheiderstandes wird der Abscheiderührer ausgebaut und seine Stopfbüchse neu verpackt. Im Abscheider unten sitzt etwas Dreck.

- 1) Sulfigran  
2) Steinkohlenteer von Sinsen  
3) Hibernia-Anreibeöl von Rütgers



### Tabellen-Verzeichnis

Tabelle 1 a-c	Bilanzen
" 2	Eigenschaften der Kohle
" 3	Benzinuntersuchungen
Kurvenblatt 1	" "
Tabelle 4	Mittelöluntersuchungen
Kurvenblatt 2	" "
Tabelle 5	Schweröluntersuchungen
Kurvenblatt 3	" "
Tabelle 6	Anreibeöluntersuchungen
Kurvenblatt 4	" "
Tabelle 7	Elementaranalysen
" 8	Verteilung des als KW vergasten C
" 9	Phenolzerlegungen
" 10	Im Abwasser gelöste Stoffe
" 11	Analysen des Kontaktes 6063
" 12	Asphaltzerlegungen
" 13	Filtrations- und Schleuderversuche mit Normal- und Schleusenabschlamm
" 14	Stabilität der Schleuderöle

Tabelle la

Bilanzen vom Fahren der Kohle 1090 auf B1 + M1 mit Na<sub>2</sub>S

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Tag 1937	16.11. abc	20.11. abc	25.11. abc	2.12. abc	6.12. abi	17.12. abc	21.12. abc
Aschegehalt d. Tr'Kohle % Anlieferungsstag d. Kohle C in Reinkohle Vorbehandlung der Kohle	3,3	3,3	3,8	1090 3,2 29.7.1937 83,9	3,2	3,3	3,1
Kontakt (Mengen auf Tr'Kohle berechnet)	0,8% 6063 in S-Bogen	0,8% 6063 in S-Bogen	1,5 % Kont. 2175 koll. auf Kohle zu Brei 0,8% 6063 in S-Bogen	0,8% 6063 a. Kohle z. Brei	0,8% 6063 a. Kohle z. Brei	0,8% 6063 a. Kohle z. Brei	0,8% 670,9 a. Kohle z. Brei
Anreibung Art des Anreibeböls	Schleud. Öl get. -3250	Schleud. Öl get. -3250	Schleud. Öl get. -3250	Rü'Öl aus Abschl. -3250	Rü'Öl aus Abschl. -3250	Schl'Öl aus Abschl. -3250 nicht best.	Schl'Öl aus Abschl. -3250 get. -3250 1,090 5,0
Spez. Gewicht/50° % Festes	1,100 4,3	1,100 3,7	1,074 (3,7 Wert v. 20.11.)	1,100 4,2	1,094 4,8	28,2 4,9	34,4 0,5
Asche im Festen im Öl % 170°-325°	13,1 2,6	19,8 2,4	20,1 (2,4 Wert v. 20.11.)	22,1 3,7	28,2 2,1	28,2 4,9	34,4 0,5
% s-Asphalt	8,5	7,9	(7,9 "	9,0	6,4?	7,3	9,3
Fahrbedingungen							
Temperaturen °C	438	439	442	442	442	442	442
Breischlange °C	468	468	472	472	472	472	472
Ofen °C	457	457	460	460	460	460	460
Abscheider °C	0,425	0,424	0,480	0,501	0,557	0,555	0,569
Reinkohledurchs. kg/Ltr/h	4,14	3,99	4,14	3,85	3,78	3,88	3,78
Eingangsgzs. cbm/kg RK/h	30	30	30	30	30	30	30
Umdrehungszahl d. Rührers							

Tabelle 1b  
Bilanzen    Ergebnisse

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Rohbilanz %	98,0	98,0	98,8	99,0	98,9	98,6	98,8
Prakt./theor. Verflüssig. %	100,2	97,3	96,8	99,6	100,5	97,6	93,6
Abbau	97,8	97,6	97,0	97,4	96,0	97,5	95,7
Theoret. Ölgewinn % a.R.K.	70,2	68,5	68,0	69,9	69,8	74,2	75,5
Hochdruckölgew. % a.R.K.	70,2	70,1	72,4	73,6	74,4	71,8	73,4
Prakt. (Bi+Mi) Ölgew. Le...	0,29	0,29	0,34	0,36	0,34	0,37	0,34
% -170° i. prakt. Ölgew.	12,7	15,6	14,0	16,8	16,0	16,4	18,1
Anreibeölüberschuß aus Rückstandsaufarbeitung gerechnet	-1,7 +1,7	-1,7 +0,2	-1,0 -1,3	+1,8 +4,5	+15,5 +17,9	+2,8 +6,0	+12,6 +19,3
Vergasung %	22,6	24,5	23,1	23,1	24,5	23,9	23,3
Vergastes C % a.C i.R.K.	21,8	22,9	22,6	21,6	20,6	18,0	15,4
davon % als Co	4,2	4,6	3,7	4,8	4,2	4,2	5,1
% als Co <sub>2</sub>	0,7	0,6	0,8	0,6	0,7	0,6	0,7
Abwasser % a.R.K.	4,7	7,5	8,0	6,4	5,6	7,9	6,6
Neuabschlamm % a. Tr.K.	93,3	94,7	93,9	84,2	100,7	89,5	100,1
darin s-Asphalt % a.R.K.	9,1	8,2	7,0	7,1	9,9	7,7	10,3
s-Asphalt % aus festefr. Ru'Öl	7,8	7,0	6,0	5,9	8,3	6,7	8,3
Aschebilanz Aus/Ein	97,3	92,7	91,0	104,0	99,0	93,8	102,7

Tabelle 1c

## Bilanzen Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
<b>Abstreifer</b>							
spez.Gew./15°	0,990	0,984	0,988	0,992	0,986	nicht best.	0,982
% - 170°	7,4	8,7	8,3	9,2	8,7	9,4	9,9
% 170° - 325°	48,9	47,2	47,9	46,3	44,0	45,4	41,1
<b>Abschlamm</b>							
Spez.Gew./50°	1,126	1,100	1,096	1,094	1,086	nicht best.	1,100
Benzolunlösliches %	13,5	12,3	14,4	15,2	14,3	15,5	15,4
Asche im Festen %	50,0	51,1	51,9	53,0	48,1	51,9	50,3
im Öl % - 325°	13,0	14,3	15,8	12,8	11,8	13,7	11,8
% s-Asphalt	10,9	9,6	8,9	9,7	11,1	9,8	13,5

Tabelle 2

Eigenschaften der K 1090 vom 29.7.37 entascht

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

Tabelle 3

## Benzinuntersuchungen

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

s.a. Kurvenblatt 1

689

Tabelle 4  
Mittelöluntersuchungen

Bilanz Nr.	2	7
<u>Untersuchtes Produkt</u>		
Abstr. gestrippt -170° % ) im Anfall- Abschlammöl % ) verhältnis daraus Mittelöl -325° %	50,8 49,2 30,8	47,0 53,0 30,0
<u>Mittelöl roh</u> spez. Gew. /20° Ethenole % Anilinpunkt °C berechnet	0,976 19,4 -23,0	0,976 20,6 -24,0
<u>Mittelöl entphenoliert</u> spez. Gew. /20° Ungesättigte KW % Anilinpunkt °C berechnet	0,958 17,0 -22,4	0,950 15,0 -23,0
s.a. Kurvenblatt 2		

Tabelle 5  
Schweröluntersuchungen

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

Tabelle 6  
Anreibeuntersuchungen

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

Tabelle 7  
Elementaranalysen

	Bilanz Hr.	% C	% H	% O	% N		% S		% Asche		% H dispon.
					1)	flüchtig   gesamt.	2)				
Probe 1090, getränkt mit 1181 a.BK	7	82,74	5,41	0,18	1,44	1,23	1,15	-	-	-	4,58
Anzeig - 170°	2	84,71	13,85	1,17	0,23	0,033	-	-	-	-	13,66
	7	84,99	14,17	0,58	0,24	0,021	-	-	-	-	14,04
Anzeig aus Abstr. + Abschl. 170° - 325°	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	7	86,45	9,66	2,73	1,07	0,090	-	-	-	-	9,03
Anzeig über 325°	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	7	89,58	7,56	1,10	1,57	0,19	-	-	-	-	7,0
Anzeig	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	7	89,77	7,51	0,84	1,54	0,14	-	-	-	-	7,07
Anzeig festfrei	2	90,46	7,16	0,62	1,47	0,29	-	-	-	-	6,75
	7	90,29	7,54	0,32	1,57	0,28	-	-	-	-	7,15
Anzeig im Abschlag	2	84,41	3,24	-	0,95	13,71	19,05	49,28	-	-	2,19
	7	83,37	3,55	-	1,05 0,93	13,48	17,91	48,73 52,73	-	-	2,48
Anzeig im Anreibeöl	2	91,40	3,7	-	1,42	4,15	5,07	20,52	-	-	3,20
	7	93,33	3,48	-	1,05 1,02	6,58	9,61	35,30 37,58	-	-	3,84

1) nach Kjeldahl-Selen-Methode bestimmt  
2) Asche mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> abgeraucht und dann gewogen

Tabelle 8

Verteilung des als KW vergastem C

Bilanz Nr.	2	7
als C <sub>1</sub> %	34,4	39,2
" C <sub>2</sub> %	33,6	32,6
" C <sub>3</sub> %	18,5	16,4
" C <sub>4</sub> %	13,5	11,8
	100,0	100,0
Ungesättigte	12,1?	2,8
% von C <sub>2</sub>	4,2	2,8
% von C <sub>3</sub>	9,2	6,5
% von C <sub>4</sub>		
% von C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub>	6,1?	2,1

Tabelle 9

Zerlegungen

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

Tabelle 10

Im Abwasser gelöste Stoffe g/kg

Tag 37	Bil. Nr.	Cl	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	Phenole
15.11.		0	-	-	-	-
16.11.		Spuren	54,7	-	-	-
17.11.		Spuren	-	-	-	-
18.11.		Spuren	-	-	-	-
20.11.	3	Spuren	48,5	-	-	-
25.11.	4	Spuren	49,4	-	-	-
2.12.	5	Spuren	49,7	-	-	-
6.12.	6	Spuren	49,5	-	-	-
17.12.	7	-	40,0	-	-	-
21.12.	7	0	41,5	76,5	42,5	5,1

Tabelle 11

Analyse des Kontaktes 6063

	Na <sub>2</sub> S v. Merck rein			Na <sub>2</sub> S techn.
	31,04	33,05	29,4	50,95
Na <sub>2</sub> S	-	0,00	-	-
Na <sub>2</sub> HS	9,60	4,3	8,9	3,44
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25,12	30,3	44,7	-
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	16,71	12,4	10,1	5,02
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	14,25	13,24	9,0+)	-
S als Polysulfid	-	-	-	0,58
SiO <sub>2</sub>	0,01	0,03	-	0,40
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,03	0,08	-	0,06
CaO	0,006	0,03	-	0,024
MgO	0,011	-	-	0,002
Gru	0,001	-	-	34,0
H <sub>2</sub> O	0,5	6,0	-	-

+ ) Summe > 100: Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zu hoch durch Oxydation der Sulfide zu Sulfat

Tabelle 12

Asphaltzerlegung

Bilanz Nr.	2			7
	Anreibeöl	Abschlamm	Abschl. + Abstr. - 6'01	Anreibeöl
Festes %	1,91	10,70	9,65	3,73
Asche %	38,08	46,88	50,80	38,00
Neutralöl %	46,08	39,03	58,10	58,32
Harzbildner %	12,90	15,20	7,35	7,71
Ölharze %	7,55	4,79	-	-
Asphaltharze %	29,65	39,16	-	-
Asphalthene %	-	-	34,55	33,97
Carbone %	3,82	1,82	-	-
Carboide %	-	-	-	-



Tabelle 14

Stabilität der Schleuderöle

18.11.1957	Schl.-Öl aus Abschlamm + Abstr.-S-Öl	Schl.-Öl aus Abschlamm + gstr. Abstr.
Festes %	2,9	2,1
Öl %	97,1	97,9
Aesche im Festen %	10,0	12,3
s-Asphalt im Öl %	9,0	6,2
<u>Festenausbildung</u>		
Eisengefäß ohne Einleitung	1,35	1,3
Glasgefäß "	1,57	1,5
Eisengefäß mit H <sub>2</sub> O	1,52	1,36
Glasgefäß " H <sub>2</sub> O	1,68	1,3

**Benzin-Untersuchung**

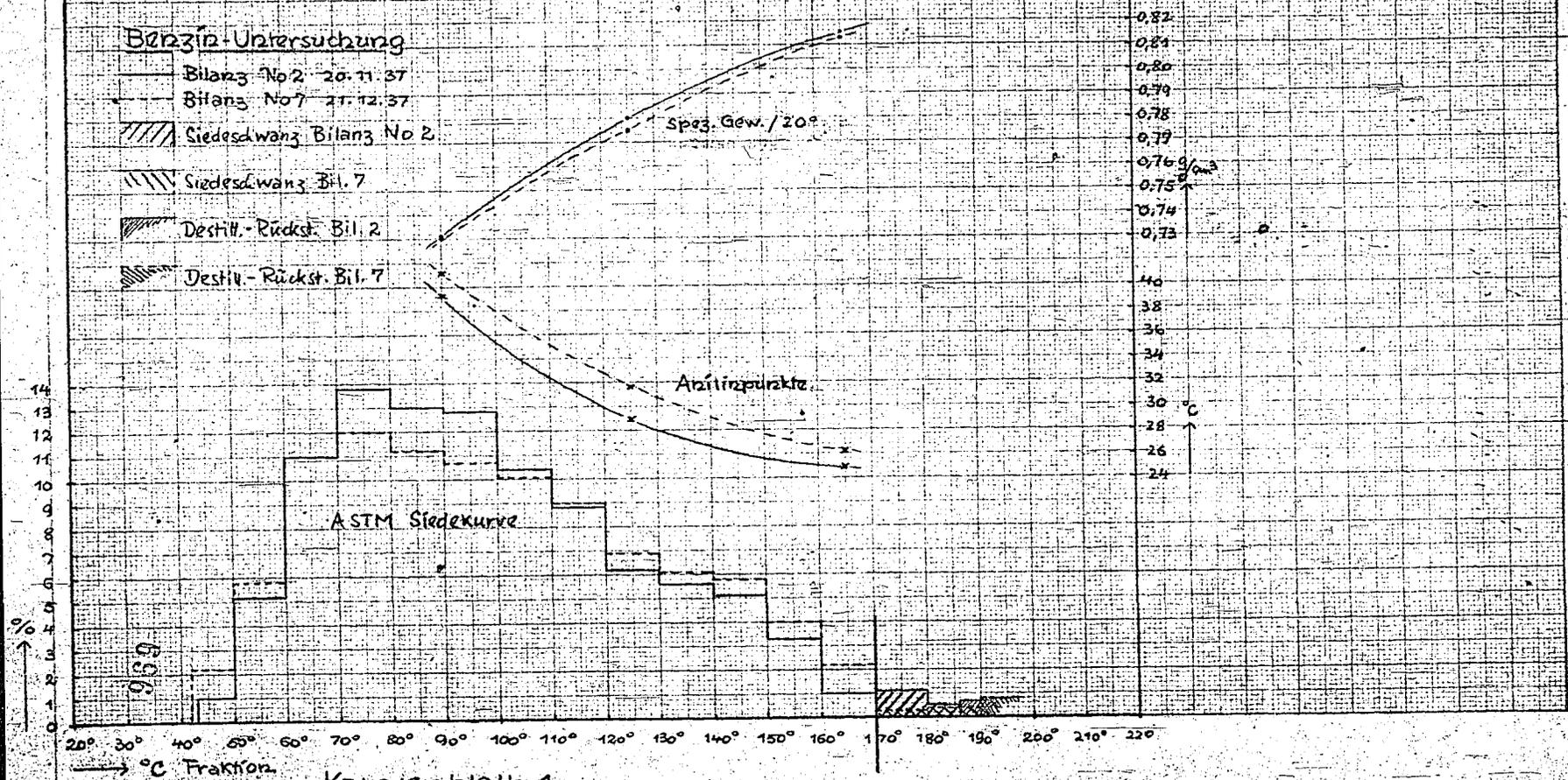
Bilanz No 2 20.11.37  
Bilanz No 7 21.12.37

//// Siedeschwanz Bilanz No 2

//// Siedeschwanz Bil. 7

/// Destill.-Rückst. Bil. 2

/// Destill.-Rückst. Bil. 7

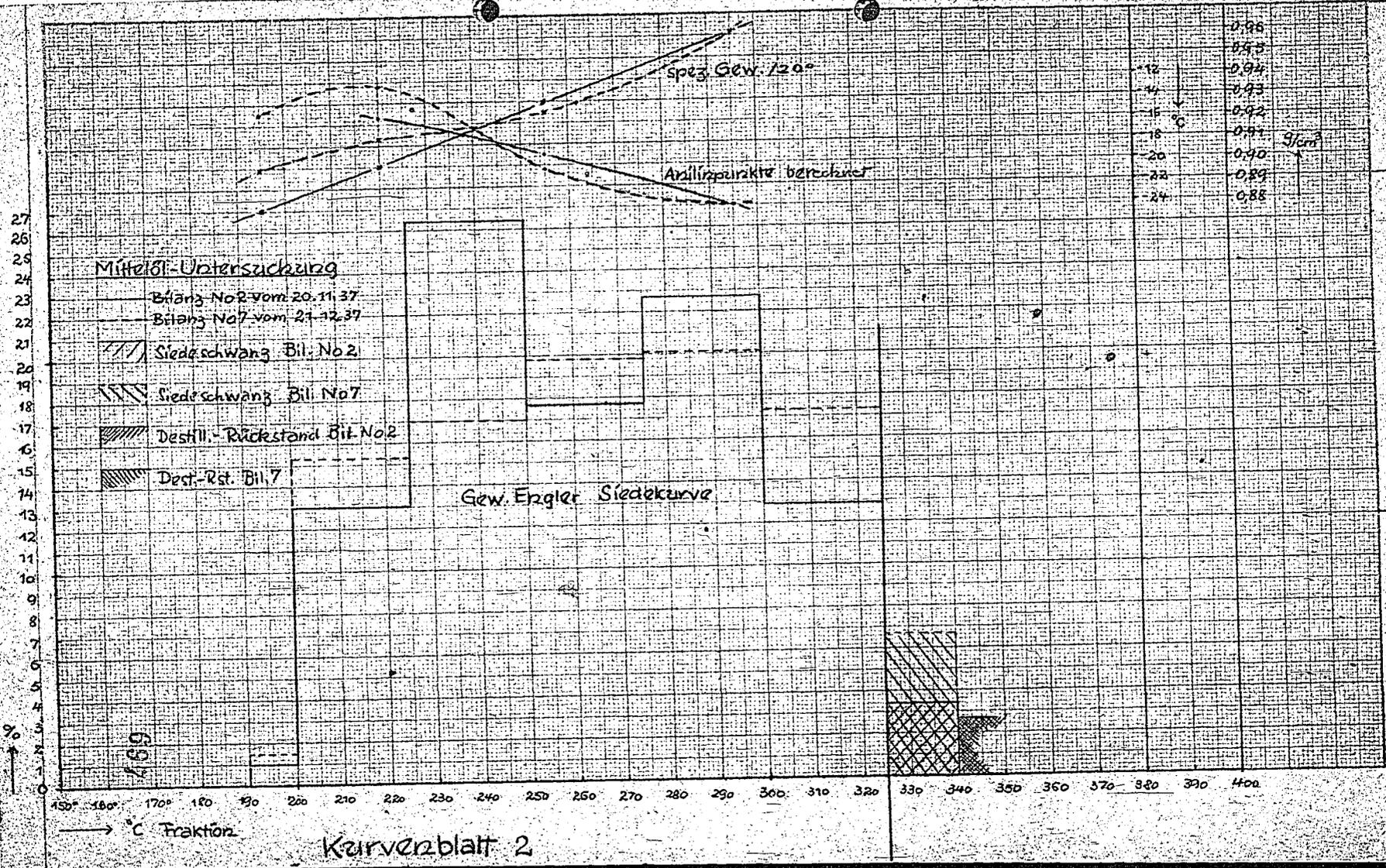


GSG

→ °C Fraktion

Kurvenblatt 1

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

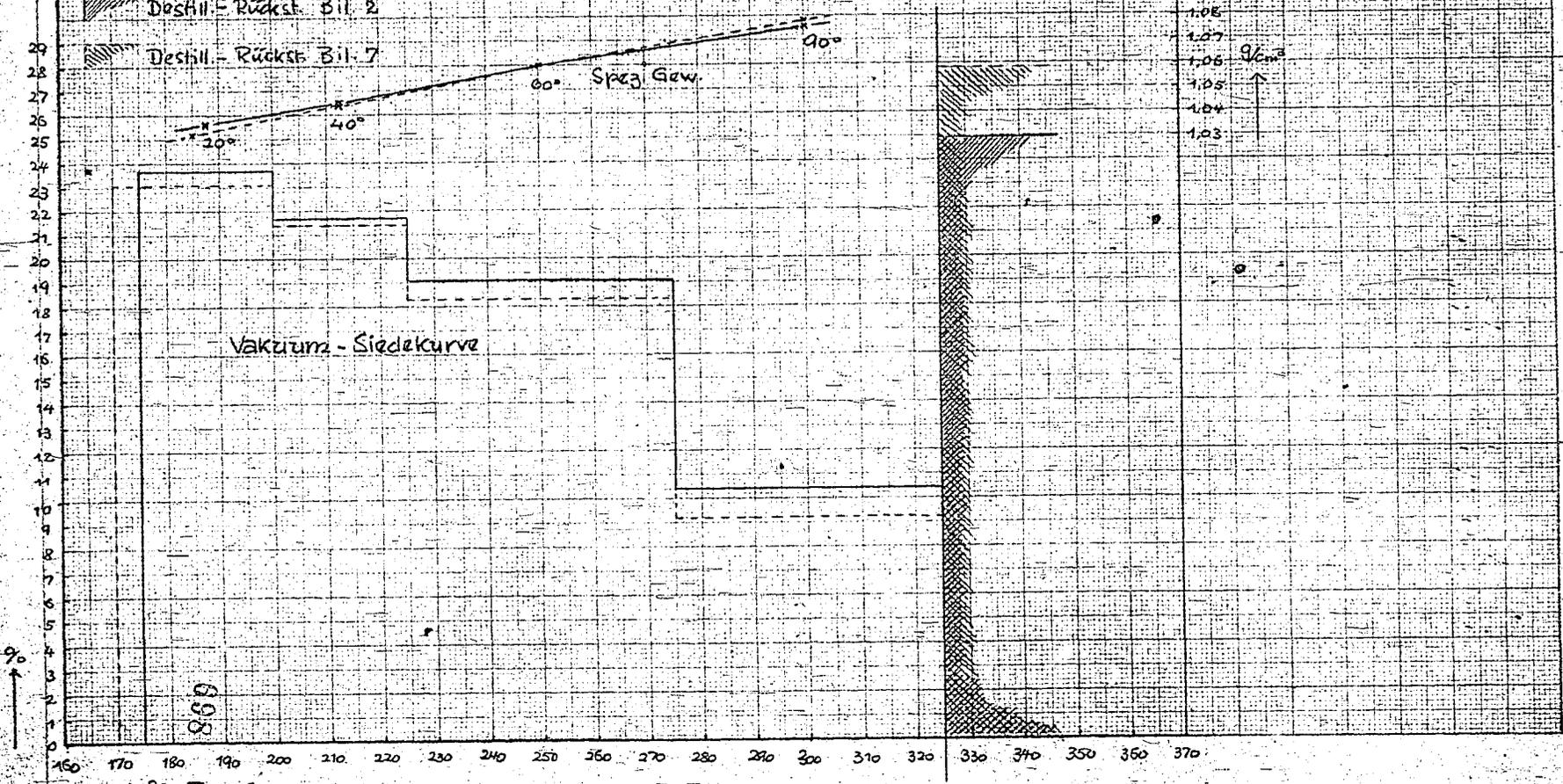


K.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Schweröl-Untersuchung aus Abstreifer + Abschläm

— Bilanz No 2 vom 20.11.37 mm Hg = 12  
 — Bilanz No 7 vom 21.12.37 mm Hg = 11

▨ Destill.-Rückst. Bil. 2  
 ▨ Destill.-Rückst. Bil. 7



Kurvenblatt 3

G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Anzeigegerät-Untersuchung (Rückstand über 225°)

Bilanz No 2 vom 20.11.37 mm Hg = 12  
 Bilanz No 7 vom 21.12.37 mm Hg = 11

Dest.-Rückst Bil. 2

Dest.-Rückst  
 Bil. 7

spez. Gew.

98°

20°

40°

100°

1.40  
 1.09  
 1.08  
 1.07  
 1.06  
 1.05  
 1.04  
 1.03

g/cm<sup>3</sup>

27  
26  
25  
24  
23  
22  
21  
20  
19  
18  
17  
16  
15  
14  
13  
12  
11  
10  
9  
8  
7  
6  
5  
4  
3  
2  
1

Vakuum-Siedekurve

150 160 170 180 190 200 210 220 230 240 250 260 270 280 290 300 310 320 330 340 350 360 370

→ °C Fraktion

Kurvenblatt 4

Hochdruckversuche  
Lu 558

12.11.42 Ha/Eb

53  
Versuchsbericht

G.v. Hartmann, H. Rupfer und P. Leonhardt.

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

Ofen 451 v. 19.8. - 19.9.40.

700

10/25

Gemeinsame Verarbeitung von Schlesischer Kohle (K 1197 v. 28.6.40) 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 Generatorsteer 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 % Gradeisen-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 Abstreife-Schwerölmenge aus dem Kreislauf herausgezogen, die bei der Verarbeitung des Teeres im geraden Durchgang ohne Kohle entstanden wäre.<sup>1)</sup>

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 473-480° eingestellt werden, um das Rücklaufgleichgewicht zu erreichen. Dabei wurden die folgenden Ergebnisse erhalten. Ihnen gegenübergestellt sind die Werte, die sich bei der Verarbeitung oberschles. Kohle mit 20 % Heißschwelteer<sup>2)</sup> 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	93,8

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 Generatorsteer aufgehoben. Letztere wirken nur insofern günstig, als sie den anfallenden

- 1) s. Zusammenstellung 20748i Hu v. 28.10.42 (Schles. Teergemisch auf Schwerölüberschuß)
- 2) s. Zusammenstellung 20588i Hu v. 28. 7.42.

Versuchsordnung.

1).

Normaler 10 Ltr.-Ofen

<u>Reischlange</u>	gelitert zu 1 120 ccm	Anfahrtag 15.5.40
"	" 1 025 "	" 31.8.40
<u>Ofen</u>	" " 805 Ltr.	Umdrehungszahl des GZschei-
ab 5.9.40	808 "	bans 36/Min.
<u>Abscheider</u>	mit elektrisch beheiztem Bleifuß	

Ofen 451 v. 19.8. - 19.9.40

1) Vergl. z.B. Zusammenstellung 20244i v. 9.3.42 (K 1197 auf Bi+Mi)

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

gez. Hupfer  
" Leonhardt

Die Versuche wurden ausgeführt von:

Dr. v. Hartmann

Gemeinsam mit:

Dr. Hupfer

" v. Müffling

Stückstandsaufarbeitung:

Dr. Gieg

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann

" Meier

" Scheiner

" Hirschberger

Versuchsverlauf.

19. 8. Nach Beendigung des vorangegangenen Versuches<sup>2)</sup> zur gemeinsamen Verarbeitung von K 1197 + P 1376 umgestellt auf neuen Kohlebrei. K 1197 v. 25.6.40, geschrotet, technisch entascht, getränkt mit 1,2 % 1181 ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{aq}$ ), getrocknet und gemahlen + Anreibeöl (Rücklauföl aus dem vorhergehenden Versuch) 1:1 + Teergemisch (P 1376 + P 1408-Gemisch<sup>1)</sup> + P 1404 original im Verhältnis 50:36:14) 100 : 25.  
+ 1,5 % 6531 a.T.K. (geschwefelte Bayermasse) + 0,3 % 6709 a.T.K. ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) + 10 % 7509 a. Teergemisch (Grude-Eisen-Titan) alle Kontakte kolloidal im Abstreiferschweröl.  
Die Temperatur war so zu fahren, daß 92 - 102 % Abschlamme a.T.K. anfielen. Höchstgrenzen Vorheizter 24,0 MV<sup>3)</sup>, 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 (ri. 34,5 % v. Feer) war bei der Verarbeitung des Teergemisches ohne Kohle auf Schwerölüberschuß erhalten worden.

Neuabschlamm + Schweröl verdünnt auf 16 % Festes und geschleudert, Schleuderrückstand verdünnt mit Schleuderöl auf 4 % Festes und geschwelt. Schleuderölrest + Rest des Schweröls = Rücklauföl.

20. 8. Abschlammprozente vor auf 95 - 105.

Der Rücklaufanfall war zu gering.

23. 8. Bilanz 1.

so

Der Abschlamme 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 : 18
- 2) Zusammenstellung 20588i Hu v. 26.7.42.
- 3) Klemmentemperatur 40°.

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

27. 8. Bilanz 2.  
ab Anschließend umgestellt auf Öl und kaltgefahren zwecks Einbau eines neuen Ofenrührers und Auswechslung 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 darauf hin 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.	% s-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 gelüftet. Sie hatte nach einer Fahrzeit von rd. 105 Tagen, davon 72 mit K 1197, 23 mit K 1197+Schwelter und 10 mit K 1197+Teerge misch rd. 48 % ihres Anfangsvolumens verloren. Welche Ursachen 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 ausgetauscht. 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<sup>1)</sup> 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 Umdrehungszahlen 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 Anreibeöl angefallen.  
Leichte Produktstandsörung aus unbekanntem Grunde, durch Hochziehen behoben.

Kaltgefahren und 3x leergeschlammt.

1) Zusammenstellung 20344i Hu. (P 1376 auf Schweröl).

Der Siebscheibenrührer hatte in Ofen 411 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 abgesetzt.

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 Auswech-  
selung des Absperrventils der 600 atm - Leitung.
- 16. 9. Zeitweilig mit Öl und Druck zurück wegen Reparatur des Ab-  
scheiderrührers. Das Drucklager war defekt.
- 17. 9. Kohledurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std.  
Um einen exakten Vergleich mit dem Versuch zur Verarbei-  
tung von K 1197 + Schwelteeer bei niedrigem Durchsatz zu  
haben.
- 18. 9.  
ab Bilanz 4.
- 19. 9. Umgestellt auf Öl zur Vorbereitung eines neuen Versuches  
( K 1197 auf Schwerölüberschuß ).

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 % Generatorsteer 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		K 1197 + P 1376
		1-2	3-4	
Temperatur	°C	473,5	473,5	467
Reinkohledurchsatz		0,50	0,45	0,44
Festeabbau (Benzol)	%	94,7	95,1	93,8
prakt. Ölgewinn-Leistung i. Ölgewinn-Schweröl	%	0,38	0,36	0,36
	%	10,7	10,6	8,9
Vergasung	%	23,7	24,8	21,9
s-Asphalt a.R.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 vermindert. 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 Durchsatzverminderung um 10 % 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 dahin 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 Teerzusatzes 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 derselben Kohle ohne Teer bei annähernd gleichem Durchsatz ungleichen Temperaturen gefunden worden waren.

	Kohle+Teergemisch	Kohle + Schwelteer	Kohle ohne Teer <sup>1)</sup>	
Temperatur °C	473,5	467	473,5	468
Reinkohledurchsatz	0,48	0,44	0,49	0,44
Abbau	93,1	94,0	96,7	95,6
Leistung	0,26	0,28	0,27	0,27
Vergasung	27,5	24,7	27,8	27,1
s-Asphalt a.R.K.	8,4	10,9	7,7	11,2
" " i. Anreibeöl	6,1	7,9	7,0	8,0
Anreibeölüberschuß	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 Generatorsteer 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 Anreibeölüberschusses (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 Kokersteerpech und der Generatorsteer den Ölen einen aromatischeren Charakter, was auch in einen besseren Klopfwert, vor allem des Schwerebenzins zum Ausbruch kommt. Das Schweröl wird im Steckpunkt etwas verbessert.

gez. Hupfer

1) Zusammenstellung 202441 Hu., v. 9.3.42.

Tabellenverzeichnis.

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

Tabelle la Bilanz

Vom Fahren der Kohle 1197 vom 25.6.40 entascht, gemeinsam mit schlesischem Teergemisch 1), auf geringerem Schwerölüberschuß bei 600 atm.

Versuchsbedingungen		1	2	3	4
Bilanz Nr.					
Ofen		451			
Tag 1940		27.8.	27.8.	12.9.	18.9.
Schicht		ab	ab	ab	ab
Betriebsstunden		112	208	424	568
Kohle: Aschegehalt der Tr.K. %		2,8	2,5	3,0	2,5
Kohle: Kohlevorbehandlung		geschrotet, techn. entascht, getränkt mit 1,2% 1181 getrockn. u. Gemah.			
Kontakte:		1,5% 6511 } +0,3% 67094 } beide 50%ig in Abstr. Stal +1,2% 1181 } getränkt auf Kohle +1,0% 7209 B Ch. 127 } kol. in Abstr. St. u. 30% bez. auf Teergemischg.			
Anreibung: Art des Anreibeds		Schl. 01 aus Abschl. verd. auf 16% mit 9:61-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		18,5	25,0	14,5	10,1
im Öl % - 325		7,9	8,3	8,6	6,3
" " % s-Asphalt		5,7	6,5	5,8	6,5
Kohle: Teergemisch 1)		100:25	100:25	100:25	100:25
Fahrbedingungen					
Temperaturen Breischlange °C		442	439	448	444
Ofen "		473	474	473	474
Abscheider "		459	462	463	463
Reinkohledurchsatz/kg/Ltr. Ofen-vol./h		0,502	0,502	0,462	0,447
Eingangsgas m <sup>3</sup> /kg R.K.		3,91	4,01	3,70	4,03
Umdrehungszahl des Ofenführers		36	36	36	36

1) P 1376 + P 1403 Gemisch + P 1404 Orig. (50:36:14). 2) geschwefelte Bayermasse. 3) Na2S  
 4) FeSO4.7aq. 5) Grude mit 7% FeSO4 + 5% TiOSO4.

Tabelle 1b.  
Bilanzen Fortsetzung.  
Gesamt - Ergebnisse.

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Rohbilanz %	99,8	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	68,7	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° " "	-	58,3	-	56,7
" s-Asph. " "	1,4	2,4	1,1	1,6
Prakt. (Bi+Hi)-Ölgewinn-Leistung kg/Ltr 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	88,3	82,9	111,7
Anreifeölüberschuss % vom Hochdruckölgewinn	17,4	12,8	9,3	9,7
Vergasung % v.prakt. Ölgewinn + Vergasung	23,7	23,7	23,6	26,0
Vergastetes C % v.C d.RK.+Teer	15,8	16,3	15,9	19,1
davon % als CO	5,5	5,3	5,7	5,0
" " " CO <sub>2</sub>	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.R.K.+Teer	5,8	7,1	5,5	6,4
" " " auf feste- freies Rü-Öl	5,4	6,9	5,4	6,3
Schweißöl auf Öl im Schweißgut %	85,3	4,3	85,1	84,3

Tabelle 1a.

## 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	0,283	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 G v. G in R.K. %	16,8	17,6	16,9	20,9
Wassereubildung %	10,7	10,5	11,4	10,2
Asphalt i. Absch. a.R.K. %	7,3	8,9	7,0	8,1

Tabelle 1a

## Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Abstreifer + Schwelöl	0,986	0,990	1,000	0,992
Spez. Gew./20°				
- 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		8,4
200-325° %	45,8	45,8		44,1
Abschlamm				
Spez. Gew./500	1,080	1,098	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. Öl -325° %	18,1	15,0	15,2	15,0
" " -s-Asphalt %	8,4	11,2	8,9	10,4

Tabelle 2.

Eigenschaften der Rohstoffe.

	Kohle	Teergemisch P 1376+P 1404+E 1468 =50:24:36
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	0,31 <sup>1)</sup>
S gesamt	0,47	0,44
Cl	0,04	6,26
H disponibel	3,74	
flüchtige Bestandteile	37,54	
Urteer	9,50	
Bitumen (Fzl.-Alk.-Meth.)	4,1	
" (Bzl.-Meth.)	0,48	
Alkalität g H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /kg T.K.	10,1	
Asche % a. T.K.	2,61	
H <sub>2</sub> O		0,3
Festes		12,5
Asche im Festen %		2,0
Spez. Gew./100°		1,092
Gew. Engler		0
- 2000		5,1
240-325°		94,9
Rü		
Ascheanalyse	%a.-Rk.	g
SiO <sub>2</sub>	0,7	26,69
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,22	8,58
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,66	25,19
CaO	0,32	12,26
MgO	0,11	4,15
K <sub>2</sub> O	0,06	2,35
Na <sub>2</sub> O	0,43	16,28
SO <sub>3</sub>	0,03	1,26
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,02	-
TiO <sub>2</sub>		

1) - geschätzt.

Tabelle 3.

## Untersuchungen des Benzins -135°.

Bilanz Nr.		2	4
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin		75,6 + 24,4	59 : 41
<u>Roß</u>	Spez. Gew./20°	0,718	0,744
	Phenol %	1,5	2,4
	Anilinpunkt °C	38,5	32,0
<u>Raffination</u>		1x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10% raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% Schwefelkohlenstoff beh. dann über Gasöl redestill	
	Raffinationsverlust Vol. %	1,0	1,2
	Redestillationsverlust Gew. %	14,9	9,2
<u>raffiniert</u>	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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	2
	Jödzahl		4,8
ASTM Siedekurve			
	Siedebeginn °C	38	38
	- 50 "	3,0	1,0
	60 "	13,5	4,0
	70 "	29,0	15,0
	80 "	46,5	30,5
	90 "	62,5	49,0
	100 "	79,0	67,5
	110 "	83,0	80,0
	120 "	93,0	88,0
	130 "	95,0	92,5
	135 "	96,0	94,0
	140 "	96,5	
	146 "		96,5
	B "	97,5	98,5
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 %	36,2	32,5
	Naphthene "	49,4	49,0
	Aromaten "	10,7	15,0
	Uges. K.W. "	3,7	3,5
Klopffwert	Motor	70,2	68,0

Tabelle 4.

Untersuchungen des Benzins 135-200°.

Bilanz Nr.		2	4
<u>Roh</u>	Spez.Gew./20°	0,880	0,882
	Anilinpunkt °C	11,0	3,8
	Phenole %	29,7	42,4
<u>Raffination</u>			wie Benzin -135°
	Raffinationsverlust Vol.%	1,1	1,4
	Redestillationsverlust Gew.%	7,0	16,3
<u>raffiniert</u>	Spez.Gew./20°	0,820	0,830
	Anilinpunkt I °C	14,8	7,0
	" Ia "	18,5	10,8
	" II "	60,8	60,5
ASTM Sedekurve			
Siedebeginn	°C	139	132
- 150	%	13,5	16,5
60		40,0	36,5
70		67,0	57,0
80		78,5	74,0
90		88,0	85,0
200		93,0	93,5
10		95,5	96,0
16		97,0	97,0
17		99,0	99,0
R			
Fraktion 150-180°			
spez.Gew./20		0,822	0,824
Anilinpunkt °C		12,5	3,5
<u>Zusammensetzung</u>			
Paraffine	%	35,8	28,5
Naphthene	"	15,0	35,0
Aromaten	"	43,7	51,0
Unges. K.W.	"	5,5	7,5
Klopffwert Motor		62,8	67,0

Tabelle 5.  
Untersuchungen des Mittelöls.

Bilanz Nr.		2	4
Abstreifer über 200° + Schwelöl		887 : 11,3	86,6 : 13,4
<u>Roh</u>	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	98,6
	R "	99,8	99,8
<u>entphanoliert</u>	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	55,2
	spez.Gew./50°	1,046	1,054
Vakuumdestillation bei mm		22	15
	190-225° %	32,9	48,9
	Farbe	dunkelgelb	gelb
	Spez.Gew./40°	1,018	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./70°	1,062	1,075
	R %	99,8	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	d'grün	d'grün
Spez. Gew./50°	1,046	1,013	1,054	1,052	1,014	1,014	1,014
Stockpunkt °C	-2	-28	5	4	-22	-22	-22
Flammpunkt	180	122	174	167	124	124	124
Brannpunkt	225	144	228	221	155	155	155
Kokstest %	1,0	0,59	1,6	1,5	0,92	0,92	0,92
s-Asphalt	1,4	0,8	1,4	1,4	0,8	0,8	0,8
Asche i.G.	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
Viscosität 20° °E		12,38	275,0	190,0	12,54	12,54	12,54
30°	11,29	2,33	10,07	45,0	2,38	2,38	2,38
50°				8,26			
80°	2,52		2,30				

Tabelle 8.

Elementaranalysen.

Bilanz Nr.	Benzin -135°		Benzin 135-200°		Mittelöl		Schweröl		Mittelöl+Schweröl 40 : 60	
	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	10,37	9,45	9,23	8,48	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.	2	Kohle <sup>2)</sup>		Anreibeöl		Schwefelrückstand	
		4	2	4	2	4	
C %	80,14	79,94	88,54	89,30	65,33	64,80	
H %	5,01	5,02	7,68	7,37	1,92	1,55	
O %	12,75	13,30	2,73	2,39	1,1	1,1	
N %	1,70	1,42	0,85	0,81	0,22	0,57	
H 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	4,13	
Cl	0,044	0,028	0,03	0,063	0,97	0,80	
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
<b>Ein:</b>						
Reinkohle	3262	204	514	40	15,4	1,8
Teer	916	68	56	10	3,2	4,7
Kontakt 6531					13,0	
" 6709					13,6	
Eingangsgas	31	345	15			
<b>Eingang</b>	<b>4209</b>	<b>617</b>	<b>585</b>	<b>50</b>	<b>45,2</b>	<b>6,5</b>
<b>Aus:</b>						
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	88	47	471	21	16,9	8
Gas im Prod.gel.	18	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
<b>Ausgang</b>	<b>4209</b>	<b>617</b>	<b>585</b>	<b>50</b>	<b>45,2</b>	<b>6,5</b>
<b>% Aus/ein der unkorrr. Bilanz</b>	<b>100,8</b>		<b>85,4</b>	<b>106,7</b>	<b>92,8</b>	<b>125,0</b>

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten  
 O " Abwasser  
 N " NH<sub>3</sub> im Abwasser  
 S " Kohle  
 Cl " Schwelrückstand

Tabelle 9b  
Elementarbilanz  
zu Bilanz 4.

	g C	g H	g O	g N	g S
<b>Ein:</b>					
Reinkohle	2876	180	479	42	17,9
Teer	812	59	50	8	2,9
Kontakt 6531					12,9
" 6709					4,5
Gas	24	290	8		
<b>Eingang</b>	<b>3782</b>	<b>529</b>	<b>537</b>	<b>50</b>	<b>38,2</b>
<b>Aus:</b>					
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
Antriebsüberschuss	117	11	3	1	0,2
Abwasser	10	58	403	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	8	1	0	0
Schweirückstand	369	8	0	3	25,5
<b>Ausgang</b>	<b>3712</b>	<b>529</b>	<b>537</b>	<b>50</b>	<b>38,2</b>
<b>Aus/ein der unkor.</b> <b>Bilanz</b>	<b>112</b>		<b>83,5</b>	<b>95,5</b>	<b>104,2</b>

Korrekturen: C-Bilanz: Ofengas, da Stockanalyse unrichtig  
 O " Abwasser  
 N " NH<sub>3</sub> im Abwasser  
 S " Kohle

Tabelle 10

Verteilung des als KW vergastem G.

Bilanz Nr		2	4
als C <sub>1</sub> - KW	%	25,3	14,27
" C <sub>2</sub> - "	"	23,9	23,5
" C <sub>3</sub> - "	"	30,8	34,8
" C <sub>4</sub> - "	"	20,0	27,5
ungesättigt von C <sub>2</sub> - KW	%	2,6	1,4
" " C <sub>3</sub> - "	"	2,4	0,9
" " C <sub>4</sub> - "	"	4,4	2,0
" " C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> "	"	2,1	1,2

Tabelle 11

Isobutangehalt.

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

Tabelle 12.

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

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

Tabelle 13.

Im Abwasser gelöste Stoffe g/kg.

	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	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.

Phenolverlegung.  
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/m <sup>3</sup>
Ofengas	7,39
Produktgas	1)
Abschlaamgas	6,29

1) verunglückt.

Abbau

Zurück an

Zimmer Dir. Dr. Fischer

Schlesien-Benzin  
Ri/S

57

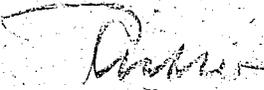
3. Februar 1941

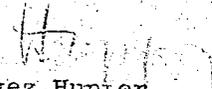
Erläuterung zu der Zahlentafel.

Die in der beiliegenden Zahlentafel angeführten Werte zur Feststellung der Gasbenzinanteile im Sumpfbenzin beim Fahren von ober-schlesischer Kohle auf Schweröl entstammen den bisher vorliegenden Bilanzen aus Versuchen im 10 Ltr. Ofen mit K 1197.

Wie die Zahlentafel zeigt, kann - unter Ausschluß der geklammer-ten Zahlenwerte - (die bei extrem hohen Durchsatz bzw. in der Anfahrperiode erhalten würden) auf ein Mengenverhältnis Gasbenzin zu Gesamtsumpfbenzin von 10 : 100 geschlossen werden.

Beim Fahren auf Schweröl ist damit für die Gasphase ein Benzin-Mittelölverhältnis von 37,5 : 62,5 gegeben.

  
gez. Richter

  
gez. Hupier

721

2892

W641

Schlesien-Benzin  
Ri/S

3. Februar 1941

Anteile des Gasbenzins im Sumpfbenzin  
vom Fahren oberschlesischer Steinkohle (K 1197)  
bei 600 at auf Schweröl.

O f e n 451

Tag	Durchsatz kg/Ltr/h	Ofentemp. m.V.	Benzin 200°C g	davon Gas-Benz. g	davon Gas-Benz. %
5.11.40	0,868	24,3	960	143	14,9
9.11.40	0,858	24,5	1 048	170	16,2
14.11.40	0,862	24,4	972	163	16,8
18.11.40	0,854	24,5	1 055	98	9,3
23.11.40	0,681	24,3	943	100	10,6
1.12.40	0,645	24,5	893	73	8,2
4.12.40	0,643	24,5	754	74	9,8
10.12.40	0,855	24,5	1 257	119	9,5
15.12.40	0,971	24,9	1 601	76	4,7
24.12.40	0,957	25,0	1 100	68	6,2
28.12.40	0,962	25,0	1 321	113	8,6
11. 1.41	0,765	25,0	1 315	101	7,7
19. 1.41	0,767	25,0	1 244	127	10,2

722

Höchst-Druck an  
Vorrichtung Dr. Dr. Plet

55

Grude-Eisenkontakte bei verschiedener Temperatur.

Versuche in Drehautoklaven mit Pech-  
Teerölgemisch bei 600 atm Höchst-Druck.

Zusammenfassung.

In der Tabelle und im anhängenden Kurvenblatt sind Ergebnisse von Grudekontakten, die bei verschiedenen Temperaturen erhalten wurden miteinander verglichen.

Dabei ergibt sich:

Die geringsten Unterschiede zeigen sich bei tiefer Temperatur (23,5 MV = 450°C).

Bei 24,5 MV (468°C) werden die Unterschiede besonders in Spaltung (Neubildung bis 325°C) und Asphaltabbau beträchtlich, sie liegen bei den beiden fluorhaltigen Kontakten günstiger als bei Grudeeisen + NaOH. Trotz erheblich höherer Spaltung ist die Vergasung bei den fluorhaltigen Kontakten noch etwas geringer.

Weitere Steigerung der Temperatur auf 25,5 MV gibt bei Grudeeisensulfat + NaOH eine starke Abnahme im Festeabbau, während bei Grudeeisenfluorid, der Rückgang des Festabbaues wesentlich geringer ist. Spaltung und Asphaltabbau steigen beim Grudeeisen + NaOH-Kat. durch Erhöhung auf 25,5 MV noch stark an. Die fluorhaltigen Kontakte erreichen schon bei 1 MV tieferer Temperatur diese Werte in Spaltung und Asphaltabbau. Die starke Abnahme im Festabbau und die hohe Vergasung beim Grudeeisen NaOH-Kontakt bei 25,5 MV kann eine Folge von Dehydrierung und beginnender Verkokung sein.

Gemeinsam mit Dr. Schiffmann

gez. Grassl

Anlage  
1 Tabelle  
1 Kurvenblatt

723

48832

Tabelle.

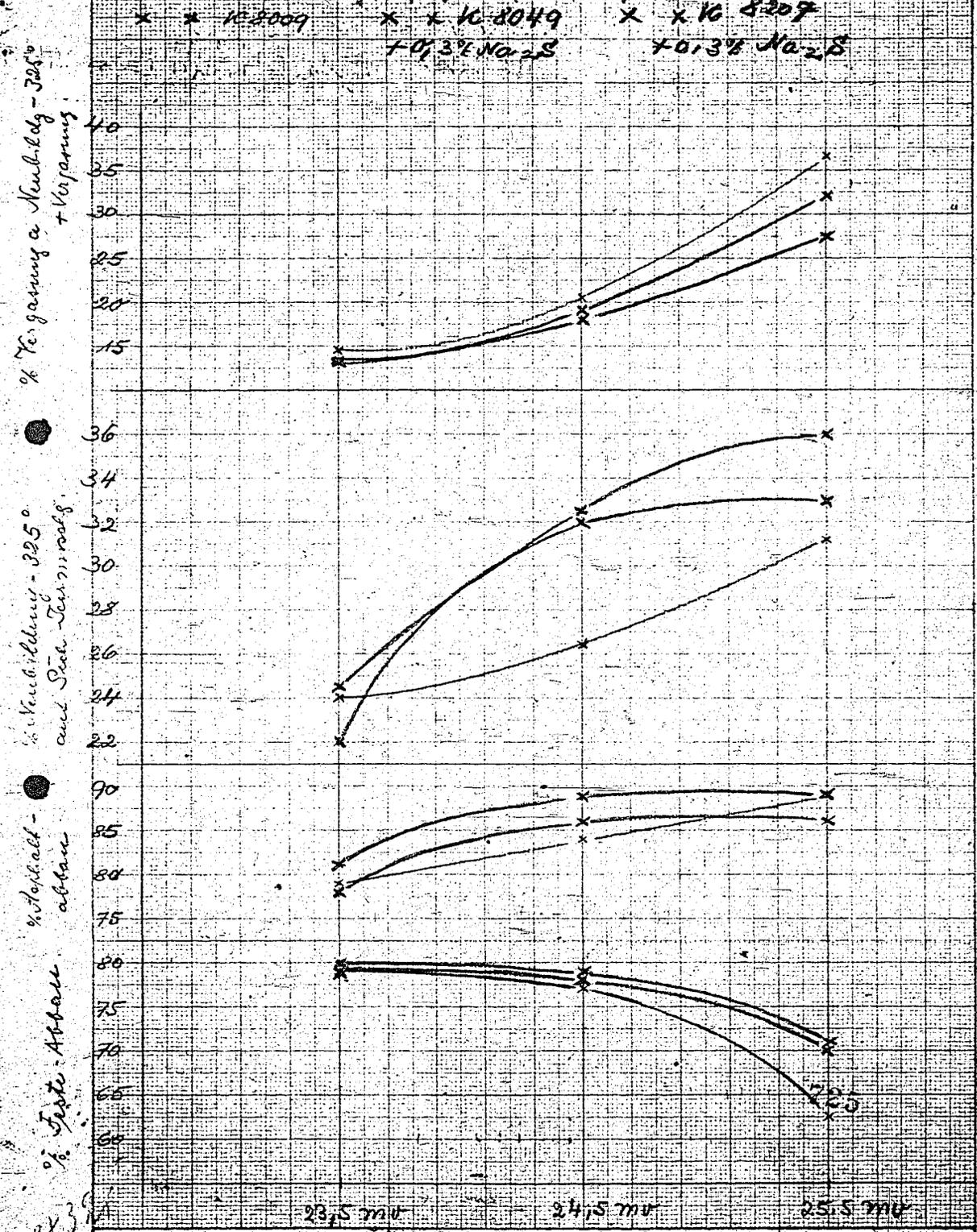
Temperatur-Abhängigkeit bei Grude-Kontakten.

Versuche im Drehautoklaven mit Pech-Teergemisch.

Versuchsbedingungen: Anheizzeit 3 Std.; Reaktionszeit 3 Std., Höchstdruck 600 atm.

Kontakt	K 8009 Grude + 10 % FeSO <sub>4</sub> + equiv. Menge NaOH			K 8049 + 0,3% Na <sub>2</sub> S Grude neutr. + 10% FeCl <sub>3</sub> mit gasf. HF-behandelt.			K 8207 + 0,3% Na <sub>2</sub> S Grude neutr. + 10 % Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NH <sub>4</sub> F		
	23,5 MV 450°C	24,5 MV 468°C	25,5 MV 485°C	23,5 MV 450°C	24,5 MV 468°C	25,5 MV 485°C	450°C	468°C	485°C
Spez. Gew. v. Öl/20	1,060	1,042	1,040	1,068	1,034	1,030	1,048	1,034	1,022
% Asphalt i. Öl	4,2	3,4	2,8	4,3	3,0	3,4	3,8	2,6	2,5
% Feste-Abbau	79	77	62,5	ca 79	78	70	80	78,5	71
% Asphalt-Abbau	79	84	89	78	86	86	81	89	89
% Neubildung b. 325° bez. a. Pechgemisch	24	26,5	31,2	22	32	33	24,5	32,5	36
% Benzin -180° i. d. Neubildung -325°	23	23,7	33	24	28,5	37	24,0	27,5	32,7
% Vergasung a. Neubildg. -325+Verg.	14,5	20,5	36,5	13,5	19,2	32,2	13,6	ca 18	27,5

Temperatur-Abhängigkeit bei Sprüdkontakten.



7. Juni 1941/Pr.

Betr. Verarbeitung C-reicher Steinkohle.

Vgl. Vierteljahresbericht Januar 1938 sowie Zusammen-  
stellung vom 9.2.1939; 14 189i.

Anliegende Tabelle enthält Abbau, Leistung, Vergasung  
und Asphalt in Abhängigkeit vom Kontakt (0-0,75 % Chlor, bei  
0 % Chlor Eisenkontakt, sonst Snox) für Kohle von verschie-  
denem C-Gehalt bei 600 atm und ein Beispiel bei 250 atm Druck.

Wenn man den Asphaltspiegel als Maß für die Verarbeit-  
barkeit einer Kohle nimmt, so ergibt sich nach diesen Versu-  
chen im 1,5 Ltr.-Ofen, dass man mit 0,4 % Chlor (vergleichba-  
re Menge bei 250 atm 0,75 %) bei 600 atm noch eine Kohle mit  
etwa 86,5 % C gut verarbeiten können. Für eine solche  
Kohle ergeben sich folgende Zahlen:

	86,7 % C Kohle 0,4 % Chlor	zum Vergleich: 83 % C Kohle mit Eisen-Kontakt
Abbau	96 %	93 % ?
Heuleistung -325°C	0,28	0,3
Vergasung auf Neu- leistung -325°C	22	21
Asphalt im Schweröl	10	8,7

Ein Versuch im 1,5 Ltr.-Ofen hat mit einer Chlor-  
Menge von 0,4 % (vgl. Versuchs-Zusammenstellung v. 9.2.39;  
4 189i) keine merkliche Korrosion in 14 Tagen gegeben.

gez. Donath  
gez. Oettinger.

Kohle als Kontakt bei der Hydrierung von  
Pech-Teergemisch im Drehautklaven.

Zusammenfassung.

57  
Zusatz von 10 % eisensulfatgetränkter Kohle als Kontakt gab bei Pech-Teergemisch gegenüber Grudeisenkontakt folgende Unterschiede:

Am deutlichsten kommt der Einfluß der Kohle in der höheren Spaltung und Vergasung zum Ausdruck. Die Ölausbeute ist infolge der höheren Vergasung bei Kohlezusatz etwas geringer, die Neubildung an Benzin und Mittelöl höher, der Asphaltabbau ist bei schlesischer Kohle als Kontakt etwas höher, bei extrahierter Riebeckkohle ebensogern wie bei Grudekontakt (vergl. Tab. I). Der Abbau des Gesamtfesten wird bei Kohlezusatz höher, da die Kohle leichter abgebaut wird als das Feste im Pech. Unter der Annahme, daß der Abbau des organischen Festen im Pech durch den Kohlezusatz unverändert bleibt, errechnet sich für die zugesetzte Steinkohle 86,5 %, für die Braunkohle 94 % Reinkohleabbau.

gez. Graßl

Gemeinsam mit  
Dr. Schiffmann

2 Tabellen.

Kohle als Kontakt bei Pech-Teermischung.

Pech - Teermischung vom 26. 3. 41.

Spez. Gewicht : 1,112 / 1000  
 % Festes : 13,6  
 % Asche i. P. : 4,0  
 % s-Asphalt i. Öl: 20,8  
 % - 325° : 9,7

Versuchsbedingungen: Anheizzeit: 3 Std.  
 Reaktionszeit: 3 "  
 Temperatur : 24,5 MV  
 = 467° C  
 Höchstdruck: 600 atm.

Tabelle I:

Kontakt	1,5 % 8009 Grude-Eisen + NaOH	10 % K 1197 (Heinitz) ge- tränkt mit 1,2 % FeSO <sub>4</sub>	10 % K 168 (Riebeck) extra- hiert und ge- tränkt mit 1,0 % FeSO <sub>4</sub>
Spez. Gewicht v. Anfall 181/20	1,042	1,040	1,034
Feste-Abbau:			
Gesamt-Festes	77	82,5	85
Pech- "	77	79	77
Kohle- "	—	86,5	94,3
% Asphalt i. Öl	3,4	4,4	3,4
% Asphalt-Abbau	84	79	83
% Neubildung			
- 325° i. Öl	31,4	38,5	37,8
% - 180° i. Öl	7,5	12,4	9,1
% Vergasung auf Neubildung - 325 + Vergasung	20	24	24,3

Danach würde man aus je 100 kg Pech-Teergemisch bzw. Pech-  
Teergemisch + 10 % Kohle erhalten:

Tabelle II.

Produkt Kontakt	Pech-Teerge- misch 1,5 % 8009	Pech-Teerge- misch + 10% Heinitz- kohle getränkt mit 1,2 g FeSO <sub>4</sub>	Pech-Teerge- misch + 10% extrahier- te Riebeckkohle getränkt mit 1,0% FeSO <sub>4</sub>
kg Gesamtöl	86,0	80,8	82,5
" Wasser	1,1	1,8	2,0
" Gas	6,8	10,0	10,1
" Gasbenzin	1,5	2,1	1,7
" organ. Festes	3,0	3,7	3,2
" Asphalt i. Öl	2,9	3,6	2,8
<u>Ölverteilung:</u>			
kg Benzin + Gasöl -180°	6,4	10,0	7,5
" Mittelöl 180-325°	29,0	28,8	31,4
" Schweröl > 325°	50,6	42,0	43,6

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

58

Kontaktversuche mit Pech-Teergemisch.  
(Versuche im Drehautoklaven).

Zusammenfassung:

In der Tabelle sind Versuchsergebnisse mit Grudeeisenkontakten im Vergleich zu Grudemolybdän bzw. gefällttem Eisensulfid zusammengestellt.

Mit derselben Menge gefällttem Eisensulfid werden die Zahlen von Grudemolybdänkontakt praktisch erreicht. Grudeeisensulfat + NaOH ist im Asphaltabbau wesentlich ungünstiger. Grudeeisentitankontakt mit der doppelten Eisensulfatmenge gibt in Asphaltabbau und Spaltung bessere Werte als Grudeeisen NaOH; die Vergasung<sup>1)</sup> ist jedoch höher. Mit Eisenfluorid auf neutralisierter Grude, das über Eisennitrat + Ammonfluorid hergestellt worden war,<sup>2)</sup> erhält man ebenso günstige Werte wie mit gefällttem Eisensulfid. Zusatz von 0,3% Na<sub>2</sub>S (Neutralisator) bewirkt bei diesem Kontakt Erhöhung des Asphaltes und Rückgang von Spaltung und Vergasung. Derselbe Kontakt über Eisensulfat anstelle Eisennitrat hergestellt ist ungünstiger.

Aufgrund des günstigen Ergebnisses mit gefällttem Eisensulfat wird nun versucht das Eisensulfat auf Grunde aufzufallen.

Gemeinsam mit:  
Dr. Schiffmann  
Dr. v. Föner

gez. Grassl

- 1) Die Temperatur war bei diesem Versuch um 1-2 Zehntel MV höher.
- 2) diese Herstellung über Nitrat hatte sich auch bei Gasphasekontakten bewährt.

Kontakt Versuche mit Pech- Teergemisch im Drehautoklaven.

Versuchsbedingungen: Anheizzeit: 3 Std., Reaktionszeit: 3 Std.

Temperatur: 23,5 MV (450°C)

Einfüllprodukt: Pechteergemisch v. 26.3.41 Spez.Gew.: 1,112/100°

% Festes 13,6  
% ASche i.F.4:0  
% s-Asphalt 20,3  
% -325° 9,7

Kontakt 1,5 %	K 5475 Ch 12 Grudemolybdän	K 1613 gefälltes Eisensulfid	K 8009 Grudeeisen- sulfat+NaOH	K 8198 Grude 14 FeSO <sub>4</sub> 5 TiOSO <sub>4</sub> + 0,3% Na <sub>2</sub> S	K 8207 Grude 90% neutr. +10 -FeF <sub>2</sub> (über Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> +NH <sub>4</sub> F)	K 8207 ato + 0,3 Na <sub>2</sub> S	K 8232 Grude 90% neutr. 10Fe F <sub>2</sub> über Fe SO <sub>4</sub> +NH <sub>4</sub> F
Spez.Gew. v. 01/20	1,042	1,034	1,060	1,034	1,042	1,048	1,046
% s-Asphalt i. 01	2,7	2,5	4,2	3,1	2,6	3,8	3,3
% Pesteabbau	gesch. 80	75	79	80	81	80	69 ?
% Asphaltabbau	87	88	79	85	87,5	81	84
% Neubildung -325 auf Pechteer =	23,5	29,5	24	31,5	28	24,5	25
% Benzin -180 i.d. Neubildung	23,0	23	23	25	23	24	23
% Vergasung -325 a. Neubildung + Vergasung	13,0	17,0	14,5	22,5	18,5	14	17
Spez. Gew. v. Rückstd. 325°/100	1,046	1,052	1,082	1,074	1,072	1,068	1,072

731

9. Juni 1941. Pfi/Pf.

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pjer

Die Abhängigkeit der Primärbitumen-  
Herstellung vom Alter der Kohle:

Über die Eignung verschiedener Ruhrkohlen zur Primärbitumen-Herstellung habe ich bei Ude mehrere Reihen von Versuchen mit verschiedenen Ruhrkohlen angestellt. Nach dem Alter der Kohle gerechnet, wurden, soweit dies aus dem Gedächtnis möglich ist, u.a. folgende Ruhr-Steinkohlen untersucht:

Krupp-Zeche Sälzer	ca. 18 - 20 %	flüchtige Bestandteile
" " Amalie	" 23 - 24 %	" "
Gute Hoffnungs-Hütte	" 24 - 25 %	" "
Lothringen	" 25 - 26 %	" "
Harpen	" 25 - 27 %	" "
Kaiserstuhl	" 27 - 28 %	" "
Harpen Zeche Viktoria	" 32 - 34 %	" "
Mont Genis (Flözkohle)	" 34 - 35 %	" "
Zeche Therese (Flözkohle) (Klöckner)	" 36 - 38 %	" "
Radbod (Flözkohle)	" 38 - 40 %	" "
Zeche Sünner ( " ) (Klöckner-Konzern)	" 42 - 44 %	" "
Eine ausgesuchte Flözkohle vom Klöckner-Konzern	48 %	" "

Der Abbau stieg dabei von der an der Grenze der Verkokung stehende Krupp-Kohle Sälzer = 58 % bis auf die Klöckner-Kohle mit 48 % Flüchtigen auf 95 %; die Primärbitumenausbeute entsprach etwa von 50 auf 88 % an. Nur die Braunkohle kann im Abbau noch höher bis 98 % gebracht werden. Bei den mittleren Gehalten an Flüchtigen etwa zwischen 28 und 38 ist die Primärbitumenausbeute nicht sehr verschieden; sie bewegt sich etwa zwischen 82 % und 85 %; erst unterhalb 28 % Flüchtigen wird der Abfall im Abbau stärker.

Stellt man die Abhängigkeit des Abbaues vom Gehalt an flüchtigen graphisch dar, so bekommt man etwa beifolgendes Bild. Es ist aber zu bemerken, daß nicht immer der C-Gehalt bzw. der damit parallel laufende Gehalt an flüchtigen Bestandteile eindeutigen Aufschluß über den Abbau der Kohle ergibt. Es sind Flöze vorhanden, welche Gaseinschlüsse bzw. leicht abgebbare Gase enthalten, ferner kann bei Kohlemischungen von verschiedenen Flözen, besonders aus dem nördlichen Revier, zwar ein hoher Gehalt an flüchtigen bestehen und trotzdem ein schlechter Aufschluß, wenn die Kohlen aus den verschiedenen Flözen sehr weit auseinander liegen in der Zusammensetzung.

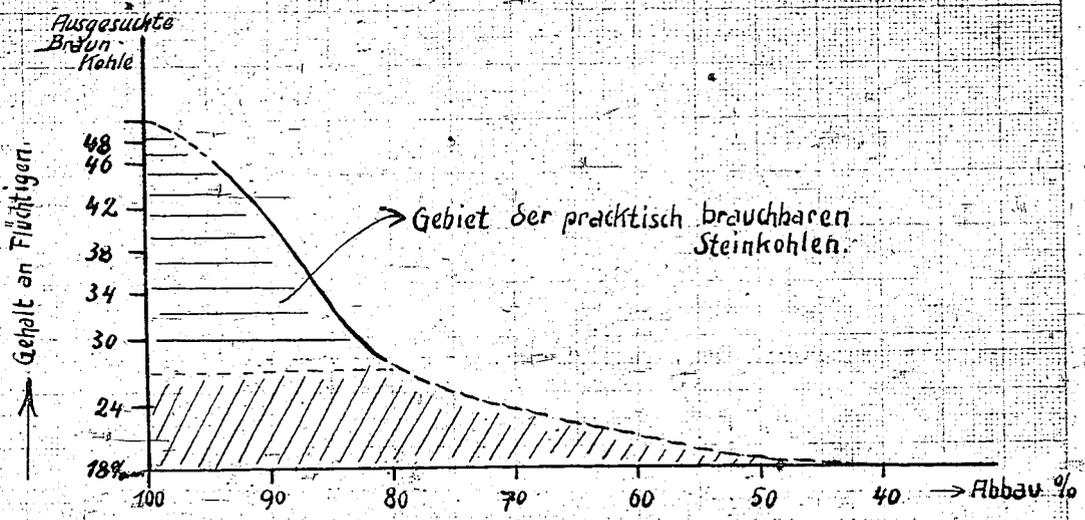
Mit dieser Einschränkung kann weiter gesagt werden:

Bei gleichem Wasserstoffverbrauch sinkt der Schmelzpunkt des Primärbitumens mit steigendem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen der Kohle, d.h. um den gleichen Schmelzpunkt zu erreichen, muß bei einer alten Steinkohle mehr Wasserstoff aufgewendet werden als bei einer jungen Steinkohle; aus ganz alten Kohlen kann Primärbitumen mit einem Schmelzpunkt unter  $150^{\circ}$  nun sehr schwer hergestellt werden. Mit steigendem Alter der Kohle geht der Anfall an flüssigen Hydrierungsprodukten immer mehr zurück, sodaß etwa von 26-27 % flüchtigen Bestandteilen abwärts die Lösungsmittelverluste durch die Ölneubildung nicht mehr gedeckt werden können. Die Herstellungskosten steigen also mit dem Alter der Kohle an.

Über den Einfluß des C-Gehaltes der Kohle auf die Filtrierbarkeit lassen sich eindeutige Angaben nicht machen. Es sind vielleicht geringe Mehrleistungen bei einheitlicher älterer Kohle zu erwarten, die aber in der Regel durch den höheren Gehalt der abzufiltrierenden Feststoffe, die den Hauptwiderstand ausmachen, wieder ausgeglichen werden; im allgemeinen nimmt mit fallendem Gehalt an C auch die Filterleistung zu.

gez. Pfirrmann

Abhängigkeit der Primärbitumen-  
ausbeute vom Alter der Kohle



1878/1

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Besprechungsbericht über die Aufarbeitung von Kohle-  
Rohaufschlüssen bei der Ruhröl G.m.b.H in Welheim.

Tag: 26.3.1941

Teilnehmer: von Welheim Dir. Dr. Winkler (anfangs)  
Dr. Schmitz

von I.G.Lu Dr. Bähr  
Dr. Gieg  
Dr. W. Jäckh.

Die Aufarbeitung des Rohaufschlusses ist bisher mit zwei Kerzenfiltern mit durchschnittlichen Leistungen von 600-700 kg Aufgabegut/m<sup>2</sup> Filterfläche und Stunde bei einer Temperatur von 150°C durchgeführt worden. Die Aschengehalte des aus dem Filtrat isolierten Extraktes (Schmelzpunkt 200°C nach Krämer-Sarnow) betragen >0,1 %. Versuchsweise wurde Extrakt in normalen Koksöfen verkocht, wobei ein fester, glänzender Koks erhalten wurde.

Ein Filteraggregat setzt sich aus 32 Filterkerzen mit insgesamt 22 m<sup>2</sup> Filterfläche zusammen. Die Aufarbeitungsapparatur ist im Vergleich zur Grösse der Hochdruckapparatur stark überdimensioniert, sodass bei den bisherigen ca 8-tägigen Betriebsperioden der Extraktapparatur keine Aufarbeitungsschwierigkeiten auftraten. Ca 650 Filtrationen wurden mit den Kerzenfiltern durchgeführt. Der Filtrationsdruck beträgt ca 3-4 Atü, der Abwurfdruck der ca 20 mm starken Rückstandsschicht 7-8 Atü. Lebensdauer des Filters: 15-20 000 t Aufgabe.

Gas: CO<sub>2</sub> aus der Konvertierung.

Eine Filterkerze ist aus plangeschliffenen Filterringen (Ø 150 mm, 20 mm hoch) aus Quarzschnur 30/40, von der Firma Schuhmacher, Bietigheim geliefert, und dünnen Klingerit-scheiben als Dichtungsmaterial über einem Eisenrohr zusammengebaut. Eine Schraube am oberen Ende des Rohres presst den Ringsatz gegen eine starke Feder am Fusse des Rohres. Die Filterringe werden von Welheim zur Verstärkung mit einer doppelten Drahtarmierung versehen.

Diese Aufarbeitungsweise soll auch zunächst bei der Extrakterstellung (110 t/ato) zur Elektrodenkokszerzeugung eingesetzt werden. Wegen der Diskontinuität des Verfahrens und des Kerzenfilters ist Welhsim bestrebt, dieses Aufbereitungsverfahren durch ein kontinuierliches Filterverfahren zu ersetzen. In Zusammenarbeit mit der Firma Imperial, Meissen sind konstruktive Vorarbeiten für das Saugzellenfilter mit Schnitrenabnahme für den Filterrückstand getroffen. Die Beanspruchung will man aus mehrfachen Lagen einfacher Drahtgewebe aus Phosphorbronze oder Monell entwickeln. Im Steuerskopf sind drei Produktabläufe vorgesehen: Filtratvorlauf, der zum Aufschluss zurückläuft, reines Filtrat und Waschnfiltrat, das zum Anreibeöl geht. Die Versuche mit dem Druckfilter sollen mit der Aufnahme der Extrakterstellung beginnen.

Der Filterrückstand wird in zwei Drehtrommeln von Büttner mit heissem Spülgas entölt.

Hersteller von Metalldrahtgeweben:

- Oskar Eilhauer, Metallgewebefabrik, Neustadt (Orla)
- Kufferath u. Co., - Düren
- Gebr. Kufferath Marienweiler (Düren)
- Pabst u. Kilian Ragun
- Hermann Dresden.

Zum Aufschluss wird eine Kohle mit <sup>0,5 % H<sub>2</sub>O<sup>x</sup></sup> ca 6 % Asche/Tr.K., 86-87 % C und 28-30 % flüchtigen Anteilen auf Reinkohle bezogen, eingesetzt. Als Anreibeöl dient <sup>mit 4-5 % Phenolen</sup> Mittelöl aus der Pechhydrierung, Siedegrenzen 220-320°C. Das Rückführöl wird zu 30 % mit frischem Mittelöl verschnitten, das herausgezogene Öl geht in die Gasphase.

Anreibung: Kohle : Öl = 33 : 66 in der Anfahrperiode, später " : " = 38 : 62.

Welheim-Mittelöl: 8,6-8,9 % H<sub>2</sub>, bzw. 9,6-10,0 Teile H<sub>2</sub> auf 100 C

Scholven-Mittelöl: 9,3-9,4 % H<sub>2</sub>

Nordstern-Mittelöl: 9,7 % H<sub>2</sub>

x) >1 % H<sub>2</sub>O ist für die Filtration nachteilig

736

Das Welheim-Mittelöl ist reich an Tetralin-Homologen. Beim Einsatz von Scholven- oder Nordstern-Mittelöl muss noch  $H_2$  beim Aufschluss zugefahren werden ( $150 \text{ m}^3/\text{t}$  Kohle), beim eigenen Öl ist  $H_2$ -Zusatz von Vorteil.

Aufschlussdruck: 100-150 Atü, bei Neuausführung der Anlage 200-300 atü.

Aufschlusstemperatur:  $410^\circ\text{C}$ .

Eine Wärmereneration mit üblichen Regeneratoren lässt sich nicht durchführen, da auf der Rückwegseite Schwierigkeiten auftreten. Es kommen hierfür nur Mantelrohre in Betracht.

Aufschlussgrad: 82-83% der Reinkohle,  
3% Vergasung,  $40 \text{ m}^3$  Reaktionsgas mit  
20%  $H_2/1 \text{ t}$  Extrakt.

Ausbeute an entsaftem Extrakt: 72-73% auf eingesetzte Kohle.

Schmelzpunkt des Extraktes:  $200^\circ\text{C}$  nach Krämer-Sarnow.

Der  $H_2$ -Gehalt des Primärbitumens liegt 1% über dem der Kohle.

gez. Gieg.

Interner Bericht.

Untersuchungen an der Extraktlösung  
bei der techn. Extraktion in Lützkendorf.

(61)

Das wasserfreie Phenol ist ein selektives Lösungsmittel mit einem sehr hohen Lösevermögen für aromatische und naphthenische KW-stoffe. Wird ein Öl einer Extraktion mit H<sub>2</sub>O-freiem Phenol unterworfen, so können diesem Öl bei Anwendung einer genügenden Menge Phenol alle diese genannten unerwünschten Stoffe entzogen werden, sodass nur die paraffinischen Öle übrig bleiben. Diese Trennung geschieht nun nicht quantitativ, sondern erfolgt so, dass je nach dem Reinheitsgrad des nicht gelösten Anteils (Raffinat) mehr oder weniger von diesem Stoff entsprechend dem bei den Extraktionsbedingungen herrschenden Lösungsgleichgewicht mit den unerwünschten Stoffen in Lösung und damit verloren gehen. Daher gibt auch wasserfreies Phenol wohl beste Raffinate aber in geringer Ausbeute.

Man kann nun aus einem solchen Extrakt diese mitgelösten guten Anteile durch 2 verschiedene Massnahmen zur Abscheidung bringen, diese dann wieder an geeigneter Stelle dem Extraktionsturm zuführen bzw. sie durch die Extraktlösungsschicht im Turm hochsteigen lassen. Diese beiden Massnahmen sind:

- 1) Temperaturerniedrigung in der Extraktlösung,
- 2) H<sub>2</sub>O-Zugabe zur Extraktlösung.

Beide wirken in der gleichen Richtung. Massnahme 1 bedeutet eine Verschiebung des Lösungsgleichgewichtes und damit Abscheidung derjenigen Ölkomponente, die bei niedrigerer Temperatur weniger löslich ist, d.h. Abscheidung des paraffinischen Anteils in der Extraktlösung. Massnahme 2 verändert die Löslichkeit des Phenols in der Richtung, dass diese abnimmt, wodurch sich ebenfalls der paraffinische Anteil aus der ursprünglichen Lösung abscheidet. Diese Abscheidung des paraff. Anteils muss bei seiner Rückführung die Ausbeute an Raffinat erhöhen ohne wesentliche Qualitätsverschlechterung und das spez. Gewicht des Extrakts schwerer machen, da dieser ja die leichteren paraffinischen Anteil nicht mehr enthält.

Beide Massnahmen wurden nun in Lützkendorf in der techn. Anlage angewendet, um die Ausbeute bei einer gegebenen Qualität

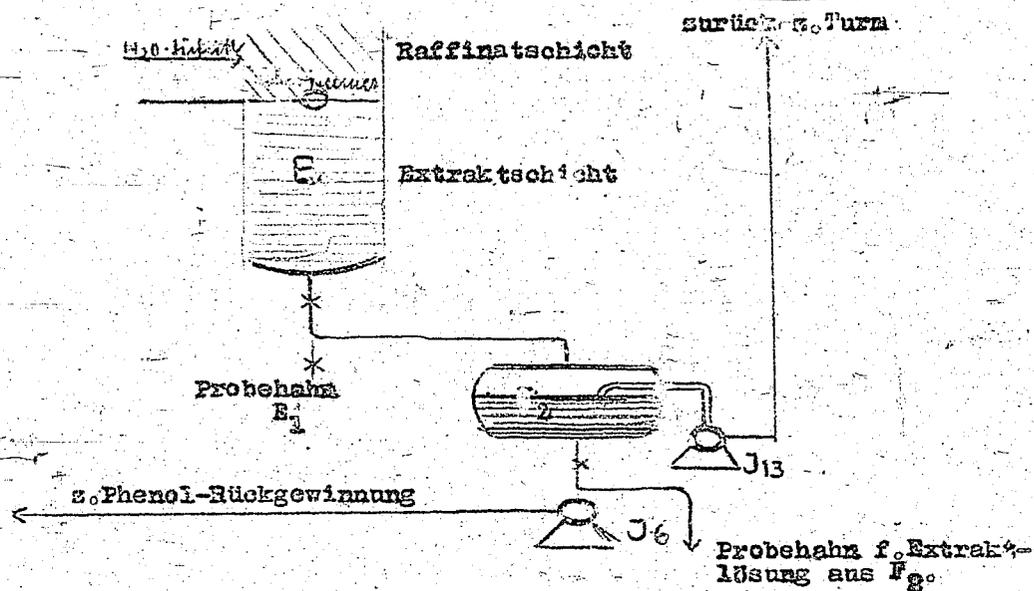
auf das Maximum zu bringen. Die Kontrolle hierfür ist die Messung der Dichte des Extrakts. Ist dieser Extrakt genügend schwer, so ist man sicher, auch die Maximalausbeute erreicht zu haben. Diese Versuche verliefen aber bis jetzt nicht einwandfrei, da es nie gelang, auf ein spez. Gewicht im Extrakt zu kommen, wie sie die Lu-Versuchsanlage unter den gleichen Bedingungen ergab. D.h. in Lützkendorf wurden noch nie Höchstausbeuten erreicht.

Während der letzten Fahrperiode wurden nun über die Ludwigshafener Massnahmen hinaus beide Massnahmen gleichzeitig angewendet und zwar wurde eine Temperaturgradient von  $5^{\circ}\text{C}$  ( $50 \rightarrow 45$ ) und gleichzeitig Zugabe von 5 %  $\text{H}_2\text{O}$  zur Extraktlösung angewendet. Das Ergebnis war am 19.12.41, 20h, die Zerlegung eines Neutralöls von der Dichte 0,900 bei  $5^{\circ}$  und Raffinat von der Dichte 0,870 und Extrakt von der Dichte 0,965, was einer errechneten Ausbeute von 68,5 % Vol. entspricht.

Entsprechend den Kleinversuchen sollte aber das Extrakt eine Dichte von 0,985 b.  $50^{\circ}$  aufweisen bei gleichem spez. Gewicht im Raffinat. Die Ausbeute wäre in diesem Fall 73,5 % Vol. und bedeutete dann die erwünschte Maximalausbeute. Es erhebt sich nun die Frage nach der Ursache der schlechten Ausbeute im Grossen gegenüber dem Kleinversuch. Als Ursache kann in Frage kommen:

- 1) noch nicht völlige Abscheidung der paraff. Komponente aus der Extraktlösung beim Austritt dieser aus dem Extraktionsturm,
- 2) nicht genügende Verschiebung des Lösungsgleichgewichts bzw. Verringerung der Lösekraft des Phenols durch  $\text{H}_2\text{O}$ -Zugaben.

Um dies festzustellen, wurden einige Versuche durchgeführt:



Die Zeichnung gibt schematisch den unteren Teil d. Extraktions-turm  $E_2$  wieder mit seinem Ablauf der Extraktlösung nach dem Extrakt-lösungssammler  $F_2$ .

Zurächst wurden Proben gezogen an Probehahn  $E_1$  und Pumpe  $J_3$  und beide Proben 1/2, 1 und 2 Stunden bei  $50^\circ$  stehen gelassen. Hierbei schieden sich noch die in den folgenden Tabellen gegebenen Mengen paraffinisches Öl ab.

Zu gleichen Proben wurden 1 bzw. 2 %  $H_2O$  zugegeben und diese Mischungen dann auch bei  $50^\circ$  stehen gelassen. Hierbei schieden sich ebenfalls Öle ab, deren Mengen in der folgenden Tabelle gegeben sind.

Lab.No. 34630a. Probenahme am 19.12.1941, 20<sup>h</sup>.

Vers.Nr.	E <sub>1</sub>	E <sub>6</sub>
1	stehen lassen bei +50°C Es schieden sich ab: nach 1/2 Stunde: 1 Vol.-% Öl " 1 " 1 " " " 2 " 1 " " d 50 d.Extrakt nach Abscheidung des Öls 0,980	stehen lassen bei +50°C Es schieden sich ab: nach 1/2 Stunde: 0,5 Vol.-% paraff.Öl " 1 " 0,5 " " " 2 " 0,5 " " d 50 Extrakt ohne paraff.Öl 0,982
2	Zugabe von 1 % Vol. H <sub>2</sub> O nach 1/2 Stunde: 2 % Vol. paraff.Öl " 1 " 2 " " " 2 " 2 " " d 50 d.Extrakt ohne Öl 0,989	Zugabe von 1 % Vol. H <sub>2</sub> O nach 1/2 Stunde: 2 Vol.-% paraff.Öl " 1 " 2 " " " 2 " 2 " " d 50 Extrakt ohne Öl 0,984
3	Zugabe von 2 % H <sub>2</sub> O ? nach 1/2 Stunde: über 2 % Vol. " 1 " 2 " " " 2 " 2 " " d 50 d.Extrakt ohne Öl 0,986	Zugabe von 2 % Wasser nach 1/2 Stunde: 3,5 % Vol. " 1 " 3,5 " " " 2 " 3,5 " " d 50 d.Extrakt ohne Öl 0,995.

Hieraus muss folgendes geschlossen werden:

- 1) Sowohl in E<sub>1</sub> als in E<sub>2</sub> ist der Prozess der völligen Trennung zwischen Extraktlösung + abgeschiedenes paraffinöses Öl noch nicht beendet, da offenbar zu kurze Verweilzeit herrscht. Wäre sie zu Ende, so müsste die Dichte des Extraktes 0,980 bis 0,982 sein. (Versuch 1). In Wahrheit war sie 0,965 und darunter.
- 2) Der Temperaturgradient von 5°C und 5 % H<sub>2</sub>O z. Extraktlösung genügen nicht, um eine Dichte von etwa 0,990 b.50 hervorzubringen.

Wie aus Vers. 2 und 3 ersichtlich benötigt man hierfür nur etwa weitere 2 % H<sub>2</sub>O, wobei aber die mangelhafte Abscheidung in noch erhöhtem Masse aufzutreten scheint.

Sollte sich dieser Befund bei der nächsten Fahrperiode erneut bestätigen, so wäre zu überlegen, wie hier Abhilfe geschaffen werden kann. Denn es geht nicht an, dass wertvolles Material in so grossen Mengen im Extrakt verloren geht (ca. 5 cbm/Tag).

741  
 sez. Eisenhut.

Hochdruckversuche  
Ln-553.

4. Januar 1942. B1/Ls.

Interner Bericht.Phenol-Extraktionsanlage Lützkendorf.

## Fahrperiode I.

Die Phenolextraktionsanlage Lützkendorf konnte erstmalig am 15.8.1940 mit nicht entparaffiniertem Neutralöl in Betrieb genommen werden. Am 15.8.40 war die Anlage im Gleichgewicht und die anfallenden Produkte soweit einwandfrei, dass ab 16.8.40 eine normale Produktion einsetzte. Der Durchsatz war von Beginn an auf Volllast (5,3 cbm/h Frischöl) eingestellt. Die Phenolmenge betrug 120 g d.h. 6 cbm/h. In Anlehnung an die Versuche in Ludwigshafen wurde dem Phenol 5 % H<sub>2</sub>O und ausserdem 3 - 5 % H<sub>2</sub>O in den Extraktlösungsteil des Extraktionsturms zugegeben. Die Eintrittsstelle des H<sub>2</sub>O war unterhalb vom Schwimmer. Da bei dieser Fahrweise eine gewisse Unruhe im Extraktionsturm beobachtet wurde, wurde für den weiteren Verlauf auf die Erzeugung eines Rückflussöls in der Extraktphase in Turn verzichtet und das ganze Wasser (8 - 10 %) dem Phenol direkt zugegeben. Diese Massnahme wirkte sich insofern günstig aus, als die Schwankungen geringer wurden.

Abgesehen von diesen, die Extraktion selbst nicht direkt beeinträchtigenden Schwankungen traten während dieser Fahrperiode noch einige Schwierigkeiten dadurch auf, dass zum Schluss ohne Standmessung in der Trockenkolonne und in einem Phenolbehälter (F<sub>6a</sub>) gefahren werden musste. In der Trockenkolonne hatte sich die Schwimmerkugel aus dem Gestänge gelöst und lag am Boden der Kolonne, in F<sub>6a</sub> war die Kette des Schwimmers gerissen. Trotz der durch die fehlende Standmessung bedingten schwierigen Fahrweise konnte aber die beabsichtigte Menge Neutralöl durchgesetzt werden.

Die Anlage wurde am 28.8.41 ordnungsgemäss abgestellt und dann leergezogen, um die verschiedenen notwendig gewordenen Überholungsarbeiten durchführen zu können.

Das zu behandelnde Öl hatte eine Dichte von 0,892 b. 50°. Die Dichte des Raffinats schwankte zwischen 0,865 bis 0,875, die

des Extrakts zwischen 0,940 und 0,960. Unter Zugrundelegung einer mittleren Dichte von 0,870 im Raffinat und 0,955 im Extrakt, berechnet sich die Ausbeute zu etwa 74 % Vol. Die tatsächliche Ausbeute kann nicht gegeben werden, da einwandfreie Unterlagen aus der Vorlage zur Messung fehlen. Das gewonnene Raffinat wurde in zwei Tanks je 500 cbm gelagert und diente später als Ausgangsmaterial für die Propanentparaffinierung.

Während dieser Fahrperiode traten grössere Phenolverluste ein die aber ausschliesslich auf grobe Undichtigkeiten an Pumpenstopfbüchsen und in Leitungen infolge mangelhafter Flanschdichtungen zurückzuführen sind. Diese können und sind auch inzwischen weitgehend behoben.

Die messbaren Phenolverluste waren dagegen ausserordentlich gering. Das Raffinat enthielt im Durchschnitt 0,003 % Phenol, der Extrakt etwa 0,02 %, der kondensierte Stripddampf etwa 0,01 %.

Auf den Tag umgerechnet, bedeutet dies einen Phenolverlust von

2,3 kg	im Raffinat	
0,6 "	"	Extrakt
0,4 "	"	Kondensatwasser d. Stripddampfes
<hr/>		
3,3 kg / Tag	= 0,0024 %	bei 140 cbm Phenolanlauf/Tag.

Die analytischen Unterlagen sind in Tabelle 1, 2 und 3 zusammengestellt.

Insgesamt wurden während der Fahrperiode I etwa 1300 cbm Frischöl durchgesetzt und etwa 900 cbm Raffinat erhalten (vgl. Tabelle 20 auf S. 12).

743

Zusammenstellung.

	17.11. 1940	18.11. 1940	19.11. 1940	20.11. 1940	21.11. 1940	22.11. 1940	23.11. 1940	24.11. 1940	25.11. 1940	26.11. 1940	27.11. 1940	28.11. 1940	29.11. 1940	30.11. 1940
Extraktionstemp.		50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
% Phenol + 5% H <sub>2</sub> O		120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
% H <sub>2</sub> O z. Extrakt		3	3											
Frischöl/Tag cbm		134	127	127	129	124	127	128	128	127	130	134		
Raffinat/Tag "		94	101	97	99	100	100	101	93	100	101	95		
% Ausbeute		78	79	76,5	77	80	79	79,5	73	79	79,5	71,5		
d 50 Raffinat	0,865	0,861	0,865	0,870	0,870	0,870	0,873	0,875	0,870	0,867	0,870	0,869	0,870	
d 50 Extrakt		0,960	0,960	0,955	0,953	0,953	0,965	0,960	0,955	0,955	0,945	0,950	0,950	
berechnete Ausb.		66	68,5	71	70	70	76,5	76,5	76,5	57	66,5	57,5	58	
	Kreis-													
	lauf													
							Produktion							

♦ Standschwankungen.

### Fahrperiode II.

Die zweite Fahrperiode nach erfolgter Reparatur und Überholung der Apparatur war gekennzeichnet durch anfangs aufgetretene Schwierigkeiten hinsichtlich der Dichtigkeit der Rohrleitungen an Flanschverbindungen. In phenolführenden Druckleitungen waren von erstem Einbau her z. Teil noch Gummi oder andere unbrauchbare Dichtungen, die bei der Hitzebeanspruchung im Laufe der Zeit brüchig geworden waren. In der Zeit von Anfangs November bis Mitte November 1940 waren hierdurch häufige Unterbrechungen aufgetreten, die auch mehr oder weniger grosse Phenolverluste ergaben. Auch andere Schwierigkeiten, wie zeitweises Ausbleiben von Gas und Absinken des Wasserdruckes auf unter 1,8 atü gaben Anlass zu Störungen und besonders im letzteren Fall auch zu grösseren Phenolverlusten.

Ab 17.11.1940 konnte aber dann das vorhandene Neutralöl in einer ununterbrochenen Periode bis zum 29.11.1940 verarbeitet werden. Die Bedingungen waren die gleichen wie bei Fahrperiode I. Während dieser Zeit wurden, wie obige Tabelle zeigt, durchgesetzt:

Frischöl 1415 cbm = 128 cbm/Tag = 5,3 cbm/h = 100 % d. Solldurchsatzes,

Der Raffinatanteil war 1081 cbm = 76 % Vol.

Das spez. Gewicht des Frischöls war 0,895 b. 50°, die Dichte des Raffinats im Durchschnitt 0,870 b. 50° und die des Extrakts 0,96 b. 50°, sofern keine Störungen durch Standschwankungen im Extraktionsturm auftraten. Die hieraus errechnete Ausbeute beträgt 72 % Vol. Die nachweisbaren Phenolverluste lagen im Raffinat bei 0,003 %, im Extrakt bei 0,008 %, waren also sehr gering. Dagegen arbeitete die Absorptionskolonne während dieser Periode nicht ganz einwandfrei, weshalb mit dem kondensierten Strippdampf im Durchschnitt etwa 1 % Phenol verloren gingen. Dies bedeutet einen täglichen Verlust von

2,7 kg Phenol im Raffinat

2,8 kg " " Extrakt,

24,0 kg " " Strippwasser

29,5 kg Phenol / Tag = 0,022 % der täglich um-

laufenden Menge.

Die tatsächlichen Verluste waren indessen aus oben angeführten Gründen erheblich grösser.

Zum Schluss dieser Fahrperiode war auffallenderweise die

Dichte des Extraktes geringer geworden, als während der übrigen Zeit, obwohl die Extraktionsbedingungen nicht geändert worden waren. Bevor der Anlass zu dieser Erscheinung geklärt werden konnte, war der Vorrat an Neutralöl aufgearbeitet. Die Anlage wurde wiederum leer gefahren und nochmals völlig überholt. Mit Rücksicht auf das jetzt zur Verarbeitung kommende Zylinderöl wurden einige stärkere Motore von Wintershall gesetzt.

Fahrperiode III und IV

Durch die Schwierigkeiten bei der Propanentparaffinierung von entasphaltiertem und entharztem Vakuumrückstand verzögerte sich das Wiederanfahren der Phenolanlage bis etwa Juli 1941. Die Anlage lief von diesem Zeitpunkt an lediglich im Kreislauf bei niedrigen Temperaturen im Ofen ohne Produktion. Im September 1941 wurde die Anlage kurzfristig auf nicht entparaffinierten, entasph. und entharzten Vakuumrückstand eingestellt (Fahrperiode III). Es sollten lediglich ca. 100 cbm Phenolraffinat erzeugt werden, um dieses nachträglich zu entparaffinieren. Hierbei sollte festgestellt werden, ob phenolraffiniertes Zylinderöl sich leichter entparaffinieren lässt als nicht phenolraffiniertes. Die Bedingungen bei der Extraktion von entasphaltiertem Vakuumrückstand waren folgende: 100 % Öl, 200 % wässriges Phenol (95 + 5). Die Anlage lief während dieser dritten Bearbeitungsperiode unruhig. Es traten wieder einige Unterbrechungen auf durch Undichtwerden von Dichtungen an Flanschen, was auch die Ursache eines grösseren Brandes war. Bevor die Anlage einigermaßen ins Gleichgewicht kam, wurde wieder abgestellt und die Anlage im Kreislauf gefahren. Die aus dieser Fahrperiode stammenden Produkte waren nicht einwandfrei. Das Raffinat war sehr dunkel gefärbt, der Extrakt wiederum zu leicht. Bilanziert wurde dieser Versuch nicht.

Ende November wurde die Anlage erneut mit dem gleichen Ausgangsmaterial in Betrieb genommen. Es war die Aufgabe gestellt worden in dieser vierten Fahrperiode 450 to Phenolraffinat mit einer Polhöhe von 21 zu erzeugen. Die hierfür gewählten Extraktionsbedingungen waren Extraktion mit 200 % wasserfreiem Phenol bei 75°C im Extraktionsturm und gegen Ende des Versuchs Erzeugung eines Rückflusses durch Temperaturerniedrigung der Extraktlösung auf 50°C. Der Durchsatz an Frischöl betrug in den ersten Tagen 87- 100 % der Sollleistung, später wegen Produktmangel etwa 70 %. Die Massnahme der Anwendung von wasserfreiem Phenol führte zu dem Erfolg, dass das Raffinat von sehr schön heller Farbe war. Die erreichte Polhöhe war bei Innehaltung obiger Bedingungen viel zu günstig. Sie lag bei 1,7 - 1,35. Dementsprechend war aber die Ausbeute gering, sie lag bei

55 %. Bevor die richtigen Extraktionsmassnahmen festgelegt werden konnten zur Erreichung einer Polhöhe von 2,1 bei normaler Ausbeute, musste der Versuch abgebrochen werden, da die Menge von 450 kg Phenolraffinat erreicht war. Folgende Tabelle gibt den Verlauf des Versuches wieder:

	29.11. 41	30.11. 41	1.12. 41	2.12. 41	3.12. 41	4.12. 41	5.12. 41	6.12. 41	7.12. 41	8.12. 41	9.12. 41
Extraktions- temperatur	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Temp.Gradient	-	-	-	-	-	-	-	-	20°	20°	20°
Frühöl/Tagcm	105	116	112	108	120,4	116	129	98	91	89	65
% Phenol H <sub>2</sub> O frei	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
Raffinatanz/Tg.	86	64	63	64,5	60	58,5	65,4	44,5	50,3	60	29
% Ausbeute	82	55	56	60	59,2	50,4	50,2	45,2	55,5	67,7	44
d 50 Raffinat	0,890	0,882	0,878	0,874	0,877	0,876	0,877	0,875	0,877	0,885	0,880
d 50 Extrakt	0,960	0,936	0,928	0,933	0,932	0,932	0,931	0,931	0,944	0,948	0,944
berechnete Ausbeute	86	64	54	52,6	54,6	55,6	55,7	51,8	58	68,5	61
Polhöhe	-	1,8		1,7			1,8			2,0	
Kreis- lauf	Produktion										

Das Ausgangsöl hatte eine Dichte von 0,905 bei 50°C, das Raffinat im Durchschnitt eine solche von 0,876. Der Extrakt zu Beginn 0,932, bei Erzeugung eines Rückflusses durch Temperaturerniedrigung der Extraktlösung 0,945. Das niedrige spez. Gewicht des Extrakts deutet darauf hin, dass wasserfreies Phenol und die Anwendung eines Temperaturgradienten von 75 auf 50° nicht zu Höchstaubeuten führt. Ein grösserer Gradient ist nicht anwendbar wegen des hohen Schmelzpunkts von Phenol (42°C). Es ist daher beabsichtigt, in künftigen Versuchen nur noch wasserfreies Phenol zur Erzeugung guter Farbe und Zugabe von H<sub>2</sub>O zum Extrakt zur Erzielung maximaler Ausbeuten anzuwenden.

Die nachweisbaren Verluste während dieser Periode waren wiederum sehr gering, wie aus den Tabellen 11, 12, und 15 hervorgeht.

Die Analysendaten des Raffinats waren folgende:

d 50 : 0,876	V 50 : 21,1	
Flammpunkt : 276 o.T.	V 90 : 4,08	Werte von Wintershall
Stockpunkt : -1,22	V 8 : -	
Neutralisationszahl : 0,07	Polhöhe : 1,85	

Nach Propanentparaffinierung im Kippfilter (Werte Lu)

d 50 : 0,887	V 58 : 56,5
Flammpunkt : 286	V 94 : 3,58 o.T.
Stockpunkt : -1,12	V 8 : 90

Technische Schwierigkeiten bei der Extraktion von Zylinderöl waren in dieser Periode wie auch in der vorhergehenden, bei der zeitweise die Seildurchsatzleistung unter Anwendung von 300 % Phenol innegehalten wurde, nicht aufgetreten, abgesehen davon, dass wie in den früheren Perioden Standschwankungen im Extraktionsturm auftraten. Zu Beginn der letzten Periode zeigte ausserdem der Kühler C - OS Kurzschlusserscheinung die aber leicht beheben werden konnte.

Fahrperiode V.

In dieser Periode sollte das inzwischen angefallene entparaffinierte Maschinenöldestillat mit Phenol raffiniert werden. Forderung war die Erzeugung eines Raffinats mit einer Polhöhe von 2,3.

Die Fahrbedingungen waren 100 % Öl, 120 % Phenol H<sub>2</sub>O-frei 5 % H<sub>2</sub>O zum Extrakt, zu Beginn, später 100 % Phenol H<sub>2</sub>O-frei + 8% H<sub>2</sub>O Temperatur 50° im Turm. An Frischöl lagen vor ca. 400 cbm. Laut Vorlagenvermessung wurden durchgesetzt: 406,8 cbm entparaffiniertes Neutralöl d 50 : 0,902,

laut Vorlagenvermessung fielen an Raffinat an: 288,3 cbm = 71,2 % Vol.

Die berechnete Ausbeute beträgt bei Annahme einer mittleren Dichte von 0,879 im Raffinat und 0,961 im Extrakt 72 % Vol.

749

	18.12.	19.12.	20.12.	21.12.	22.12.
Extraktionstemp.	50	50	50	50	50
% Phenol H <sub>2</sub> O-frei	120	100	100	100	100
% H <sub>2</sub> O z. Extraktlösg.	5	5	5	5	5
Frischöl/Tag	65,5	128	129,3	69	17
Raffinat/Tag	30,3	103,3	79,8	56,6	18
% Ausbeute	47,2	80,9	61,7	82,2	100
d. 50 Raffinat	0,870	0,873	0,879	0,875	0,879
d. 50 Extrakt	0,945	0,954	0,963	0,955	0,972
berechnete Ausbeute	59	66,3	74	70	75
Polhöhe	1,86	2,1	2,2	2,1	2,23

Die Extraktion als solche beobachtet verlief wiederum einwandfrei. Der Durchsatz betrug 100 % der Sollleistung. Unangenehm waren wiederum die Standschwankungen im Extraktionsturm und zeitweises Anfallen von Extrakt mit zu niedriger Dichte. Diese Schwankungen beruhen vermutlich darauf, dass zwischen Extrakt und Raffinatlösung keine scharf ausgeprägte Trennlinie besteht, sondern dass eine mehr oder weniger hohe Zwischenschicht, die neben der Extraktlösung Öl enthält, vorhanden ist. Der die Trennschicht nach aussen markierende Schwimmer, der gleichzeitig je nach seinem Stand ein Regelventil öffnet oder schliesst, ist so bemessen, dass er auf einer Lösung von der Dichte 1 000 schwimmt und in einer Lösung von 0,950 unter-sinkt. Gerät nun dieser Schwimmer aus irgend einem Grunde in die Zwischenschicht, die z.B. 0,960 hat und also viel Öl enthält, besteht die Gefahr, dass er in einer Stellung stehen bleibt, dass so das Regelventil dauernd öffnet oder dauernd schliesst mit dem Resultat, dass der Raffinatanteil kleiner oder grösser wird. Es kann unter Umständen auch vorkommen, dass statt Extraktlösung Zwischenschicht aus dem Turm abfließt. Nur so lassen sich die ab und zu auftretenden zu niedrigen spez. Gewichte des Extrakts erklären. Diese von den Amerikanern vorgesehene Art der Standsmessung muss daher unbedingt verbessert werden. Vielleicht führt eine elektrische Standsmessung

zum Ziel, die auf der verschiedenen elektrischen Leitfähigkeit der reinen Extraktlösung und der Zwischenschicht beruht.

Energieverbrauch.

	Fahrperiode 1	Fahrperiode 2	Fahrperiode 4
Hochdruckdampf	3 to/Tag <sup>+</sup>	6 to/Tag <sup>+</sup>	45 to/Tag = 1,9 to/h
Niederdruckdampf	wird nicht gemessen		
Wasser	2200 m <sup>3</sup> /Tg = 90 m <sup>3</sup> /h	?	2700 m <sup>3</sup> /Tag = 112 m <sup>3</sup> /h
elektr. Energie	wird nicht gemessen, vermutlich 60-68 KW/h (80 % der Motorleistung d. Pumpen).		

<sup>+</sup> Der Hochdruckdampf konnte zu jener Zeit nicht richtig für die Phenolanlage gemessen werden.

Korrosion.

Korrosion konnte bis jetzt weder an Rohren, Schiebern oder Kühlern entleckt werden.

## Zusammenfassung

In fünf Zeitperioden wurden im Test-Phasel-Schwimmer die folgenden Ergebnisse in den verschiedenen Phasen und in den Produkten durchgemessen (siehe Tabelle 20).

Effizienz  
Erfolgreich wurde die Nachweise erbracht, dass der Voll-Durchlauf durch den Schwimmer für die beiden im Frage kommenden Produkte Benzolöl und Ethylbenzol möglich ist.

Anforderungen  
Die Frage der Anhebung der Raffinerie wird nicht näher untersucht beantwortet werden. Da die Produkte, die schon die Umwälzung für die Anlage geschaffen wurden, noch nicht oder nur in unzureichender Menge durchgesetzt werden könnten. Es ist aber mit Sicherheit auszumachen, dass diese Werte erreicht werden können.

Phasolverluste  
Die Phasel-Verluste sind, soweit sie angegeben nachweisbar sind, ausserordentlich klein. Sie betragen etwa 0,003 % der unlaufenden Phasolmenge. Soweit grössere Verluste auftreten, sind sie auf Leckagen an Pumpenstopfbüchsen, undichte Schieber, schlechte Flanschdichtungen usw. zurückzuführen. Durch Verbesserung der Stopfbüchsenpackung und Wahl richtiger Flanschdichtungen wurden diese Verluste weitgehend vermindert.

Schwierigkeiten  
Ausser durch Undichtwerden von Dichtungsmaterialien, Brechen von Schwimmer-Kugeln und Kette, Undichtwerden von Kählern und Schiebern, die aber nicht auf Korrosion zurückzuführen sind und die leicht behoben werden konnten, traten gewisse Schwierigkeiten in der Standmessung im Extraktionsturm  $E_1$  auf. Durch Verbesserung der Standmessung lassen sich diese Schwierigkeiten beheben.

Tabelle 20.

Verarbeitungszeit	Behandeltes Material	Durchsatz Öl	Durchsatz Phenol	% d. Soll-durchsatzes	Frischöl insgesamt m <sup>3</sup>	Raffinat insgesamt m <sup>3</sup>	% Ausbeute heute	Folgebem.
I 15-28.8.1940	paraffinhaltiges Neutralöl	5,3 m <sup>3</sup> /h	6 m <sup>3</sup> /h	100	ca. 1300 +	ca. 900 +	ca. 70	
II 17.11.-29.11.40	"	5,3 m <sup>3</sup> /h	6 m <sup>3</sup> /h	100	1415	1080	76	
III Sept. 1941	Zahlenunterlagen sind nicht vorhanden							
IV 29.11.-9.12.41	Vak. Rü. ent-saph. paraffhaltig	3,8 m <sup>3</sup> /h 5,3 "	7,5 m <sup>3</sup> /h 10,6 "	70-100	1045	560	54	85
V 18.12.-22.12.41	entparaff. Neutralöl	5,3 m <sup>3</sup> /h	5,3 m <sup>3</sup> /h	100	405	288	70,8	2,1 <sup>+</sup> siehe I

+ Zahlen sind geschätzt, da keine Unterlagen mehr vorhanden.

759

C  
25

Tabelle 1.

Fahrperiode I vom 14. bis 29. August 1940.

Maschinenöldestillat paraffinhaltig d 50: 0,892 bis 0,895.

Phenolgehalt im Raffinat.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	26 <sup>00</sup>	28 <sup>00</sup>
14.8.1940												
15.8. "												
16. " "	0,003					0,007						
17. " "	0,004								0,008			
18. " "	0,016					0,03						
19. " "	0,013				0,014		0,007			0,0003		
20. " "	0,008			0,03				0,002			0,003	
21. " "	0,064					0,005				0,001		
22. " "	0,014							0,004			0,001	
23. " "	0,027				0,002						0,003	
24. " "	0,002											
25. " "	0,007			0,002			0,001			0,002		
26. " "	0,004					0,004	0,004					0,002
27. " "	0,001			0,003		Sp.						
28. " "												
29. " "												

154

Tabelle 2.

Fahrperiode 1 vom 14. bis 29. August 1940.

Maschinenölestillat paraffinhaltig d 50: 0,892 bis 0,890.

spez. Gewicht bei 5° des Extrakts.

Phenolge-  
halt im  
Extrakt  
600

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>	6 <sup>00</sup>
14.8.1940	-	-	-	-	-	0,963	-	-	-	-	-	-	-
15.8. "	0,950	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
16. " "	-	-	-	-	-	-	0,945	-	-	-	-	-	0,004
17. " "	0,936	-	0,927	0,925	0,925	0,918	0,922	0,939	0,946	0,947	-	-	0,009
18. " "	0,936	0,936	0,943	0,923	0,924	0,930	-	0,921	0,937	0,945	0,947	0,946	0,018
19. " "	0,950	0,943	0,942	0,923	0,921	0,920	0,914	0,912	0,920	0,928	0,946	0,943	0,026
20. " "	0,949	0,948	0,946	0,949	0,943	0,932	0,930	0,937	0,930	0,941	0,943	0,940	0,040
21. " "	0,945	0,943	0,945	0,953	0,947	0,948	0,963	0,961	0,962	0,961	0,960	0,962	0,018
22. " "	0,958	0,960	0,963	0,965	0,964	0,965	0,955	0,964	0,964	0,963	0,958	-	0,016
23. " "	0,956	0,954	-	-	0,965	0,961	0,961	0,967	0,962	0,965	0,963	0,964	0,050
24. " "	0,956	0,965	-	0,957	0,955	0,955	0,955	0,951	0,954	0,955	0,957	0,955	0,016
25. " "	0,954	0,955	0,959	0,959	0,957	0,959	0,960	0,960	0,960	0,960	0,960	-	0,017
26. " "	0,962	0,961	0,962	0,958	0,966	0,950	0,957	0,962	0,956	0,959	0,962	-	0,001
27. " "	0,955	0,958	0,975	0,940	0,908	0,941	0,967	0,967	0,962	-	-	-	-
28. " "	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
29. " "	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 3.

Fahrperiode I vom 14. bis 29. August 1940.  
 Maschinenöldestillat paraffinhaltig d 50: 0,892 bis 0,895.  
 Spez. Gewicht des Reffinats bei 50°.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	15 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	26 <sup>00</sup>	28 <sup>00</sup>
14.8.1940	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15. " "	-	-	-	-	-	-	-	0,870	-	-	-	-
16. " "	0,870	-	-	-	-	-	0,864	0,868	-	-	-	-
17. " "	0,871	-	0,865	0,870	0,873	0,875	0,869	0,864	0,867	0,864	-	-
18. " "	0,866	0,867	0,867	0,863	0,868	0,875	0,874	0,872	0,872	0,870	0,871	0,871
19. " "	0,873	0,876	0,875	0,878	0,869	0,868	0,869	0,871	0,874	0,875	0,872	0,870
20. " "	0,871	0,868	0,870	0,868	0,870	0,870	0,870	0,870	0,864	0,865	0,864	0,863
21. " "	0,865	0,865	0,865	0,866	0,870	0,871	0,870	0,875	0,877	0,874	0,870	0,871
22. " "	0,876	0,877	0,877	0,872	-	-	0,875	0,871	0,875	0,875	0,877	0,870
23. " "	0,875	0,874	-	0,877	0,876	0,874	0,876	-	0,875	0,874	0,873	0,870
24. " "	0,873	0,873	-	0,873	-	-	0,873	0,872	0,872	0,873	0,872	0,872
25. " "	0,871	0,870	0,871	0,870	0,873	0,872	0,870	0,866	0,868	0,871	-	0,869
26. " "	0,870	0,869	0,869	0,866	0,866	0,868	0,868	0,866	0,866	0,873	-	0,872
27. " "	0,870	0,869	0,866	0,865	0,872	-	-	-	-	-	-	-
28. " "	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
29. " "	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

256

Tabelle 4

Spez. Gewicht des Raffinats bei 50°C (Fahrperiode 2 vom 17.11.-29.11.40)  
 Paraffinhaltiges Maschinenöldestillat d 50 : 0,895

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>	Vorläufer
14.11.1941	0,861												
15. " "				Unterbrechung									
16. " "													
17. " "							0,878		0,865				
18. " "	0,860		0,858	0,856		0,858				0,858		0,857	0,868
19. " "	0,856	0,864		0,864	0,862		0,863	0,863					0,862
20. " "	0,872	0,870		0,869	0,870			0,868					0,868
21. " "	0,876	0,870		0,870	0,870			0,870		0,870	0,870		0,870
22. " "	0,862	0,862		0,863	0,870		0,878		0,866		0,875	0,875	0,873
23. " "	0,876	0,876		0,876	0,872		0,871	0,872		0,875	0,875		0,872
24. " "	0,870	0,873		0,874	0,875		0,876	0,876	0,875	0,875	0,875		0,874
25. " "	0,867		0,870	0,870	0,871		0,876	0,876		0,865	0,866	0,866	
26. " "	0,856			0,867			0,866	0,862		0,860			0,865
27. " "	0,864			0,865	0,872		0,872	0,870		0,865	0,869	0,867	0,865
28. " "	0,866	0,866		0,874	0,875	0,870	0,868	0,867		0,867	0,867	0,868	0,867
29. " "	0,871	0,870	0,869	0,864									

252

Tabelle 5.

Spez. Gewicht des Extraktes (Fahrperiode 2 vom 17.11.-29.11.40)  
bei 50°

Paraffinhaltiges Maschinenöledestillat d 50 : 0,895.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
17.11.1940	-	-	-	-	-	-	0,963	-	0,956	-	-	-
18. " "	0,942	-	0,940	0,952	-	0,952	0,953	-	-	0,946	-	0,962
19. " "	0,954	0,960	-	0,958	0,955	-	0,953	0,952	-	-	-	-
20. " "	0,948	-	0,947	0,948	0,955	-	0,955	-	-	-	-	-
21. " "	-	0,948	-	0,947	0,955	-	0,952	0,952	-	0,952	0,953	-
22. " "	0,942	0,948	-	0,948	0,956	-	0,954	0,964	-	0,964	0,964	-
23. " "	0,964	0,944	-	0,944	0,965	-	0,965	-	-	0,964	-	-
24. " "	0,960	0,962	0,958	0,956	-	-	0,955	0,955	-	0,955	0,955	-
25. " "	0,952	0,948	-	0,958	0,955	-	0,955	0,957	-	0,934	0,933	-
26. " "	0,948	0,941	-	0,932	0,948	-	0,942	0,933	-	0,932	0,930	-
27. " "	0,940	0,942	-	0,945	0,942	-	0,947	-	-	0,930	0,931	-
28. " "	-	0,950	-	0,926	0,939	-	-	0,920	-	0,921	0,920	-
29. " "	0,935	-	0,939	0,926	0,996	-	0,931	0,920	-	-	-	-

832

Tabelle 5.

Phenolgehalt im Raffinat (Fahrperiode 2 vom 17.11. bis 29.11.40)  
 Paraffinhaltiges Maschinenöldestillat d 50: 0,895.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
14.11.1940	0,002											
15. " "												
16. " "												
17. " "							0,001		0,001			
18. " "	0,002		0,001	0,004	-	0,002	0,002			0,001		0,001
19. " "	0,001	0,001	-	0,003	0,003	-	0,04	0,003				
20. " "	0,001	0,002	-	0,001	0,001	-	0,038					
21. " "	0,001	0,001	-	0,002	0,003	-	0,005	0,005		0,004	0,001	
22. " "	0,001	0,001	-	0,001	0,004	-	0,005	0,003		0,002	0,003	
23. " "	0,001	0,001	-	0,002	0,002	-	0,003	0,002		0,003	0,002	
24. " "	0,002	0,002	-	0,002	0,002	-	0,006	0,005		0,005	0,036	
25. " "	0,002	0,001	-	0,005	0,001	-	0,001	0,002		0,001	0,001	
26. " "	0,003	0,003	-	0,01	0,001	-	0,004	0,001		0,004		
27. " "	0,002	0,004	-	0,006	0,003	-	0,004	0,004		0,001	0,001	
28. " "	0,01	0,002	-	0,005	0,003	-	0,003	0,26		0,001	0,001	
29. " "	0,0037	0,003	-	-	-	-	-	-		-	-	-

Tabella 7.

Phenolgehalt im Extrakt (Fahrperiode 2 vom 15.11.-30.11.40)  
 Maschinenöldestillat d 50: 0,895.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
14.11.1940	0,003											
15. " "				<i>Wutikerkung</i>								
16. " "												
17. " "							0,002		0,001			
18. " "	0,002		0,002	0,004		0,005	0,005			0,001		0,003
19. " "	0,002	0,002		0,003	0,003		0,02	0,02				
20. " "	0,01	0,002		0,002	0,003		0,007					
21. " "	0,002	0,001		0,002	0,006		0,016	0,016		0,016	0,01	
22. " "	0,001	0,001		0,001	0,004		0,025	0,005		0,005	0,005	
23. " "	0,003	0,001		0,002	0,002		0,002			0,017		
24. " "	0,001	0,002		0,002	0,003		0,01	0,01		0,008	0,008	
25. " "	0,005	0,004		0,014	0,002		0,007	0,002		0,001	0,001	
26. " "	0,012	0,016		0,026	0,001		0,007	0,001		0,002	0,04	
27. " "	0,004	0,006		0,006	0,003		0,01	0,001		0,003	0,001	
28. " "	0,002	0,003		0,005	0,003		0,005	0,006		0,01	0,004	
29. " "	0,02	0,01			0,004							

092

Tabelle 8.

Phenolwasser (% Phenol im Wasser)

Fahrperiode 2 vom 17.-29.11.40) Maschinenöldestillat paraffinhaltig  
d 50 : 0,895.

17.11.40	-
18. " "	-
19. " "	2,04
20. " "	0,55
21. " "	0,07
22. " "	0,63
23. " "	1,22
24. " "	1,40
25. " "	1,13
26. " "	-
27. " "	0,07
28. " "	0,85
29. " "	1,16

Tabelle 9.

Spez.Gewichte bei 5° des Raffinats (Fahrperiode 4 von 28.11. - 10.12.41.)

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
28.11.41	0,903	-	0,901	-	0,901	0,901	0,898	0,897	0,898	0,892	0,899	0,895
29.11.41	0,892	-	0,894	0,895	0,892	0,894	0,890	0,890	0,886	0,886	0,879	0,883
30. " "	-	-	0,884	0,884	0,882	0,880	0,875	0,882	0,880	0,880	0,880	0,881
1.12. "	0,872	0,880	0,877	0,877	0,876	-	0,876	0,874	0,871	0,878	0,876	0,877
2. " "	0,876	0,876	0,878	0,872	0,874	0,874	0,876	0,875	0,873	-	0,871	-
3. " "	0,880	0,876	0,875	0,874	0,876	0,878	0,877	0,875	0,876	-	0,877	-
4. " "	0,874	0,874	0,876	0,874	0,875	0,876	0,873	0,875	0,872	-	0,876	-
5. " "	0,878	0,876	0,874	0,876	0,875	0,878	-	0,876	0,871	-	0,876	-
6. " "	0,882	0,878	0,875	0,876	0,874	0,876	0,878	0,877	0,874	-	0,873	-
7. " "	-	-	0,875	0,874	0,875	0,875	0,878	-	0,882	-	0,883	-
8. " "	0,874	0,874	-	0,876	-	-	0,877	-	0,892	-	0,884	-
9. " "	0,887	0,882	-	-	0,877	-	0,877	-	0,877	0,883	0,880	0,881
10. " "	-	0,878	0,880	0,878	0,881	-	0,879	-	0,879	0,881	0,881	0,882

Tabelle 10.

Spez.Gewicht des Extraktes (Fahrperiode vom 28.11.-10.12.41).

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
28.11.1941	-	-	-	-	-	0,905	0,931	0,952	0,979	0,976	0,977	0,975
29. " "	0,971	0,964	0,972	0,970	0,964	0,963	0,949	0,950	0,937	0,940	0,934	0,938
30. " "	-	-	0,946	0,936	0,933	0,943	0,939	0,936	0,930	0,932	0,935	0,932
1.12. "	-	0,931	0,924	0,924	0,931	0,928	0,929	0,930	0,929	0,931	0,936	0,934
2. " "	0,928	0,930	0,932	0,931	0,928	0,930	0,928	0,933	0,934	-	0,937	0,934
3. " "	0,928	0,935	0,932	0,935	0,931	0,932	0,932	0,931	0,932	0,932	0,931	0,934
4. " "	0,925	0,929	0,925	0,932	0,932	0,934	0,937	0,935	0,933	0,933	0,939	0,938
5. " "	0,924	0,933	0,935	0,934	0,933	0,932	0,931	0,933	0,932	0,932	0,927	0,931
6. " "	0,925	0,925	0,925	0,928	0,936	0,935	0,936	0,935	0,930	0,934	0,933	0,930
7. " "	0,938	-	0,936	0,934	0,933	0,934	0,930	0,943	0,950	-	0,949	0,950
8. " "	0,933	0,935	0,948	0,946	0,945	0,949	0,949	0,949	0,956	0,955	0,951	0,954
9. " "	0,943	0,945	0,940	0,935	0,939	0,940	0,944	0,949	0,950	0,953	0,947	0,943
10. " "	0,937	0,937	0,936	0,943	0,930	0,938	0,932	0,934	0,943	0,961	0,957	0,956

292

Tabelle 11.

Phenolgehalt im Raffinat. Fahrperiode 4 vom 28.11. - 10.12.41.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
28.11.1941	0,001	-	0,001	-	0,005	0,005	0,005	0,006	0,002	0,007	0,003	0,007
29. " "	-	-	0,003	0,002	0,003	0,008	0,005	0,005	Sp.	0,001	Sp.	0,003
30. " "	0,001	-	-	0,005	0,009	0,008	0,01	0,01	0,007	0,002	0,007	0,008
1.12.1941	0,04	0,003	0,008	0,005	0,003	0,001	-	0,14	0,18	0,16	0,003	0,003
2. " "	0,004	0,003	0,1	0,004	0,3	0,01	0,9	0,8	0,08	-	0,1	-
3. " "	0,001	0,008	0,008	0,005	0,005	0,002	0,005	0,001	0,001	-	Sp.	-
4. " "	0,007	0,001	0,007	0,003	0,008	0,07	0,003	Sp.	Spuren	-	0,004	-
5. " "	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,004	0,005	0,003	-	0,007	-
6. " "	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003	0,005	0,005	0,001	0,008	-	0,008	-
7. " "	-	-	0,003	0,002	0,003	0,003	0,02	-	0,008	-	0,007	-
8. " "	0,004	0,003	-	0,001	0,004	-	0,003	-	0,004	-	0,004	-
9. " "	0,003	-	-	0,003	0,003	0,005	0,006	0,004	0,003	0,002	0,003	0,002
10. " "	0,05	0,005	0,002	0,009	0,002	-	0,004	-	0,002	0,002	0,001	0,002

Tabelle 12.

Phenolgehalt im Extrakt. (Fahrperiode 4 vom 28.11.-10.12.41).

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
28.11.41.	-	-	-	-	-	0,002	0,007	0,009	0,005	-	0,006	-
29. " "	0,02	-	0,003	-	0,008	0,009	0,005	0,005	0,006	0,001	0,005	-
30. " "	-	-	-	0,05	0,003	16,9	3,9	0,004	0,005	0,001	0,005	0,004
1.12. " "	0,02	0,001	0,007	0,003	0,02	0,002	0,004	0,02	0,005	0,006	0,02	0,02
2. " "	0,04	0,005	0,002	0,006	0,003	0,18	0,003	0,003	0,01	0,009	-	0,009
3. " "	0,009	0,04	0,003	0,006	0,001	0,002	0,003	0,003	0,003	0,003	0,001	0,009
4. " "	0,013	0,002	0,006	0,002	0,005	0,005	0,002	Sp.	0,005	0,003	0,004	0,006
5. " "	0,05	0,002	0,005	0,003	0,003	0,002	0,001	0,004	0,005	0,008	0,008	0,005
6. " "	0,02	0,006	0,006	0,003	0,001	0,004	0,006	0,003	0,02	0,007	0,003	0,006
7. " "	0,003	-	0,003	0,004	0,003	0,005	0,002	0,002	0,002	-	0,003	0,005
8. " "	0,005	0,004	0,002	0,003	0,002	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002	0,001	0,002
9. " "	0,003	0,004	0,005	0,003	0,006	0,005	0,003	0,003	0,005	0,004	0,006	0,003
10. " "	0,003	0,005	0,001	0,003	0,001	0,002	0,002	0,003	0,001	0,001	0,001	0,002

192

Tabelle 13.

Phenolwasser, (Fahrperiode 4 vom 28.11.41 - 10.12.41.)

Phenolgehalt.

	6 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>
28.11.41	0,04	0,02	0,17	0,34	0,01	0,01
29. " "	0,07	0,02	0,73	0,20	0,42	0,68
30.11.41	0,44	0,25	0,05	0,13	0,28	0,44
1.12.41	0,03	0,05	0,07	0,09	-	0,04
2. " "	0,06	0,01	0,30	0,00	0,00	0,00
3. " "	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00
4. " "	0,01	0,04	0,01	0,02	0,00	0,00
5. " "	0,07	0,05	0,11	0,10	0,00	-
6. " "	0,08	0,01	0,04	0,09	0,01	0,01
7. " "	0,02	0,06	0,09	0,05	0,02	0,02
8. " "	0,01	0,01	0,06	0,04	0,08	0,03
9. " "	0,07	0,09	0,04	0,03	0,05	0,05
10. " "	0,036	-	-	0,036	0,57	2,96

265

Tabelle 14

Fahrperiode 5 vom 18. - 22.12.41 (entparaffiniertes Neutralöl) d 50: 0,902

d 50 Extrakt.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
18.12.1941	-	-	-	-	-	0,940	0,941	0,941	0,942	0,942	0,942	0,941
19. " "	0,943	0,942	0,942	0,940	0,953	0,955	0,962	0,965	0,963	0,965	0,966	0,965
20. " "	0,963	0,967	0,966	0,960	0,962	0,965	0,971	0,960	0,960	0,960	0,963	0,960
21. " "	0,944	0,938	0,939	0,961	0,946	0,950	0,952	0,958	0,966	0,954	0,964	0,965
22. " "	0,972	0,974	-	0,973	-	-	-	-	-	-	-	-

992

Tabelle 15.

Fahrperiode 5 vom 18.12. - 22.12.1941. (entparaffiniertes Neutralöl)

d 50 Raffinat.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	0,872	-	-	-	0,857	-
19.12. "	0,866	0,867	0,871	0,876	0,882	0,875	0,879	-	0,875	0,876	0,876	0,876
20.12.41	0,880	0,883	0,875	0,874	0,877	0,882	0,884	0,880	0,878	0,878	0,877	0,875
21. " "	0,873	0,871	0,872	0,878	0,876	0,880	0,881	0,882	0,885	0,884	0,883	0,882
22. " "	0,882	0,879	0,880	0,880	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 16.

Fahrperiode 5 vom 18. - 22. Dezember 1941 (entparaffiniertes Neutralöl d 50: 0,902.)

Phenolgehalt des Raffinats.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	-	0,002	0,004	0,002	0,002	0,002
19. " "	0,001	0,002	Sp.	0,001	0,002	0,003	0,002	-	0,001	-	-	0,003
20. " "	0,001	0,003	0,002	0,001	0,001	0,002	0,001	0,001	0,004	0,003	0,002	0,005
21. " "	0,003	0,002	0,001	0,001	0,002	0,005	0,003	0,003	Sp.	-	0,001	0,004
22. " "	0,007	0,002	0,001	0,002	-	-	-	-	-	-	-	-

892

Tabelle 17.

Fahrperiode 5 vom 18. - 22.12.1941 (entparaffiniertes Neutralöl d 50: 0,902.

Phenolgehalt d. Extraktes.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	-	0,001	0,004	0,003	0,003	0,003
19.12. "	0,002	0,002	0,001	0,001	0,001	0,002	0,001	0,001	0,002	0,003	0,002	0,002
20. " "	0,005	0,002	0,001	0,005	0,002	0,001	0,003	0,001	0,005	0,003	0,004	0,005
21. " "	Sp.	0,001	0,004	0,002	0,001	0,001	0,001	0,003	0,007	0,002	0,003	0,004
22. " "	0,002	0,002	0,003	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 18.

Fahrperiode 5 vom 18. - 22. Dezember 1941 (entparaffiniertes Neutralöl d 50: 0,902)

Phenolgehalt des Strippdampf-Kondensats.

	6 <sup>00</sup>	8 <sup>00</sup>	10 <sup>00</sup>	12 <sup>00</sup>	14 <sup>00</sup>	16 <sup>00</sup>	18 <sup>00</sup>	20 <sup>00</sup>	22 <sup>00</sup>	24 <sup>00</sup>	2 <sup>00</sup>	4 <sup>00</sup>
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
19. " "	0,035	-	0,002	-	0,029	-	0,020	-	0,028	-	0,031	-
20. " "	0,075	-	0,021	-	0,013	-	0,001	-	0,099	-	0,142	-
21. " "	0,054	-	0,041	-	0,106	-	0,012	-	0,175	-	0,013	-
22. " "	0,129	-	0,073	-	0,016	-	-	-	0,041	-	0,198	-

0&L

Tabelle 19.

Fahrperiode 5. Analytische Bestimmungen der einzelnen Produktionsvorlagen.

	Vorlagen Nr.	d 50	Pol-Höhe	Stock- punkt	Neutra- lis. Zahl	C-C.
18.12.1941	9	0,873	1,86	-11	0,08	0,04
19. " "	10	-	-	-	-	-
19. " "	9	0,872	2,2	-11	0,07	0,03
19. " "	10	0,877	2,1	-12	0,09	0,04
19. " "	9	0,873	2,2	-15	0,07	0,04
20. " "	10	0,880	2,2	-13	0,1	0,04
20. " "	9	0,879	2,21	-15	0,08	0,04
20. " "	10	0,880	2,05	-14	0,09	0,03
20. " "	9	0,874	2,18	-13	0,09	0,027
21. " "	10	0,873	2,08	-12	0,05	0,03
21. " "	9	0,875	2,05	-15	0,08	0,027
22. " "	10	0,879	2,23	-15	0,04	0,026

122

(63)

5. 9. 1941. Gr/Pf.

Zurück an:

Vorzimmer, Dr. Dr. Pfier

Extraktionsversuche in Drehautoklaven zur  
Herstellung von Primärbitumen.

Zusammenfassung.

1.) Ähnlich wie bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl lassen sich junge Steinkohlen durch Extraktion leichter zu Primärbitumen verarbeiten als alte Kohlen. Abbau und Filtrierzeit sind vom Alter der Kohle abhängig. Bei alten Kohlen, die bei niedrigerem Druck unfiltrierbare Produkte geben, bringt Erhöhung des Druckes und der Temperatur Verbesserung im Abbau und die Anfallprodukte sind filtrierbar (Tabelle I).

2.) Von großem Einfluß auf die Filtrierbarkeit der Reaktionsprodukte ist der Wasserstoffgehalt des Anreibeöles; Teeröle sind daher günstiger als Hydriermittelöle, doch konnten durch geringe Temperaturerhöhung auch mit Steinkohlemittelöl von Scholven gute Filtrierzeiten erhalten werden. Wasserstoffreiche Öle mit über 10% Wasserstoff geben koksartige Ansätze. Der Phenolgehalt der Anreibeöle scheint von untergeordneter Bedeutung zu sein (Tabelle II).

3.) Erhöhung der Temperatur von 415 auf 435° gibt wesentliche Verbesserung in Filtrierzeit und Abbau. Zwischen 435 und 445° scheint für die Filtrierzeit ein Optimum zu liegen, denn über 435° steigt die Filtrierzeit wieder an und über 450° treten bereits koksartige Ansatzprodukte auf (vergl. Kurvenblatt I).

4.) Auch der Wasserstoffdruck ist von Einfluß bei der Extraktion von Kohlen. Erhöhung des Druckes von 200 auf 300 atm brachte bei Saarkohle Verbesserung in Abbau und Filtrierzeit. Über 400 atm Druck wird die Filtrierzeit wieder ungünstiger, wahrscheinlich findet hierbei bereits zu starke Aufhydrierung statt, denn Produkte aus der normalen Kohlehydrierung sind ebenfalls sehr schlecht filtrierbar. Dagegen gab eine alte Kohle (K 1000 mit 89 % S bei 460 atm Druck filtrierbaren Extrakt (Kurvenblatt II).

Gemeinsam mit:  
Dr. Schiffmann  
" Rotter  
" Pfirrmann

*Handwritten signature*

Extraktionsversuche in Drehbomben zur Herstellung  
von Primärbitumen.

Die Versuche wurden mit verschiedenen Steinkohlen, Anreibeölen mit verschiedenen  $H_2$ -Gehalten und bei verschiedenen Reaktionsbedingungen ausgeführt und der Einfluß dieser Faktoren auf Kohleabbau und Filtrierzeit des Extraktes festgestellt.

1.) Verschiedene Kohlen. (Tabelle I)

Untersucht wurden:

- |   |  |
|---|--|
| a.) Saarkohle Kohlwald (K 1059) mit 40,8% Flüchtigem u. 83,0% <sup>C</sup> v. RK. |  |
| b.) Oberschl. Heinitzgrube (K 1197) " 37,6% " " 81,6% <sup>C</sup> " "            |  |
| c.) Ruhrkohle v. Stinnes (K 1068) " 29,1% " " 87,7% <sup>E</sup> " "              |  |
| u. d.) Ruhrkohle v. Krupp (K 1000) " 24,7% " " 89,1% <sup>"</sup> " "             |  |

Dabei zeigte sich eine Abhängigkeit des Reinkohleabbaues <sup>1)</sup> und der Filtrierzeit vom Alter der Kohle, analog der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl. Saarkohle und schlesische Kohle unterscheiden sich nur im Reinkohleabbau, der bei ersterer höher liegt. Während der Unterschied in den Ergebnissen zwischen Stinneskohle und Saarkohle nicht sehr bedeutend ist, gab die Kruppkohle wesentlich geringeren Abbau als Stinneskohle und unfiltrierbare Produkte. Stinneskohle gibt bei 21,5 M (= 416°C) und ca 300 atm mit einem aromatischen Öl ( $H_2$  Gehalt ca 7,5%) noch filtrierbare Produkte, während die etwas ältere Kruppkohle bei diesen Bedingungen sich nicht mehr einwandfrei verarbeiten läßt. Durch Temperaturerhöhung auf 22,5 M (= 434°C) konnte auch bei Kruppkohle höherer Abbau und filtrierbares Produkt erhalten werden.

1) bestimmt mit dem betreffenden Anreibeöl.

2.) Anreibeöle mit verschiedenem Wasserstoffgehalt.

- a.) P 1327 (Teeröl-Solvay-Qualität) ca 7,4% H
- b.) Anreibeöl v. Ofen 470 vom 6.6.41 " 7,5 - 8% H
- c.) P 1271 Ver - angsmittelöl von Scholven 200-300 " 9,5% H

Die Ergebnisse enthält Tabelle II.

Darnach dürfte Solvay-Teeröl etwas günstiger sein, als Anreibeöl von Ofen 470 (Extraktionsofen-Rücklauföl). Wesentlich ungünstiger liegt das erheblich wasserstoffreichere Steinkohleverflüssigungsmittelöl von Scholven (P 1271); doch bringt hierbei Erhöhung der Reaktionstemperatur von 21<sup>o</sup> auf 22,5 MV in Abbau und Filtrierzeit wesentliche Verbesserung. Bei Temperaturen über 23,5 MV erhält man koksartige Festeausscheidung, die bei wasserstoffreicheren Ölen (über 10% H) schon bei normaler Reaktionstemperatur auftreten. So wurden mit einer neuen Charge aus P 1271, 200 - 300<sup>o</sup>, die im Anilinpunkt ca 5 Punkte höher lag, als eine frühere Charge, bereits bei normalen Fahrbedingungen koksartige Ansätze erhalten, sodaß mit Steinkohlemittelöl von Scholven keine einwandfreie Fahrweise gewährleistet ist. Wahrscheinlich genügt aber ein Zusatz von ca 30% Teeröl, um das Steinkohlemittelöl für die Extraktion zu verbessern und brauchbar zu machen. Ein wasserstoffreiches B-Mittelöl aus P 1271 mit Ap + 50 (H<sub>2</sub>-Gehalt ca 14%), das phenolfrei war, gab für sich allein als auch bei Zusatz von 20% Kresol viel Koksansatz. Der Phenolgehalt der Anreibeöle scheint weniger ausschlaggebend zu sein als ihr Wasserstoffgehalt.

Im Kurvenblatt I sind Ergebnisse von Extraktionsversuchen aufgetragen, welche die Abhängigkeit von Abbau und Filtrierzeit von der Reaktionstemperatur zeigen. Die Versuche sind mit Saarkohle und Steinkohlemittelöl von Scholven 200-300<sup>o</sup> (P 1271) ausgeführt und zeigen, daß die Filtrierzeit und auch der Abbau bei einer Reaktionstemperatur von ca 435<sup>o</sup> am günstigsten liegen. Über 450<sup>o</sup> treten koksartige Ansätze auf.

Aus Kurvenblatt II ist die Abhängigkeit vom Wasserstoffdruck ersichtlich. Erhöhung des Druckes von 200 auf 300 atm bringt Besserung in Abbau und Filtrierzeit. Vorläufige Ergebnisse bei über 400 atm lassen ein Ansteigen der Filtrierzeit erkennen. Aus Kruppkohle, die bei 300 atm Druck mit P 1271 keine filterbaren Produkte gibt, konnte bei 460 atm ein filterbares Extrakt erhalten werden. Bei alten Kohlen bringt hoher Druck für die Extraktion große Vorteile in Abbau und Filterbarkeit des Produktes.