

Tabelle I

Extraktionsversuche mit jungen und alten Steinkohlen.

Katalysator 1,2% FeSO_4 aufgetränkt, Anreibe-Verhältnis 1:1, Anheizzeit 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std.,
Füllungsgrad 40%.

| Kohle | a Reinkohle | | Anreibe- öl | Tempe- ratur °C | Höchst- druck | Reinkohle- abbau | Filtrier- zeit | Filterleistung kg Prod./qm und Stunde |
|-------------------|-------------|--------------|--|-----------------------|------------------|---------------------|---------------------------|---|
| | % C | % Flüchtiges | | | | | | |
| K 1059 v. 5.4.39 | 83,0 | 40,8 | P 1271 200-300° v. Schol- ven | 22,5 | 300 | 88 | 1' 15" | ca 2300 |
| K 1197 v. 9.5.41 | 81,6 | 37,6 | " | 22,5 | 300 | 81 | 1' 20" | ca 2200 |
| K 1000 | 89,1 | 24,2 | " | 22,5 | 300 | - | nicht filtrier- bar | - |
| K 1059 v. 5.4.39 | 83,0 | 40,8 | Anreibe- öl v. Of. 470 | 21,5 | 320 | ca 90 | 3' 45" | ca 800 |
| K 1068 v. 20.1.36 | 87,7 | 29,2 | Extr. Ofen | 21,5 | 315 | 88 | 6' 40" | ca 450 |
| K 1000 | 89,1 | 24,7 | " | 21,5 | 295 | 74 | nicht filtrier- bar | - |
| K 1000 | 89,1 | 24,2 | P 1271 300-300° | 22,5 | 460 | 89 | 4' 35" | ca 650 |

Tabelle II

Extraktionsversuche mit verschiedenartigen Anreibeölen.

Katalysator: 1,2% FeSO_4 aufgetränkt; Anheizzeit 3 Std., Reaktionszeit 1 Std., Füllungsgrad 40%;
Anreibe-verhältnis 1:1.

| Anreibeöl | % Wasser- stoff | Phenole | Kohle | Tempe- ratur MV. | Höchst- druck | Reinkohle- abbau | Filtrier- zeit | Filterleistung (kg. Prod./qm und Stunde) |
|------------------------------|-----------------------|---------|----------------------|------------------------|------------------|---------------------|-------------------|--|
| Solvay Teeröl (P 1327) | 7,4 | 3,1 | K 1068 v. 20.1.36 | 21,5 | 305 | 87,5 | 3' 15" | ca 925 |
| v. Ofen 470 200-300° ca 8 | ca 7,5 bis 8,0 | - | " | 21,5 | 315 | 88 | 6' 40" | ca 450 |
| v. Ofen 470 200-300° | ca 7,5 bis 8,0 | - | K 1059 v. 5.4.39 | 21,5 | 320 | ca 90 | 3' 45" | ca 800 |
| P 1271 200-300° | ca 9,5 | 20 | " | 21,5 | 320 | ca 85 | 8' 10" | ca 370 |

Tabelle III

Extraktionsversuche bei verschiedenen Temperaturen.

Katalysator: 1,2% FeSO_4 aufgetränkt; Anheizzeit: 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std., Füllungsgrad 40%;
Anreibe-verhältnis 1:1

| Kohle | Anreibeöl | Temperatur °C | Höchst- druck | Reinkohle- abbau | Filtrier- zeit | Filterleistung kg Prod./qm/h | Bemerkung |
|------------------|-----------------|------------------|------------------|---------------------|------------------------|---------------------------------|-----------------|
| K 1059 v. 5.4.39 | P 1271 200-300° | 21,5 | 320 | ca 85 | 8' 10" | ca 370 | homogen |
| " " | " " | 22,5 | 310 | ca 89 | 1' 10" | ca 2600 | " |
| " " | " " | 23,5 | 300 | ca 88 | 2' 5" | ca 1450 | geringer Ansatz |
| " " | " " | 24,5 | 305 | - | 3' 20" | ca 900 | starker Ansatz |
| K 1000 | Solvay Teeröl | 21,5 | 265 | 77 | nicht fil- trierbar | - | homogen |
| K 1000 | " " | 22,5 | 285 | 80,5 | 3' 10" | ca 950 | " |

Tabelle IV

Extraktionsversuche bei verschiedenen Wasserstoffdrücken.

Katalysator: 1,2% FeSO_4 aufgetränkt, Anheizzeit 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std.; Füllungsgrad 40%;
Anreibung 1:1.

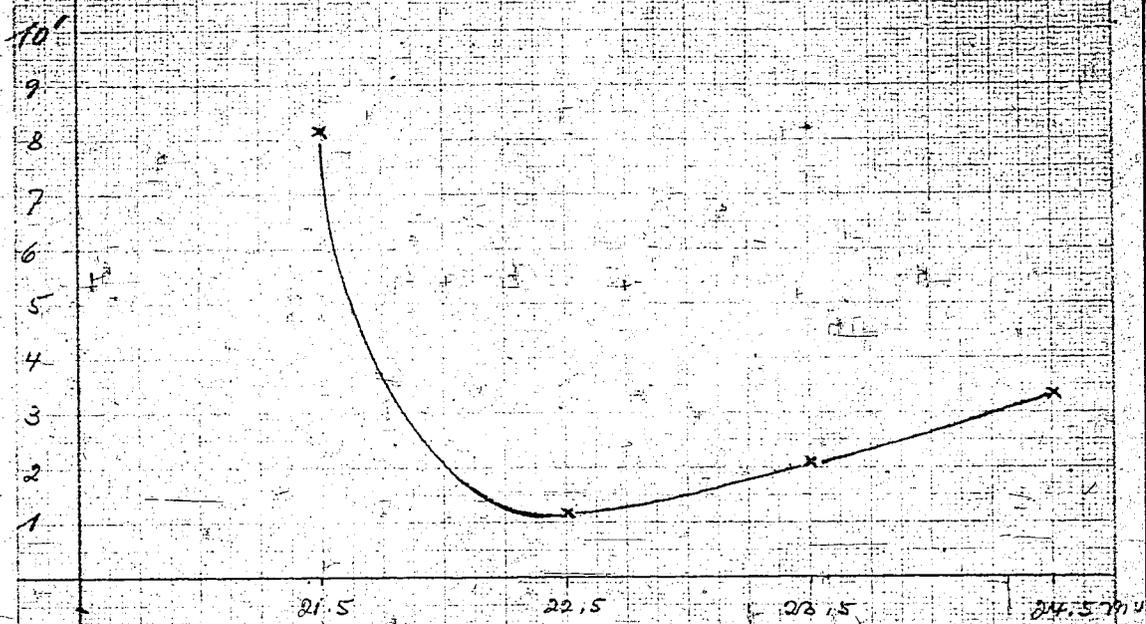
| Kohle | Anreibeöl | Höchst- druck | Tempe- ratur | Reinkohle- Abbau | Filtrier- zeit | Filterleistung kg/qm/h | Bemerkung |
|------------------|-----------------|------------------|-----------------|---------------------|------------------------|---------------------------|-----------|
| K 1059 v. 5.4.39 | P 1271 200-300° | 195 | 22,5 | ca 75 | 2' 50" | ca 1050 | |
| " " | " " | 255 | 22,5 | ca 82,5 | 1' 50" | ca 1600 | |
| " " | " " | 310 | 22,5 | ca 88 | 1' 10" | ca 2600 | |
| " " | " " | 440 | 22,5 | - | 3' 25" | ca 880 | |
| " " | " " | 460 | 22,5 | ca 89 | 4' 28" | ca 670 | |
| K 1000 | P 1271 200-300° | 300 | 22,5 | ca 89 | nicht fil- trierbar | - | - |
| " " | " " | 460 | 22,5 | | | ca 650 | - |

612

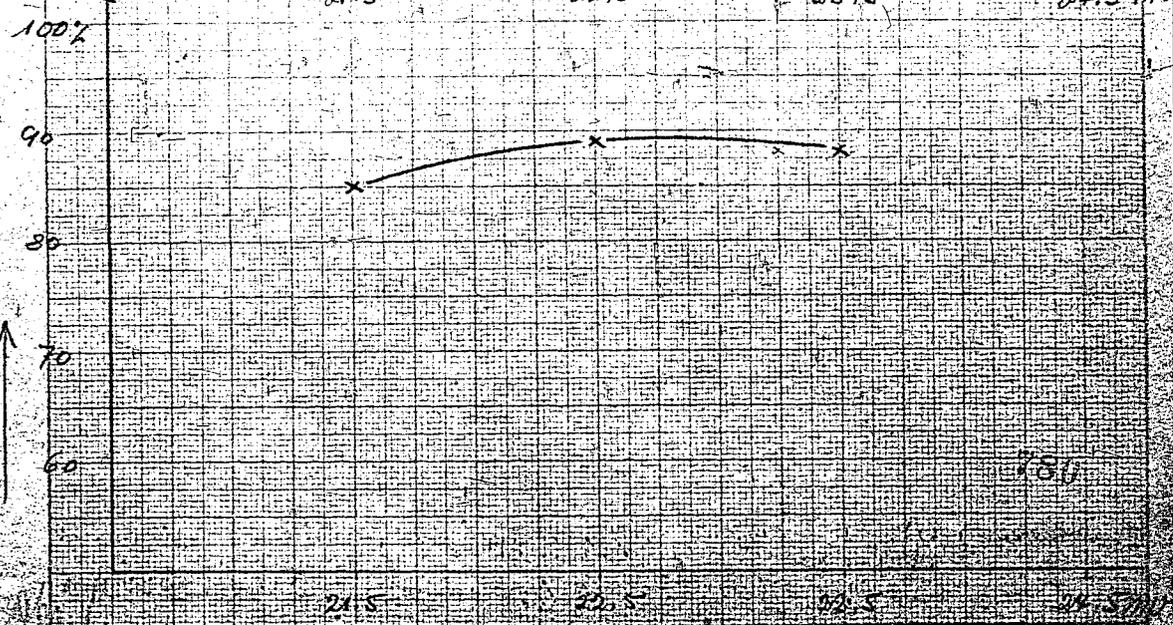
I.

Fällzeit u. Reinkalib. Abbau in Abhängig-
keit von der Temperatur bei der Extraktion
von Saarkohle mit 9-1278 200-300°

Fällzeit



Reinkalib. Abbau



21.5 (416°C)
22.5 (436°C)
23.5 (456°C)
24.5 (478°C)

Hochdruckversuche
Lu 528.

64

Zürück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier
4. Februar 1945 Schz/Lo

Phase
Sg

Eindeutungsuntersuchung von „Raviar“
aus der Braunkohle-Sumpfphase.

Das Raviarkorn ist ein Aggregat von Calcit (Calciumkarbonat)-Kriställchen, die in der Größenordnung von einigen Tausendstel Millimeter liegen. Die Grösse ist daran festzustellen, dass die inneren Linien des Diagrammes sich eben in Punkte auflösen beginnen.

Eine von den Herren Dr. Heine und Dr. Leuchhardt mikroskopisch herauspräparierter „Kern“ eines Raviarkornes bestand aus sehr grobkristallinem Calcit.

Gezügte Calciumkarbonatproben von Herrn Dr. Wittmann sind ebenfalls Calcit. Der Vergleich dieser Proben zeigt, dass die Behandlung von schon gebildetem Calciumkarbonat in Öl auch bei 350° keine Veränderung der Kristallitgrösse bewirkt. Die Kristallite haben die Grösse von 10^{-4} bis 10^{-3} cm (starke, glatte Linien).

gez. Schneider

1) Die Aufnahmen wurden nach den im Strukturbericht für Calcit gegebenen Daten vollständig indiziert, womit die Identität mit Calcit gesichert ist.

22. August 1937 WJ/K1

65

Aktennotiz über Filtrierversuche aus dem Jahre 1937.

Im Zusammenhang mit Filtrierversuchen waren im Jahre 1937 orientierende Versuche ausgeführt worden, die ermitteln sollten, welche Bestandteile der Asphalte die Filtriergeschwindigkeit asphalthaltiger Öle am stärksten beeinflussen.

Zu diesem Zwecke wurde die Filterdurchlaufgeschwindigkeit eines Erdölrückstandes, der nur Asphalt (ca. 20%) und praktisch keine festen Anteile enthielt, verglichen mit der Filterdurchlaufgeschwindigkeit desselben Rückstandes, aus dem verschiedene Asphalt-Komponenten entfernt, bzw. nach der Entfernung wieder zugegeben worden waren. Die einzelnen Bestandteile, in die der Rückstand mit Hilfe selektiver Lösungsmittel zerlegt wurde, waren folgende:

1. Öl
2. Ölharze nach Asphaltfällung adsorbiert mit Fullererde
3. Asphaltharze
4. Asphaltene gefällt mit Pentan.
5. Carbone

Bei der Prüfung, welchen Einfluß die einzelnen Komponenten auf die Filterdurchlaufgeschwindigkeit besitzen, zeigte sich - wie zu erwarten -, daß sowohl das Öl allein als auch das Öl nach Zugabe der Ölharze wesentlich bessere Filtriergeschwindigkeiten (bei 100 - 200°) als der ursprüngliche Rückstand vor der Zerlegung besitzen. Ein Unterschied zwischen der Filtriergeschwindigkeit des Öls allein und des Öls mit den Ölharzen bestand praktisch nicht.

Die Zumischung der getrennten Asphaltharze zum Öl bzw. zum Öl mit Ölharzen mußte mit Hilfe von Lösungsvermittlern (z.B. Pyridin) erfolgen. Die Asphaltharze wurde hierbei in Pyridin gelöst, die Lösung dem Öl zugegeben und das Pyridin auf dem Wasserbad vorsichtig abgedampft. Ohne Anwendung von Lösungs-

vermittler erhielt man Suspensionen, die im mikroskopischen Bild eine verhältnismäßig grobe Dispersion zeigten. (Agglomerierte Asphalthearze schwammen im Öl und lösten sich auch nicht bei erhöhter Temperatur z.B. 150°C). Bei Anwendung von Lösungsvermittlern waren die Suspensionen wesentlich feiner, ein vollständig homogenes mikroskopisches Bild war jedoch nie zu erhalten. Es wurde daher vermutet, daß die Asphalthearze sich durch die Ausfällung chemisch verändern und daß mit den veränderten Asphalthearzen das ursprünglich kolloidale System von Asphalthearzen in Öl praktisch nicht mehr herzustellen ist.

Die Filterdurchlaufgeschwindigkeit der Lösung von A Asphalthearzen in Öl bzw. in Öl mit Ölharzen war wesentlich schlechter als die des Öls allein. Sie war jedoch besser als die des Erdölrückstandes vor der Zerlegung.

Die Schwierigkeiten, einwandfreie Lösungen herzustellen, zeigten sich in verstärktem Maße bei Zugabe von Asphalthearzen. Die Zugabe erfolgt hier einmal zu Öl allein, ferner zu Öl mit Ölharzen und schließlich zu Öl, Ölharzen und Asphalthearzen. Es mußten dabei verhältnismäßig große Mengen Lösungsvermittler angewandt werden, etwa die gleiche Menge wie Öl, um Lösungen herzustellen, die im mikroskopischen Bild einigermaßen homogen waren. Ließ man diese Suspensionen jedoch längere Zeit stehen (z.B. 4 Wochen), so zeigte sich bei mikroskopischer Prüfung, daß in der Flüssigkeit am Boden des Gefäßes die Konzentration an Asphalthearzen größer war als an der Oberfläche. Hiermit war der Beweis erbracht, daß die Lösung nicht fein dispers war und daß die in das Öl eingebrachten Asphaltheare sedimentierten.

Die mangelhafte Verteilung der Asphaltheare zeigte sich auch bei Ermittlung der Filterdurchlaufgeschwindigkeit, die bei manchen Proben größer war als die des ursprünglichen Erdölrückstandes.

Die Carbene waren nach der Ausfällung chemisch soweit verändert, daß sie überhaupt nicht mehr in Lösung zu bringen waren, auch nicht mit großen Mengen Lösungsvermittlern. Ver-

suche über den Einfluß dieser Körperklasse auf die Filter-
durchlaufgeschwindigkeit wurden daher nicht angestellt.

Es dürfte zweckmäßig sein, diese Versuche wieder
aufzunehmen. Insbesondere dürfte es von Interesse sein, diese
Versuche auszudehnen auf asphalthaltiges Öl mit festen Anteilen
wie z.B. Abschlämme.

gez. Jäckh

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hochdruckversuche
Iu 558

22. August 1941 32/K1

Die Trennung des Unzelösten vom Löslichen in
Hydrierprodukten.

Es wurden bis jetzt 2 Wege zur Trennung besprochen.

- A. Herauslösen der löslichen Bestandteile durch selektive Lösungsmittel.
- B. Erleichterung der mechanischen Trennung durch Dünschichtfiltration und agglomerierende Zusätze.

Aus festem Primärbitumen wie auch aus Schleuderrückständen lassen sich die Schweröle mittels Benzin leicht gewinnen. Nimmt man die Lösung in einem Druckgefäß vor, bei Temperaturen oberhalb 200°, so erhält man durch einfaches Absitzenlassen ohne Filtration aus Primärbitumen vollständig asche-freie Schweröle. Der erhaltene aschehaltige Asphaltückstand hat einen stark erhöhten Schmelzpunkt, aus dem sich mittels Benzol ein Benzolextrakt ohne Schwierigkeit gewinnen läßt; die Ausbeuten bei der Lösungsmittel-trennung zeigen die folgenden 2 Beispiele:

| Ausgangsmaterial | Schweröl-Benzin-lösl. | Benzolextrakt | Benzol-Unlösl. | Restkohle | Asche |
|---------------------------------------|-----------------------|---------------|----------------|-----------|-------|
| Primärbitumen aus Saarkohle | 38,6 | 20,0 | 23,4 | 7,5 | 10,5 |
| Schleuderrückstand, Ober-schles.Kohle | 60,5 | 15,5 | 24,0 | | |

Durch die Extraktion wird die Löslichkeit im Primärbitumen soweit verändert, daß der sonst im Anzeigebereich lösliche, in Benzol unlösliche Anteil nicht mehr in Lösung zu bringen und deshalb nicht gewinnbar ist; da es sich um 24% des Gesamtbitumen handelt, so ist eine solche Aufarbeitung untragbar. Es soll versucht werden, für den Benzolextraktückstand geeignete Lösungsmittel (Kresol-Tetralin-Pyridin) zu finden, welche auch den Benzolunlöslichen Anteil herausnehmen.

1978

B. Es konnte einwandfrei festgestellt werden, daß der Filterwiderstand nur durch die Festteilchen bedingt wird, der festfreie Abschlamm allein läßt sich mit einer mehr als 100 mal so großen Geschwindigkeit filtrieren. Aus dieser Erkenntnis ergab sich die Forderung, bei der Filtration nur mit geringer Kuchenstärke zu arbeiten, was am besten bei kontinuierlich arbeitenden Drehfiltern möglich ist. Zu den vorhandenen Filtern kommt noch ein ebenfalls in dünner Schicht arbeitende Druckinnenfilter, das z.Zt. bei uns gebaut wird. Ebenso werden z.Zt. Filtermedien aus verschiedenen Metallen und verschiedener Webart geprüft.

Die Filterleistung, gemessen an einem Druckfilter von 90 qm bei Dünnenschichtfiltration, schwankt bei den verschiedenen Fahrweisen zwischen 200 und 2000 kg/qm/Std. Bei einer Anlage zur Herstellung von 30 000 tato Primärbitumen wären stündlich rund 10 000 kg Hydratprodukt zu filtrieren; rechnet man mit einer Leistung von 250 kg/qm/Std., so sind dazu rund 40 qm Filterfläche erforderlich, d.h. 1 Filter mit 40 qm würde ausreichen, 2 weitere könnten in Reserve gestellt werden, um allen Eventualitäten zu begegnen.

Trotzdem die Filterleistung wenigstens bei der Fahrweise auf Primärbitumen genügen würde, werden die Versuche zur Verbesserung der Filtrierfähigkeit durch Agglomeration der Festteilchen fortgesetzt. Von den zahlreichen geprüften Agglomerierungsmitteln scheiden die meisten deswegen aus, weil sie nur schlecht in dem Abschlamm zu verteilen sind und auch mit den Ölkomponenten unerwünschte Umsetzungen geben. Am besten brauchbar sind Sulfosäuren, die wenig Nebenreaktionen geben, löslich sind und leicht durch Sulfurieren von Anreibemittelöl hergestellt werden können. Schon 0,5% des sulfurierten Anreibemittelöls genügt, die Filtergeschwindigkeit auf das 5-fache zu erhöhen 1% und darüber erzeugen in Primärbitumen-Lösungen schon Ausfällungen. Bei der Übertragung ins Technische traten zunächst nicht aufklärbare Fehlschläge ein, die wohl darauf zurückzuführen waren, daß die Sulfosäuren mit den Eisenwandungen der Gefäße reagierten, Eisen in Lösung brachten und unwirksam wurden. Die Versuche werden fortgesetzt.

Neuerdings konnten auch mit alkalischen Zusätzen eine erhebliche Verbesserung der Filtrierwirkung erzielt werden: Frühere Versuche mit Hydroxyden hatten keine nennenswerte Verbesserung gebracht; verwendet man anstelle der Hydroxyden die schwächer alkalischen Carbonate, so ist ein deutlicher Effekt da, der z.B. bei gefällttem CaCO_3 schon bei 1% Zusatz eine ca. 6-fache Leistungssteigerung erbringt. Auch diese Zusätze sollen jetzt an technischen Filtern nachgeprüft werden.

Stand der Filterversuchsanlage:

Die Filterstation für den Großversuch ist im Aufbau. Z.Zt. wird das Saugzellenfilter von Scholven, das Dorrfilter, sowie 1 SteinfILTERkerze montiert; das Druckzellenfilter von Schüchtermann & Krämer-Baum ist noch nicht geliefert.

gez. Pfirrmann

66

Reine Versuche über Filtration von Indierückständen
und ihre Eigenschaften.

Die ersten vergleichenden Untersuchungen angestellt über Ab-
schlamm- und Schleuderrückstand aus der Reib- und Mischelab-
weise der Maschine 334 und dem Primärabstreifenabschlamm aus dem
10 Liter-Ofen 431. Dabei wurden Filtrationszeiten, Mengen des
Festes und Asphaltanteile des Öls bestimmt.

Die Vorrangfestigkeiten des Festen stiegen bei ähnlichen
Produkten eine Fünftel von 96-99 % Durchgang durch das Kolonne
sieb (10-400 Maschen = 10%). Daraus als normale Rückanalyse lässt
sich aber bei diesen Produkten keine Unterschiede erkennen.

Die Filtrationszeiten wurden mit der üblichen 100 g+ Probe
in einer Form bei 140 - 150° durchgeführt (Saug-
Filter).

Es wurde festgestellt, daß sowohl bei Verdünnung mit Abstreif-
er-Schweröl, als auch mit Abstreifer-Mittelöl bei gleichem Ver-
dünnungsgrad der Schleuderrückstand aus der Hydratierung trotz fast
doppelter Festgehalt gegenüber Abschläm gleiche Filtrationszeit
ergibt bei jeweils gleichartigen Verdünnungsmitteln. Der unverdün-
nte Primärabstreifenabschlamm gibt etwa gleiche Filtrationszeit,
wie wenn man Abschläm oder Schleuderrückstand aus der Hydratierung
mit 2 Teilen Abstreifer-Mittelöl verdünnt. Bei den filtrierten
Produkten (Mischungen) verhalten sich die Feste und Asphaltanteile
wie folgt:

| | Primärab- streifenabschlamm | Abschlamm + Mittelöl 1 : 2 | Schleuder- rückstand + Mittelöl 1:2 |
|-----------|--------------------------------|----------------------------------|---|
| Festes | 21,4 | 6,8 | 12,7 |
| a-Asphalt | 11,9 | 5,4 | 3,1 |

Ob die laboratorienmäßig festgestellten Filtrationszeiten halb-
technisch im Druck-Steinfilter bestätigt werden können, wird zur
Zeit noch geprüft.

Die Ergebnisse der Asphaltverfeinerung der Öle ergab, daß die dabei an den verschiedenen Produkten festgestellten Unterschiede nicht so groß sind, daß sie allein für die großen Verschiedenheiten zwischen der Filtrierfähigkeit von Primärbitumenaufschluß, Abschlam und Schläuderrückstand verantwortlich gemacht werden könnten. Hieraus würde folgen, daß ein Herausheben einzelner Asphaltkomponenten nicht allzu großen Effekt bringen würde, selbst wenn eine Neubildung der herausgenommenen Komponente im Öl-Asphaltgleichgewicht nicht stattfinden würde.

Weit mehr als die Asphaltverhältnisse scheint für die Filtrationszeit die Form des Festen und natürlich die Viskosität des Verdünnungsöles maßgebend zu sein. Da auch die Siebanalyse bis 40 μ keine Größenunterschiede ergab, könnten möglicherweise die Unterschiede der Filtrierfähigkeit der verschiedenen Festsorten dadurch zustande kommen, daß beim Festen aus der Hydrierung die Oberfläche des Teilchens schon asphaltartig ausgebildet ist. Hierdurch können ungünstigere Oberflächenverhältnisse auftreten, welche einerseits schlechtere Abtrennung des Festen von Öl wie auch Verpickung der Festeteilchen untereinander im Filterkuchen verursachen.

Esz. Rank
Lern.

Abschrift!

Verein für die bergbaulichen Interessen
G.-Nr. TA 41

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pien
Essen, den 17.2.1942.

(67)

Herrn
Dr. Urban
Hydrirwerk Scholven
Gelsenkirchen-Buer

Betr. Eignung des Hy-Peches zur Steinkohlenbrikettierung.

In einer Besprechung am 30.1.42. in unserem Dienstgebäude wurde die Eignung von Hydrirrückständen aus der Steinkohlehydrirung, wie sie vom Hydrirwerk Scholven zu verschiedenen Versuchen im hiesigen Bezirk zur Verfügung gestellt wurde, als Bindemittel bei der Brikettierung beurteilt.

Indem wir Ihnen für Ihr Interesse und Ihre Mitarbeit an einem Zustandekommen der Brikettierungsversuche mit Hy-Pech auch bei dieser Gelegenheit nochmals bestens danken, übersenden wir Ihnen in der Anlage Niederschrift dieser Besprechung.

Glückauf und Heil Hitler!

Die Geschäftsführung:

I. A.

Meyer

791

H i e d e r s c h r i f t

über die Besprechung betr. Verwendungsmöglichkeit von Hydrierpechen als Ersatzbindemittel bei der Steinkohlenbrikettierung am 3.2.1942, 15 Uhr, beim Bergbau-Verein, Essen, Bismarckstr. 43.

Anwesend waren die Herren:

Meyer (Vors.), Banse, Blecher, Demman, Dohse, Hoffmann (Stinnes), Busmann, Jenkner, Kuhn, Lingenbrinck, Buschmann, Urban, Stuchtey.

Herr M e y e r begrüsst die Anwesenden und weist darauf hin, dass auf den Zechen Alstaden, Königin Elisabeth und Amalie Versuche mit Hydrierpech durchgeführt worden sind, wobei sowohl Eiform- als auch Stückbriketts hergestellt wurden. Während auf Alstaden z.T. in einem Haasschen Kontaktrockner vorgetrocknete und nicht vorgewärmte, luftaufbereitete Kohle und in der Brikettfabrik Königin Elisabeth in Wärmeöfen vorgewärmtes Brikettiergut verarbeitet wurde, ist in der Brikettfabrik Amalie luftaufbereitete, thermisch nicht verbehandelte Kohle brikettiert worden.

Die zunehmende Einschränkung der für Brikettierzwecke zur Verfügung stehenden Pechmengen hat dazu geführt, dass bereits eine Auflage für die Umstellung von Brikettfabriken auf das Sulfitlaugungsverfahren erfolgt ist. Es ist daher möglich, dass zur weiteren Herabsetzung des Pechverbrauches auch eine derartige Auflage für die Verwendung von Hydrierpech erlassen wird. Herr Urban wird gebeten, Näheres über die Entwicklung der Hydrierpeche beim Hydrierwerk Scholven bekanntzugeben.

Herr U r b a n führt etwa aus, dass bei der Hydrierung Kohle mit Öl angerührt wird, wobei in der Sumpphase 90-95 % der Kohle in Öl und Gas umgesetzt werden, während Asche und Restkohle (Fusitanteile) nicht umgesetzt werden. Der Rückstand ist ein asphaltiger, ölhaltiger Abschlamm, der einen Erweichungspunkt von 30-40°C und einen Gehalt von etwa 20 % an Pyridinunlöslichem besitzt. Er wird zur Herstellung des Hy-Peches bei 350°C eingedickt, wobei ein Hydrierpech erhalten wird mit einem E.P. von 80-90°C und einem pyridinunlöslichen Feststoffgehalt von etwa 30 %. Dieser verhältnismässig hohe Erweichungspunkt ist erforderlich, um einen gewissen Anteil des Hydrier-Anreiböls aus dem Toppschlamm zwecks Ausgleiches des eigenen Ölhaushaltes wieder zurückzugewinnen. Die Erzielung

eines niedrigeren Erweichungspunktes hat neben einer geringeren Ölrückgewinnung den Nachteil, dass infolge der sehr geringen Temperaturleitfähigkeit grosse Abkühlrichtungen erforderlich sind, für die auf dem Hydrierwerk selbst kein Platz zur Verfügung steht. Die Herstellung von Granulat nach dem Rütgersverfahren mit direkter Wasserkühlung ergab einen Wassergehalt von etwa 5 % im Granulat, der zur Verstopfung der Siebe in den Pechmahlrichtungen der Brikettfabriken führt. Aus diesem Grunde wird z.Zt. versuchsweise das noch flüssige Gemisch über eine Kühlwalze (0,8m Ø, 1,0m Breite) mit indirekter Wasserkühlung geleitet, die jedoch nur eine Leistung von 0,5 t/h besitzt. Auf der Kühlwalze bildet sich ein Fell von 1mm Stärke, das durch Schälmesser abgenommen wird und bei der weiteren Abkühlung in kleine Blättchen zerbricht. Die Produktion des Hydrierpeches könnte gegebenenfalls bis zu einer Leistung von 50 000 jato mit einem E.P. von 80-90°C im Laufe des nächsten halben Jahres gesteigert werden. Jedoch fehlen noch die erforderlichen Abkühlrichtungen.

Herr M e y e r fragt, ob es nicht möglich sei, das zer kleinerte Hy-Pech bereits verwendungsfähig auf der Anlage feingemahlen und dann in Papiersäcken den Brikettfabriken zuzuleiten. Herr U r b a n entgegnet hierauf, dass Papiersäcke z.Z. nicht zur Verfügung stehen und der Transport des feingemahlten Hy-Peches in offenen Eisenbahnwagen zu grossen Verlusten führt, abgesehen davon, dass durch Sonnenbestrahlung ein Zusammenbacken eintreten kann. Anhand von Abkühlungskurven von Teer- und Hydrierpech zeigt Herr Urban die grossen Unterschiede in der Abkühlzeit der beiden Bindemittel. Es hat sich ergeben, dass Schlamm mit einem E.P. von 40°C, der auf 170°C erhitzt in Kesselwagen abgeschickt wurde, bei seiner Ankunft in Leipzig nach mehreren Tagen noch warm war.

Um die schwierige trockene Granulierung zu vermeiden, schlägt Herr S t u c h t e y vor, den Anlagen, die das Fohr-Kleinschmidt-Verfahren verwenden, das Hydrierpech in flüssigem Zustand zuzuleiten. Herr M e y e r gibt an, dass für diese Anlagen im Ruhrgebiet nur drei Fabriken mit einem Gesamtpechbedarf von etwa 32 000 jato und in Oberschlesien nur eine mit fast 20 000 jato in Frage kämen. Auch würde z.Z. geprüft, ob etwa 50 000 jato Benzinsäureharze, die noch nicht eingedickt werden können, für die vier Fohr-Kleinschmidt-Anlagen als Bindemittel verwendbar wären. Herr D e m m a n n erwidert darauf, dass vorläufig diese Säureharze,

die bei der Erdöl- und Benzinaufbereitung entstehen, noch nicht in den erforderlichen Mengen bereitgestellt werden können. In 1-2 Jahren werde aber die Herstellung im grossen so weit sein.

Auf eine Anfrage von Herrn H u s m a n n entgegnet Herr M e y e r , dass Stinnes bei der Hydrierung von Pech ausgeht, also Pech-(P-) und kein Kohle-(K-)Hydrierpech benutzt. Aus der weiteren Aussprache ergibt sich, dass bei Stinnes das P-Hy-Pech in Pfannen abgekühlt wird, jedoch sind mehrere Tage zur Abkühlung eines Beckens von 10 cm Höhe erforderlich. Zur Abkühlung von 150 t K-Hydrierpech sind bei dreitägigem Wechsel ca. 4500 qm Kühlfläche bei 10 cm Schichtstärke notwendig. Hierfür steht auf dem Hy-Werk Scholven kein Platz zur Verfügung.

Herr K u h n fragt nach Aschengehalt und E.P. des Hy-Peches sowie nach dem Ölbedarf zur Herstellung von Hydrierpech mit niedrigem Erweichungspunkt und ob die Möglichkeit bestehe, Ersatzöl zum Anreiben zu beschaffen. Herr M e y e r schlägt vor, etw. die bei der Verkokung der Hartpeche entstehenden Pechkoksöle hierfür einzusetzen. Herr U r b a n gibt an, dass 10 t Abschlamme 6 t Hy-Pech mit 80-90° E.P. ergeben, wobei 4 t Anreiböl zurückgewonnen werden. Das Hy-Pech enthält etwa 10 % Asche und 20 % Fusitkohle, also nur 70 % bindende Bestandteile. Daher ergibt sich ein etwa 25 % höherer Bindemittelverbrauch als bei der Teerpechbrikettierung.

Herr M e y e r weist darauf hin, dass bei der Herstellung des Schümmer-Peches auch die zur Streckung beigemischte sehr feine gasreiche Kohle keine chemische Verbindung mit dem Teerpech ergeben habe. Das Haftvermögen dieses S-Peches ist infolgedessen auch nicht gestiegen. Herr J e n k n e r ist der Ansicht, dass eine Herabsetzung des E.P. durch grösseren Ölgehalt im Hy-Pech die Bindefähigkeit nicht steigert, mit Sicherheit würden aber Mahlschwierigkeiten eintreten. Es lässt sich also Hy-Pech von 70 E.P. nicht mit Teerpech von 70 E.P. vergleichen. Auch schon beim Transport können Schwierigkeiten infolge Zusammenbackens der Pechstücke eintreten.

Herr H o f f m a n n gibt aufgrund eigener Untersuchungen an, dass mit dem Fallen des E.P. von 90 auf 70° C die Bindekraft des Hy-Peches ansteigt. Bei einem E.P. von 50° ist die Bindekraft gut, jedoch härten die Briketts im Sommer infolge des geringeren Unterschiedes zwischen E.P. und Aussentemperatur.

4

nicht genügend schnell. Die Mahlbarkeit ist bei dem spröden Teerpech besser. 2 % Wasser im Bindemittel reichen schon aus, die Siebe der Mühlen zuzusetzen. Hy-Pech von einem E.P. von 80°C ist mahlbar, ein höherer E.P. als 80°C erfordert aber gesteigerten Bindemittelverbrauch. Daher scheint ein niedrigerer E.P. zweckmässig, um den Hy-Pechverbrauch zu senken. Herr U r b a n sagt zu, Versuche über die Abhängigkeit des Bindemittelverbrauches vom E.P. durchzuführen. Den Preis für das Hy-Pech nennt er unter Vorbehalt mit 60 RM/t.

Herr M e y e r gibt an, dass Stinnes durch Verwendung der Pech-Hydrierrückstände der Ruhröl-Ges. bereits 10 000 tate Teerpech einspart. Herr M e n k e r weist darauf hin, dass infolge der inertten Bestandteile im Hy-Pech und des höheren Verbrauches auch bei einem Preis von 60 RM/t die Bindemittelkosten hierbei immer noch 50 % höher als bei Teerpechverwendung liegen.

Herr M e y e r betont, dass die Briketterzeugung auf alle Fälle gehalten werden soll; sie hat sich im Ruhrbezirk 1941 trotz niedrigerem Pechverbrauch noch steigern lassen. Jetzt scheinen aber die Möglichkeiten der Pech einsparung erschöpft. Herr K u h n fragt nach der Errechnungsgrundlage des Hy-Pech-Preises. Herr U r b a n gibt an, dass die 700 kg Öl und Asphalt in 1 t Hy-Pech nach dem Schwelverfahren mit 80 % = 560 kg Schwelöl für die Hydrierung z.Z. zurückgewonnen werden. Da bei Abgabe von Hy-Pech diese Mengen dem Hydrieröl verloren gehen und nicht durch Zukauf gedeckt werden können, müssen sie durch zusätzliche Kohlehydrierung bei 300 atm mit Kontakt- und Wasserstoffkosten neu erzeugt werden. Ausserdem kommen die Granulationkosten und Lizenzgebühren an die I.G. hinzu. Herr D e m a n n betont nochmals die Frage der Wirtschaftlichkeit, die durch die Verteuerung des Bindemittels herabgesetzt wird. Wenn bei der Brikettierung kein Gewinn mehr vorhanden ist, scheint es besser, die Feinkohle zu verkaufen oder in Koks überzuführen. Wenn Briketts hergestellt werden sollen, müssen die Mehrkosten durch Subvention oder von den Verbrauchern getragen werden, die jetzt als Nutzniesser der Einsparung die Mehrkosten für Ersatzbindemittel verursachen.

Herr M e y e r betont, dass dieser Standpunkt bei den Reichsstellen bereits vertreten, aber nicht anerkannt wurde. Der Bergbau-Verein bemüht sich jedoch weiter in dieser Angelegenheit. Es ergibt sich die Frage, ob das Hy-Pech in deutschen oder französischen Brikettfabriken verbraucht werden soll. Es scheint technisch vorteilhafter, es in Deutschland zu verwenden, da in Frank-

reich etwa 130 Kleinstbetriebe beraten werden müssen. Andererseits ist es nicht zumutbar, gutes Teerpech an die ausländischen Briкетtfabriken abzugeben.

Herr H o f f m a n n weist darauf hin, dass das Hy-Pech noch einen hohen E.P. mit starken Schwankungen (5%) besitzt, die für den Betrieb nicht tragbar sind. Es ist noch viel Versuchsarbeit zu leisten, die besser in Deutschland durchgeführt wird. Auch Herr K u h n ist der Ansicht, dass die Versuche auf Königin Elisabeth noch zu grob waren. Er schlägt vor, sie zu wiederholen, zu verfeinern und über längere Zeit durchzuführen. Herr U r b a n gibt an, dass die bisherige Herstellung des Hy-Peches im kleinen die Einhaltung eines konstanten E.P. nicht ermöglichte. Auch die Bestimmungsmethode des E.P. ist wegen der Ballaststoffe im Hy-Pech noch ungenau. Herr H o f f m a n n weist darauf hin, dass die Bestimmungen des E.P. bis 80°C gut, jedoch bei höheren Temperaturen ungenau sind.

Herr M e y e r gibt an, dass die bisherigen Versuche zunächst nur durchgeführt wurden, um überhaupt die Verwendbarkeit des Hy-Peches zu prüfen, was sich bestätigt habe. Bei längeren Versuchen wird zweifellos noch ein sparsamerer Verbrauch zu erzielen sein. Hy-Pech ist z.Z. also ebenso ernst zu nehmen wie Sulfitlauge.

Herr S t r a c h t e y schildert den Verlauf der Versuche auf Amalie. Danach ist Hy-Pech bei Anlagen ohne Vorwärmung der Kohle weniger geeignet als Teerpech. Der E.P. des gelieferten Hy-Peches schwankte um etwa 8°C, der Bestandteile an Inerten betrug 50%. Da die Verwendung von Hy-Pech unwirtschaftlich ist, schlägt er vor, es lieber nach Frankreich abzugeben. Herr L i n g e n b r i n c k berichtet anschliessend über Einzelheiten der Versuche auf Amalie. Statt bisher 6 % wurden bei der Hy-Pechverwendung 8 %, also 33 % mehr Bindemittel, verbraucht. Bei Verpressung vorgewärmter Kohle kann wahrscheinlich mit einem geringeren Verbrauch gerechnet werden. Infolge des schwankenden E.P. waren die Eiformbriquetts schlecht und zeigten viel zu hohem Hy-Pechbedarf. Die Stückbriquetts hatten bei einem um 2-3 % höheren Bindemittelgehalt, als es bei Teerpech erforderlich war, ebenfalls geringere Festigkeit. Die Trommelfestigkeit betrug bei Teerpechbriquetts mit 6 % Pechgehalt 48-50 % gegenüber 44,39 und 20 % bei 8 % Hydrierpechgehalt. Die Ursache hierfür liegt in der schlechteren Mahlbarkeit des Hy-Peches und

dem zu geringen Unterschied zwischen E.P. und K. Briketterzeugung.
Es wäre erforderlich, durch Versuchsreihen über mehrere Wochen
noch genauere Erfahrungen zu sammeln. Die Lieferung der Briketts
erfolgte an Krupp'sche Gruben. Reklamationen sind nicht erfolgt.
Herr K u h n gibt an, dass die Hy-Pechbriketts vom Versuch auf
Königin Elisabeth von der Eisenbahn abgenommen seien; bisher sind
nicht reklamiert. Herr M e y e r weist darauf hin, dass die zu-
nehmende Teerpechverknappung gesteigertes Interesse für die Hy-
drierpechverwendung erfordert und fragt, ob und wann nochmals grö-
ßere Mengen für Versuche zur Verfügung gestellt werden können.
Herr K u h n gibt als täglichen Bedarf für Königin Elisabeth
25 t an. Herr U r b a n sagt eine Hy-Pecherzeugung zu, die etwa
ab März 1942 14-1500 t im Monat, ab Juli 3000 t und ab September
6000 t im Monat erreichen könnte. In etwa 14 Tagen könnten etwa
100 t mit einem E.P. von 75-80°C an die Brikettfabrik Königin
Elisabeth geliefert werden. Herr R u s c h m a n n weist darauf
hin, dass bei 70°C die Mahlbarkheit des Hy-Peches bereits wesent-
lich schwieriger wird.

Herr L i n g e n b r i n c k schlägt vor, Toppabschlamm
mit Teerpech im Verhältnis 1:1 bei den Pechwerken einzuschmel-
zen. Herr H o f f m a n n berichtet über derartige Versuche auf
dem Hy-Werk und auf Alstaden, wo mit gemischtem Teerpech und Topp-
abschlamm von 100° E.P., die auf dem Hy-Werk vermischert eingeschmol-
zen wurden. Brikettierungsversuche durchgeführt wurden. Der Ver-
brauch betrug 6,6 % statt vorher 6 % Teerpech. Jedoch erforderte
das Einschmelzen zusätzlichen Arbeitsaufwand. Herr J e n k n e z
schlägt vor, auf der stillliegenden Teerdestillation Ewald derarti-
ge Gemischpeche herzustellen. Herr M e y e r sagt zu, diese Fra-
ge zu prüfen.

Abschliessend stellt er fest, dass für die Hydrierpechver-
wendung grundsätzliches Interesse vorhanden ist, dass jedoch noch
längere Versuche zur Prüfung der Eignung und des Verbrauchs durch-
geführt werden müssen. Nach den bisherigen Versuchen scheinen die
Anlagen mit Wärmeöfen und Trockentrommeln für Stückbrikettfabriken
für Hy-Pech besonders geeignet zu sein.

Schluss der Sitzung: 17 Uhr.

B. E. S. H. S. 211

Druckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Ploß
25. Januar 1943

64

Versuchsbericht.

Verarbeitung von Steinkohle + Schmelteer
auf Brikettiermittel und asphaltfreies Öl.

240636

798

G. v. Hartmann
 H. Hupfer
 P. Leonhardt

Herstellung von Brikettiermittel und asphaltfreiem Öl
durch gemeinsame Verarbeitung von Steinkohle und Schmelzteeer.

Zusammenfassung.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Die Versuche wurden ausgeführt von gez. Hupfer
gez. Leonhardt

Dr. v. Hartmann

gemeinsam mit

Dr. Hupfer

Dr. v. Müffling

• Kohlevorbereitung:

Dr. Gieg/Dr. Rank

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann

Dr. Bähr

Dr. Meier

Dr. Wittmann

Dr. Lemme

Dr. Pfirrmann

800

/kohlschwelsteer-Sumpfbenzin

Versuchsergebnisse

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

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

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

Versuchsgruppe 1

Verschiedene Teere (P 1496)

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

| Bilanz-Nr. | 1a | 1b | 1c |
|-----------------------------------|--------------|-------------------|----------------|
| Teer Art | Lurgi | Koller Gas | Koppers |
| Benzolfestes | 12,8 | 11,8 | 0,5 |
| Tetralin-Kresol-Festes | 5,0 | 3,5 | - |
| im Öl -325° | 17,6 | 16,7 | 27,5 |
| s-Asphalt | 18,0 | 10,5 | 9,4 |
| Bedingungen: Temperatur | 466 | 473 | 480 |
| Reinkohledurchsatz | 0,69 | 0,68 | 0,71 |
| Kohle:Abschlammrückführung | 1:0,3 | 1:0,5 | 1:0,5 |
| Gas cbm/kg R.K. | 0,9 | 0,9 | 3,6 |
| Abbau des Festen | 70,5 | 79,2 | 80,8 |
| Asphalt a. R.K. im Ausgang | 29,9 | 26,2 | 17,4 |
| Prakt. Ölgehalt a. Gesamtausbeute | 21,6 | 31,3 | 55,7 |
| Schweröl im Ölgehalt | 11,0 | 36,0 | 33,9 |
| Vergasung a. Ausb. + Vergasung | 4,6 | 4,1 | 3,4 |
| | | 801 | |

Versuch 1a.

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

Versuch 1b.

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

Versuch 1c.

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

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

Versuchsgruppe 2.

P 1504 Original

Eine größere Versuchsreihe wurde mit Schlesag-Gesamtteer (Lurgi-Spülgas) aus Carsten-Zentrum-Kohle ausgeführt. Dieser Teer unterschied sich von dem in Versuch 1a verwendeten Lurgi-Teer durch seinen hohen Gehalt an leichten Anteilen (35,5 % - 325°) und seinen niedrigen Gehalt an Festem (2,4 %) und an Asphalt (12,7 %). Die Anreibung Kohle:Teer wurde bei 45:55 belassen, ebenso die Abschlammrückführung 1:0,5 und die hohe Gasmenge (3 cbm je kg Kohle). Auch wurden die hohen Temperaturen eingestellt, wie sie sich in den bisherigen Versuchen als zur Ölbildung notwendig herausgestellt hatten. Die wichtigsten Zahlen sind nachstehend aufgeführt, ebenso zum Vergleich diejenigen, die in Ka 804¹⁾ in der Zeit vom 27.-29.6.1942 erhalten wurden. In diesem Großapparatversuch war mit Anreibung Kohle:Teer 40:60, ohne Abschlammrückführung und mit 2,5 cbm Gas/kg R.K. bei 700 atm gefahren worden.

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

Versuch 2a-b.

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

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

1) Zusammenstellung 20533i Rank v. 15.8.42

Versuch 2c-d.

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

Versuch 2e-f.

Um den Ölgehalt zu steigern, wurden der Kohle 1,5 % ungeschwefelte Bayernmasse und dem Teer 1,5 % alkalisierten Gruds-Eisenkontakt zugesetzt. Der Durchsatz wurde mit 0,7 ebenso hoch eingestellt wie bei den Versuchen 2a-b, die Temperatur lag um 2° niedriger. Diese relativ geringe Temperaturveränderung führte trotz der Kontakzugabe zur Absinken des Ölanteils der Ausbeute von 50,7 auf 52,4 %. Demgegenüber fallen die chemisch-erkennbaren Auswirkungen der Kontakte, nämlich eine geringe Verbesserung des Fests- und Asphaltabbaus, nicht ins Gewicht. Die bessere Vergasung ist vielleicht mehr der Temperaturänderung zuzuschreiben. Ein deutlicher Kontakteffekt zeigte sich dagegen in der Senkung des Stockpunktes bei dem Poppel über 200° auf Abschlam von +7° auf rd. -5°. Das spezifische Gewicht und die Viskosität blieben unverändert. Da somit der Ölgehalt als Heizöl nicht verwendet werden kann, ist die Zugabe der Eisenkontakte bei dieser Fahrweise nicht lohnend.

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

Versuchsgruppe 3

P 1376

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

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

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

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

+) (mit Gesamtteer)

++) ... Zusammenstellung 20544i, Hu vom 2.6.42 (P 1376 auf Schweröl) Heizöluntersuchung

Versuchsgruppe 4

P 1504 getoppt

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

| Versuch Nr. | 4a | 4b | 4c | 4d |
|--------------------------------|------|------|-------|--------|
| Kohle:Teer | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:0,75 |
| Kohle:Rückführabschlamm | 1:1 | 1:1 | 1:1 | 1:1 |
| Kohle:Schwerölrückführung | 0 | 0 | 0 | 1:0,25 |
| Bayermasse a.T.K. | 0 | 0 | 1,5 | 1,5 |
| Temperatur | 477 | 478 | 478 | 478 |
| Kohledurchsatz | 0,60 | 0,69 | 0,67 | 0,68 |
| Festeabbau | 34,3 | 35,2 | 35,6 | 39,2 |
| Asphalt a.R.K. | 18,8 | 15,1 | 13,7 | 14,0 |
| Ausbeute a. Kohle + Teer | 39,2 | 33,8 | 37,3 | 35,8 |
| davon Öl | 40,0 | 41,2 | 50,0 | 47,4 |
| Schweröl im Ölgewinn | 29,0 | 20,5 | 27,7 | -7,5 |
| Ölgewinn auf Teer | 30,3 | 32,1 | 100,0 | 100,7 |
| Vergasung auf Ausbeute + Verg. | 8,3 | 7,7 | 7,8 | 8,9 |

Versuch 4a und b.

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

Versuch 4c.

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

Versuch 4d.

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

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

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

- 8,3 % Asche (es wurde Kohle mit Aschegehalten von 5 - 6,5 % verwendet)
- 12,4 % nicht abgebaute Kohle (Tetralin-Kresol-Festes minus Asche)
- 6,7 % hochmolekulare Asphalte (Benzolfestes minus Tetralin-Kresol-Festes)
- 21,7 % s-Asphalt
- 49,0 % asphaltfreies Schweröl.

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

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

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

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

Versuchsordnung.

Normaler 10-Ltr-Ofen

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

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

Übergang zwischen Ofen und Abscheider ohne Isolation

Luftkühlung am Übergang und am Abscheider

Abscheider elektrisch beheizt.

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

- 11 -

Versuchsverlauf.

1. Versuch mit P 1496

Ofen 451

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

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

Ab 22 mV mit Kohlebrei:

K 1242 vom 28.4.41 geschrotet, getränkt mit 1,2 %
1181 (Fe SO₄ · 7 aq), getrocknet und gemahlen
+ P 1496 Sendung I Kohle:Teer 45:55

Eine solche Mischung war nach der Beurteilung von Anreibeproben pumpbar.

+ Rückführabschlamm 1:0,3

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

Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 23,5 mV¹⁾,
Ofen konstant 23,5 mV, Abscheider 7,5 mV

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

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

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

24.10. Abscheiderausgang zu. Verstopfung durch Wasserspülung beseitigt.

Die Verstopfung trat nun in der Produktabzapfventilgruppe auf.

Offenbar hatte sich auch organischer Dreck an der Verstopfung beteiligt.

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

Druck wieder vor auf 600 atm, hochgefahren.

Mit Kohlebrei wie bisher.

Ofentemperatur vor auf 24,5 mV.

Die Ölausbeute war zu gering.

809

1) Klemmentemperatur 40°

- 25.10. 2 x Ausfall der K B P 1, da die Saugleitung zugin.
Wasserspülung in die Ausgangsleitung des Abscheiders
erhöht auf 200 g/Std. mit M P 4
Zur Vermeidung der Ammonkarbonatansätze.
- 26.10. Beheizung der Kohlebreigeße und der K B P ungeschlossen
auf Mitteldruckdampf.
Um das Verstopfen der Breileitung zu verhindern
(s. 25.10.) Ausfall bei der K B P, da die Saugleitung
sich wieder verstopfte. Leitung freigemacht.
- 27.10. Druckleitung zwischen K B P und Teereingang ging zu.
Der Rührer des Annalschgefäßes blieb stehen, da der
Brei zu dick wurde.
Der Teer polymerisierte bei längerem Erhitzen so stark,
daß er beim Abkühlen fest und glashart wurde.
Ofendruck auf 230 atm und Temperatur auf 15 mV zurück-
genommen. Ofen und Schlange mit Hilfe der H P mit
P 1496 gespült. Trotz Vorfahren der K B P auf 900 atm
gelang es nicht, die Druckleitung freizudrücken. Daher
wurden der Ofen leergeschlammt, die Druckleitung gelöst
und ihre einzelnen Teile durch Erhitzen und Durch-
blasen frei gemacht. Die Verstopfung begann am
Element-T-Stück und erstreckte sich auf eine Länge
von 1 m.
Auch die Druckleitung und die Ansauggefäße wurden nun
mit Mitteldruckdampf beheizt.
Nach Zusammenbau wieder angefahren.
Mit Kohlebrei ab 22,5 mV; das Anreibeverhältnis wurde
auf 40:60 geändert, um einen weniger zähen Brei zu
erhalten.
- 28.10. Mehrfach Ausfälle der K B P infolge Verstopfung der Saug-
leitungen. Dabei zeitweise mit Öl gefahren.
Anreibung wieder vor auf 45:55. Mit Abschlammrückführung
1:0,3.
Die Anreibung 40:60 hatte sich nicht bewährt.
- 29.10. Ausfall des Mitteldruckdampfes. Daher zeitweilig um-
gestellt auf Öl und die Temperatur zurückgenommen
auf 22,5 mV. Nach Anlegen eines Anschlusses mit Drossel
an das Hochdruckdampfnetz wieder mit Kohlebrei
wie zuvor.
- 31.10. ab Bilanz la
Anschließend Ofentemperatur vor auf 25,0 mV konstant.
Der Ölgewinn sollte gesteigert werden.

- 1.11. Ofen kurzzeitig hoch auf 27 mV infolge einer Pumpenstörung.
Eine Schädigung war nicht anzunehmen.
Abschlammrückführung vor auf 1:0,5
Der Ofen war trotz niedrig gefahrenen Vorheizers
sehr temperaturempfindlich gewesen.
Mit P 1496 Sendung II (Übergangsteer Lurgi Spülgas aus
T.S.R.- und Anko-Kissenbriketts)
- 2.11. Mit P 1496 Sendung III (Köllergasteer aus Anko-Bierbriketts)
- 3.11. ab Bilanz lb
Während der Bilanzzeit wie täglich Pumpenausfälle
Anschließend mit P 1496 Sendung IV (Koppersteer aus Anko-
Kissenbriketts)
Standstörung am Abscheider aus unbekanntem Grund, durch
Spülen behoben.
- 4.11. 300 atm Überdruck an M P 2 (Ofen unten), mit HP durch-
gerissen.
Möglicherweise neigte der Kohlebrei in dem dünneren
Teer zum Absitzen.
- 5.11. Beheizung der KEP umgestellt auf Niederdruckdampf.
Der Kohlebrei wurde mit der neuen Feersendung sehr
dünn. Es sollte die Bildung von Gasblasen in der Pumpe
vermieden werden.
Gasmenge vor auf 3,0 cbm/kg Kohle.
Die Ölansbeute war noch zu gering.
- 7.11. Ofentemperatur vor auf 25,2 mV
um mehr Öl zu erhalten.
- 8.11. ab Bilanz lc
Zur Vornahme eines dringenden Vorversuches für K₂SO₄
wurde umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 3 x abge-
schlamm, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

| Analyse | % Festes | % Asche i.F. | % s-Asphalt i.Öl |
|-----------------|----------|--------------|------------------|
| Ofenabschlamm I | 22,6 | 64,3 | 6,8 |
| Kaltfahröl | 4,6 | 13,0 | 11,1 |

Die Schlange wurde zu 1000 ccm gegen 905 ccm beim Einbau
gelitert. Sie war also sauber, und die erste Literung war
falsch gewesen.

Der Ofen wurde zu 7,9 Ltr gegen 8,5 Ltr beim Einbau ge-
litert. Vermutlich hatte der dünne Kohlebrei etwas zum
Absitzen geneigt.

2. Versuche mit P 1504 Orig.

Ofen 455

- 20.12.41 Ofen angeheizt unter 600 atm, 3000 Ltr Nullgas über Dach
/Karsten-Zentrum Ab 12 mV mit Einlauf: P 1504 (Schwelteer aus der schlesi-
schen Kohle/~~1242xx~~ Original
vom 4.11.41 (aus KW 515 643), Durchsatz 5 kg/Std.
Der Versuch sollte nun mit dem richtigen Schwelteer,
wie er in Schlesien anfallen wird, wiederholt werden.
- 21.12. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei:
K 1242 vom 28.4.41, getränkt mit 1,2 % 1181 (Fe SO₄ . 7 ac
getrocknet und gemahlen + P 1504 45:55 + Abschlam-
rückführung 1:0,5
Kohledurchsatz 6,0 kg/Std.; Gasmenge 3,0 cbm/kg Kohle
Es waren folgende Temperaturen vorgeschrieben: Schlange
max. 23,5 mV, Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider
konstant 10,0 mV
E₃ und E₁ von Ofen hoch auf 30 - 31 mV durch Versehen der
Bedienung.
Umgestellt auf P 1504 und kaltgefahren.
Es mußte eine Verkokung in der Mitte des Ofens
befürchtet werden.
- 22.12. Ofen 3 x leereschlammt, ging gut. Den Abschlammmengen
nach war der Ofen weitgehend sauber. Der aus Sicher-
heitsgründen trotzdem vorgenommene Ausbau zeigte
koksartige Ablagerungen am mittleren Teil des Rührers
in Menge von 110 g (91,6 % F, 25,3 % Asche i.F.,
68,26 % C, 4,35 g H/100 C).
Der Ofen erwies sich beim Ausleuchten im übrigen als
sauber.
- 23.12. Nach Wiedereinbau des Rührers angefahren wie am 20. und
21.12.
- 24.12. Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor.
- 31.12. ab Bilanz 2a
- 4.1.42 ab Bilanz 2b
Anschließend Kohledurchsatz vor auf 8,0 kg/Std.
Es wurde erhofft, die Leistung ohne zu weitgehendes
Absinken der Spaltung erhöhen zu können.
- 7.1. Ausfall beider KBP infolge einer Verstopfung der Ansaug-
leitung. Dadurch ging der Ofen hoch auf 29 mV. Es wur-
auf 31 (P 1504) umgestellt. Nach 5 Std. wieder unge-
stellt auf Kohlebrei.

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

8.1.
ab

Bilanz 2c

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

Die obere Grenze des Durchsatzes sollte ermittelt werden.

10.1.

Kohledurchsatz wieder zurück auf 8,0 kg/Std.

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

12.1.
ab

Bilanz 2d

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

13.1.

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

Es wurde eine Steigerung des Ölgewinns ohne zusätzliche Vergasung angestrebt.

15.1.

Umgestellt auf Öl wegen Reparatur der Schalttafel.

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

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

16.1.

Nach Beendigung der Reparatur wieder angefahren.

17.1.

Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.

Der Ofen wurde an der druckfesten Hülse undicht und brannte. Alles ausgeschaltet, ungeschlossen auf N₂. Die Schlange hatte beim Versuch, sie durchzublasen, nur wenig Durchgang.

18.1.

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

Ofen 451

- 28.1. Zur Weiterführung des bisherigen Versuches angefahren wie bisher.
- 29.1. Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie bisher.
Kohledurchsatz 8,0 kg/Std.
Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider verstärkt von normal 50 g/Schicht auf 200 g/Std.
Durch das Kaltfahren des Abscheiders verstärkten sich die Ammonsalzablagerungen in der Ausgangsleitung (s. 23. und 24.10.41)
- 3.2. ab Bilanz 2e
Anschließend Kohledurchsatz zurück auf 6,0 kg/Std.
Der Anfall an Destillationsrückstand überstieg den Kohleeeingang.
- 4.2. Ofen 2 x hoch auf 27 - 27,5 mV
Da es gelang, den Ofen jedesmal rasch herunterzukühlen, wurde angenommen, daß er nicht geschädigt war. Da die Untersuchung ergab, daß die Ofenheizkreise richtig angeschlossen waren, war ein besonderer Grund für die Störungen zunächst nicht zu sehen. Später stellte heraus, daß die Temperaturmessung des Vorheizerelementes S₄ nicht zuverlässig war.
- 5.2. Ofen (E₄) wieder 2 x hoch auf 27,5 mV
S₃ der Breischlange max. 22,5 mV
Die Temperaturmessung von S₄ erschien nicht richtig. Durch Niedrigfahren der Vorheizung sollte die Lage des Ofens stabilisiert werden.
- 6.2. ab Bilanz 2f
Anschließend Kohledurchsatz vor auf 8,0 kg/Std.
Es sollte noch einen Tag weitergefahren werden, um Abschläm für das Anfahren des nächsten Versuches zu erhalten.
- 7.2. Umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 4 x abgeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber. Dies war auch deshalb zu vermuten, weil die Temperatur beim Hochgehen 27,5 mV nie überschritten hatte.
Die Schlange wurde ausgebaut und zu 1100 ccm gelitert. Da sie somit nur 6 % ihres Anfangsvolumens eingebüßt hatte, wurde sie wieder eingebaut. Das Element S₄ hatte zu weit vom Ausgang entfernt gesessen; durch die infolgedessen zu niedrige Temperaturanzeige veranlaßt war der Vorheizger anfänglich zu hoch gefahren worden; dies hatte zu der Instabilität des Ofens geführt.

3. Versuch mit P 1376.

Ofen 451

- 10.2. Angeheizt, unter 600 atm, 8000 ltr Nullgas über Dach
Ab 10 mV mit Einlauf: P 1504
Der Schmelzsteer war als Startöl zu dick.
- 11.2. Bei 22,5 mV umgestellt auf Kohlebrei.
K 1242 vom 28.4.41, getränkt mit 1,2 % 1181, getrocknet
und gemahlen
+ P 1376 vom 17.10.40 1:1
+ Abschlam, zunächst vom vorigen Versuch, 1:1
Die hohe Abschlamrückführung diente dazu, den Brei
besser pumpear zu machen.
Kohledurchsatz 6,0 kg/Std. Gasmenge 3,0 cbm/kg
Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 23,5 mV,
Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider konstant 10 mV
- 12.2. Überdruck an M P 2 (Ofen unten) bis zu 400 atm. Spülung
deshalb umgestellt auf Abstreiferschweröl.
Das bisher in den Ofen eingedrückte P 1376 war zu
dick für die engen Leitungen.
Mit eigener Abschlamrückführung.
- 13.2. Vorübergehend Druckabfall auf 500 atm infolge einer
Kompressorstörung.
- 14.2. Bilanz 3a
ab
Höchsttemperatur der Schlange zurück auf max. 22,5 mV,
Luftbadboden-, Bad- und Mantel-Elemente zurück von
max. 26 auf max. 24 mV.
Diese Vorschriften bedeuteten keine Änderung der
Fahrweise, sondern nur eine Vorsichtsmaßnahme, die
nötig erschien, weil P 1376 in früheren Versuchen
in der Vorheizung empfindlich zu sein schien, und
weil auch hier die Temperaturdifferenz $S_4/M 1$ sehr
hohe Werte annahm.
- 15.2. Ofen hoch auf 28,5 mV.
Vermutlich wurde er nicht geschädigt.
Stromausfall, solange mit H P Schweröl in den Teereingang
gedrückt. Der Nullgasdruck fiel zeitweise bis auf
180 atm. Nach Beendigung der Störung wieder umgestellt
auf Kohlebrei.
- 16.2. Ofen hoch auf 27,5 mV
Auch vorher hatte die Temperatur unruhig gelegen.

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

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

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

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

ab Bilanz 3b

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

Umgestellt auf Öl (P 1504) und Kaltgefahren.

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

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

| Analysen | % Festes | % Asche i.F. | % s-Asphalt |
|-----------------|----------|--------------|-------------|
| Ofenabschlamm I | 5,21) | 60,4 | 12,2 |
| Kaltfahröl | 1,7 | 0,5 i.G. | 28,7 |

1) mit Benzol und Alkohol 80:20.

Die hohe Temperaturdifferenz S₄/M 1 war möglicherweise dadurch entstanden, dass das Element M 1 nicht bis zum Anschlag eingeschraubt war.

4. Versuch mit P 1504 getoppt.

Ofen 455

30.4.42 Angeheizt, unter 600 atm, 8000 ltr Nullgas über Dach
Ab 10 mV mit Einlauf P 1504 Orig.

Um den getoppten Teer zu sparen.

1.5. Abscheider am Ausgangsstutzen undicht.

Schuld war, wie die Untersuchung ergab, ein Schweißfehler.

Kaltgefahren und Abscheider ausgewechselt.

- 2.5. Erneut angefahren.
Stromausfall infolge einer Störung in Oppau. Da außerdem die Nullgaszufuhr ausfiel, wurde umgeschlossenen auf N_2 und leergeschlammt.
Nach Beendigung der Störung wieder angefahren.
- 3.5. Ab 22 mV mit Kohlebrei:
Kohle und aufgetränkter Kat. 1181 wie zuvor
+ P 1504 getopp. - 325° 1:1
+ Abschlammrückführung 1:1
Kohledurchsatz 6,0 kg/Std., Gasmenge wie bisher.
Vorgeschriebene Temperatur: Schlange max. 22,5 mV, Ofen konstant 25,2 mV, Abscheider 10 mV
Die Bedingungen sind also die gleichen wie bei dem Versuch Nr. 1376.
- 4.5. Ofen hoch auf 29 mV infolge Pumpenstörung
- 5.5. Ausfall der beiden KBP, durch Spülen behoben.
- ab Bilanz 4a
- 6.5. Abscheiderstandschauflas wurde dunkel, mit Kresolspülung gereinigt
- 7.5. Kresolspülung (s. 6.5.) wiederholt.
- 8.5. ab Bilanz 4b
Anschließend mit 1,5 % Kat 6531 (geschwefelte Bayermasse) 50%ig kolloidal in Schweröl über 325° aus Ofen 455 zum Brei.
Der Ölgehalt sollte gesteigert werden.
- 10.5. Überkotzen des Ofens, da das Abscheiderstandschauflas dunkel war. Auch durch Spülen mit Kresol war keine entscheidende Besserung mehr zu erzielen. Infolge dadurch unregelmäßigen Abschlammens ging der Ofen kurzzeitig hoch auf 27,5 mV.
Es konnte angenommen werden, daß er nicht geschädigt sei.
- 13.5. Beim Durchreißen einer Verstopfung des Produktabzapfventils zerbrachen beide Tauchgläser. Deshalb wurden 17,15 die Produkt- und Abschlammanalysen abgehängt und die Tauchgläser repariert.
13-13⁴⁵ ins Freie entschlammt wegen Auswechslung des undicht gewordenen Abschlammentils 4.

ab1 Bilanz 4c

19⁰⁰ Ofen hoch auf 27 mV, da der Stand schlecht zu erkennen war.

Umgestellt auf neue Anmischung: Anreibung 1:1, Anreibeöl = Feer + Destillatschweröl über 325° 6:1 + Abschlammrückführung 7:6: Kohledurchsatz vor auf 7,0 kg/Std.

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

14.5. Umgestellt auf P 1214 gel. und kaltgefahren

Mit dem völlig undurchsichtigen Standschauglas konnte nicht mehr weitergefahren werden.

Beim Kaltfahren hatte der Ofenrührer Widerstand und kratzte.

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

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

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

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

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

- 15.5. Nach Auswechslung des Standschauglases wurde wieder angefahren.
Zweifelloos neigte der Schwelteer dazu, das Schauglas zu verschmieren. Außerdem aber hatte die aus synthetischem Material angefertigte Bürste versagt.
- 16.5. Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.
Umgestellt auf neue Mischung: Kohle:Anreibeöl:Abschlamm 1:1:1
Anreibeöl = Teer + Schweröl 75:25
Kohledurchsatz zurück auf 6,0 kg
Mit 7,0 kg Durchsatz wäre zuviel Destillationsrückstand angefallen.
- 20.5. ab Bilanz 4d
Anschließend zur Beendigung des Versuches umgestellt auf Schwelöl aus Kaltfahrabschlamm von Ofen 455 und kaltgefahren.
- 21.5. 3 x leergeschlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.

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

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

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

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

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

Tabellen-Verzeichnis

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

Tabelle 1a

Bilanzen, Versuchsbedingungen

| Bilanz Nr. | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 3a | 3b | 4a | 4b | 4c | 4d | | | |
|------------------------|--|-------|-------|--|-------|-------|-------------------------|-------|-------|------------------------------------|-------|-------|------------------------------------|-------|-------|------------------------------------|--|--|
| Ofen | 451 | 451 | 451 | 455 | 455 | 455 | 455 | 451 | 451 | 451 | 451 | 455 | 455 | 455 | 455 | | | |
| Tag 1941/42 | 31.10. | 3.11. | 3.11. | 31.12. | 4.1. | 8.1. | 12.1. | 3.2. | 6.2. | 14.2. | 17.2. | 5.5. | 8.5. | 13.5. | 20.5. | | | |
| Druck | 600 a t m | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Kohle Nr. | K 1242 vom 28.4.41 | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Loche i. F. K. | 5,2 | 5,1 | 5,1 | 6,7 | 4,9 | 5,9 | 5,0 | 6,5 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 6,4 | 5,4 | 5,6 | 5,4 | | | |
| Vorbehandlung | geschrotet, getränkt, getrocknet und gemahlen | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Kontakte aufgetränkt % | 1,2 % (181 l) | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Teil. z. Brei | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| a. T.K. | 0 | | | 0 | | | 1,5% 6512 ²⁾ | | | 0 | | | 0 | | | 1,5% 6531 ⁵⁾ | | |
| a. Teer | 0 | | | 0 | | | 1,5% 7685 ³⁾ | | | 0 | | | 0 | | | 0 | | |
| Anreibung Kohle:Teer | 45:55 | | | 45:55 | | | 1:1 | | | 1:1 | | | 1:1 | | | 1:1 | | |
| Art des Teeres | P 1496 | | | P 1504 ⁷⁾ Original | | | P 137b ⁸⁾ | | | P 1504 getoppt - 325 ^{c)} | | | P 1504 getoppt - 325 ^{c)} | | | P 1504 getoppt - 325 ^{c)} | | |
| Rückführung | Sendung | | | I ⁴⁾ III ⁵⁾ IV ⁶⁾ | | | | | | | | | | | | | | |
| Kohle:Schweröl | 0 | | | 0 | | | 0 | | | 0 | | | 0 | | | 0 | | |
| Kohle:Abschlamm | 1:0,3 | | | 1:0,5 | | | 1:0,5 | | | 1:1 | | | 1:1 | | | 1:1 | | |
| Feuertemperaturen | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Schlange °C | 404 | 432 | 440 | 442 | 444 | 446 | 442 | 437 | 428 | 418 | 416 | 426 | 423 | 432 | 432 | | | |
| Ofen °C | 466 | 473 | 480 | 480 | 478 | 478 | 480 | 478 | 476 | 478 | 478 | 477 | 478 | 478 | 478 | | | |
| Abscheider °C | 176 | 202 | 202 | 244 | 244 | 266 | 275 | 218 | 218 | 236 | 218 | 253 | 258 | 244 | 244 | | | |
| Durchs. kg RK/Ltr/h | 0,692 | 0,680 | 0,713 | 0,699 | 0,718 | 1,018 | 1,008 | 0,919 | 0,693 | 0,692 | 0,683 | 0,609 | 0,694 | 0,671 | 0,680 | | | |
| " kg Teer/Ltr/h | 0,905 | 0,890 | 0,940 | 0,938 | 0,910 | 1,279 | 1,243 | 1,220 | 0,930 | 0,748 | 0,736 | 0,661 | 0,747 | 0,727 | 0,553 | | | |
| Gas cbm/kg RK | 0,885 | 0,863 | 3,59 | 4,11 | 4,36 | 3,98 | 3,92 | 3,25 | 4,37 | 4,40 | 4,12 | 4,42 | 3,87 | 4,28 | 3,74 | | | |
| Aufarbeitung | Anfall destilliert auf Benzin-200 ^o , Mittelöl 200-325 ^o , Schweröl über 325 ^o und Rückstand mit 76 ^o Kräsar | | | | | | | | | | | | | | | | | |

- 1) Fe SO₄ . 7 aq
- 2) ungeschwefelte Bayermasse
- 3) Grude-Eisen, alkalisiert
- 4) Lurgi-Spülgasteer aus TSR (getoppt, Schleuderrückstand) - Kissenbriketts
- 5) Kollergasteer aus Anko (Anhydrierte Kohle) - Eierbriketts
- 6) Koppersteer aus Anko-Kissenbriketts
- 7) Schlesag Gesamtsteer aus Carsten-Zentrum-Kohle
- 8) " Heisteer " " "
- 9) geschwefelte Bayermasse

Bilanzen, Ergebnisse

Bilanz 20

| | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 3a | 3b | 3c | 3d | 3e |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| ... | 99,7 | 99,0 | 99,0 | 99,9 | 101,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 101,3 | 100,5 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| ... | 77,3 | 73,4 | 66,8 | 84,5 | 86,5 | 78,0 | 87,4 | 86,7 | 87,8 | 88,0 | 84,3 | 85,2 | 83,0 | 83,2 |
| ... | 37,2 | 35,2 | 32,4 | 37,6 | 33,5 | 33,0 | 37,4 | 36,7 | 37,8 | 38,3 | 35,9 | 35,2 | 32,2 | 32,1 |
| ... | 33,8 | 38,6 | 62,5 | 46,2 | 59,9 | 44,4 | 57,5 | 63,0 | 60,7 | 49,7 | 31,2 | 71,2 | 58,6 | 65,7 |
| ... | 92,6 | 92,6 | 92,4 | 88,5 | 87,6 | 85,4 | 85,8 | 89,5 | 87,4 | 62,4 | 77,8 | 89,2 | 83,8 | 87,3 |
| ... | 29,0 | 29,0 | 51,4 | 49,9 | 53,4 | 40,7 | 45,4 | 42,5 | 45,6 | 40,2 | 21,3 | 40,0 | 41,2 | 38,0 |
| ... | 21,6 | 31,3 | 55,7 | 59,9 | 51,1 | 47,6 | 52,9 | 52,5 | 52,3 | 48,8 | 23,5 | 44,8 | 49,1 | 51,3 |
| ... | 4,2 | 4,3 | 10,2 | 13,1 | 12,5 | 11,3 | 11,2 | 10,3 | 10,5 | 12,8 | 10,8 | 11,6 | 13,0 | 17,2 |
| ... | 64,8 | 59,7 | 59,9 | 57,3 | 61,7 | 70,5 | 66,8 | 69,3 | 73,3 | 57,7 | 38,8 | 59,4 | 60,5 | 55,1 |
| ... | 11,0 | 36,0 | 33,9 | 19,6 | 26,0 | 13,2 | 22,0 | 20,4 | 16,2 | 29,5 | 20,0 | 29,0 | 20,5 | 27,7 |
| ... | 0,319 | 0,465 | 0,870 | 0,842 | 0,870 | 0,938 | 1,022 | 1,035 | 0,764 | 0,596 | 1,548 | 0,524 | 0,610 | 0,719 |
| ... | 1,159 | 1,035 | 0,694 | 0,566 | 0,555 | 1,032 | 0,911 | 0,936 | 0,696 | 0,626 | 1,507 | 0,644 | 0,630 | 0,719 |
| ... | 1,477 | 1,408 | 1,564 | 1,408 | 1,425 | 1,970 | 1,853 | 1,971 | 1,460 | 1,222 | 1,235 | 1,168 | 1,240 | 1,255 |
| ... | 4,6 | 4,1 | 3,4 | 9,3 | 9,0 | 7,0 | 7,3 | 5,3 | 6,5 | 10,3 | 10,0 | 8,3 | 7,7 | 8,9 |
| ... | 10,2 | 11,9 | 5,9 | 14,7 | 14,0 | 13,6 | 13,8 | 10,5 | 15,1 | 20,0 | 17,9 | 17,0 | 14,3 | 15,5 |
| ... | 3,4 | 5,3 | 10,1 | 6,3 | 6,2 | 7,2 | 5,3 | 5,9 | 5,9 | 10,8 | 6,0 | 5,7 | 7,4 | 10,4 |
| ... | 3,8 | 5,3 | 4,9 | 7,2 | 7,7 | 8,2 | 8,8 | 6,4 | 6,9 | 5,9 | 4,5 | 7,3 | 7,0 | 7,4 |
| ... | 29,9 | 25,2 | 17,4 | 7,4 | 14,9 | 16,1 | 17,0 | 15,9 | 11,6 | 14,3 | 12,5 | 18,8 | 15,1 | 13,7 |
| ... | 13,4 | 116,4 | 11,2 | 53,1 | 9,2 | 13,8 | -7,0 | -0,4 | 24,8 | 43,2 | 19,7 | 17,3 | 33,4 | 46,6 |
| ... | 4,0 | 1,5 | 3,3 | 6,6 | 7,1 | 6,0 | 5,4 | 6,7 | 7,0 | 3,3 | 6,3 | 5,0 | 6,4 | 1,9 |
| ... | 196,5 | 130,2 | 133,5 | 105,7 | 127,4 | 103,7 | 95,4 | 98,0 | 102,8 | 110,9 | 13,7 | 105,4 | 118,7 | 100,0 |
| ... | 140,2 | 137,1 | 131,2 | 110,6 | 145,9 | - | - | - | - | 107,3 | 13,4 | 107,2 | 110,0 | 101,3 |
| ... | 32,4 | 32,7 | 32,5 | 90,0 | 95,6 | 72,9 | 82,4 | 85,0 | 82,3 | 80,3 | 13,6 | 80,3 | 82,1 | 100,0 |
| ... | 163,4 | 142,8 | 92,3 | 75,6 | 77,5 | 101,5 | 90,2 | 95,2 | 94,0 | 83,8 | 11,1 | 90,3 | 86,0 | 75,5 |

- 1) Öl + Briquetenmittel
- 2) Festes im Teer mit Benzol-Alkohol bestimmt
- 3) Abschlammungsanalyse verunglückt, daher Werte von Bilanz 2 f eingesetzt

| Substance | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 | 45 | 50 | 55 | 60 | 65 | 70 | 75 | 80 |
|-----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|
| Asphalt | 0,1 | 0,26 | 0,38 | 0,5 | 0,62 | 0,74 | 0,86 | 0,98 | 1,1 | 1,22 | 1,34 | 1,46 | 1,58 | 1,7 | 1,82 |
| 200-225 | 34,5 | 38,5 | 42,5 | 46,5 | 50,5 | 54,5 | 58,5 | 62,5 | 66,5 | 70,5 | 74,5 | 78,5 | 82,5 | 86,5 | 90,5 |
| Asphalt | 1,9 | 1,07 | 1,03 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 | 1,02 |
| 200-225 | 20,1 | 19,0 | 18,8 | 18,6 | 18,4 | 18,2 | 18,0 | 17,8 | 17,6 | 17,4 | 17,2 | 17,0 | 16,8 | 16,6 | 16,4 |
| Asphalt | 10,0 | 12,0 | 13,0 | 14,0 | 15,0 | 16,0 | 17,0 | 18,0 | 19,0 | 20,0 | 21,0 | 22,0 | 23,0 | 24,0 | 25,0 |
| 200-225 | 25,1 | 21,8 | 20,8 | 20,2 | 19,6 | 19,0 | 18,4 | 17,8 | 17,2 | 16,6 | 16,0 | 15,4 | 14,8 | 14,2 | 13,6 |
| Asphalt | 30,5 | 35,1 | 38,2 | 40,2 | 42,2 | 44,2 | 46,2 | 48,2 | 50,2 | 52,2 | 54,2 | 56,2 | 58,2 | 60,2 | 62,2 |
| 200-225 | 29,8 | 22,6 | 20,1 | 18,4 | 16,7 | 15,0 | 13,3 | 11,6 | 9,9 | 8,2 | 6,5 | 4,8 | 3,1 | 1,4 | 0,7 |
| Asphalt | 16,8 | 15,9 | 15,8 | 15,7 | 15,6 | 15,5 | 15,4 | 15,3 | 15,2 | 15,1 | 15,0 | 14,9 | 14,8 | 14,7 | 14,6 |
| 200-225 | 75,5 | 58,4 | 58,5 | 24,6 | 75,7 | 72,9 | 69,1 | 65,2 | 61,4 | 57,6 | 53,8 | 50,0 | 46,2 | 42,4 | 38,6 |
| Asphalt | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) | 1) |
| 200-225 | --- | --- | --- | 0,98 | --- | --- | --- | --- | --- | --- | 0,952 | --- | --- | --- | --- |
| Asphalt | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 200-225 | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Asphalt | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 200-225 | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Asphalt | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 200-225 | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |

1) ohne Abstreifer; techn. Destillation
 2) mit " " ; " " "

Tabelle 2

Eigenschaften der Schmelzteere

| Eigensch. | P 1496 | | | P 1504 Original | | | | | | | P 1376 | | | P 1504 getoppt -325° | | | | |
|----------------|--------|-------|---------|-----------------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|---------------------|---------------------|---------------------|----------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | Mittel | 3a | 3b | Mittel | 4a | 4b | 4c | 4d | Mittel |
| spez. Gew./50° | 1,035 | 1,072 | 1,069 | 1,046 | 1,038 | 1,046 | 1,048 | 1,047 | 1,048 | 1,046 | 1,095 ²⁾ | 1,095 ²⁾ | 1,095 ²⁾ | 1,064 ³⁾ | 1,060 ³⁾ | 1,056 ³⁾ | 1,054 ³⁾ | 1,058 ³⁾ |
| W % | 0 | 0,1 | 2,7 | 2,4 | 0,6 | 0,9 | 2,2 | 2,0 | 1,8 | 1,7 | 0,4 | 0 | 0,2 | 0 | 0,3 | 0 | 0 | 0 |
| Benzol-E % | 12,8 | 11,8 | 0,48 | 2,0 | 4,3 | 1,8 | 1,8 | 2,0 | 2,2 | 2,4 | 1,8 ¹⁾ | 2,4 ¹⁾ | 2,1 ¹⁾ | 12,5 | 10,7 | 8,1 | 7,7 | 9,7 |
| T.X. - E % | 5,0 | 3,5 | - | 0,3 | 1,2 | - | - | - | - | 0,8 | 1,8 | 4,0 | 2,9 | 9,0? | 1,9 | 1,1 | 1,2 | 1,4 |
| A. i. BF % | 2,2 | 7,0 | 0,14 ig | 0,2 ig | 0,2 ig | 0,1 ig | 0,1 ig | 0,08 ig | 0,06 ig | 0,12 | 0,68 ig | 0,4 ig | 0,54 ig | 9,1 | 6,0 | 14,1 | 5,3 | 8,6 |
| A. i. TKF % | 9,4 | 14,1 | - | - | - | - | - | - | - | - | 22,7 | 17,9 | 20,3 | 12,8 | 38,6 | 22,3 | 24,2 | 28,4 |
| -200° % | - | - | 0 | 3,8 | 1,0 | 0 | 1,6 | 3,0 | 0 | 1,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 200-325° % | 17,6 | 16,7 | 27,5 | 30,9 | 32,1 | 34,3 | 37,2 | 34,0 | 35,0 | 33,9 | 7,6 | 7,6 | 7,6 | 6,0 | 5,6 | 4,8 | 3,4 | 5,0 |
| s-Asphalt % | 18,0 | 10,5 | 9,4 | 12,0 | 12,9 | 15,0 | 12,5 | 11,8 | 11,8 | 12,7 | 23,7 | 23,7 | 23,7 | 23,0 | 24,1 | 26,2 | 24,6 | 24,5 |

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

824

Benzinuntersuchungen

| Bilanz Nr. | | 1 a-c | 2b | 3b | 4b |
|---|--|--------------------|-----------|-----------|-----------|
| Brennstoff aus Abstreifer -200° + Gasbenzin | | Sammelbenzin 100,0 | 67,7:32,3 | 89,7:10,3 | 72,9:27,1 |
| Roh: spez. Gewicht/20° | | 0,840 | 0,784 | 0,795 | 0,838 |
| A.P. °C | | + 27,4 | + 35,0 | + 36,8 | + 32,2 |
| Phenole % | | 15,5 | 12,0 | 15,5 | 23,4 |
| ASCH | | - | 2,5 | 1,0 | 1,0 |
| -50° | | - | 11,0 | 7,2 | 6,0 |
| -60° | | - | 18,0 | 13,5 | 15,8 |
| -70° | | - | 24,0 | 17,0 | 20,0 |
| -80° | | - | 30,0 | 21,0 | 23,0 |
| -90° | | 0,5 | 36,2 | 27,8 | 24,8 |
| -100° | | 0,8 | 42,2 | 35,0 | 26,8 |
| -110° | | 1,0 | 47,8 | 41,4 | 28,0 |
| -120° | | 1,8 | 53,2 | 47,6 | 29,8 |
| -130° | | 6,5 | 58,0 | 53,0 | 32,0 |
| -140° | | 26,9 | 63,7 | 60,0 | 34,7 |
| -150° | | 45,0 | 68,5 | 65,8 | 38,2 |
| -160° | | 62,8 | 75,5 | 74,8 | 43,8 |
| -170° | | 78,2 | 83,9 | 84,8 | 51,0 |
| -180° | | 90,0 | 91,0 | 92,6 | 61,2 |
| -190° | | 96,5 | 94,3 | 95,2 | 66,2 |
| -200° | | 98,7 | 96,0 | 98,4 | 73,0 |
| -210° | | 100,0 | 97,5 | 100,0 | 82,0 |
| R | | | | | 99,5 |
| Mit NaOH behandelt: spez. Gew./20° | | 0,815 | 0,746 | 0,761 | 0,773 |
| A.P. I °C | | + 26,6 | + 35,2 | + 35,2 | + 33,8 |
| A.P. Ia °C | | + 27,7 | + 39,5 | + 36,7 | + 36,5 |
| A.P. II °C | | + 62,5 | + 57,2 | + 58,0 | + 61,3 |
| Fraktion 80-100° spez. Gew./20° | | - | 0,714 | 0,715 | 0,695 |
| A.P. °C | | - | + 40,5 | + 43,2 | + 45,2 |
| " 110-140° spez. Gew./20° | | 0,782 | 0,765 | 0,765 | 0,743 |
| A.P. °C | | + 32,2 | + 31,0 | + 34,2 | + 35,2 |
| " 150-180° spez. Gew./20° | | 0,814 | 0,807 | 0,806 | 0,808 |
| A.P. °C | | + 29,5 | + 25,0 | + 28,3 | + 24,5 |
| " 180-210° spez. Gew./20° | | 0,848 | 0,837 | 0,837 | 0,825 |
| A.P. °C | | + 24,8 | + 26,1 | + 26,3 | + 32,0 |

Benzinuntersuchungen (Fortsetzung)

| Bilanz Nr. | | 1a-c | 2b | 3b | 4b |
|-------------------|--|-------|------|------|------|
| ASTM - Siedekurve | | | | | |
| - 50° | | - | 2,2 | 0,2 | 1,0 |
| - 60° | | - | 9,0 | 3,0 | 7,0 |
| - 70° | | - | 18,6 | 8,6 | 13,5 |
| - 80° | | - | 26,8 | 15,0 | 19,0 |
| - 90° | | - | 35,5 | 22,8 | 24,0 |
| -100° | | - | 43,2 | 31,0 | 28,7 |
| -110° | | - | 50,0 | 39,6 | 32,3 |
| -120° | | 0,8 | 56,8 | 47,8 | 35,7 |
| -130° | | 9,9 | 62,8 | 53,8 | 38,5 |
| -140° | | 18,2 | 67,0 | 60,0 | 41,0 |
| -150° | | 28,2 | 72,3 | 65,5 | 43,9 |
| -160° | | 47,8 | 77,7 | 71,5 | 47,8 |
| -170° | | 64,9 | 83,0 | 78,7 | 54,8 |
| -180° | | 76,8 | 87,0 | 84,2 | 65,7 |
| -190° | | 89,0 | 91,7 | 90,6 | 83,7 |
| -200° | | 95,2 | 94,7 | 94,2 | 94,0 |
| -210° | | 98,7 | 97,0 | 97,4 | 98,6 |
| + R | | 100,0 | 99,0 | 99,4 | 99,6 |
| Zusammensetzung | | | | | |
| Paraffine | | 44,0 | 41,5 | 42,5 | 48,0 |
| Naphthene | | 15,0 | 31,0 | 28,0 | 19,5 |
| Aromaten | | 34,0 | 19,5 | 24,0 | 25,5 |
| ungesättigte KW | | 7,0 | 8,0 | 5,5 | 7,0 |
| Klopffwert Res. | | 65,5 | 70,8 | 71,5 | 69,0 |

Tabella 4

Untersuchung von Benzolfraktionen

| Balanz Nr. | 2b | | | | 3b | | | | 1 a-c | | | |
|-----------------|--------------|--------|---------|---------|-------|--------|---------|---------|--------|---------|---------|--|
| | - 90° | 90-150 | 150-180 | 180-200 | - 90 | 90-150 | 150-180 | 180-200 | 90-150 | 150-180 | 180-200 | |
| Fraktion | | | | | | | | | | | | |
| Spez. Gew. 20° | 0,672 | 0,763 | 0,811 | 0,830 | 0,682 | 0,752 | 0,812 | 0,840 | 0,783 | 0,825 | 0,852 | |
| Ap. I | +47,8 | +51,2 | +24,0 | +22,8 | +47,5 | +34,2 | +28,2 | +25,7 | +22,0 | +27,2 | +22,4 | |
| Ap. Ia | +52,0 | +58,5 | +28,8 | +25,0 | +49,8 | +37,0 | +30,0 | +27,0 | +34,3 | +24,3 | +21,0 | |
| Ap. II | +56,0 | +55,2 | +62,0 | +65,2 | +51,2 | +55,8 | +62,8 | +65,7 | +58,2 | +61,5 | +5,0 | |
| 40 | 6,0 | | | | 1,0 | | | | | | | |
| 50 | 38,0 | | | | 16,0 | | | | | | | |
| 60 | 54,0 | | | | 38,0 | | | | | | | |
| 70 | 74,8 | | | | 57,0 | | | | | | | |
| 80 | 88,0 | | | | 77,8 | | | | | | | |
| 90 | 94,0 | | | | 91,2 | | | | | | | |
| 100 | 96,7 | 12,0 | | | 95,2 | 2,0 | | | | | | |
| 110 | | 43,0 | | | | 29,5 | | | 11,0 | | | |
| 120 | | 67,0 | | | | 59,0 | | | 50,0 | | | |
| 130 | | 84,0 | | | | 78,0 | | | 60,2 | | | |
| 140 | | 93,8 | | | | 90,0 | | | 84,0 | | | |
| 150 | | 97,7 | 1,0 | | | 93,0 | 7,0 | | 94,0 | 31,9 | | |
| 160 | | | 53,0 | | | 85,0 | 59,0 | | 93,0 | 82,8 | | |
| 170 | | | 87,0 | | | 91,9 | 91,9 | 12,0 | 95,5 | 96,0 | 0,8 | |
| 180 | | | 96,0 | 4,7 | | | | 77,0 | 98,0 | 98,0 | 79,0 | |
| 190 | | | | 77,8 | | | | 95,5 | | | 95,7 | |
| 200 | | | | 95,8 | | | | 98,3 | | | 99,0 | |
| Endpunkt | | 98,0 | 99,0 | 99,0 | 97,0 | | 98,8 | 205,3 | | | 205 | |
| E.P. | | 155 | 188 | | 102 | | 138 | | | | | |
| K | 97,5 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 97,8 | 99,0 | 100,0 | 100 | 100 | 100 | 100 | |
| Zusammensetzung | Paraffine | 48,0 | 37,0 | 43,0 | 45,0 | 39,5 | 39,5 | 46,0 | 46,0 | 41,0 | 40,5 | |
| | Naphthene | 40,5 | 35,0 | 15,8 | 8,5 | 49,5 | 34,0 | 14,0 | 9,5 | 26,0 | 3,0 | |
| | Aromaten | 4,5 | 18,0 | 31,5 | 38,5 | 6,0 | 20,5 | 33,0 | 39,5 | 28,0 | 40,0 | |
| | ungesätt. KW | 7,0 | 10,0 | 10,0 | 8,0 | 5,0 | 5,5 | 7,0 | 6,0 | 8,0 | 11,5 | |
| Klopffwert | Res. | 80,1 | 67,0 | 59,8 | 65,0 | 77,2 | 67,0 | 74,5 | 68,5 | 73,5 | 80,6 | |
| | Motor | 73,3 | 62,0 | 60,5 | - | 73,0 | 64,8 | 65,5 | 64,6 | 67,2 | 63,7 | |

Tabelle 5

Untersuchungen von Mittelöl
und Schweröl

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

Untersuchung der Destillationsrückstände aus Abschluss

| Bestandteile | 1a | 1b | 1c | 2a | 2b | 2c | 2f | 3b | 3a | 4b | 4c | 4d | Summe |
|-------------------------|-------|-------|-------|-------|---------------------|------|------|------|------|---------------------|------|------|-------|
| Wasser | 65 | 85,0 | 95,0 | 72,5 | 86,8 | 44,0 | 105 | 82,0 | 69,0 | 65,6 | 54,5 | 43,3 | 71 |
| Alkohole | 20,7 | 21,7 | 32,0 | 31,5 | 35,7 | 20,2 | 33,0 | 52,5 | 28,3 | 26,7 | 20,5 | 25,2 | 27,0 |
| Aldehyde | 22,5 | 23,5 | 26,6 | 27,0 | 17,0 | 35,6 | 28,7 | 29,3 | 31,2 | 28,9 | 42,7 | 41,1 | 30,7 |
| Ketone | 15,0 | 15,0 | 25,0 | 28,5 | 19,7 | - | - | - | 22,5 | 22,5 | 15,7 | 23,0 | 20,7 |
| Acid | 32,1 | 32,5 | 40,9 | 39,0 | 26,6 | - | - | - | 11,5 | 30,1 | 46,8 | 50,0 | 27,0 |
| Alkaloide | 28,3 | 29,3 | 23,0 | 28,5 | 34,1 | 23,0 | 37,3 | 35,8 | 25,5 | 26,1 | 34,0 | 31,0 | 29,5 |
| Dichte bei 20°C | 1,170 | 1,185 | 1,240 | - | 1,149 ¹⁾ | - | - | - | - | 1,091 ¹⁾ | - | - | 1,157 |
| Refraktivindex bei 20°C | 1,455 | 1,472 | 1,465 | 1,430 | 1,450 | - | - | - | - | 1,442 | - | - | 1,453 |
| Spez. Gew. / 60°C | 0,784 | 0,787 | 0,783 | 0,785 | 0,788 | - | - | - | - | 0,787 | - | - | 0,789 |
| Spez. Gew. / 90°C | 0,664 | 0,660 | 0,658 | 0,658 | 0,664 | - | - | - | - | 0,662 | - | - | 0,663 |
| Asche | 99,8 | 99,5 | 99,8 | 100,0 | 99,8 | - | - | - | - | 99,8 | - | - | 99,8 |

1) von Benzollöslichem

Elementaranalysen

| Bilanz Nr. | Kohle | | | Schwefeltee | | | Dest. Rückstand | | | Benzin | | | Mittelöl | | | Schweröl | | |
|------------|-------|-------|-------|-------------|--------|----------------|------------------|-------|------------------|--------|---------------|-------|----------|-------|-------|----------|-------|-------|
| | 2b | 3b | 4b | P 1504 | P 13'6 | P 1504 get. | 2b ³⁾ | 3b | 4b ³⁾ | 2b | 3b | 4b | 2b | 3b | 4b | 2b | 3b | 4b |
| C | 79,56 | 78,78 | 79,25 | 81,95 | 82,95 | 83,79 | 83,53 | 80,94 | 81,73 | 83,42 | 84,46 | 83,07 | 84,27 | 85,63 | 84,41 | 87,46 | 88,31 | 88,51 |
| H | 4,58 | 5,02 | 4,89 | 8,81 | 7,29 | 7,37 | 5,46 | 5,48 | 5,82 | 12,87 | 12,49 | 11,76 | 9,52 | 9,70 | 9,48 | 9,03 | 8,55 | 8,57 |
| O | 13,46 | 14,55 | 13,77 | 8,14 | 8,51 | 7,75 | 4,28 | 12,0 | 4,04 | 3,40 | 2,57 | 4,84 | 5,53 | 4,02 | 5,31 | 2,68 | 2,58 | 3,60 |
| N | 1,54 | 1,19 | 1,50 | 0,64 | 1,07 | 0,91 | 1,37 | 1,1 | 1,14 | 0,27 | 0,43 | 0,29 | 0,64 | 0,59 | 0,74 | 0,76 | 0,71 | 0,96 |
| N Kjeld. | 1,26 | 1,12 | 1,34 | | | | | | | | | | | | | | | |
| S flüchtig | 0,45 | 0,48 | 0,59 | | | | | | | | | | | | | | | |
| S ges. | 0,75 | 0,75 | 0,74 | 0,46 | 0,18 | 0,18 | 0,43 | 0,48 | 0,5 | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,04 | 0,06 | 0,06 | 0,07 | 0,065 | 0,07 |
| Chlor | | | | | | | | | | | unter 0,01 | | | | | | | |
| U H W | | | | | | | | | | | 9789 | | | | | | | |

Heizöle 1)

| Bilanz Nr. | 1c | 2b ²⁾ | 2f | 3b ⁴⁾ |
|------------|------|------------------|-------|------------------|
| C | 85,8 | 86,09 | 83,90 | 87,26 |
| H | 8,80 | 9,16 | 9,09 | 8,30 |
| O | 4,50 | 3,91 | 6,61 | - |
| N | 0,70 | 0,79 | 0,35 | - |
| S | 0,16 | 0,05 | 0,05 | 0,12 |

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

Tabelle 9a

Elementar-Bilanz (korrigiert)
zu Bilanz 2 b
g/Std

| | C | H | O | N | S |
|-----------------------------------|--------------|-------------|-------------|--------------|-------------|
| <u>Ein:</u> | | | | | |
| Kohle getränkt mit 1,2% 1181 | 4397 | 275 | 745 | 69,7 | 41,5 |
| P 1504 | 6023 | 699 | 600 | 47,1 | 33,8 |
| Eingangs-Gas | 66 | 322 | 25 | 0 | 0 |
| Gesamteingang | 10486 | 1296 | 1370 | 116,8 | 75,3 |
| <u>Aus:</u> | | | | | |
| Benzin | 716 | 110 | 29 | 2,3 | 0,3 |
| Mittelöl | 3613 | 408 | 237 | 27,4 | 1,7 |
| Schweröl | 1585 | 164 | 49 | 13,8 | 1,3 |
| Destillationsrückstand | 3880 | 400 | 119 | 33,7 | 20,3 |
| Abwasser | 22 | 94 | 703 | 33,4 | 26,0 |
| Gas im Prod. gelöst | 4 | 1 | - | - | - |
| Ofengas | 530 | 95 | 215 | 1,2 | 20,0 |
| Abstreifergas | 57 | 13 | 10 | 1,5 | 3,7 |
| Abschlammgas | 74 | 11 | 8 | 3,5 | 2,0 |
| Gesamtausgang | 10486 | 1296 | 1370 | 116,8 | 75,3 |
| % Aus/Bin der unkorrig. Bilanz | 101,2 | - | 104,5 | 97,5 | 78,3 |

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten
O- " : Abwasser
N- " : NH₃ im Abwasser
S- " : Destillationsrückstand

Tabelle 9b

Elementar-Bilanz (korrigiert)

zu Bilanz 3 b

g/Std

| | C | H | O | N | S |
|-----------------------------------|-------|------|-------|-------|-------|
| <u>Ein:</u> | | | | | |
| Kohle getränkt mit 2% 1181 | 4437 | 282 | 820 | 63,1 | 42,3 |
| P 1376 | 5010 | 441 | 514 | 64,7 | 10,9 |
| Eingangsgas (H gerechnet) | 56 | 423 | 10 | | |
| Gesamteingang | 9503 | 1146 | 1344 | 127,8 | 53,2 |
| <u>Aus:</u> | | | | | |
| Benzin | 722 | 97 | 24 | 3,6 | 0,5 |
| Mittelöl | 2324 | 251 | 120 | 15,1 | 1,5 |
| Schweröl | 1500 | 138 | 48 | 11,2 | 1,0 |
| Destillationsrückstand | 3895 | 264 | 580 | 53,0 | 23,0 |
| Abwasser | 17 | 71 | 489 | 44,8 | 15,5 |
| Gas im Prod. gelöst | 8 | 2 | - | - | - |
| Ofengas | 950 | 247 | 80 | 0 | 10,0 |
| Abstreifergas | 46 | 10 | 2 | 0 | 1,7 |
| Abschlammgas | 41 | 10 | 1 | 0,1 | 0 |
| Gesamtausgang | 9503 | 1146 | 1344 | 127,8 | 53,2 |
| % Aus/Ein der unkorrig. Bilanz | 101,0 | -- | 104,4 | 91,2 | 105,6 |

Korrekturen: C-Bilanz: Eingang
O- " : Abwasser
N- " : NH₃ im Abwasser
S- " : H₂S im Abwasser

832

Tabelle 9c

Elementar-Bilanz (korrigiert)
zu Bilanz 4 b

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

Korrekturen: C-Bilanz: Flüssiger Anfall
O- " : Abwasser
H- " : NH₃ im Abwasser
S- " : H₂S im Abwasser

Tabelle 10

Verteilung des als KW vergasten G

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

Isobutangehalt
% v. Gesamtbutan

| Bilanz Nr. | | 2b | 3b | 4b |
|-------------------|---|-------|------|------|
| im Ofengas | % | 10,1 | 17 | 13,7 |
| im Produktgas | % | 25,2 | 15 | 14,5 |
| im Abschlammgas | % | 10,15 | -- | -- |
| im Produkt gelöst | % | - | 12 | 26,5 |
| insgesamt | % | 12 | 16,5 | 13,8 |

Tabelle 12

Abwasseruntersuchungen
s/ks

| Bilanz Nr. | CO ₂ | NH ₃ | H ₂ S | Cl | Phanole |
|------------|-----------------|--------------------|------------------|-------|---------|
| 1a | 43,7 | - | - | Spur | - |
| 1b | 43,2 | - | - | Spur | - |
| 1c | 45,8 | - | - | Spur | - |
| 2a | 24,2 | - | - | - | - |
| 2b | 30,9 | 33,9 | 26,2 | 0,007 | 12,1 |
| 2c | 24,4 | - | - | 0,06 | - |
| 2d | 24,8 | - | - | - | - |
| 2e | 26,5 | - | - | Spur | - |
| 2f | 58,7 | - | - | 0,02 | - |
| 3a | 55,6 | - | - | 0,01 | - |
| 3b | 49,5 | 47,9 | 24,4 | 0,01 | 10,9 |
| 4a | 55,8 | - | - | 0,04 | - |
| 4b | 34,3 | 42,4 | 21,1 | Spur | 11,7 |
| 4c | 32,1 | - | - | Spur | - |
| 4d | 42,5 | - | - | Spur | - |
| | | Wasser der Schwäne | | | |
| 4b | 2,3 | 6,9 | 6,9 | 0,01 | 8,7 |

836

Asphaltzerlegungen

| Bilanz Nr. | 2a | | 3b | 4b | | | 4c | 4d |
|-----------------------------------|-------------------|----------------------|-------------------|-------------------|-----------|----------------------|------|----|
| | P 1504 | Dest... Rückstand | | P 1504 Getopft | Abschleim | Dest... Rückstand | | |
| Pyridin-OS ₂ -Bestes % | | | | 13,4 | 21,4 | | 11,9 | |
| Öl % | 10,4 | 26,7 ¹⁾ | 52,8 | 48,8 | 16,9 | 37,0 | 47,3 | |
| Ölharz % | 20,7 | 59,6 ¹⁾ | 35,4 | 36,2 | 59,9 | 24,4 | 22,0 | |
| Asphaltharz % | 1,2 | 9,5 ¹⁾ | 2,1 | 7,4 | 15,1 | 20,6 | 29,9 | |
| Hartasphalt+Carbone % | 7,7 ²⁾ | 3,1 ¹⁾ | 9,4 ¹⁾ | 7,1 | 3,9 | 17,2 | 0 | |
| Verlust % | - | 1,0 | 0,3 | 0,5 | 0,2 | 0,9 | 0,8 | |

1) d) ist bestimmt

837

Tabelle 14

Filtration des Abschlammes

| Bilanz Nr. | 1a | 1b | 1c | 2a | 3b | 4b |
|------------|--------------------|--------------------|-------|--------|--------|--------|
| 1. 500 g | unfil- trierbar | unfil- trierbar | 1 Std | 39 Min | 47 Min | 17 Min |
| 2. 500 g | | | | | | 58 |

Tabelle 15

Organ. geb. Schwefel im Abwasser mg 3/l

| Bilanz Nr. | 2a | 3a |
|---------------|------|-------|
| Im Original | | 1,34 |
| Im Wasserlauf | 2,63 | 2,55 |
| Im Tropfen | | 11,50 |

838

Toppen des P 1504 auf Brikottiermittel

| | | |
|-------------------------------------|--------------------------|--------------------|
| <u>Destillation:</u> | Wasser | 1,8 % |
| | Öl | 57,2 % |
| | Rückstand | 41,0 % |
| <u>Öl:</u> | Benzin -200° | 0 % |
| | Mittelöl -325° | 50,0 % |
| | spez. Gew./20° | 1,010 |
| | Stockpunkt | + 7° |
| | Flashpunkt | 73° |
| | Viskosität °E/20° | 29,9 |
| | °E/0° | nicht durchführbar |
| <u>Rückstand:</u> | | |
| | Erweichungspunkt Kra-Ser | 50° |
| | Benzolfestes | 11,3 % |
| | Acche. i. B.F. | 4,2 % |
| | Tetralin-Kresol-Festes | 2,4 % |
| | Acche. i. Tetr.-Kres.-F. | 19,5 % |
| | i. Öl-Asphalt | 29,9 % |
| | spez. Gew./130° | 1,075 |
| <u>Vakuumdestillationskurve bei</u> | | 16-mm Hg |
| | 221 - 275° | 19,2 % |
| | spez. Gew./60° | 1,031 |
| | - 325° | 50,0 % |
| | spez. Gew./90° | 1,052 |
| | + E | 100,0 % |

Tabelle 17

Schwefelgehalt von Destillationsrückständen

| Bildung Nr. | | 1a | 1b | 1c |
|--|---|------|------|------|
| Schweletroks | % | 17,6 | 49,8 | 50,1 |
| Schwefeltee | % | 43,0 | 45,0 | 45,4 |
| Wasser | % | 2,0 | 2,0 | 1,7 |
| Gas + Verluste | % | 2,4 | 2,2 | 2,3 |
| Schwefeltee auf Benzol- lösliches in Dest.-Rückstand | % | 62,1 | 53,4 | 61,9 |
| Schwefelgas ltr/100 g Dest.-Rückstand | % | 7,9 | 7,6 | 6,7 |
| darin: CO ₂ | % | 3,6 | 2,2 | 3,5 |
| H ₂ S | % | 0,4 | 0 | 0 |
| C ₂ H ₆ | % | 2,3 | 2,2 | 2,1 |
| CO | % | 1,8 | 1,5 | 0 |
| H ₂ | % | 67,0 | 67,0 | 62,4 |
| N ₂ | % | 25,3 | 27,1 | 32,0 |
| Z | % | 29,5 | 28,6 | 31,0 |

69

Erkettler-Großversuch Blechhammer.
Besprechung Reichsamt am 9. 4. 1945.

Teilnehmer die Herren

- Dr. Fahr, Reichsamt,
- Dr. Lamock, "
- O.I. Pöbler, "
- Dr. Bähr, I.G. Ludwigshafen.

An Hand des an das Reichsamt gesandten Berichtes vom 5.4.45 über die Möglichkeit der Durchführung des Großversuches Blechhammer wurden die hierbei noch offenstehenden einzelnen Fragen geklärt. Vom Reichsamt wurde die Durchführung des Versuches nunmehr in Hinblick auf die Entwicklung der Schwelerei in der Richtung zur Herstellung von großstückigen Hüttenkoks bzw. Industriekoks ebenfalls für sehr dringlich angesehen. Es wurde folgendes vereinbart:

1). Der von der I.G. vorgesehene Vorversuch auf der Oheingrube soll baldigst durchgeführt werden. Hierfür sollen 30 te Fußkohle von der Oheingrube mit einem Aschengehalt von 7 bis 8 % vorgesehen werden. Die Oheingrube wird von dem Reichsamt für die Bereitstellung dieser Kohlenmenge angeschrieben werden. Die Briquets sollen in Frankfurt bei der Lurgi in Spülgasofen abgeschwelt werden. Der Schwelkoks steht für Versuche Ludwigshafen zur Verfügung. Die Gesamtkosten für den Versuch werden mit 2000.- RM. angenommen, wovon das Reichsamt die Hälfte übernimmt.

2). Großversuch in Blechhammer.

Da die Umstellung der Presse von der Oheingrube nach Blechhammer wegen der durchzuführenden Fahrzeuggeneratorenkoks-Versuche Schwierigkeiten bereitet, wurde Dr. Fahr mitgeteilt, daß auf Grund einer mit Herrn Obering. Haardt von der Firma Schlichtermann geführten Verhandlung gegebenenfalls die Versuchspresse von Schlichtermann zur Verfügung gestellt werden kann. O.I. Haardt glaubt auch, die notwendigen Rehlings für die großformatigen Preßlinge vom Lager nehmen zu können und bis zu dem vorgesehenen Termin auf großformatige Form fräsen zu lassen. O.I. Haardt wird noch mit seiner Direktion die Frage der Zurverfügungstellung der Presse klären.

Falls die Presse von Schlichtermann nicht zur Verfügung gestellt werden kann, soll nochmals mit dem Reichsamt verhandelt werden, ob die Verpressung auf der Oheingrube durchgeführt oder ob eine Umänderung einer Presse von Blech-

21358

beim auf großformatige Blätter vorgedruckten soll.

Von Reichsamt ist in Aussicht gestellt, 1. Fas Herz aus der Versuchsanlage
Leipzig und Chemnitz und 2. Fas Herz von dem Kfz. Versuchsamt, ebenfalls aus
Chemnitz zur Verfügung an die I.G. zu übergeben.

842

J.H. v. ...

70

... in der ...

... die ...

... in ...

... die ...

7855

nach Lösung von der Kohlenmenge löste. Der Koks war gebacken, gelassen, und das
Verhältnis von 70 Teilen getropften Schmelzrückstand zu 50 Teilen Schwel-
ze von dem Koks ist fest, so daß ein günstiges Verhältnis praktisch in Frage
steht. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 zusammengestellt (Versuch 7).

Es wurde aus Kohle von Schilling und Eisen bei 425 °C abgeschmolzen, und
Schmelzrückstand wurde als Mischkomponente zu dem getropften Schmelzrück-
stand benutzt. Es zeigte sich, daß bei einem Verhältnis von 50 Teil-
len getropften Schmelzrückstand : 50 Teilen abgeschmolzener Kohle erhalten wurde,
das gleiche Ergebnis wurde auch bei einer Schmelzung der Kohle bei 450 °C festge-
stellt (Versuch 8).

In Stelle von Schmelze wurde weiches Kohle benutzt und zwar zunächst
die Kohle der Grube Alstaden. Diese stellt, wie aus der Tabelle 1 hervorgeht,
eine Anthracitkohle dar mit etwa 10 % flüchtigen Bestandteilen und kommt somit
dem Schmelzrückstand sehr nahe. Auch hier war als beste Mischung 70 Teile getropfter
Schmelzrückstand : 30 Teile Kohle Alstaden bezeichnet worden. Es entstand
ein Koks in der Art der etwas geschrumpften Koks von mittlerer Härte (Ver-
such 9). Eine Vergrößerung oder Verkleinerung der Menge des getropften Schmelz-
rückstandes ergab einen weichen Koks. Hierbei wurde das Gemisch heiß in die Retorte
eingesetzt und zwar in Nachahmung des technischen Vorganges. Wird das Gemisch
kalt in der Retorte eingesetzt, so entsteht ein Koks von mäßiger und kohliger Be-
schaffenheit (vergl. Versuch 4).

Hierbei wurde eine bekannte aber gereinigte Kohle der Grube Reinitz als
Mischkomponente benutzt. Hierbei zeigte es sich, daß das Verhältnis 40 bis 50 Teil-
le getropfter Schmelzrückstand : 50 bis 60 Teile Kohle wieder einen guten Koks
ergibt, wobei kein großer Unterschied zwischen kalter und heißer Einföhrung be-
steht (Versuche 5 und 6).

Wird nun die Kohle vorher geschmolzen, so kann die Kohle der gemischten
Menge getropften Schmelzrückstandes noch erhöht werden, und zwar erzielt man
einen guten Koks bei einer Menge von 60 bis 70 Teilen getropften Schmelz-
rückstand : 30 bis 40 Teilen geschmolzener Kohle, wobei allerdings bei dem Gemisch
70 : 30 der Koks nicht genügend geschrumpft und fest in der Retorte hing (vergl.
Versuch 7).

Mancher wurde eine gute und teure Kohle als Mischkomponente
benutzt. Hierbei zeigte es sich, daß die Kohlenmenge gegenüber dem getropften
Schmelzrückstand entsprechend dem Feerreichum und damit der höheren Bedeckzahl
der Kohle, erheblich erhöht werden mußte, und daß ein guter Koks nur bei einem
Verhältnis von 10 Teilen getropften Schmelzrückstand auf 90 Teile Velsenkohle

erhalten wurde (Versuch 2).

Es wurde auch eine Probe einer Lechse Benzenkohle untersucht. Diese Kohle stellt eine Fettkohle mit 19 % flüchtigen Bestandteilen dar. Bei dem Verhältnis von 70 Teilen getropften Schlenderrückstand : 50 Teilen Kohle wurde ein guter Koks erzielt; allerdings zeigte dieser Koks keine Schmelzung und ließ sich deshalb aus der Retorte nicht herausheben. (Versuch 9).

Getropfter Schlenderrückstand allein ergibt einen schaumartigen Koks und zeigt keine Schmelzung, so daß er schlecht aus der Retorte zu entfernen ist. (Versuch 10).

Durch diese weiteren Versuchsreihen sollte nun festgestellt werden, ob die Topping des Schlenderrückstandes durch die Verarbeitung im Gemisch mit Kohle und Schmelzung in loser Schicht notwendig ist (Zahlentafel 3). Es wurde in den meisten Fällen festgestellt, daß der Koks aus Gemischen von Kohle mit nicht getropptem Schlenderrückstand zu einem nicht geschmolzenen Koks führt, der in der Retorte fest angebacken ist. Schlenderrückstand im Gemisch mit Schmelze ergibt im Verhältnis von 50 : 50 einen schaumartigen Koks, der sich nicht aus der Retorte entfernen läßt. (Versuch 1).

Bei Verwendung von geschwelter Kohle von Zeche Schlägel und Edison zeigen die Verhältnisse ähnlich. (Versuch 2).

Ein Gemisch von Schlenderrückstand (ungetropft) und Kohle Alsteden im Verhältnis 50 : 50 ergibt einen brauchbaren Koks, der auch selbst geschmolzen ist, so daß er sich aus der Retorte entfernen läßt. Dieses Gemisch scheint technisch brauchbar zu sein. (Versuch 3).

Im Gemisch mit Heinitzkohle ergibt der Schlenderrückstand im Verhältnis 40 Schlenderrückstand : 60 Kohle einen festen Koks, der sich aber ebenfalls nicht aus der Retorte entfernen läßt. (Versuch 4). Vermindert man den Anteil des Schlenderrückstandes im Gemisch auf 30 Teile : 70 Teilen Kohle, so wird der Koks zwar ebenfalls fest, er läßt sich aber dann aus der Retorte herausheben.

Bei der Benutzung eines groben Kernes der Heinitzkohle erhält man von 50 bis 50 Teilen Schlenderrückstand : 50 bis 70 Teilen Kohle einen festen Koks; aber auch dieser läßt sich aus der Retorte nicht entfernen. (Versuch 5).

Es wurden nun Gemische von Heinitzkohle mit Schmelze im Verhältnis 1 : 1, 2 : 3 und 5 : 1 hergestellt und im Verhältnis 1 : 1 mit Schlenderrückstand vermischt und geschwelt. Hierbei ergab sich ein guter Koks, aber derselbe backte ebenfalls fest in der Retorte an und konnte nicht entfernt werden. (Versuch 6).

Geschwelta Velsenkohle ergab im Verhältnis zu Schlenderrückstand wie 50 : 50 einen Koks, der ebenfalls in der Retorte angebacken war und sich nicht

Ergebnisse (Verfahren 7)

Bei Schmelze mit 10% Schlackenrückstand einen schlackenfreien Koks zu gewinnen, so ist es sicher aus der Retorte nicht möglich. Man braucht nur 10% Schlackenrückstand, dürfte aber technisch nicht im Praxisbereich (Verfahren 7).

Die Schlacke aus getropften Schlackenrückständen von Schmelzen verschwand, ungeschwarte Koks im Gemisch mit Kainitkoks in loser Mischung (Kainitkoks + Schlacke) wurden, als man ein Gemisch von 20 Teilen ungeschwarte Koks mit 20 Teilen Kainitkoks in loser Mischung verschmelzen ließ, ein Koks, welcher sich leicht aus der Retorte entfernen ließ (Verfahren 8).

Es wurde auch das Verhalten von Schlackenrückständen, die durch Erhitzen mit Koks unter Druck auf einen höheren Erweichungspunkt gebracht wurden, auf das Verhalten bei der Schmelze in loser Schüttung untersucht. Die Herstellung des Produktes wurde von Herrn Dr. v. Hartmann durch Druckermahlung von 70 Teilen Schlackenrückstand des Ofens 510 in Gemisch mit 30% Koks bei 350 °C und 300 atm vorgenommen. Aus 40 Teilen dieses Aufschlusses wurden unter Zusatz von 60 Teilen Kainitkoks ein Gemisch hergestellt, das in loser Schüttung verschmolz wurde. Hierbei wurde ein guter Koks gewonnen, der sich auch leicht aus der Retorte entfernen ließ (Verf. 10). Bei Erhöhung des Zusatzes an Kainitprodukt zu der Kohle wurde der Koks blasig bis schwammig und brachte fast an der Retorte an.

Nach den Untersuchungen sind als technisch brauchbare Mischungen für die Veredlung in loser Form folgende Gemische anzusehen:

| Schlackenrückstand | Koks | getropfte Schlackenrückstände | Koks | schmelzbar | Schlackenrückstand | Koks | technisch brauchbar | | | |
|---|------|-------------------------------|------|------------|--------------------|------|---------------------|-----------------|-----------------|-----------|
| Schlackenrückstand 5) | 20 | 40 | 60 | 70 | gut | | technisch brauchbar | | | |
| Schlackenrückstand aus Schlacken + Kainit | 20 | 40 | 60 | 70 | gut | | 30 | | | |
| Alantosen, Kainitkoks | 20 | 40 | 60 | 70 | gut | 40 | 60 | 60 | 70 | brauchbar |
| Kainit | 50 | 60 | 70 | 80 | sehr gut | 40 | 60 | schlecht | brauchbar | |
| Kainit, geschwaltet | 30 | 40 | 60 | 70 | gut | | | schlecht | nicht brauchbar | |
| Polen | 80 | 90 | 10 | 20 | sehr gut | 90 | 10 | brauchbar | | |
| Polen original | 100 | | 0 | | schlecht | 100 | 0 | nicht brauchbar | | |
| <u>Kohle : ungeschw. Kohle</u> | | | | | | | | | | |
| Kainitkoks | 30 | 40 | 50 | 60 | gut | | | | | |
| Aufschlag Dr. v. Hartmann | 60 | 70 | 80 | 90 | gut | | | | | |

5) Die unterstrichenen Mischungen ergaben den besten Koks.

Es wurde nun weiter untersucht, ob auch einwirkende bzw. Kesselwasser
so insofern mit einem Festlösungs in loser Mischung abgeschickt werden kann.
Im Labor einen festen Koks zu erzeugen. Die Eigenschaften des Koks und des Ab-
schlages sind aus der Schmelztabelle 2 zu ersehen.

In der Versuchsanlage wurden Versuche aus Anschluss der Nummer 6 des
Kessels in Verbindung mit Braunkohlengrunder verwendet. Es ergab sich, daß das Gemisch
aus 60 Teilen Abschlag und 40 Teilen Braunkohlengrunder einen guten festen Koks
liefert. Bei Erhöhung des Gewichtes an Braunkohlengrunder wurde zunächst der Koks
mehr poröser, 50 : 50 weicher bläsig, aber noch gut, und beim Verhältnis von
40 : 60 wurde der Koks bereits pulverig. Das gleiche Ergebnis wurde mit Braunkoh-
le an Stelle von Braunkohlengrunder erzielt. Auch hierbei wurde bei einem Verhält-
nis von 60 Abschlag : 40 Grunder ein guter Koks erzielt. In beiden Fällen brennt
der Koks an Boden der Schmelztabelle an und läßt sich nicht entfernen. (Zusatztafel
4, Versuch 1).

Demnach wurden 10 % des Anschlages abgetupft und die Versuche mit
Grunder und Braunkohle wiederholt. Hierbei stellte es sich heraus, daß sowohl bei
der Grunder als auch bei der Braunkohle bei einem Verhältnis von 70 Teilen getupft
von Abschlag : 30 Teilen Braunkohle ein guter fester Koks erzeugt wurde, der
aber ebenfalls an der Kesselwand anhaften kann. Bei dem Verhältnis 60 : 40
wurde ebenfalls ein guter Koks erzielt, der aber besser an der Kesselwand an-
haften dürfte. Ein Gemisch aus Braunkohle und Grunder ist technisch brauchbar. Bei einer weiteren Erhö-
hung des Gehaltes des getupften Anschlages wurde nach der Schmelzung auf ein Pulver
zurück erzielt. (Versuch 2).

Technischer Versuch

Am Grund dieser Ergebnisse wurde ein Versuch in dem Ofen der Brom-
stofftechnik in Hagen durchgeführt und wurde dabei einem ein Gemisch, bestehend
aus 55 Teilen Feinabfälle und 45 Teilen getupften Braunkohlengrunder Schmelzen
gemischt, und etwa 250 kg dieses Gemisches wurden an die Kesselwand nach
Brennen geschickt. Das Gemisch ließ sich in loser Mischung in dem Ofen der Brom-
stofftechnik abkühlen und es wurde hierbei ein fester Koks gewonnen. Leider
konnte die Kesselwand nicht befreit werden, da an der Kesselwand eine Kalk-
schichtbildung nicht vorhanden ist. Der Ofen hat ungenügende Erhitzung deshalb
besondere Vorteile für die Veranschaulichung von Hydrolyseverfahren in Gemisch mit
Kohle in loser Form, weil die Kesselwand nachher abgeräumt wird, dadurch etwa fest-
gebundene Teile des Kalkes leicht entfernt werden können.

Diese Rückstandsaufbereitung kommt in der Hauptsache in Verbindung mit
den Kalken mit großen Durchsetzungen, insbesondere auf Holzkohle, in Frage. Bei den

*) Das Gemisch wurde von Herrn Dr. Waldmann aus dem bei der Firma Schlichterbaum &
Kremer-Raum A.G. in Garmisch-Partenkirchen für die Kesselwandversuche hergestellt und an
die Kesselwandtechnik zur Verfügung gestellt.

Tabelle 1. Untersuchungsergebnisse der Einzelkomponenten von den Gemischen, die in loser Schüttung verschwelt wurden.

| Bezeichnung der Komponenten | H ₂ O % | Extrakt Bzl. % | Festsubstanz Bzl. % | Menge Orig. % | A s c h e | | Schmelzpunkt red. °C | Schwelter % | Schwellerückstand | | Elementaranalyse | | Flüchtige nach Mack % | Backzahl O.S.-Meth. % | Tropfpunkt °C | Asphalt bezogen auf | | | | | |
|--|-------------------------|-----------------|---------------------|----------------------------------|--------------------------|-----------------------|-----------------------------|-------------|-------------------|------------------|--------------------|----------------|-----------------------|-----------------------|---------------|-----------------------|-------------------------------------|-----------------|------------------|-----------------------|------|
| | | | | | Menge in Schwelrückst. % | Schmelzpunkt oxyd. °C | | | Heizwert Ho Kcal | Heizwert Hu Kcal | C % | H % | | | | Anlieferungs- zust. % | im Öl % | Asche- gehalt % | Fest- substanz % | Schwel- rück- stand % | |
| Schwelkoks | 4,2 | - | - | 11,01 | 10,77 | 1191 | - | 1,12 | 97,8 | 7289 7202 | 7191 7054 | 81,60 80,09 | 2,55 2,74 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Schlägel und Eisen | 5,2 | 0,63 | 98,9 | 4,53 | 5,67 | 1275 | - | 14,0 | 76,4 | 7863 7651 | 7555 7463 | 78,77 81,0 | 5,68 3,48 | 33,36 | 3 | - | - | - | - | - | - |
| Alstadt | 1,0 | 0,14 | 98,8 | 8,91 | 8,92 | 1275 | - | 0,4 | 78,3 | 7845 7737 | 7640 7559 | 83,15 82,13 | 3,78 3,29 | 9,81 | - | - | - | - | - | - | - |
| Bergmannsglück | 2,49 | 0,35 | 99,3 | 9,60 | 10,64 | 1275 | - | 4,0 | 88,6 | 7920 7478 | 7680 7307 | 79,80 79,81 | 4,54 3,16 | 19,53 | - | - | - | - | - | - | - |
| Heinits | 7,2 | 0,29 | 99,3 | 5,54 | 6,90 | 1216 | - | 9,57 | 79,79 | 7304 7356 | 7138 7188 | 77,90 80,12 | 4,54 3,12 | 34,6 | 4 | - | - | - | - | - | - |
| Welsen | 1,0 | 0,54 | 99,5 | 6,04 | 7,78 | 1285 | 1300 | 12,3 | 75,8 | 7657 7642 | 7370 7466 | 77,05 82,79 | 5,51 3,25 | 33,8 | 19 | - | - | - | - | - | - |
| Braunkohle Erabag | 7,3 | 7,4 | 92,1 | 13,09 | 20,83 | 1224 | - | - | - | 6223 | 6077 | 67,42 | 2,71 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Getroppter Schmelz- rückstand Scholven | 0,8 | 52,4 | 46,0 | 21,69 | 37,01 | 1262 | - | 32,9 | 61,4 | 6941 5450 | 6713 5359 | 70,83 60,27 | 4,13 1,67 | 54 | - | - | 25,7 | 48,3 | 118,5 | 55,9 | 41,9 |
| Schmelzrückstand Scholven | 0 | 61,7 | 38,0 | 13,29 | 22,5 | 1220 | 1230 | 45,6 | 50,8 | 7925 6445 | 7678 6330 | 80,4 71,59 | 4,57 2,13 | 36 | - | - | 39,4 | 63,9 | 296,0 | 103,5 | 7,0 |
| Aufschluß von Kohle mittels Schmelzrückstand | 0,2 | 35,1 | 57,2 | 19,62 | 38,16 | 1036 | - | - | - | 4946 | 4385 | 55,9 | 2,05 | 91 | - | 132 | 31,3 mit Benzol 18,7 mit Alkohol | | | | |
| Anhydrierte Kohle | 0,7 | 63,1 | 35,7 | 3,68 | 16,53 | - | - | - | - | 6440 | 6293 | 75,37 | 2,72 | 114 | - | 250 | 53,4 mit Benzol 26,0 mit Alkohol | | | | |
| Abschlags Kammor 6, Ofen 4, Leuna. | Asphalt bezogen auf | | | Feststoff | | | Analyse des Benzollöslichen | | | | | | | | | | | | | | |
| | Anlieferungs- zustand % | Feststoff 100 % | Asche- gehalt % | Menge im Anlieferungs- zustand % | Asche- gehalt % | C- gehalt % | H im Feststoff % | 3250 % | C % | H % | Asche im Rückst. % | | | | | | | | | | |
| 10,9 | 30,7 | 34,3 | 35,9 | 89,7 | 11,7 | 13,8 | 15,9 | 89,88 | 8,06 | 74,27 | | | | | | | | | | | |

| Yon | Wohnort | Mittelpunkt | Wohnort | Wohnort |
|-----|---------|-------------|---------|---------|
| 75 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 76 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 77 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 78 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 79 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 80 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 81 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 82 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 83 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 84 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 85 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 86 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 87 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 88 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 89 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 90 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 91 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 92 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 93 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 94 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 95 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 96 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 97 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 98 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 99 | Walden | Walden | Walden | Walden |
| 100 | Walden | Walden | Walden | Walden |

| Wort | Wort | Wort | Wort | Wort |
|-----------|-----------|-----------------|----------------------------------|------|
| 10 Teile | 10 Teile | lose geschwemmt | nicht geschwemmt, nicht gelassen | |
| 20 Teile | 20 Teile | steif | gebuckelt, leicht gelblich | |
| 30 Teile | 30 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 40 Teile | 40 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 50 Teile | 50 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 60 Teile | 60 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 70 Teile | 70 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 80 Teile | 80 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 90 Teile | 90 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |
| 100 Teile | 100 Teile | steif | gebuckelt, gelassen, gut | |

Verfahren zur Herstellung von Schokolade
aus Milchpulver, Fett und Zucker
in Form von Tafeln

| Zusammensetzung | Zusammensetzung | | Verfahren des Lagers im Ofen Temperatur | Konsistenzmerkmale |
|--|---------------------------|----------|---|---------------------------------------|
| | 1. Teil | 2. Teil | | |
| 1. Schokolade 50% Schokolade | 50 Teile | 50 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, gut, blausig |
| | 40 Teile | 60 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, gut, leicht matt |
| 2. Schokolade 50% Schokolade | 50 Teile | 50 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, schaumig |
| | 40 Teile | 60 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, schaumig |
| 3. Schokolade | Folien, bei 125° verpackt | | angebacken | gebunden, schaumig |
| 4. Schokolade | Folien Original | | los geschrampt | gebunden, geflossen, schaumig |
| 5. Aufbereitung Masse | Masse, gut vermischt | | Masse in die Tafeln eingefüllt | |
| | 50 Teile | 50 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, schaumig |
| | 40 Teile | 60 Teile | los geschrampt | gebunden, geflossen, leicht matt |
| 6. Aufbereitung von Masse mittels Schneidemaschine etc. | 40 Teile | 60 Teile | los geschrampt | gebunden, geflossen, gut |
| | 40 Teile | 60 Teile | los geschrampt | gebunden, geflossen, gut |
| | 50 Teile | 50 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, blausig |
| | 50 Teile | 50 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, blausig |
| | 60 Teile | 40 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, schaumig |
| | 60 Teile | 40 Teile | angebacken | gebunden, geflossen, schaumig |

Beilage 4a

Ergebnisse der Versuche zur Widerstandskraft des Braunkohlensinterens
gegen die Braunkohle beim Braunkohlensinteren im losen Mischungs-

| Versuch Nr. | Mischungs- Verhältnis | | Verhalten des Sinterens in der Reihe | Eigenschaften |
|----------------|---|-----------------|--|--|
| | Braunkohle | Erdsinter | | |
| 1 | Anschlagen des Sinterens 6, Sinter 4, Sinter | | angebacken | gebacken, nicht geflossen, gut. |
| | 50 Teile | 40 Teile | | |
| | 50 Teile | 50 Teile | | |
| | 40 Teile | 60 Teile | los | nicht gebacken, pulverig. |
| | Erdsinter des Sinter | | angebacken | gebacken, nicht geflossen, gut. |
| | 50 Teile | 40 Teile | | |
| 50 Teile | 50 Teile | | | |
| 40 Teile | 60 Teile | los geschwungen | nicht gebacken, nicht geflossen Pulver. | |
| 2 | Erdsinter wie bei Versuch 1, Sinter 4, Sinter Sinter | | angebacken | gebacken, geflossen, fest, gut. |
| | 50 Teile | 50 Teile | | |
| | 60 Teile | 40 Teile | | |
| | 50 Teile | 50 Teile | los | nicht gebacken, nicht geflossen Pulver. |
| | Erdsinter des Sinter | | angebacken | gebacken, nicht geflossen, bläsig, gut. |
| | 50 Teile | 50 Teile | | |
| | 60 Teile | 40 Teile | | |
| | 40 Teile | 60 Teile | los | nicht gebacken, pulverig. |
| | 50 Teile | 50 Teile | los | nicht gebacken, pulverig. |

An

Hydrierwerke Pölitz
Aktiengesellschaft,Stettin-PölitzHOCHDRUCKVERSUCHE 20. April 1942
P/Lu 558 Be/KiErfahrungsaustausch,
Ringuntersuchung von Abschlammproben.*Group-Analyses*

In der Anlage übersenden wir Ihnen das Ergebnis der Kohleabschlammuntersuchungen.

Die Ergebnisse der an diesem Ringversuch beteiligten Werke sind auf Tabelle 1 zusammengestellt und auf Tafel 1 bis 3 graphisch aufgetragen.

Wie Tafel 1 zeigt, beträgt die Streuung der Asphaltbestimmung im Höchstfall 15 %. Die Bestimmungen einer Untersuchungsstelle liegen jedoch gleichmäßig zu hoch oder zu niedrig und haben infolgedessen einen geringeren Streubereich als 15 %. So bestimmt z.B. Gelsenberg stets den höchsten und Pölitz meist den niedrigsten Asphaltwert. Ein völlig abweichender Wert wird von Welheim bestimmt.

Auf Tabelle 2 ist der in Ludwigshafen bestimmte Asphaltgehalt in den von den Hydrierwerken nach Ludwigshafen gelieferten, entfesteten Abschlammproben aufgeführt. Auf Tafel 1 ist der Asphaltgehalt graphisch aufgetragen. Die rot eingezeichnete Kurve zeigt den Asphaltgehalt der entfesteten Abschlammmöle, sowie der gleichfalls gelieferten benzolhaltigen Filtrate aus den Abschlämmen. Aus der Übereinstimmung dieser roten Kurve mit den Asphaltwerten aus den in Ludwigshafen entfesteten Abschlammproben geht hervor, daß die Isolierung des Festen im Abschlamme auf allen Werken übereinstimmend durchgeführt wird.

Der unterschiedliche s-Asphaltgehalt bei der Verwendung verschiedener Fällungsmittel, Kahlbaum-Normalbenzin, Merk-Normalbenzin und Rhenania-Lösungs-Benzin liegt in der bekannten Größenordnung von 1 bis 2 %. Auffallend hoch sind die Unterschiede zwischen Kahlbaum-Benzin und Rhenania-Benzin bei der Bestimmung in Scholven.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß bei dem Entfesten des Abschlammes einwandfreies Benzol zu verwenden ist, welches insbesondere keine höhersiedenden aromatischen Kohlenwasserstoffe enthalten soll. So wurde in dem benzolhaltigen Abschlammpfiltrat von Scholven festgestellt, daß dieses noch ca. 15 % an höhersiedenden Kohlenwasserstoffen enthielt. Vielleicht ist hierauf auch der niedrige Siedebeginn des Abschlammmöles zurückzuführen.

Hydrierwerke Pölitz A.G.,
Stettin-Pölitz

20.4.42 - 2 -

Aus Tafel 2 geht hervor, daß die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes und des Schwefelgehaltes sehr unterschiedliche Ergebnisse ergibt. Die spezifische Gewicht der Probenmengen weist jedoch außerordentlich große Schwankungen.

Aus Tafel 3 sind die Analysenergebnisse und die Werte der Sauerstoff- und Schwefelgehalte in Abhängigkeit vom Schwefelgehalt zu entnehmen. Von diesem ist abgesehen die Verteilung der Schwefelgehalte in den Probenmengen.

Die Analyse ist in erster Linie die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes, wenn bei dem Einfluß des Schwefelgehaltes, so wie der Verteilung der Schwefelgehalte und der Ausbreitung der Schwefelgehalte. 1)

Die auf Tafel 3 angegebenen Werte sind die Werte für die Schwefelgehalte in den verschiedenen Probenmengen. Bei der graphisch gefundenen Verteilung der Schwefelgehalte sind die Schwefelgehalte noch zu berücksichtigen.

Die in Laboratorium gefundenen mittleren Werte sind wie folgt:

| | | | |
|----------------------|------|------------------------|------|
| Abchlam von Salzberg | 73 | Wassergehalt bei 100°C | 15,5 |
| " " " " " " | 74 | " " " " | 19,5 |
| " " " " " " | 69 | " " " " | 18,5 |
| " " " " " " | 61,5 | " " " " | 28,5 |

gez. Pflanz...

2 Tabellen
3 Zeichnungen

1) Die Verschiedenartigkeit der Rohstoffe und der Hydrierbedingung ist hier außer Betracht gelassen.

Ringuntersuchung von Kohleabschlammproben verschiedener Werke.

Die Probenahme erfolgte Mitte Januar 1942.

Tabelle 1

| Herkunft des Abschlammes | Scholven | | | | Gelsenberg | | | | | Pölitze | | | | Ludwigshafen | | | |
|----------------------------|----------|------------|---------|-------|------------|----------|------------|---------|-------|----------|------------|---------|-------|--------------|------------|---------|-------|
| | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Welheim | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu |
| Vom Gesamtprodukt: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Benzolunlösliches % | 27,7 | 27,3 | 27,0 | 27,4 | 20,8 | 20,7 | 21,5 | 21,0 | 21,9 | 17,7 | 18,8 | 17,6 | 18,3 | 19,8 | 19,7 | 19,3 | 20,0 |
| Asche darin % | 30,3 | 29,5 | 26,6 | 29,8 | 60,0 | 58,4 | 59,5 | 60,6 | 60,0 | 39,2 | 38,0 | 38,2 | 38,5 | 53,7 | 53,5 | 50,2 | 50,3 |
| Vom entfestetem Öl: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| spez. Gew. bei 100°C | 1,159 | 1,141 | 1,125 | 1,144 | 1,073 | 1,094 | 1,076 | 1,064 | 1,078 | 1,100 | 1,094 | 1,100 | 1,104 | 1,096 | 1,076 | 1,078 | 1,080 |
| Siedekurve: Beg. °C | 140 | - | 183 | 265 | - | 174 | - | 280 | 268 | 141 | - | 270 | 270 | 158 | - | 259 | 258 |
| % - 325°C | 3,4 | 2,6 | 3,3 | 2,0 | 9,0 | 9,1 | 5,4 | 9,5 | 4,9 | 3,6 | 5,0 | 8,0 | 3,4 | 2,1 | 6,7 | 7,2 | 4,6 |
| s-Asphalt % | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| mit Kahlbaumbenzin | 31,5 | - | - | - | 8,4 | 19,5 | - | - | - | 23,9 | - | - | - | 20,1 | - | - | - |
| mit Merkbenzin | - | 33,9 | - | - | - | - | 17,9 | - | - | - | 24,0 | - | - | - | 19,0 | - | - |
| mit Rhenaniabenzin | - | 31,8 | 25,0 | 28,6 | 8,3 | 15,8 | 16,6 | 16,0 | 14,3 | - | 21,9 | 16,8 | 18,9 | 14,9 | 17,8 | 15,1 | 15,7 |
| Vak.-Kurve bei 16 mm Hg | 16 | 16 | 16 | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Gew.% - 225°C | 14,8 | 15,0 | 11,0 | 11,8 | 18,3 | 18,4 | 28,0 | 17,0 | 19,4 | 22,1 | 27,0 | 16,0 | 15,8 | 21,9 | 25,0 | 14,5 | 15,9 |
| " - 275°C | 34,8 | 38,0 | 30,0 | 30,5 | 43,9 | 44,1 | 57,0 | 42,0 | 42,6 | 41,5 | 53,0 | 39,0 | 36,0 | 42,8 | 53,0 | 36,6 | 37,9 |
| " - 325°C | 49,0 | 52,5 | 43,0 | 40,6 | 63,6 | 60,2 | 69,5 | 57,0 | 57,2 | 54,3 | 65,0 | 49,0 | 48,4 | 58,4 | 67,5 | 50,8 | 50,8 |
| " Rückstand > 525°C | 50,0 | 47,5 | 57,0 | 59,4 | 35,4 | 39,0 | 30,5 | 43,0 | 42,8 | 43,6 | 35,0 | 51,0 | 51,6 | 41,1 | 32,5 | 40,0 | 49,2 |
| Schwefelanalyse: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| % Teer | 45,7 | 45,4 | 44,5 | 42,9 | 56,7 | 58,7 | 56,8 | 59,0 | 57,3 | 58,7 | 57,0 | 56,0 | 54,4 | 58,0 | 58,4 | 59,2 | 56,4 |
| % Koks | 53 | - | 51,6 | 49,5 | 41,5 | 39,0 | - | 36,5 | 34,3 | 39,0 | - | 37,0 | 39,0 | 41,0 | - | 37,4 | 35,5 |
| % Wasser | 0,3 | - | 0,4 | 0,5 | 0,7 | 0,5 | - | 0,5 | 0,6 | 0,5 | - | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,4 | 0,6 |
| % Gas + Verlust | 1,0 | - | 3,5 | 7,1 | 1,1 | 1,8 | - | 4,0 | 7,8 | 1,8 | - | 6,6 | 6,1 | 0,5 | - | 3,0 | 7,5 |
| % Ölausbeute | 63,3 | 62,9 | 61,0 | 59,2 | 71,6 | 74,2 | 72,1 | 74,6 | 73,3 | 71,3 | 69,9 | 67,9 | 66,5 | 72,3 | 71,5 | 73,3 | 70,5 |

Tabelle 2

Untersuchung von Abschlämmlölen und benzolhaltigen Filtraten
aus Abschlämmen auf ihren Asphaltgehalt.

| Herkunft | Pölitze | | Gelsenberg | | Scholven | |
|--|--------------------------------------|--|----------------------------|--|----------------------------|--|
| | 18.2.42 Eingang Menge ca 500 g | 18.2.42 3 Ltr | 7.3.42 200 g | 7.3.42 2 Ltr | 9.3.42 200 g | 9.3.42 2 Ltr |
| Bezeichnung | Abschlämmöl angeliefert | Öl ¹⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat | Abschlämmöl angeliefert | Öl ¹⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat | Abschlämmöl angeliefert | Öl ²⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat |
| § s-Asphalt (mit Rhenania Ben- zin bestimmt) | 18,3 | 17,9 | 14,0 | 13,7 | 28,1 | - |

- 1) Aus den Benzolfiltraten von Pölitze und Gelsenberg wurden jeweils 21 % Abschlämmöl isoliert.
2) Selbst nach Abdestillation von 96 % war der Rückstand noch benzolhaltig: deshalb nicht untersucht.

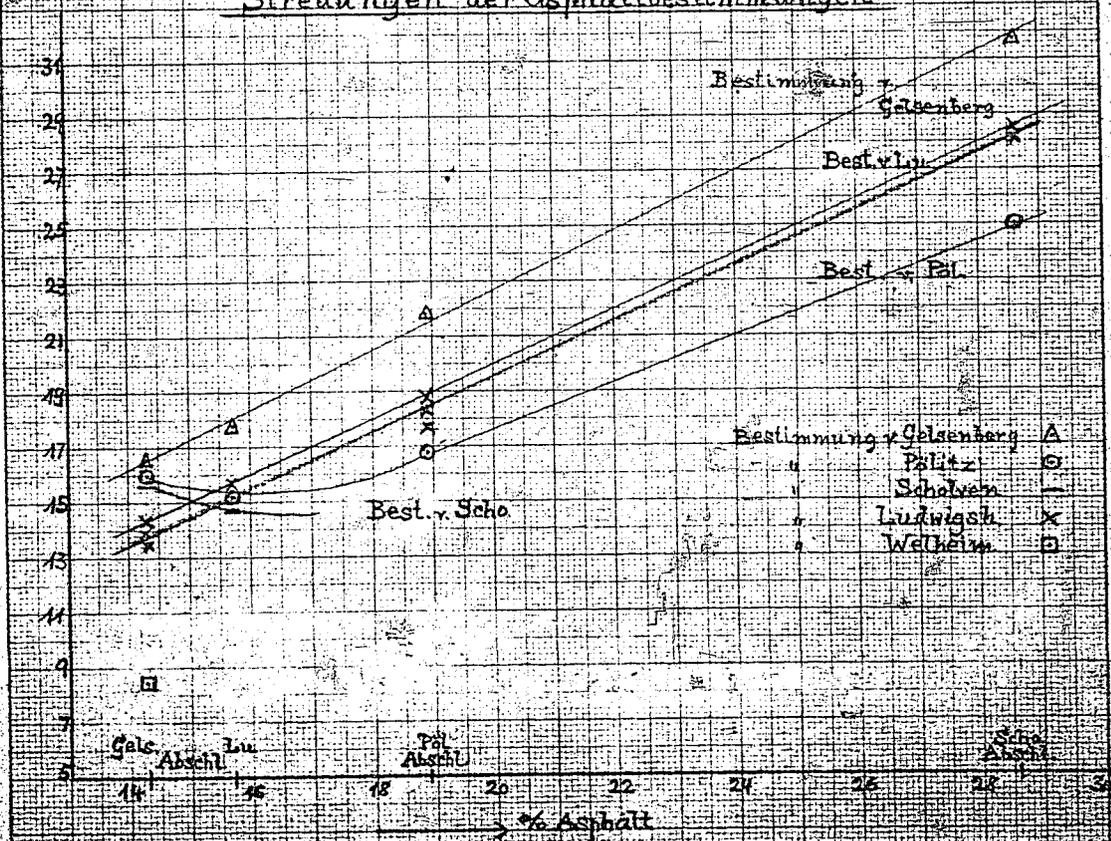
Ring-Untersuchung von Abschlammproben

Tafel 1

(Proben von Mitte Januar 1942)

Streuungen der Asphaltbestimmungen

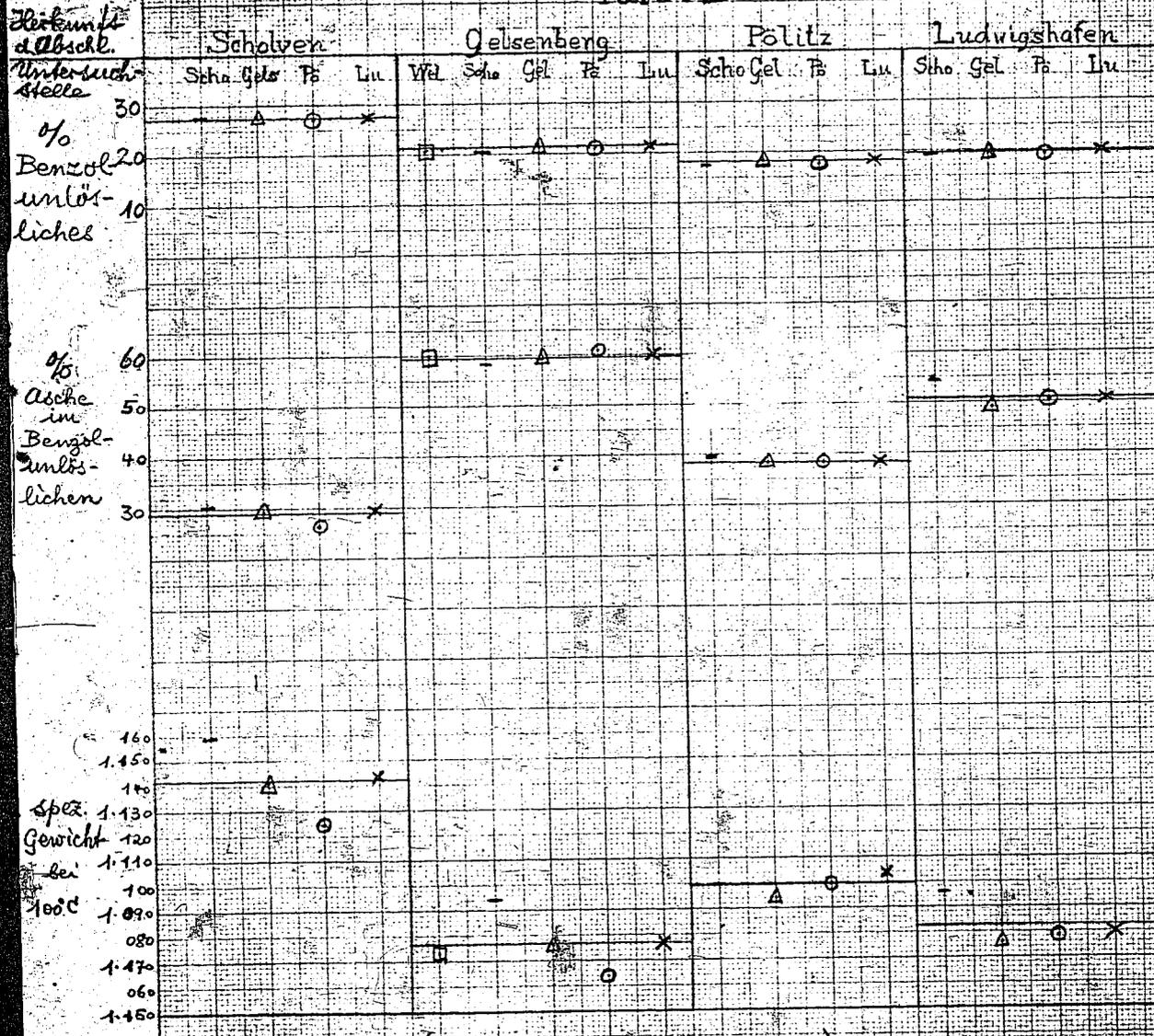
8/0
Asphalt



IG-Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN - Format A 4 7 12 (10 x 297 mm)

Ring-Untersuchung von Abschlämmproben Tafel 2



(Proben von Mitte Januar 1942)

8.6

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

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

Ring-Untersuchung von Abschlämproben

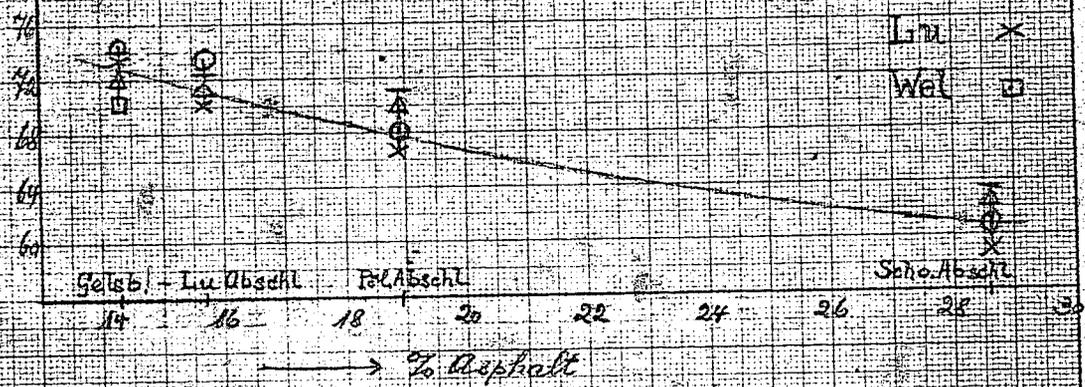
Tafel 3

(Proben von Mitte Januar 1942)

Streuung der Olausbeute

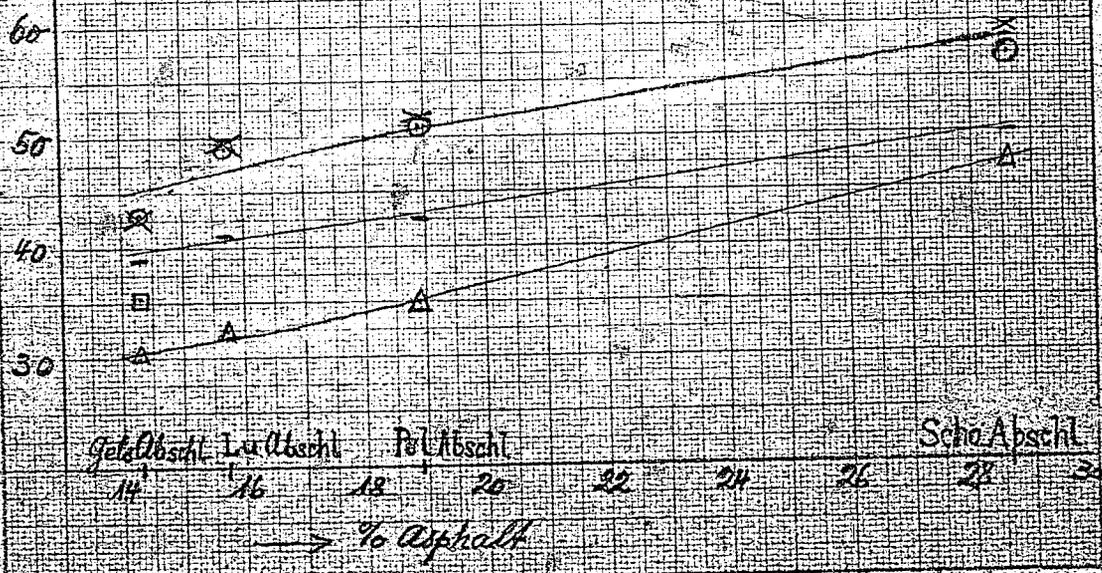
% Oel-
an Leute
beim
Schwelen

Scho —
Gelsb Δ
Pal ○
Lm ×
Wel □



Streuung der Vakuumrückstandbestimmung

% Vakuum-
rückstand



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

Laboratory paper.

Hochdruckversuche
Lu 1

22. Juni 1944 Hk/K1

Aktennotiz
Abschlammfiltration Pölitz.

Zusammenfassung.

Kleinversuche ergaben, daß Pölitzer Erdölabschlamm schlechte Filtrierfähigkeit zeigt.

In Pölitz besteht die Absicht, den Abschlamm der Erdölkammern in Filterpressen aufzuarbeiten. Um den Anschluß an die zahlreichen bei uns durchgeführten Filtrationsversuche mit Abschlamm aus Kohle etc. zu finden und Vergleiche zu diesen anstellen zu können, hatten wir Pölitz gebeten, uns Erdölabschlamm zur Verfügung zu stellen.

Der angeforderte Abschlamm ging am 8.6.1944 bei uns ein. Er hatte folgende Zusammensetzung:

19,5 % Benzolfestes
49,2 % Asche im Festen
0,4 % s-Asphalt
22,4 % M'öl -325°

Filterversuche wurden angestellt in der Labornutsche (dampfbeheizt, 70 mmØ, 100 g Füllung) und in einem Druck-Tuchfilter (190 mm Ø bis 5 atm, Drahtnetz + Tuch + Papier 180°).

Die Laborfiltration ergab nachstehende Filterzeiten:

| Versuch Nr. | Filtriertes Produkt | Filterzeit für 100 g | |
|-------------|--|--------------------------|--------------------------|
| | | bei 100° Produkttemp. | bei 180° Produkttemp. |
| 1 | Original Abschlamm Pölitz | 36 Minuten | 17,5 Minuten |
| 2 | Abschlamm + Schwerbenzin ¹⁾ 2 : 1 | 12,7 Minuten | 7,8 Minuten |
| 3 | Abschlamm + Schwerbenzin 1 : 1 | 8 Minuten | 5,2 Minuten |
| 4 | Abschlamm + Xylol 2 : 1 | 10,3 Minuten | |
| 5 | Abschlamm + Xylol 1 : 1 | 5,5 Minuten | |
| 6 | zum Vergleich Steinkohleabschlamm + Mittelöl 1 : 1 | 16 Minuten | |
| 7 | Rohaufschluß Pott-Bröche | ca 20 Sekunden | |

Der Versuch im Druck-Tuchfilter bei 180° mit 10 kg Abschlamm und 4 Atm Druck dauerte ca 40 Stunden.

Zusammenfassend ist über diese Versuchsergebnisse zu sagen, daß sich der Pölitzer Erdölabschlamm bei unseren Kleinversuchen als sehr schlecht filtrierfähig zeigte. Seine Filterfähigkeit liegt in der Größenordnung der Filtrierfähigkeit der Kohlenabschlämme.

1) 170-200°

J. No 531

863

Hinsichtlich Festgehalt des Filtergutes vergleichbare Filterversuche mit verdünntem Erdölabschlamm Pölitze, verdünntem Steinkohleabschlamm und Rohaufschluß Pott-Broche (alle etwa 10-12% Festes, Versuchs-Nr. 3 bzw. 5, 6 und 7) zeigen deutlich, daß der Pölitze Erdölabschlamm 1:1 mit einem geeigneten Lösungsmittel verdünnt, etwa 20 mal so schlecht filtriert wie Pott-Extrakt. Es ist nach unseren Erfahrungen also kaum anzunehmen, daß eine Filtration im Großen mit Filterpressen wirtschaftlich durchführbar ist. Allerdings ist uns nicht bekannt, wie Pölitze seine Laborversuche durchgeführt hat, auf Grund deren eine wirtschaftliche Filtrierbarkeit angenommen wurde.¹⁾

gez. Gieg

gez. Rank

1) Brief vom 25.2.1944

druckversuch

Zurück an
Vorzimmer Dr. Dr. Pier

An
Gelsenberg Benzin
Aktiengesellschaft,

G e l s e n k i r c h e n
Postfach 15

HOCHDRUCKVERSUCH 20. April 1942
P/Lu 558 Be/Ki

Erfahrungsaustausch.
Ringuntersuchung von Abschlammproben.

In der Anlage übersenden wir Ihnen das Ergebnis der Kohle-
abschlammmuntersuchungen.

Die Ergebnisse der an diesem Ringversuch beteiligten Werke
sind auf Tabelle 1 zusammengestellt und auf Tafel 1 bis 3 graphisch
aufgetragen.

Wie Tafel 1 zeigt, beträgt die Streuung der Asphaltbestim-
mung im Höchstfall $\pm 15\%$. Die Bestimmungen einer Untersuchungsstelle
liegen jedoch gleichmäßig zu hoch oder zu niedrig und haben infolge-
dessen einen geringeren Streubereich als 15% . So bestimmt z.B. Gelsen-
berg stets den höchsten und Föhlitz meist den niedrigsten Asphaltwert.
Ein völlig abweichender Wert wird von Welheim bestimmt.

Auf Tabelle 2 ist der in Ludwigshafen bestimmte Asphaltge-
halt in den von den Hydrierwerken nach Ludwigshafen gelieferten, ent-
festeten Abschlammproben aufgeführt. Auf Tafel 1 ist der Asphaltge-
halt graphisch aufgetragen. Die roteingezeichnete Kurve zeigt den
Asphaltgehalt der entfesteten Abschlammpöle, sowie der gleichfalls ge-
lieferten benzolhaltigen Filtrate aus den Abschlämmen. Aus der Über-
einstimmung dieser roten Kurve mit den Asphaltwerten aus den in Lud-
wigshafen entfesteten Abschlammproben geht hervor, daß die Isolierung
des Festen im Schlamm auf allen Werken übereinstimmend durchgeführt
wird.

Der unterschiedliche s-Asphaltgehalt bei der Verwendung ver-
schiedener Fällungsmittel, Kahlbaum-Normalbenzin, Merk-Normalbenzin
und Rhenania-Lösungs-Benzin liegt in der bekannten Größenordnung von
1 bis 2%. Auffallend hoch sind die Unterschiede zwischen Kahlbaum-
Benzin und Rhenania-Benzin bei der Bestimmung in Scholven.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß bei dem Entfesten des
Abschlammes einwandfreies Benzol zu verwenden ist, welches insbeson-
dere keine höhersiedenden aromatischen Kohlenwasserstoffe enthalten
soll. So wurde in dem benzolhaltigen Abschlammpfiltrat von Scholven
festgestellt, daß dieses noch ca. 15% an höhersiedenden Kohlenwasser-
stoffen enthält. Vielleicht ist hierauf auch der niedrige Siedebeginn
des Abschlammpöles zurückzuführen.

Gelsenberg Benzol A.G.,
Gelsenkirchen.

20.4.42

- 2 -

Aus Tafel 2 geht hervor, daß die Bestimmung des Benzol-
unlöslichen und der Asche im Festen sehr gut bei allen Untersuchungs-
stellen übereinstimmt. Das spezifische Gewicht des Abschlamms
zeigt jedoch außerordentlich große Schwankungen.

Auf Tafel 3 sind Vakuumrückstand und Clausbeute beim
Schwelen in der Fischerrotorte in Abhängigkeit von Asphalt aufge-
tragen. Von Gelsenberg scheint der Vakuumrückstand zu niedrig be-
stimmt worden zu sein.

Die Clausbeute ist in erster Näherung eine Funktion des
Asphaltgehaltes, wenn man von dem Einfluß des Sauerstoffgehaltes SO₂-
wie der Art des Asphaltes und der Zusammensetzung des Gases absieht.

Die auf Tafel 3 eingezeichnete mittlere Kurve ist dabei
ein Maßstab für die Schwelwürdigkeit der verschiedenen Abschlämme.

Bei dem großtechnisch gefundenen Clausbeuten kann die Fahr-
weise der Schwelöfen die Schwel Clausbeute noch beeinflussen.

Die im Laboratorium gefundenen mittleren Zahlen liegen wie
folgt:

| | | | | |
|--------------------------|------|----------------|--------|---------|
| Abschlamm von Gelsenberg | 73 % | Clausbeute bei | 14,3 % | Asphalt |
| " " Ludwigshafen | 71 % | " " | 15,7 % | " |
| " " Eulitz | 69 % | " " | 18,9 % | " |
| " " Scholven | 61 % | " " | 28,5 % | " |

Heil Hitler!

I.G. FARBE-INDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. Pier

gez. i. V. Höring

Anlagen:

2 Tabellen
3 Tafeln.

1) Die Verschiedenartigkeit der Rohstoffe und der Hydrierbedingung
ist hier außer Betracht gelassen.

863

Ringuntersuchung von Kohleabschlammproben verschiedener Werke.

Die Probenahme erfolgte Mitte Januar 1942.

Tabelle 1

| Herkunft des Abschlammes | Scholven | | | | Gelsenberg | | | | Pölitze | | | | Ludwigshafen | | | | |
|----------------------------|----------|------------|---------|-------|------------|----------|------------|---------|---------|----------|------------|---------|--------------|----------|------------|---------|-------|
| | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Welheim | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu |
| Vom Gesamtprodukt: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Benzolunlösliches % | 27,7 | 27,3 | 27,0 | 27,4 | 20,8 | 20,7 | 21,5 | 21,0 | 21,9 | 17,7 | 18,8 | 17,6 | 18,3 | 19,8 | 19,7 | 19,3 | 20,0 |
| Asche darin % | 30,3 | 29,5 | 26,6 | 29,8 | 60,0 | 58,4 | 59,5 | 60,6 | 60,0 | 39,2 | 38,0 | 38,2 | 38,5 | 53,7 | 53,5 | 50,2 | 50,3 |
| Vom entfestetem Öl: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| spez. Gew. bei 100°C | 1,159 | 1,141 | 1,125 | 1,144 | 1,073 | 1,094 | 1,076 | 1,064 | 1,078 | 1,100 | 1,094 | 1,100 | 1,104 | 1,096 | 1,076 | 1,078 | 1,080 |
| Siedekurve: Beg. °C | 140 | - | 183 | 265 | - | 174 | - | 280 | 268 | 141 | - | 270 | 270 | 158 | - | 259 | 258 |
| " - 325°C | 3,4 | 2,6 | 3,3 | 2,0 | 9,0 | 9,1 | 5,4 | 9,5 | 4,9 | 3,6 | 5,0 | 8,0 | 3,4 | 2,1 | 6,7 | 7,2 | 4,6 |
| s-Asphalt | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| mit Kahlbaumbenzin | 31,5 | - | - | - | 8,4 | 19,5 | - | - | - | 23,9 | - | - | - | 20,1 | - | - | - |
| mit Markbenzin | - | 33,9 | - | - | - | - | 17,9 | - | - | - | 24,0 | - | - | - | 19,0 | - | - |
| mit Rhonaniabenzin | - | 31,8 | 25,0 | 28,6 | 8,3 | 15,8 | 16,6 | 16,0 | 14,3 | - | 21,9 | 16,8 | 18,9 | 14,9 | 17,8 | 15,1 | 15,7 |
| Vak.-Kurve bei 16 mm Hg | 16 | 16 | 16 | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Gew. % - 225°C | 14,8 | 15,0 | 11,0 | 11,8 | 18,3 | 18,4 | 28,0 | 17,0 | 19,4 | 22,3 | 27,0 | 16,0 | 15,8 | 21,9 | 25,0 | 14,5 | 15,9 |
| " - 275°C | 34,8 | 38,0 | 30,0 | 30,5 | 43,9 | 44,1 | 57,0 | 42,0 | 42,6 | 41,5 | 53,0 | 39,0 | 36,0 | 42,8 | 53,0 | 36,6 | 37,9 |
| " - 325°C | 49,0 | 52,5 | 43,0 | 40,6 | 63,6 | 60,2 | 69,3 | 57,0 | 57,2 | 54,3 | 65,0 | 49,0 | 48,4 | 58,4 | 67,5 | 50,8 | 50,8 |
| " Rückstand > 325°C | 50,0 | 47,5 | 57,0 | 59,4 | 35,4 | 39,0 | 30,3 | 43,0 | 42,8 | 43,6 | 35,0 | 51,0 | 51,6 | 41,1 | 32,5 | 49,0 | 49,2 |
| Schwelanalyse: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| % Teer | 45,7 | 45,4 | 44,5 | 42,9 | 56,7 | 58,7 | 56,3 | 59,0 | 57,3 | 58,7 | 57,0 | 56,0 | 54,4 | 58,0 | 58,3 | 59,2 | 56,4 |
| % Koks | 53 | - | 51,6 | 49,5 | 41,5 | 39,0 | - | 36,5 | 34,3 | 39,0 | - | 37,0 | 39,0 | 41,0 | - | 37,4 | 35,5 |
| % Wasser | 0,3 | - | 0,4 | 0,5 | 0,7 | 0,5 | - | 0,5 | 0,6 | 0,5 | - | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,4 | 0,6 |
| % Gas + Verlust | 1,0 | - | 3,5 | 7,1 | 1,1 | 1,8 | - | 4,0 | 7,8 | 1,8 | - | 6,6 | 6,1 | 0,5 | - | 3,0 | 7,1 |
| % Ölausebeute | 63,3 | 62,9 | 61,0 | 59,2 | 71,6 | 74,2 | 72,3 | 74,6 | 73,3 | 71,3 | 69,9 | 67,9 | 66,5 | 72,3 | 71,5 | 73,3 | 70,5 |

806

Tabelle 2

Untersuchung von Abschlämmlölen und benzolhaltigen Filtraten
aus Abschlämmen auf ihren Asphaltgehalt.

| Herkunft | Pölitz | | Gelsenberg | | Scholven | |
|--|----------------------------|--|----------------------------|--|----------------------------|--|
| | 18.2.42 500 g | 18.2.42 3 Ltr | 7.3.42 200 g | 7.3.42 2 Ltr | 9.3.42 200 g | 9.3.42 2 Ltr |
| Bezeichnung | Abschlämmöl angeliefert | Öl ¹⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat | Abschlämmöl angeliefert | Öl ¹⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat | Abschlämmöl angeliefert | Öl ²⁾ in Lu isoliert aus Benzol- Filtrat |
| § s-Asphalt (mit Rhenania Ben- zin bestimmt) | 18,3 | 17,9 | 14,0 | 13,7 | 28,1 | - |

- 1) Aus den Benzolfiltraten von Pölitz und Gelsenberg wurden jeweils 21 % Abschlämmöl isoliert.
 2) Selbst nach Abdestillation von 96 % war der Rückstand noch benzol ltig: deshalb nicht untersucht.

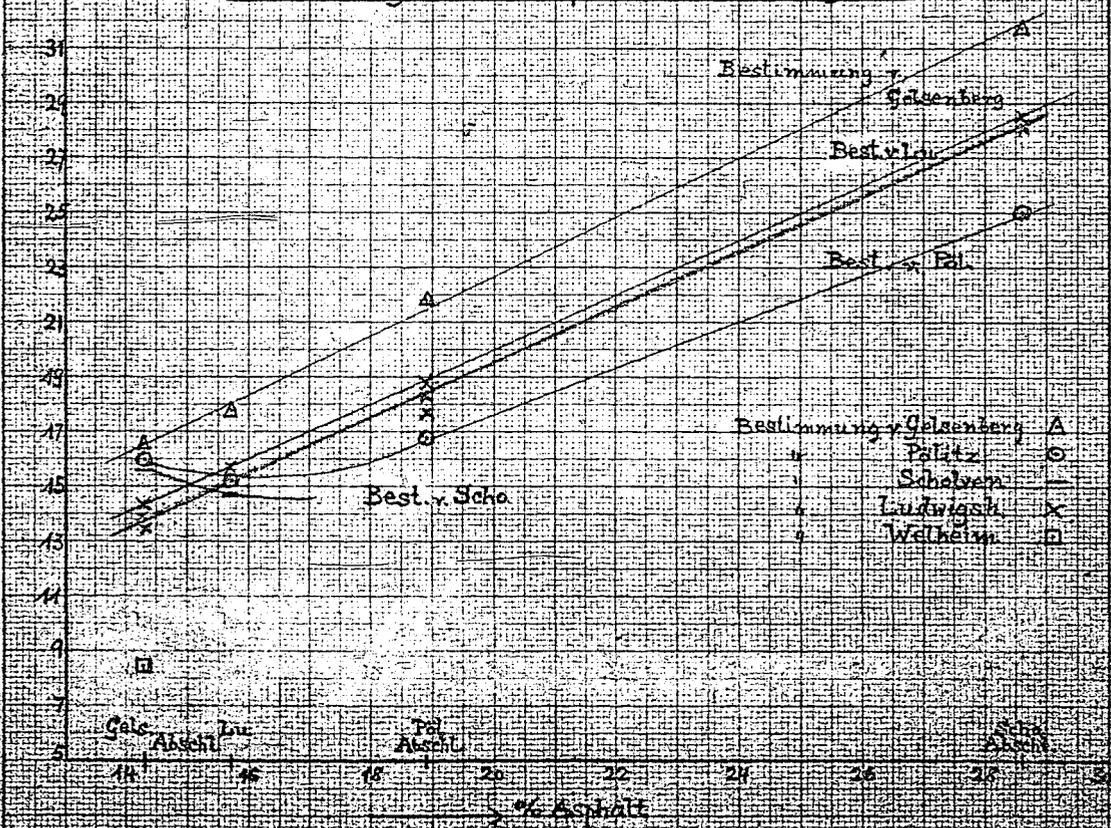
Ring-Untersuchung von Abschlämmpöben

Tafel 1

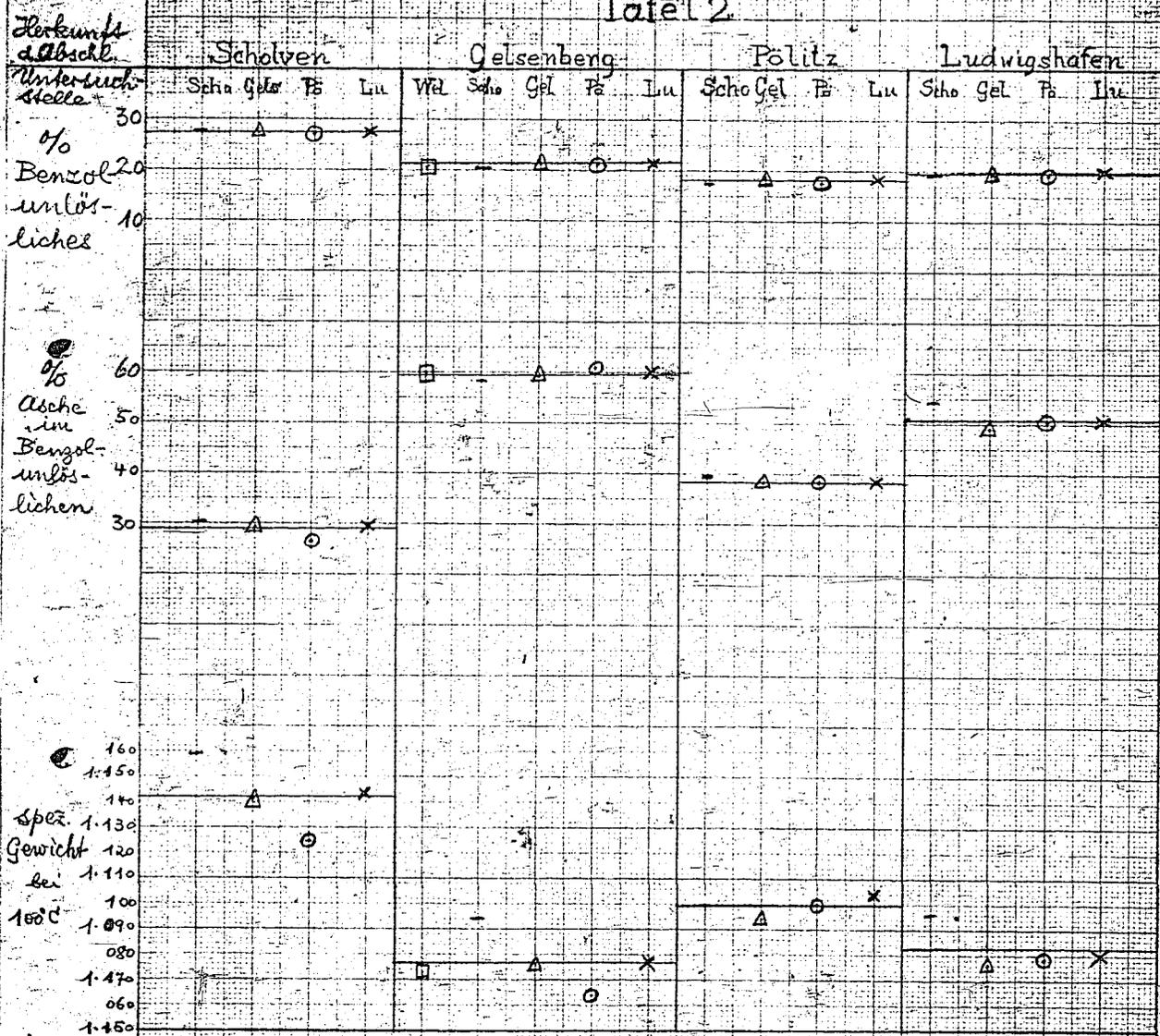
(Proben von Mitte Januar 1942)

Streuungen der Asphaltbestimmungen

o/o
Asphalt



Ring-Untersuchung von Abschlammproben Tafel 2



(Proben von Mitte Januar 1942)

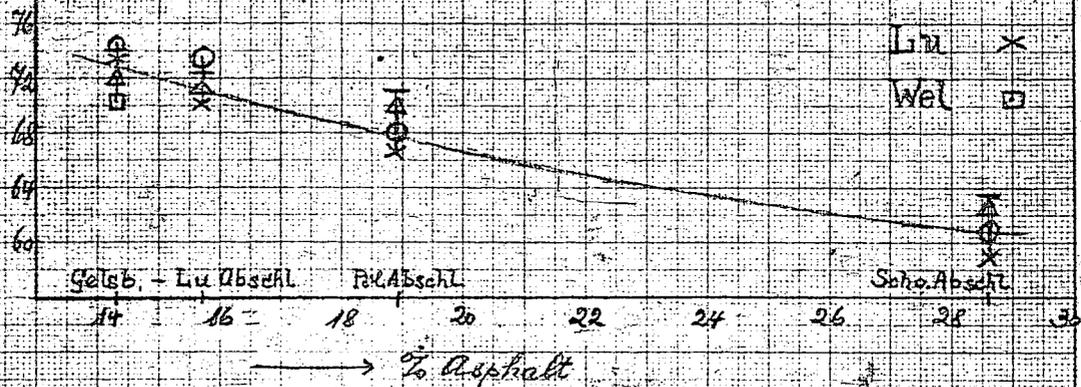
Ring-Untersuchung von Abschlämmproben

Tafel 3

(Proben von Mitte Januar 1942)

Streuung der Ölausbeute

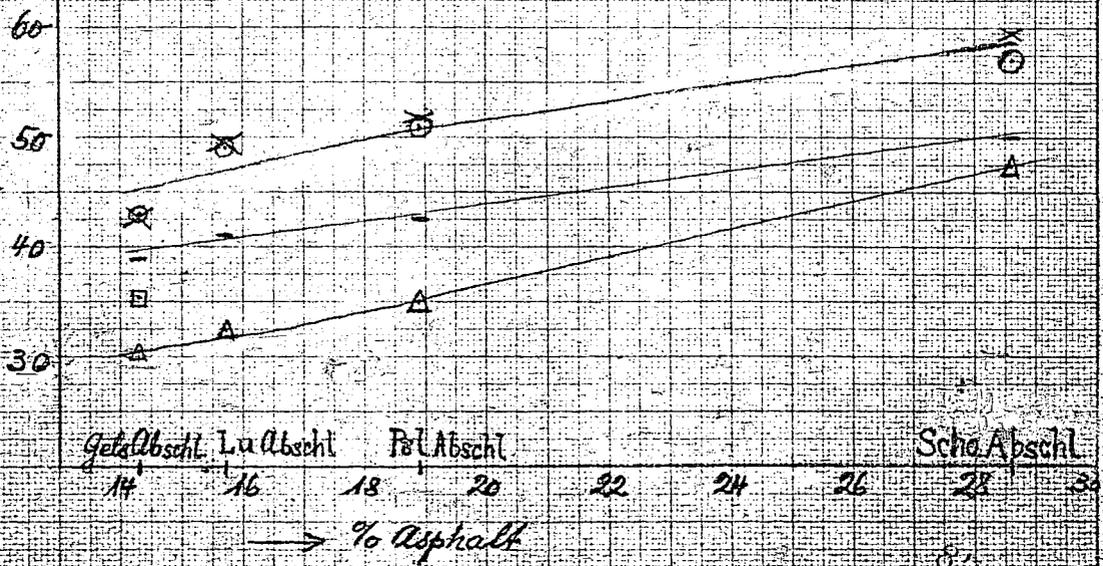
% Öl-
ausbeute
beim
Schwelen



Scho. —
Gelsb. Δ
Pol. ○
Lu. ×
Wel. □

Streuung der Vakuumrückstandbestimmung

% Vacuum-
rückstand



Gelsb. Abschl. Lu. Abschl. Pol. Abschl. Scho. Abschl.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

An
Ruhröl G.m.b.H.
Hugo Stinnes Werke,

B o t t r o p

HOCHDRUCKVERSUCHE 20. April 1942

F/La 558

Be/vi
ah

Erfahrungsaustausch
Ringuntersuchung von Abschlammproben.

In der Anlage übersenden wir Ihnen das Ergebnis der Kohle-
abschlammpuntersuchungen.

Die Ergebnisse der an diesem Ringversuch beteiligten Werke
sind auf Tabelle 1 zusammengefasst und auf Tafel 1 bis 3 graphisch
aufgetragen.

Die Tafel 1 zeigt, beträgt die Streuung der Asphaltbestim-
mung im Höchstfall $\pm 15\%$. Die Bestimmungen einer Untersuchungsstelle
liegen jedoch gleichmäßig zu hoch oder zu niedrig und haben infolge-
dessen einen geringeren Streubereich als 15% . So bestimmt z.B. Gelsen-
berg stets den höchsten und Pöhlitz meist den niedrigsten Asphaltwert.
Ein völlig abweichender Wert wird von Elbein bestimmt.

Auf Tabelle 2 ist der in Ludwigshafen bestimmte Asphaltge-
halt in den von den Hydrierwerken nach Ludwigshafen gelieferten, ent-
festeten Abschlammproben aufgeführt. Auf Tafel 4 ist der Asphaltgehalt
graphisch aufgetragen. Die rote eingezeichnete Kurve zeigt den Asphalt-
gehalt der entfesteten Abschlammpöle, sowie der gleichfalls geläuterten
benzolhaltigen Filtrate aus dem Abschlammen. Aus der Übereinstimmung
dieser roten Kurven mit den Asphaltwerten aus den in Ludwigshafen ent-
festeten Abschlammproben geht hervor, daß die Isolierung des Festen
im Abschlammen auf allen Werken übereinstimmend durchgeführt wird.

Der unterschiedliche s-Asphaltgehalt bei der Verwendung ver-
schiedener Füllungsmittele, Zahlbaum-Normalbenzin, Merk-Normalbenzin
und Rhénania-Lösungsbenzin liegt in der bekannten Größenordnung von
1 bis 2%. Auffallend hoch sind die Unterschiede zwischen Zahlbaum-
Benzin und Rhénania-Benzin bei der Bestimmung in Scholven.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß bei der Destillation des
Abschlammes einwandfreies Benzol zu verwenden ist, welches insbeson-
dere keine höhersiedenden aromatischen Kohlenwasserstoffe enthalten
soll. So wurde in dem benzolhaltigen Abschlammpfiltrat von Scholven
festgestellt, daß dieses noch ca. 15% an höhersiedenden Kohlenwasser-
stoffen enthält. Vielleicht ist hierauf auch der niedrige Siedebeginn
des Abschlammpöles zurückzuführen.

- 2 -

12291
871
Hochdruckversuche

Ruhröl G.m.b.H.
Bottrop.

20.4142 - 2 -

Aus Tafel 2 geht hervor, daß die Bestimmung des Benzol-unlöslichen und der Asche im Festen sehr gut bei allen Untersuchungsstellen übereinstimmt. Das spezifische Gewicht des Abschlamms zeigt jedoch außerordentlich große Schwankungen.

Auf Tafel 3 sind Vakuumrückstand und Ülausbeute beim Schwelen in der Fischerretorte in Abhängigkeit vom Asphalt aufgetragen. Von Gelsenberg scheint der Vakuumrückstand zu niedrig bestimmt worden zu sein.

Die Ülausbeute ist in erster Näherung eine Funktion des Asphaltgehaltes, wenn man von dem Einfluß des Feststoffgehaltes sowie der Art des Asphaltes und der Zusammensetzung des Öles absieht. 1)

Die auf Tafel 3 eingezeichnete mittlere Kurve ist dabei ein Maßstab für die Schwelwürdigkeit der verschiedenen Abschlämme.

Bei den großtechnisch gefundenen Ülausbeuten kann die Fahrweise der Schwelöfen die Schweläusbeute noch beeinflussen.

Die im Laboratorium gefundenen mittleren Zahlen liegen wie folgt:

| | | |
|--------------------------|------|-------------------------------|
| Abschlamm von Gelsenberg | 73 % | Ülausbeute bei 14,3 % Asphalt |
| " " Ludwigshafen | 71 % | " " 15,7 % " |
| " " Pöhlitz | 69 % | " " 18,9 % " |
| " " Scholven | 61 % | " " 28,5 % " |

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE-AGTIENGESELLSCHAFT

gez. Pier

Anlagen:

- 2 Tabellen
- 3 Tafeln.

1) Die Verschiedenartigkeit der Rohstoffe und der Hydratbedingung ist hier außer Betracht gelassen.

Ringuntersuchung von Kohleabschlammproben verschiedener Werke.

Die Probenahme erfolgte Mitte Januar 1942.

Tabelle 1

| Herkunft des Abschlammes | Scholven | | | | Gelsenberg | | | | | Pölitze | | | | Ludwigshafen | | | |
|-----------------------------------|----------|------------|---------|-------|------------|----------|------------|---------|-------|----------|------------|---------|-------|--------------|------------|---------|-------|
| | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Welheim | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu | Scholven | Gelsenberg | Pölitze | Lu |
| Vom Gesamtprodukt: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Benzolunlösliches % | 27,7 | 27,3 | 27,0 | 27,4 | 20,8 | 20,7 | 21,5 | 21,0 | 21,9 | 17,7 | 18,8 | 17,6 | 18,5 | 19,8 | 19,7 | 19,3 | 20,0 |
| Asche darin % | 30,3 | 29,5 | 26,6 | 29,8 | 60,0 | 58,4 | 59,5 | 60,6 | 60,0 | 39,2 | 38,0 | 38,2 | 38,5 | 53,7 | 53,5 | 50,2 | 50,3 |
| Vom entfestetem Öl: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| spez. Gew. bei 100°C | 1,159 | 1,141 | 1,125 | 1,144 | 1,073 | 1,094 | 1,076 | 1,064 | 1,078 | 1,100 | 1,094 | 1,100 | 1,104 | 1,096 | 1,076 | 1,078 | 1,080 |
| Siedekurve: Beg. °C | 140 | - | 183 | 265 | - | 174 | - | 280 | 268 | 141 | - | 270 | 270 | 158 | - | 259 | 258 |
| % - 325°C | 3,4 | 2,6 | 3,3 | 2,0 | 9,0 | 9,1 | 5,4 | 9,5 | 4,9 | 3,6 | 5,0 | 8,0 | 3,4 | 2,1 | 6,7 | 7,2 | 4,6 |
| s-Asphalt % | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| mit Kahlbaumbenzin | 31,5 | - | - | - | 8,4 | 19,5 | - | - | - | 23,9 | - | - | - | 20,1 | - | - | - |
| mit Merkbenzin | - | 33,9 | - | - | - | - | 17,9 | - | - | - | 24,0 | - | - | - | 19,0 | - | - |
| mit Rhenianbenzin | - | 31,8 | 25,0 | 28,6 | 8,3 | 15,8 | 16,6 | 16,0 | 14,3 | - | 21,9 | 16,8 | 18,9 | 14,9 | 17,8 | 15,1 | 15,7 |
| Vak.-Kurve bei $\frac{16}{mm}$ Hg | 16 | 16 | 16 | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Gew. % - 225°C | 14,8 | 15,0 | 11,0 | 11,8 | 18,3 | 18,4 | 28,0 | 17,0 | 19,4 | 22,1 | 27,0 | 16,0 | 15,8 | 21,9 | 25,0 | 14,5 | 15,9 |
| " - 275°C | 34,8 | 38,0 | 30,0 | 30,5 | 43,9 | 44,1 | 57,0 | 42,0 | 42,6 | 41,5 | 53,0 | 39,0 | 36,0 | 42,8 | 53,0 | 36,6 | 37,9 |
| " - 325°C | 49,0 | 52,5 | 43,0 | 40,6 | 63,6 | 60,2 | 69,5 | 57,0 | 57,2 | 54,3 | 65,0 | 49,0 | 48,4 | 58,4 | 67,5 | 50,8 | 50,8 |
| " Rückstand > 325°C | 50,0 | 47,5 | 57,0 | 59,4 | 35,4 | 39,0 | 30,5 | 43,0 | 42,8 | 43,6 | 35,0 | 51,0 | 51,6 | 41,1 | 32,5 | 49,0 | 49,2 |
| Schwefelanalyse: | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| % Feer | 45,7 | 45,4 | 44,5 | 42,9 | 56,7 | 58,7 | 56,8 | 59,0 | 57,3 | 58,7 | 57,0 | 56,0 | 54,4 | 58,0 | 58,4 | 59,2 | 56,4 |
| % Koks | 53 | - | 51,6 | 49,5 | 41,5 | 39,0 | - | 36,5 | 34,3 | 39,0 | - | 37,0 | 39,0 | 41,0 | - | 37,4 | 35,5 |
| % Wasser | 0,3 | - | 0,4 | 0,5 | 0,7 | 0,5 | - | 0,5 | 0,6 | 0,5 | - | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,4 | 0,6 |
| % Gas + Verlust | 1,0 | - | 3,5 | 7,1 | 1,1 | 1,8 | - | 4,0 | 7,8 | 1,8 | - | 6,6 | 6,1 | 0,5 | - | 3,0 | 7,5 |
| % Ölausbeute | 63,3 | 62,9 | 61,0 | 59,2 | 71,6 | 74,2 | 72,1 | 74,6 | 73,3 | 71,3 | 69,9 | 67,9 | 66,5 | 72,3 | 71,5 | 73,3 | 70,5 |

878