

18.5./19.5. Die Schlange wurde ausgebaut und zerschnitten¹⁾; die an den einzelnen Stellen (siehe Skizze) gemessenen Werte des noch freien Durchmessers waren folgende:

Stelle Nr	L a g e	l.Ø	g Ansatz/100mm
1	1. Aufw. Windung Anfang	7	} 17,5
2	1. " Ende	6,8	
3	4. " Anfang	5,5	} 20,3
4	4. " Ende	5,5	
5	Letzte Abw. Windung		} 22,0
6	" " Anfang	5,0	
	" " Ende	4,8	
7	Schlängenausgang	7,0	-
8	Übergang Schlange-Ofen Bogen ²⁾ Eingang	6,0	-
9	" " Ausgang	6,8	-
10	Übergang Schlange-Ofen T-Stück Eingang	7,0	-
11	" " Ausgang	7,5	-
12	Übergang Schlange-Ofen Linse am Ofen- Eingang	7,5	-

Mit zunehmender Aufheizlänge (Temperatur) nimmt also die Verkrustung zu und zwar ist sie im Bleibad höher als im Übergang hinter dem B...
 Der Ansatz besteht, wie die Bilder zeigen (Anlage) aus zwei konzentrischen Krusten, wobei die am Rohr anliegende grau, die innere schwarz ist³⁾; die beiden Krusten zeigen in sich nochmals eine feinere Schichtung in der Art der Jahresringe; die äussere Kruste besteht wiederum

1) Die Literung der Schlange unterblieb versehentlich.
 2) Analyse s. Seite 29.

Fusante 2 von Seite 28 :

Schnittstelle der Probe	4-5	4-5	4-5	4-5	Übergang Schlange -Ofen	Drook v. Abch. Rührer	Kohle Kontakt	Kohle Kontakt
Probenart	Innere Schicht	Auss. Schicht	Auss. Schicht	Auss. Schicht	Aus Bogen		K 1090	K 1086
			Auss. Teil	Innere Teil				
Im Benzolfester	99,95	99,97	97,28	97,22	84,5	82,14	-	-
% C	5,8	2,2	1,8	1,8	3,7	41,6	-	-
% H	0,28	0,15	0,15	0,18	0,28	1,42	-	-
% Asche	92	90,9	89,33	104,37	100,8	54,2	4,8	7,2
In der Asche:								
% SiO ₂	0,92	2,12	0,8	1,54	1,6	2,12	22	32,1
% Fe ₂ O ₃	63,5	80,7	94,5	68	48,4	35,5	42	24
% Al ₂ O ₃	7,5	13,3	5,5	5,3	9,1	28,7	29,4	27,2
% CaO	1,35	0,41	0,55	0,4	1,5	2,63	2,2	4,5
% Na ₂ O	12,8	-	-	-	14,8	-	-	-
% SO ₄	viel	-	-	-	viel	viel	-	-
% Cl	wenig	-	-	-	wenig	viel	-	-
H ₂ O-lösliches:								
Best. v. Festen	Festen	-	-	Asche	-	-	-	-
% SO ₃	1,3	-	-	viel	-	-	-	-
% Cl	15,5	-	-	wenig	-	-	-	-
% Na ₂ O	-	-	-	10,3	-	-	-	-
HCl Ausg. v. Festen								
% H ₂ S	23,6	-	-	-	-	-	-	-
% SO ₃	0,5	-	-	-	-	-	-	-

Fortsetzung siehe S. 30.

Fortsetzung der Fussnote 2 von S.28:

Probe	Dreck aus Übergang Schlange-Ofen (Bogen)	Dreck aus Abscheider-Rührer
% Py-CS ₂ -Festes	92,53	75,6
Im Py-CS ₂ -Festen:		
% C	2,66	39,2
% H	0,26	1,25
% Asche	10,8	57,88

Probe:	Dreck aus Schlange (Stelle 4-5) äussere Schicht	Dreck aus Schlange (St. 4-5) innere Schicht	Kontakt 6512	Asche aus K 1090 ohne Kontakt
% Fe	47,61	41,03	35,8	21,6
% Ti	0,17	0,25	4,55	0,455
% Fe:Ti	278:1	165:1	7,85:1	47,5:1

Die Verkrustung der Schlange selbst ist praktisch frei von benzollöslichen Anteilen; auch das Benzolunlösliche enthält nur sehr geringe Mengen organischer Substanz, d.h. es handelt sich um Ablagerung anorganischer Substanz. Die Tatsache, dass unter der anorganischen Substanz der Kohle ganz spezifisch und überwiegend das schwere Eisen sich in der Schlange angesammelt hat, deutet an, dass es sich um Absatzerscheinungen infolge zu geringer Strömungsgeschwindigkeiten handelt. Da bei der Sedimentation in der Schlange auch eine Trennung zwischen Fe und Ti eingetreten ist, kann nicht entschieden werden, ob das abgelagerte Fe aus der Kohle oder aus dem Kontakt stammt. Die Tatsache, dass auch sehr viel Na im Ansatz ist, spricht aber dafür, dass es sich um Kontaktabsitzen handelt, wobei offen gelassen werden muss, ob nicht auch gewisse Kondensationswirkungen des Dekalins bei der Verkrustung mitgewirkt haben. Das Eisen dürfte grösstenteils als FeS vorliegen. Die Analyse bestätigt, dass die direkt der Rohrwandung anliegende Kruste sulfidiertes Vorheizermaterial ist. Sonst sind zwischen äusserer und innerer Schicht keine nennenswerten Unterschiede. Die Kruste im (nicht beheizten) Übergang Schlange → Ofen unterscheidet sich nicht charakteristisch vom Schlangenansatz selbst. Von dem C im benzolunlöslichen Teil sind etwa 1/4 benzolunlösliche Asphalte, was auf nur geringe Mitwirkung der Kondensation bei der Verkrustung hinweist. Bei dem Ansatz im Abscheider dagegen handelt es sich überwiegend um Verkokung (41,6% C im Benzolfesten) mit nur geringfügiger Anreicherung von Eisen.

aus zwei Schichten (Bild)¹⁾. Die Härte der Krusten scheint ebenfalls mit steigender Temperatur zunehmen. Ofen ausgebaut; sauber. Abscheider geöffnet; Rührer leicht verkrustet (80 g)²⁾.

Versuchsgruppe E, Ofen 411:

13.5.1938: Da Grund zu der Annahme bestand, dass die Verkrustungen der Schlangen häufig nur auf die besonders Aufheizcharakteristik der Bleibäder zurückzuführen ist, wurde das Bleibad der Breischlange gegen ein elektrisch beheiztes Luftbad ausgewechselt. Die Schlange befindet sich in dem Ringraum zwischen zwei Heizwicklungen, die äussere auf der Aussenseite des äusseren Heizrohres, die innere auf der Innenseite des inneren Heizrohres. In dem geschlossenen Luftbad wird durch einen Propeller im Innenrohr die Luft umgewälzt, im Innenraum abwärts, im Aussenraum aufwärts. Da sich dieses Luftbad bewährte, wurde es später generell verwendet. Schlange 10 x 23 x 15000, Volumen 1200 ccm. Die Schlange war für einen grösseren Ofen berechnet, wurde aber auch für den später verkleinerten Ofen belassen, da die Aufheizleistung in der Luftbadschlange niedriger erwartet wird als in der Bleibadschlange. Da der Ofen mit 10 Liter Inhalt sich für die Versuche mit den hohen Durchsätzen als thermisch zu wenig beherrschbar erwiesen hat, wurde das Volumen um 25% verkleinert durch Herabsetzen des Ausgangsstützens von 3000 auf 2250 mm Höhe; Volumen (gelitert) 8,25 Ltr. Zum Ausgleich der damit geringeren Strömungsgeschwindigkeit wurde die Tourenzahl des Ofenrührers mit 40/1 festgelegt (30 bei Ofen 451).

1) Nach dem Aussehen ist die äussere Schicht der äusseren Kruste Eisensulfid der Rohrwandung.

2) siehe Fussnote 2 von Seite 28.

14.5. Fortsetzung der vorhergehenden Versuche (Ofen 451). Ofen unter Druck Nullgas 600 atm, 8000 Ltr. über Dach, mit Einlauf Anreibeöl von Ofen 451, Temperatur hochgefahren auf 23,5 MV und umgestellt auf Kohlebrei: K 1086 vom 30.11.1936; 1,2 % Kontakt 1181, ~~ix~~ 1,5% Kontakt 6512 und 0,8% Kontakt 6709. Die Menge Kontakt 6709 wurde wieder von 0,3 auf 0,8% erhöht, da bei 0,3% der Asphaltgehalt zu stark angestiegen war. Anreibeöl ist Schleuderöl aus Abschläm Ofen 451 + Mittelöl 215-325° C (60:40). Anreicherung 1:1. Kohle:Abschläm= 1:0,5. 5,5 kg Kohledurchsatz. Sonstige Versuchsbedingungen wie zuletzt in Ofen 451.

15.5. Ofen vorübergehend umgestellt auf Öl, da er kurzzeitig infolge schlechter Bedienung auf 32 MV hochgegangen war; es ist nicht ganz sicher, ob der Ofen ungeschädigt geblieben ist. Zur besseren Beherrschung der Ofentemperatur wird auf 4,5 kg zurückgefahren.

16.5. Ofen vorübergehend mit Öl bei 230 atm zur Reparatur der Luftbadheizung. Nach Einübung der Ofenbedienung wieder vor auf 5,5 kg.-

17.5. Wegen Reparatur der Elemente im Luftbad (die Menge der umgewälzten Luft ist nicht ganz ausreichend) vorübergehend mit Öl bei 230 atm. Der K-Wert der Schlange beträgt etwa 50, ist also recht gut.-

18.5. Unverändert.

19.5. Ofen vorübergehend hoch auf 27,2 MV; wohl nicht geschädigt.-

20.5. Da der Abschläm noch relativ dünn war, wurde auf 6 kg/Std. vorgefahren; die Ofentemperatur wurde entsprechend mit 26,5 MV festgelegt.

21.5. Vorübergehend mit Öl bei niedrigerer Temperatur und 50 atm. Druck zum Auswechseln des defekten Ofenrührerlagers. Auch beim Luftbad scheint eine Verschlechterung der Aufheizung einzutreten: K-Wert ca. 37.

22.5. Unverändert.

23.5. Unverändert.

24.5. Unverändert.

25.5. Unverändert.

26.5. Da die Versuche mit K 1086 einen gewissen Überblick gestatteten, wurde auf die stärker interessierende K 1132¹⁾ umgestellt. Menge an Kontakt 6709 wurde von 0,8 auf 0,3% zurückgenommen, da dies für die jüngere Kohle ausreichend erscheint. Der Wärmeübergang ist unter den neuen Bedingungen schlechter.

27.5. Da die neue Kohle leichter spaltet, konnte der Durchsatz auf 7 kg/Std. vorgefahren werden.

28.5. Vorübergehend mit Öl bei niedrigerer Temperatur zur Eichung des Kohlebreiansauggefäßes. Auch bei der neuen Kohle verschlechtert sich die Schlange stetig.

29.5. Unverändert.

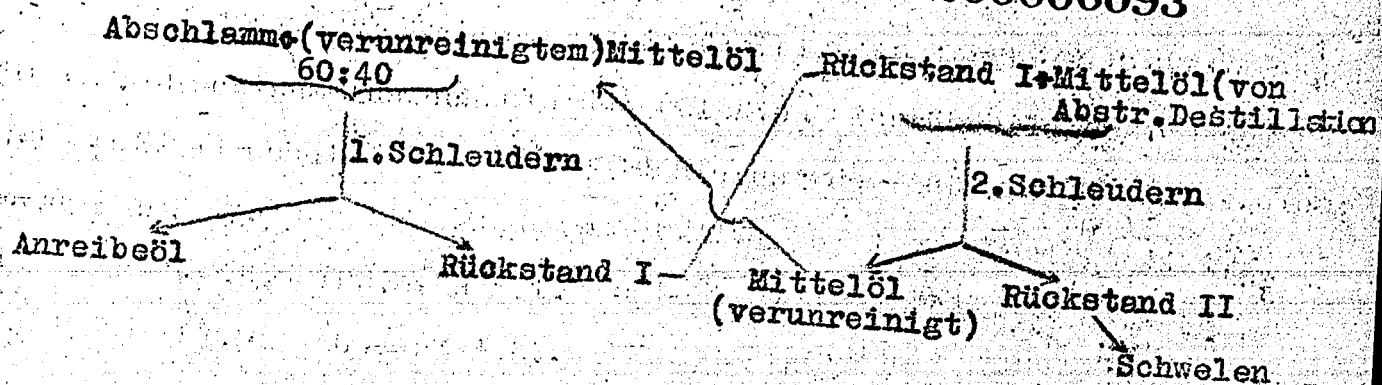
30.5. Unverändert.

31.5. Weiter vor auf 8 kg/Std.

1.6. Weiter vor auf 9 kg/Std. Zur Verminderung der Verluste in der Rückstandsaufarbeitung (d.h. beim Schwelen) wird jetzt zweimal geschleudert und zwar nach folgendem Schema:

1) Oberschlesische Steinkohle-Syndikat Gleiwitz
St.K.B.u.H. 6al.

200000093



Es wird erwartet, dass auf diese Weise geringere Asphaltmenge in die Schwelerei gelangt. Nach dem Verhalten des Hochdruckofens wird erwartet, dass er auch die entsprechend grössere Asphalttrückführung verträgt.

2.6. Weiter vor auf 9,5 kg; doch da hiermit das Luftbad allzu stark überlastet war, wurde wieder auf 9 kg zurückgefahren.

3.6. Vorübergehend mit Öl wegen Störung am Luftbadpropeller; es wird ohne diesen weitergefahren. Um die Breischlange zu entlasten, wird der Gasvorwärmer erhöht von 6 auf max. 15 MV.

4.6. Unverändert.

5.6. Da der gewählte hohe Durchsatz sich bei längerem Fahren doch als zu hoch erwies, wurde auf 8,5 kg zurückgefahren.

6.6. Unverändert.

7.6. Unverändert-

8.6. Trotz der Entlastung der Breischlange tritt wieder eine langsame Verschlechterung ein.

9.6. Die neue Art der Rückstandsaufarbeitung (vermehrte Asphalttrückführung in den Hochdruckofen) hat zu einer Erhöhung der Abschlammviskosität geführt.

10.6. Unverändert.

11.6. Unverändert.

12.6. Die Schlangen-Verschlechterung am 8.6. war nur vorübergehend, tatsächlich hat sich die Breischlange mit der erfolgten Entlastung gehalten.

13.6. Mit Kontakt 2175¹⁾ (1,5%) statt Kontakt 6512, da bei K 1086 mit 2175 gut Erfolge erzielt worden sind. Der neue Kontakt führt zu einer Verschlechterung des Wärmeüberganges in der Vorheizung.

14.6. Vorübergehend mit Öl bei niedrigerer Temperatur wegen Ammonsalzverstopfung hinter Abstreifer. Die Verschlechterung der Schlange scheint hier im Luftbad²⁾ weit geringer zu sein als im Bleibad. Die Verschlechterung ist umso grösser je stärker die Schlange belastet ist (vor allem bei Durchsatz oberhalb 8,5 kg), bzw. je geringer die Vorwärmung des Gases ist.

15.6. Durchsatz zurück auf 8 kg, da der Abschamm zu dick war, und die Abschammprocente nicht zu halten waren.

16.6. Um möglichst hohe Leistung halten zu können, wurde die Ofentemperatur auf 26,5 MW heraufgenommen; trotzdem musste wegen zu hoher Konsistenz des Abschlamms der Durchsatz weiter auf 7,5 kg zurückgenommen werden.

17.6. Unverändert.

18.6. Weiter zurück auf 7 kg.

19.6. Unverändert.

20.6. Auch bei diesem Durchsatz findet leichte Verschlechterung der Schlange statt.

21.6. Unverändert.

22.6. Unverändert.

23.6. Fortsetzung der Verschlechterung der Schlange.

1) Luxmasse

2) Ausserdem ist mit dem beweglicheren Luftbad die Regulierung der Ofentemperatur leichter als mit dem trägeren Bleibad.

20000095

- 24.6. Unverändert.
- 25.6. Unverändert.
- 26.6. Unverändert.
- 27.6. Unverändert.
- 28.6. Unverändert.
- 29.6. Umgestellt auf Öl und Temperatur zurückgefahren wegen Standstörung im Abscheider.
- 30.6. Ofen abgestellt, da Standstörung im Betrieb nicht zu beheben. Ofen dreimal leergeschlammt; Ofen wahrscheinlich sauber, Ofen entspannt. Grund für die Standstörung konnte nicht gefunden werden. Wieder unter Druck und angeheizt.
- 1.7. Mit Einlauf : Rücklauföl, hochgefahren. Dann umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.
- 2.7. Unverändert.
- 3.7. Unverändert.
- 4.7. Unverändert.
- 5.7. Unverändert.
- 6.7. Unverändert.
- 7.7. Unverändert.
- 8.7. Ofen abgestellt, da ein anderer Ofen angefahren werden sollte. Viermal leergeschlammt¹⁾; danach Ofen sauber; Ofen entspannt.

1) Abschläm I + II zusammen: 7,5% Festes mit 9,5% Asche; also praktisch kein Absitzen.

Versuchsergebnisse:

Versuchsgruppe A. Versuch 1:

Die ältere Steinkohle (Kokskohle) Matthias Stinnes wurde, neutralisiert, mit Snok + viel Cl (Cl-Neutralisation hinter Ofen) bei 300 atm Nullgas druckhydriert. Als Anreibeöl diente Schleuderöl, erhalten durch Schleudern von Abschlammschweröl + Abstreifermittelöl = 75 : 25 unter Zugabe von 25 % des anfallenden Abstreiferschweröles (Schweröl zum Schleudern). Gerechnet auf 0 % Anreibeöl-Überschuss erhält man bei 92,7 % Abbau und 23,6 % Vergasung (auf Benzins-Mittelöl-Schweröl (Abstreifer) + Vergasung) mit einer Leistung von 0,216 75,8 % Ölgewinn auf Reinkohle vor folgender Zusammensetzung: 19,7 % -170°C (Abstreifer), 39,8 % $170-325^{\circ}\text{C}$ (Abstreifer), 40,5 % Schweröl über 325°C (Abstreifer). Die erhaltenen Anteile Abstreiferschweröl im Ölgewinn liegen demnach etwa wie erwünscht; der Anreibeöl-Überschuss ist mit 42,7 % sehr hoch, sodass die Höhe des Asphaltgehaltes (19 % im Abschlammschweröl) nicht überraschen kann. Leistung und Vergasung befriedigen unter Berücksichtigung des Schweröl-Anteiles nicht.

Versuchsgruppe A. Versuch 2:

Ohne Abstreiferschweröl zum Schleudern bzw. mit zum Ausgleich dafür auf 70:30 vermehrter Mittelölzugabe ist der Anreibeöl-Überschuss nach wie vor viel zu gross, sodass die Leistung an verwertbarem Ölgewinn (Benzins-Mittelöl-Schweröl neu Abstreifer) nicht besser geworden ist. Der Asphalt im Abschlammschweröl ist durch den Wegfall des Abstreiferschweröles weiter angestiegen (auf 22,4%), die Ölgewinn-Verteilung (ohne Anreibeöl-Überschuss) hat sich durch die Verschiebung in der Aufarbeitung weiter stark nach der Seite des Abstreiferschweröles verschoben. Der Klopffwert des Benzins (64,5) entspricht der starken

Hydrierung, welche durch die grossen Cl-Mengen hervorgerufen
Auch das Mittelöl ist ziemlich wasserstoffreich. Der Vakuumrückstand
des Abstreiferschweröles ist mit 6,3 % etwas höher als normal, wohl
weil die Gegenwart der grossen Mengen Mittelöl mehr Hochsiedende über-
treibt. Das Abschlammschweröl ist auch bei dieser Fahrweise in ver-
gleichbaren Fraktionen aromatischer als das Abstreiferschweröl. Das
Fahren auf den hohen Asphaltspiegel bringt es mit sich, dass das
Schweröl des Anreibeöles sehr dick ist; es hat 55 % Vakuumrückstand!
Das Abschlammöl hat sogar 60 % Vakuumrückstand. Das Reaktionswasser
ist wie stets beim Fahren von Steinkohle mit Snox-El ammoniakalisch.

Versuchsgruppe A, Versuch 3:

Unter unveränderten Bedingungen hat sich inzwischen der hohe
Asphaltspiegel in einer Erhöhung des Feststoffgehaltes des Anreibeöles
auf 11,2 % ausgewirkt.

Versuchsgruppe A, Versuch 4:

Verminderung der Mittelöl-Zugabe auf 75:25 und Zurücknahme
des Reinkohledurchsatzes von 0,48 auf 0,44 vermindert den Anreibeöl-
Überschuss von 45 auf 29 %, allerdings ohne dass der Asphaltspiegel
absinkt. Die Verminderung der eingehenden Mittelölmenge erhöht natur-
gemäss die Menge an Neu-Abstreifer, sodass dessen Leistung auf 0,25
angestiegen ist, natürlich verbunden mit einer Verschiebung des Ab-
streifer-Ölgewinnes vom Schweröl zum Mittelöl. Die Verschiebungen, die
die verminderte Eingangs-Mittelöl-Menge mit sich gebracht hat, haben
sich auch günstig in der Vergasung ausgewirkt in einer Erniedrigung
von 22,7 auf 18,2 %. Es ist also ein möglichst geringer Mittelöl-
Zusatz zum Schlaudern anzustreben.

200000098

Versuchsgruppe A, Versuch 5:

Mit weiter vermindertem Kohledurchsatz (0,39) und zwecks stärkerem Überdestillieren vermehrter Gasmenge (4,7 cbm/ kg Reinkohle) hat sich der Kohleabbau etwas erhöht (auf 94,2 %). Der Anreiböl-Überschuss ist weiter zurückgegangen (auf 10 %). Trotzdem ist der Asphaltspiegel gestiegen, wofür allerdings ein zureichender Grund nicht erkennbar ist; immerhin liegt jetzt der Asphaltspiegel so hoch, dass man beim Schleudern nur noch auf 11 % Festes herunterkommt; d.h. unter den vorliegenden Bedingungen kann auf die Dauer nicht gefahren werden. Man wird also die Bedingungen von Versuchsgruppe A, Versuch 4 als die oberst fahrbare Grenze betrachten müssen. Das stärkere Überdestillieren hat zu einer Erhöhung der Leistung auf 0,27 geführt, wobei die Vermehrung des Überdestillierens beim Mittelöl und Schweröl etwa gleich ist. Die Vakuumkurve des Abstreiferschweröls zeigt, dass (im Vergleich mit Versuchsgruppe A, Versuch 2) durch die grössere Gasmenge mehr Anteile über 325°C Vak. übergetrieben worden sind. Die Verschlechterung des Asphalt-Spiegels zeigt sich auch in den grossen Mengen Vakuumrückstand (67 %) im Abschlämöl, womit auch der schlechte Schleudereffekt verständlich wird. Das Schwelöl enthält geringe Mengen Pyren.

Versuchsgruppe B, Versuch 1:

Gasflammkohle Brassert wurde in Gegenwart von geschwefelter Luxmasse bei 250 atm auf asphalthaltiges Heizöl gefahren. Bei einer Ofentemperatur von 467°C wird mit einer Leistung von 0,39 und einer Vergasung von 15 % ein Ölgewinn erhalten, der zu 22 % aus Benzin -215°C und zu 78 % aus "Heizöl" besteht. Das Heizöl setzt sich zusammen aus 33 % Mittelöl 215-325°C, 49% Schweröl asphaltfrei, 12 % Asphalt, 6 % org. Festem und 0,14 % Asche. Der Aschegehalt, der durch zweimaliges Schleudern so weit erniedrigt wurde, erscheint gerade noch tragbar.

Der Feststoffgehalt ist natürlich ziemlich hoch, Infolge des hohen Abschneidens ist das Rohbenzin stark phenolhaltig (20%), was bei katalytischer Raffination den Aromatengehalt des Benzins wesentlich erhöhen würde. Das chemisch raffinierte Benzin ist etwas untersiedegerecht (25% = 100°C), der Aromatengehalt beträgt 35%, der Klopfwert 70 (Research Methode); das Benzin ist also recht gut. Das (festefreie) Heizöl hat einen ziemlich hohen Kokstest (12); auch die Viskosität ist recht hoch (34,5°E/20°C), aber der Stockpunkt ist dank des hohen Mittelölgehaltes gut (-14°C); Schwefelgehalt und Heizwert befriedigen, ebenso das hohe spezifische Gewicht (1,072/20°C). Bei der Aufarbeitung unter Zusatz sämtlichen Mittelöles befriedigt der Schleudereffekt einigermaßen, indem das Schleuderöl mit 8% Festem anfällt. Das Nachschleudern bei 180°C des durch Schleudern bei 80°C erhaltenen Schleuderöles erniedrigt den Gehalt an org. Festem um 8,9%, den der Asche um 83,9%. Das Nachschleudern ist also für den Aschegehalt des Heizöles sehr wichtig.

Versuchsgruppe B, Versuch 1a:

Unter unveränderten Bedingungen werden nur wenig veränderte Ergebnisse erhalten. Der "Abbau" beläuft sich auf 93,7%, wobei allerdings zu berücksichtigen ist, dass auch der "Ölgewinn" festhaltig ist, sodass der verwertbare Abbau höher liegt. Infolge weiterer Einstellung des Gleichgewichtes hat sich der Benzingealt des Ölgewinns auf 25% erhöht, womit allerdings auch ein Ansteigen der Vergasung auf 17% verbunden ist. Die Phenole im Rohbenzin sind ebenfalls noch weiter angestiegen auf 23%. Wie die Benzinnmenge grösser geworden ist, haben auch die Anteile -100°C im Benzin zugenommen (auf 30%), was zu einer Verbesserung des Klopfwertes (O.Z. 72) geführt hat. Trotz des hohen Phenolgehaltes des Benzins ist auch der des Mittelöles hoch (23%); anscheinend ist bei dieser Fahrweise die Phenolreduktion gering. Auch

der Gehalt des Mittelöles an Ungesättigten (12%) ist recht hoch. Der Vakuumrückstand des gesamten Schweröles ist mit 36% ziemlich hoch. Interessant ist, dass die Zugabe von Abschlammlöl zu gestripptem Abstreifer den Stockpunkt verbessert; anscheinend wirken die Asphaltestockpunkterniedrigend. Die Zusammensetzung des vergastem G ist die übliche. Hier, wo abweichend von Versuchsgruppe A, Versuch 2 kein NH_3 mit dem Kontakt eingebracht wird, ist das Reaktionswasser schwach sauer.

Versuchsgruppe B, Versuch 2:

Mit einem von 0,5 auf 0,68 gesteigerten Reinkohledurchsatz und von 467 auf 475°C erhöhter Ofentemperatur erhält man die erhöhte Ölgewinnleistung von 0,47 bei (durch die höhere Ofentemperatur) sogar etwas niedrigerem Asphaltwert. Trotzdem hat sich der Schleudereffekt verschlechtert, sodass das Heizöl mit dem zu hohen Wert von 0,9 % Asche anfällt. Anscheinend hat aber die höhere Temperatur zu höherem Gehalt des Mittelöles an Ungesättigten geführt.

Versuchsgruppe B, Versuch 3:

Gefahren wurde mit Gasteilung und zwar wurden 31% hinter die Breiaufheizung gegeben; ausserdem versuchsweise zur Schonung der Schlange Kontakt hinter Vorheizung; aus dem gleichen Grunde Abschlammrückführung erhöht auf 1:0,75. Sei es nun die vermehrte Abschlammrückführung oder die andere Kontaktzugabe, die Benzin-Anteile im Ölgewinn haben sich auf 28 % erhöht, und entsprechend ist die Vergasung angestiegen, wenn auch die 19% etwas zu hoch erscheinen.

Versuchsgruppe B, Versuch 4:

Es wurde auf asphaltfreies (Destillat-) Heizöl gefahren; ausserdem wurden nur 30 % des Gases durch die Breischlange gegeben. Zur Aufarbeitung werden 65 Teile Abschlammlöl mit 35 Teilen Mittelöl vermischt

200000101

Der dadurch höhere Mittelölgehalt des Anreibeöles (42 gegen 30%) erhöht die Benzin-Anteile im Ölgewinn auf 33 %. Das Heizöl ist infolge des hohen Mittelöl-Gehaltes sehr gut in Stockpunkt und Viskosität, das spezifische Gewicht beträgt 1,02. Die zum Schleudern zugesetzte Mittelölmenge ist etwas knapp, sodass das Schleuderöl 13 % Festes enthält.

Versuchsgruppe B, Versuch 5:

Mit wieder 70% Gas durch die Breischlange und auf 0,55 erniedrigtem Reinkohledurchsatz sowie auf 50° erhöhter Temperatur-Spanne zwischen Ofen und Abscheider wird bei 93% Abbau mit einer Leistung von 0,33 dn Ölgewinn erhalten, dessen Benzingeht sich infolge des verminderten Kohledurchsatzes auf 42% erhöht hat. Die Erniedrigung des Durchsatzes hat aber zur Einstellung eines guten Schleudereffektes nicht ausgereicht. Das Schleuderöl enthält 16 % Festes, d.h. in dieser Weise kann nicht gefahren werden.

Versuchsgruppe B, Versuch 6:

Durch Vermehrung der rückgeführten Mittelölmenge (Abschlamm + Mittelöl = 1:1) steigt der Benzin-Anteil im Ölgewinn auf 46% an bei der erträglichen Vergasung von 23%. Wohl infolge des hohen Asphaltspiegels (32 % im Abschlammschweröl) ist der Abbau nur 92%. Auch der Klopffwert des Benzins ist mit 0,2. 77 (Research-Methode) sehr gut. Die Untersuchung von Abstreifer-Mittelöl und -Schweröl zeigt, dass man im Verhältnis 41:59 mischen muss, um auf 10°E/ 20°C zu kommen; da aber das Neubildungsverhältnis 20:80 ist, würde dieses zur Einstellung der gewünschten Viskosität nicht ausreichen. Bei dem starken Mittelölzusatz genügt jetzt der Schleudereffekt; das Schleuderöl hat jetzt 8 % Festes.

Versuchsgruppe B, Versuch 7:

Bei auf 35° verringerter Temperatur-Spanne zwischen Ofen und Abscheider ist mehr überdestilliert, sodass der Anreibeöl-Überschuss von 29 auf 0 % zurückgegangen ist. Dementsprechend ist die Leistung an "verwertbarem" Ölgewinn angestiegen von 0,28 auf 0,37. Eine geringe Temperatur-Spanne zwischen Ofen und Abscheider ist also wichtig. Die Asphalte im Abschlämöl sind natürlich etwas angestiegen; doch ist der Schleudereffekt in der gefahrenen Zeit kaum schlechter geworden ¹⁾. Die Verschiebung zwischen Benzin und Mittelöl ist wohl mehr eine zufällige Verlegung der Schnittpunkte. Das Abstreiferschweröl enthält 9 % Asphaltarze; diese sind also mit Wasserstoff unter Druck flüchtig; es ist daher auch verständlich, dass das Schleuderöl bei der spaltenden Hydrierung über festangeordnetem Kontakt gewisse Schwierigkeiten macht.

Versuchsgruppe B, Versuch 8:

Es wurde wieder auf asphalthaltiges Heizöl gefahren, die Temperatur Spanne Ofen - Abscheider ist wieder auf 50° erhöht worden. Gegenüber dem entsprechenden vorhergehenden Versuch (Versuchsgruppe B, Versuch 3) ist hier der Kohledurchsatz niedriger, die Temperaturdifferenz Ofen - Abscheider höher. Aus nicht bekannten Gründen ist jetzt der Abbau niedriger und natürlich ist die Leistung niedriger. Entsprechend dem schlechteren Abbau liegen auch die Asphalte etwas ungünstiger. Dieses drückt sich auch in etwas schlechterem Schleudereffekt beim ersten Schleudern aus, während die Ascheentfernung beim zweiten Schleudern eher besser ist (vergl. Versuchsgruppe B, Versuch 2); vielleicht kann man hierin eine Auswirkung des geringen ^{re} Kohledurchsatzes sehen.

1) Indessen kann nicht mit Sicherheit gesagt werden, ob auf die Dauer mit der höheren Abscheidertemperatur hätte gefahren werden können.

Versuchsgruppe B, Versuch 8a:

Unter unveränderten Bedingungen hat sich durch Einfahren auf die neuen Bedingungen der Abbau wieder etwas erhöht. Ein Vergleich von Schleuderöl II und der entsprechenden, mit Benzol entfesteten Mischung zeigt, dass die Gegenwart des org. Festen vor allem die Viskosität sehr stark erhöht (von 40 auf 170°E), offensichtlich handelt es sich hier um stark quellende Substanzen. Natürlich wird auch der Kokstest durch das Feste erhöht und der Heizwert erniedrigt.

Versuchsgruppe C, Versuch C:

Die alte Gelsenbergkohle wurde bei 600 atm. in einem kurzen Versuch auf Benzin-asphaltfreies Heizöl gefahren in Gegenwart von Eisenkontakt. Infolge der Kürze hat der Versuch mehr qualitative Bedeutung. Wichtig ist, dass infolge des hohen Druckes trotz des schlechteren Kontakts ein besserer Abbau erreicht wird als bei der ähnlichen Stinneskohle bei 300 atm und Snox-Cl als Kontakt (Versuchsgruppe A, Versuch 5), und dass auch der Asphalt im getoppten Abschlamöl nicht höher liegt. Die höhere Menge Mittelöl im Anreibeöl (ungünstigere Aufarbeitungsweise) vermindert die Neu-Destillatmenge und damit die Heizölleistung und verschiebt ausserdem den Ölgewinn stark nach der Benzineite, sodass die hohe Vergasung nicht überraschen kann. Die Hydrierwirkung ist hier weit geringer als bei dem Snox-Cl-Versuch, sodass auch in vergleichbaren Benzin-Fractionen der Wasserstoffgehalt wesentlich geringer ist. Der Klopfwert (0.2. 77 Research-Methode) ist sehr befriedigend. Für die Benzin-Qualität ist also der Eisenkontakt bei 600 atm. günstiger als Snox-Cl und 300 atm. Das Benzin-Abschneiden bei 200°C statt 215°C bringt eine Erniedrigung um 2 O.2., ist also tragbar.

Versuchsgruppe D, Versuch D 1:

Junge Gelsenberg-Kohle wurde bei 600 atm. mit Eisenkontakten auf Benzin + asphaltfreies Heizöl gefahren. Mit der sehr guten Leistung von 0,56 wird bei 18 % Vergasung ein zu 50 % aus Schweröl bestehender Ölgewinn erhalten. Abbau und Asphalt sind gut. Für den Klopfwert des chemisch raffinierten Benzins sowie für den Aromatengehalt ist Abschneidern bei 200°C günstiger als bei 170°C; bei 200°C Endpunkt ist das Benzin noch siedegerecht. Natürlich ist das 200er Benzin viel phenolreicher als das 170er Benzin. Vom Abstreifer-Mittelöl bzw. -Schweröl wurden einige Mischungen mit Kogasin II untersucht, wobei 45%ige Zugabe von Kogasin II zu Cetenzahlen zwischen 43 und 50 führte; bei Gegenwart von Schweröl ist in einem Fall Ausflockung eingetreten, sodass hier besondere Prüfungen notwendig wären. Die Stockpunktserniedrigung, die die Steinkohlenöle gegenüber dem Kogasin ausseren, genügten indessen in den vorliegenden Mischungen nicht, sodass auf Entparaffinierung des Kogasin II wohl nicht verzichtet werden kann. Mittelöl + Schweröl als Steinkohle-Komponente gibt eine bessere Cetenzahl als Mittelöl ohne Schweröl; vor allem erniedrigen die unteren Mittelöl-Anteile die Cetenzahl. Gerade in der Mischung mit Kogasin bringt Entphenolierung eine starke Cetenzahl-Verbesserung. Bei verschiedenen Mischungen von Mittelölen und Schwerölen als Heizöl richtete sich der Stockpunkt und die Viskosität im Wesentlichen nach der Menge der über 325°C siedenden Anteile, die Menge der leichteren Anteile ist dafür nicht von entscheidender Bedeutung. Um die Viskosität des Abstreiferschweröls wesentlich zu erniedrigen, ist ein erheblicher Mittelölzusatz notwendig; 30 % Zusatz lassen beispielsweise erst 20°E/20°C erreichen. Bei der vorliegenden starken (50%) Mittelöl-Zugabe zum Abschläm vor dem Schleudern ist der Schleudereffekt naturgemäss

Versuchsgruppe D, Versuch D 2:

Die Steigerung des Kohledurchsatzes von 0,75 auf 0,93 bei gleichzeitiger Verminderung der Abschlamme-Rückführung von 1:0,5 auf 1:0,3 sowie Erhöhung der Temperatur-Spanne Ofen-Abscheider von 17 auf 24° und Verminderung der Mittelöl-Zugabe zum Abschlamme von 50:50 auf 40:60, wobei der Schnittpunkt zwischen Benzin und Mittelöl bei 215°C statt vorher 200°C gelegt wird, führt zu einer leichten Erhöhung der Leistung, womit der hervorragende Wert von 0,63 erreicht ist. Das veränderte Abschneideyn hat natürlich die Benzin-Anteile erhöht.

Versuchsgruppe D, Versuch D 3:

Mit wieder etwas verringertem Kohledurchsatz (0,84) (der hohe Durchsatz war thermisch zu schwer zu beherrschen) sind die Werte ungefähr die gleichen wie zuvor. Bei diesem (im Vergleich zu Versuchsgruppe D, Versuch D 1) relativ hohen Durchsatz werden anscheinend auch die flüchtigen Harze schlechter reduziert (die Asphalte im Abschlamme liegen deutlich höher), sodass das Abstreiferschweröl jetzt erheblich viskoser ist.

Versuchsgruppe D, Versuch D 4:

Weitere Verminderung des Durchsatzes (0,80) drückt sich in einer Erniedrigung der Leistung auf 0,48 aus. Diese Leistung kann im vorliegenden System gefahren werden, während die höhere von 0,63 (Versuch D 2) für das vorliegende System (und wohl auch für die Grosstechnik) unter den vorliegenden Bedingungen wegen der zu starken Wärmetönung praktisch kaum in Frage kommen dürfte. Durch Einstellung des Gleichgewichtes hat sich die Vergasung auf 20,7 % erhöht, was aber noch tragbar ist. Der Abbau ist mit 96,7 % ebenfalls gut.

Vergleicht man (unter der wohl zulässigen Vernachlässigung der etwas anderen Fahrbedingungen) das 215er mit dem 200er Benzin, so erkennt man eine leichte Zunahme der Aromaten durch das höhere Abschneiden, was aber den Klopfwert nicht mehr verbessert. Es hat also keinen Zweck mit dem Endpunkt $> 200^{\circ}\text{C}$ herauszugehen, wohl auch nicht bei Hochdruckraffination, da durch das höhere Abschneiden die Phenole nicht mehr vermehrt werden; auch ist das 215er Benzin nicht mehr siedegerecht. Die Vakuumkurve des Abstreiferschweröles bestätigt die bei Versuch D3 wiedergegebene Beobachtung, dass der (viskositätserhöhende) Vakuumrückstand bei dem höheren Durchsatz (Vergleich mit Versuch D 1) etwas grösser ist als bei dem niedrigen Durchsatz. Der Vakuum-Rückstand im Abschlammöl liegt natürlich bei diesem hohen Kohledurchsatz recht hoch (67 %). Es bestätigt sich die Beobachtung (Versuch D 1), dass Schweröl-haltiger Abstreifer eine bessere Cetenzahl hat als Mittelöl allein, anscheinend wirkt sich das Paraffin des Abstreiferschweröles günstig aus. Beachtenswert ist, dass das entphenolierte 325er Mittelöl eine ausreichende Viskosität hat, während das bei Erdölen erst bei 350er Mittelölen der Fall ist. Während (Versuch D 1) der phenolhaltige gestrippte Abstreifer spezif. Gewicht > 1 hat, ist das des entphenolierten Ölen beträchtlich < 1 ; für die Heizölherstellung unter Mitverwendung von Mittelöl ist also das Unterlassen der Entphenolierung wichtig. Abstreiferschweröl allein spindelt zwar > 1 , der Stockpunkt liegt aber zu hoch. Allerdings ist der Heizwert des entphenolierten Mittelöles niedriger als des phenolhaltigen. Die Vergasung ist relativ hochmolekular (viel C_4), ein Grund dafür kann nicht angegeben werden; die Asphaltzerlegung bestätigt den recht hohen Gehalt (61%) des Schweröles im Anreibeöl an Asphaltarzen.

Versuchsgruppe D, Versuch D 5:

Verminderung des Na_2S -Zusatzes von 0,8 auf 0,3 % äussert sich in einer nicht unerheblichen Asphaltvermehrung (von 18,6 auf 22,5 %), womit auch das schlechtere Verhalten des Breies mit 0,3 % Na_2S in der Vorheizung übereinstimmt. Entsprechend hat sich auch der Schleudereffekt etwas verschlechtert.

Versuchsgruppe D, Versuch D 5 a:

Unter unveränderten Bedingungen werden praktisch die gleichen Resultate erhalten. Die Totalbilanzen zeigen, dass der Hochdruckölgewinn (theoretisch auf Benzin+Heizöl) durch die Rückstandsaufarbeitung nur von 75,2 auf 68,7 % zurückgeht. Bei Anwendung der Heine-Schleuder sind also die Verluste sehr gering. Die Ölgewinn-Verteilung der Totalbilanz stimmt sehr gut überein mit der der Hochdruckofenbilanz, sodass damit die Zulässigkeit der angewandten Art der Hochdruckofenbilanzierung erwiesen ist.

Versuchsgruppe D, Versuch D 5b:

Unter unveränderten Bedingungen sind die Ergebnisse die gleichen geblieben. Die Zerlegung des Benzins in Fraktionen zeigt, dass die Klopfwerte bis 160°C abfallen und dann wieder ansteigen, vor allem in der Fraktion 180°C . Aromaten und Ungesättigte steigen stetig mit steigendem Siedepunkt; entsprechend steigt auch stetig die Differenz zwischen Oktanzahl Research und Oktanzahl Motor. Ohne Berücksichtigung der Gasphasehydrierung ist also entweder tiefes Abschneiden (ca. 130°C) und chemische Raffination oder hohes Abschneiden (ca. 200°C) und Druckraffination richtig, während mittleres Abschneiden (ca. 170°C) nicht zweckmässig ist. Um hochwertiges Heizöl

(10°E/20°C) zu erhalten, muss noch etwas mehr Mittelöl dem Schweröl zugegeben werden, nämlich 40:60, als neugebildet anfällt, d.h. es müsste noch etwas von der Fraktion 200-215°C zum Heizöl gegeben werden. Das Abstreiferschweröl erreicht (abgesehen von dem auch zu hohen Stockpunkt) die für mittlere Heizölqualität erforderliche Viskosität (10°E/50°C) nicht ganz.

Versuchsgruppe D, Versuch D 6:

Mit alter Gelsenbergkohle musste niedrigerer Kohledurchsatz (0,68 statt 0,79) und stärkere Abschamm-Rückführung (1:0,5 statt 1:0,3) gefahren werden. Im Vergleich mit der jungen Kohle (Versuch D 5 - D 5b) ist der Abbau niedriger (93,8 statt 96,4 %), Wasserbildung niedriger (5,1 statt 6,9%), Vergasung höher (25,4 statt 19,9%), Ölgewinn niedriger (70,6 gegen 75,0 %) und Leistung niedriger (0,39 statt 0,53). Immerhin sind die erhaltenen Werte für die alte Kohle noch sehr befriedigend.

Versuchsgruppe D, Versuch 7:

Mit etwas verringertem Kohledurchsatz (0,64 statt 0,68) (notwendig wegen zu dicken Abschlamms) werden etwa die gleichen Werte erhalten; durch Einstellung des Gleichgewichtes hat sich jetzt der Asphaltwert gegenüber der jungen Gelsenberg-Kohle von 22,5 (Versuch D 5) auf 27,2 % erhöht, was natürlich auch zu einem entsprechenden Anstieg des Asphaltes im Anreibeöl geführt hat. Es kann nicht gesagt werden, ob damit das Asphaltgleichgewicht schon erreicht ist. Beachtenswert sind die Unterschiede in der Ölgewinnverteilung zwischen der alten und der jungen Kohle, indem bei der alten Kohle auf Kosten des Mittelöles der Ölgewinn mehr nach den Extremen (Benzin und Schweröl) geht. Der Phenolgehalt des Benzins ist bei der alten Kohle niedriger (15 gegen 23%), der Aromatengehalt und die Oktanzahl höher.

Die erreichte Oktanzahl (80,5) ist sehr befriedigend. Auch die Mittelöle und Schweröle sind wasserstoffärmer bei der alten Kohle (Vergleich mit Versuch D 4). Die Unterschiede im Benzin liegen hauptsächlich in den Anteilen $>130^{\circ}\text{C}$, sodass man also bei niedrig abgeschnittenem Benzin kaum einen Vorteil der alten Kohle haben wird. In der Zusammensetzung der Vergasung tritt bei der alten Kohle im Vergleich zur jungen (Versuch D 4) die Butan-Menge zu Gunsten der niedrigeren Kohlenwasserstoffe zurück. Auch bei dieser Kohle sind die Rückstandsauflösungsverluste gering (8,8 % vom Hochdruckölgewinn), die Ölgewinn-Verteilung der Totalbilanz stimmt auch hier ausgezeichnet mit der der Hochdruckofenbilanz überein. Im Feststoffgehalt des Öl- ablaufs aus der Schleuder hat sich die Umstellung von der jungen auf die alte Kohle praktisch nicht bemerkbar gemacht; wohl aber ist das Feste in dem etwas gelagerten Anreibeöl angestiegen. Dies weist darauf hin, dass bei der alten Kohle mehr hochmolekulare Asphalte entstehen, die relativ rasch benzolunlöslich werden.

Versuchsgruppe E, Versuch E 1:

Verwendet wurde zur Aufheizung des Kohlebreis eine im elektrisch beheizten Luftbad (statt bisher Bleibad) befindliche 10er Schlange. Ausserdem ist der Ofen längengässig um 25 Vol.% verkleinert worden; Tourenzahl des Ofenrührers ist von 30 auf 40" erhöht worden. Im übrigen waren die Bedingungen sehr ähnlich dem vorhergehenden Versuch; die zugesetzte Menge Na_2S ist zwecks besserer Asphaltreduktion von 0,3 auf 0,8 % erhöht worden; aus dem gleichen Grunde wurde der Kohledurchsatz etwas niedriger gewählt, die Temperatur wurde etwas zurückgehalten. Die Vermehrung der Na_2S -Menge hat offensichtlich die Wirkung der niedrigeren Temperatur ausgeglichen, denn die Leistung ist die gleiche geblieben. Auch in der Vergasung hat sich die Vermehrung der Na_2S -Menge günstig ausgewirkt, desgleichen in der Ölgewinn-Verteilung, indem sich diese wieder mehr der der jungen Gelsenberg

nähert; Verbesserung der Kontaktwirkung wirkt also auch hinsichtlich der Ölgewinn-Verteilung Kohle-verjüngend.

Versuchsgruppe E, Versuch E 2:

Bei etwas gesteigertem Kohledurchsatz ist die Temperatur nicht genügend erhöht worden, sodass ein zu hoher Anreibeöl-Überschuss und damit (da ja auch die Anreibeöl-Bildung Vergasung braucht) zu hohe Vergasung erhalten wird. Im Vergleich zu Versuch D 7 zeigt sich die Wirkung der grösseren Na_2S -Menge in besserem Abbau. 15% der Phenole im Benzin-Mittelöl sind Karbolsäure.

Versuchsgruppe E, Versuch E 3:

Mit oberschlesischer Steinkohle, erhöhtem Kohledurchsatz und auf 0,3 % vermindertem Na_2S -Zusatz verbessert sich infolge des geringeren C-Gehaltes der Kohle die Leistung von 0,38 auf 0,47. Merkwürdigerweise aber verschlechtert sich der ^{Schleuder-}Schlingeneffekt, sodass anscheinend der Abschlamm aus oberschlesischer Kohle Substanzen (Harze) enthält, die das Feste besonders gut in Suspension halten; da aber die Festeneubildung beim Lagern bei der oberschlesischen Kohle geringer ist als bei der alten Gelsenberg, hat sich der Feststoffgehalt des Anreibeöles nicht verändert.

Versuchsgruppe E, Versuch E 4:

Zur Verminderung der Schwelverluste wird der Schleuderrückstand mit Mittelöl aufgenommen und nochmals geschleudert. Ausserdem ist der Kohledurchsatz gesteigert worden und auch etwas die Temperatur. Diese beiden Massnahmen haben die Leistung auf den sehr hohen Wert von 0,6 ansteigen lassen. Durch das zweimalige Schleudern vermindert sich der Asphaltgehalt im Schleuderrückstand sehr stark, und entsprechend erhöht sich die Schwelausbeute. Das zweimalige

Schleudern ist also zur Verminderung der Verluste in der Rückstandsaufarbeitung vorteilhaft.

Versuchsgruppe E, Versuch E 5:

Mit etwas verringertem Kohledurchsatz (der Abschläm war zu dick geworden) hat die Leistung nur wenig nachgegeben. Die Leistung 0,60 von Versuch E 4 ist auf die Dauer - zum mindesten mit zweimaligem Schleudern - nicht zu fahren. Im Vergleich mit der alten Gelsenberg (Versuch E 2) ist die Oktanzahl des Benzins hier niedriger (77 gegen 81), aber immer noch sehr befriedigend. Entsprechendes zeigt sich in den Benzinfraktionen (Vergleich mit Versuch D 7). Auch die Schweröle sind bei der schlesischen Kohle wasserstoffreicher, sowie das Mittelöl des Anreibeöles. Bei gleichem Mischungsverhältnis Mittelöl:Abstreiferschweröl ist die schlesische Mischung viskoser als die aus der alten Gelsenberg, was in Übereinstimmung steht mit der oben (Versuch E 3) beschriebenen Wirkung beim Schleudern; hier - beim Mittelöl und Abstreiferschweröl - dürften wohl die phenolartigen Anteile die Viskositätsträger sein. Der höhere Phenolanteil bei der schlesischen Kohle bewirkt auch ein höheres spezifisches Gewicht der Mischung. Die Mischung im Anfallverhältnis liegt in der Viskosität niedriger als die milderen Bedingungen verlangen. Das zweimalige Schleudern hat die Verschlechterung des Schleudereffektes fortgesetzt.

Versuchsgruppe E, Versuch E 5a:

Unter unveränderten Bedingungen werden im Wesentlichen die gleichen Ergebnisse erhalten. Die Anwendung des zweimaligen Schleuderns hat die Verluste der Rückstandsaufarbeitung so erniedrigt, dass der Totalölgewinn mit 69,4 % praktisch so hoch liegt wie der Hochdruckölgewinn (69,5 %). Die Ölgewinn-Verteilung der Totalbilanz stimmt

sehr gut mit der der Hochdruckbilanz überein. Infolge des zweimaligen Schleuderns hat sich aber der Feststoffgehalt des Anreibeöles weiter erhöht.

Versuchsgruppe E, Versuch E 6:

Mit Luxmasse statt Bayermasse, etwas erniedrigtem Kohledurchsatz und erhöhter Temperatur werden schlechtere Leistung und höherer Asphalt erhalten. Die Luxmasse ist also ungünstiger als die Bayermasse. Entsprechend der Asphalterhöhung hat sich auch der Schleudereffekt weiter verschlechtert.

Versuchsgruppe E, Versuch E 7:

Mit weiter erniedrigtem Durchsatz hat die Leistung wieder etwas nachgegeben, auf den Asphalt aber hat der niedrigere Durchsatz günstig gewirkt. Auch bei der oberschlesischen Kohle ist das Reaktionswasser schwach sauer.

Versuchsgruppe E, Versuch 7a:

Unter unveränderten Bedingungen sind die Ergebnisse im Wesentlichen die gleichen. Auch bei der schlesischen Kohle liegt der Stockpunkt des Abstreiferschweröles mit $+ 9^{\circ}\text{C}$ zu hoch, sowie auch die Viskosität ($15,7^{\circ}\text{E}/50^{\circ}\text{C}$). Um testgerechtes Heizöl herzustellen, braucht man nicht alles entstehende Mittelöl zuzusetzen. Obgleich diese Kohle wesentlich weniger Schwefel hat als die Brassertkohle (Versuch B 5), enthalten doch bei der schlesischen Kohle die Hydrierabgase mehr org. Schwefel als bei der Brassert; ob hier Kohlen- oder Kontakt-Unterschiede zum Ausdruck kommen, kann nicht entschieden werden. Der Schleudereffekt hat sich auf einen gerade noch tragbaren Wert eingestellt. Mit den jetzigen Bedingungen ist also die obere Fahrgrenze erreicht.

Versuchsgruppe E, Versuch 7b:

Unter unveränderten Bedingungen (nach vorübergehender Abstellung des Ofens) bleiben die Ergebnisse im Wesentlichen die gleichen.

Versuchsgruppe E, Versuch 7c:

Fortsetzung des Versuchs unter unveränderten Bedingungen führt zur Bestätigung der erhaltenen Resultate.

Sonstige Beobachtungen:

Beim Fahren von Brassertkohle bei 250 atm Wasserstoff mit mittelölhaltiger Anreibung und Abschlamm-Rückführung auf Benzin-Heizöl ist die unterste Grenze der Gasmenge, die durch die Vorheizung hindurchgehen muss, 1 cbm/kg Reinkohle.

Beim Anreiben mit mittelölhaltigem Anreibeöl ist Abschlamm-Rückführung zur Vermeidung zu starken Eindickens in der Vorheizung notwendig; als untere Grenze erscheint Kohle:Abschlamm = 1:0,3.

Beim Fahren bei 600 atm. mit Eisenkontakten ist Na_2S -Zusatz auch für den Wärmeübergang in der Vorheizung vorteilhaft.

Beim Fahren mit mittelölhaltigem Anreibeöl ist ~~die~~ bei alter Ruhrsteinkohle der Wärmeübergang schlechter als bei junger Ruhrsteinkohle; ausserdem neigt die alte Kohle mehr zum Ankrusten.

Wenn Verkrustung der Schlange eintritt, so nimmt sie und die Härte der Krusten mit steigender Temperatur zu; die Verkrustung ist in dem im Bleibad befindlichen Schlangenteil stärker als in dem aus dem Bleibad herausragenden Schlangenende.

Luxmasse als Kontakt verhält sich auch in der Vorheizung ungünstiger als Bayermasse.

Bei Luftbadaufheizung scheint die Verkrustung der Schlange
weit geringer zu sein als bei Bleibadaufheizung, wohl wegen der
langsameren Aufheizung im Luftbad.

gez. Krönig

gez. Rank

Anlagen:

Tabellen
2 Abbildungen
1 Zeichnung.

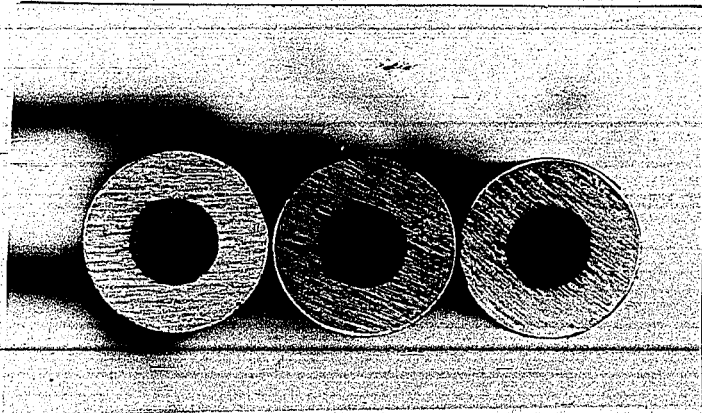
200000115

Querschnitt der Aufheizschlange Ofen 451.

Ausbau vom 18./19.5.1938.

von links nach rechts Schnittstelle 2, 4, 6

(siehe Bericht S.28-30).



200000116

Querschnitt der Aufheizschlange Ofen 451.
=====

Ausbau vom 18./19.5.1938.

(siehe Bericht S.28-30).

Rohransatz

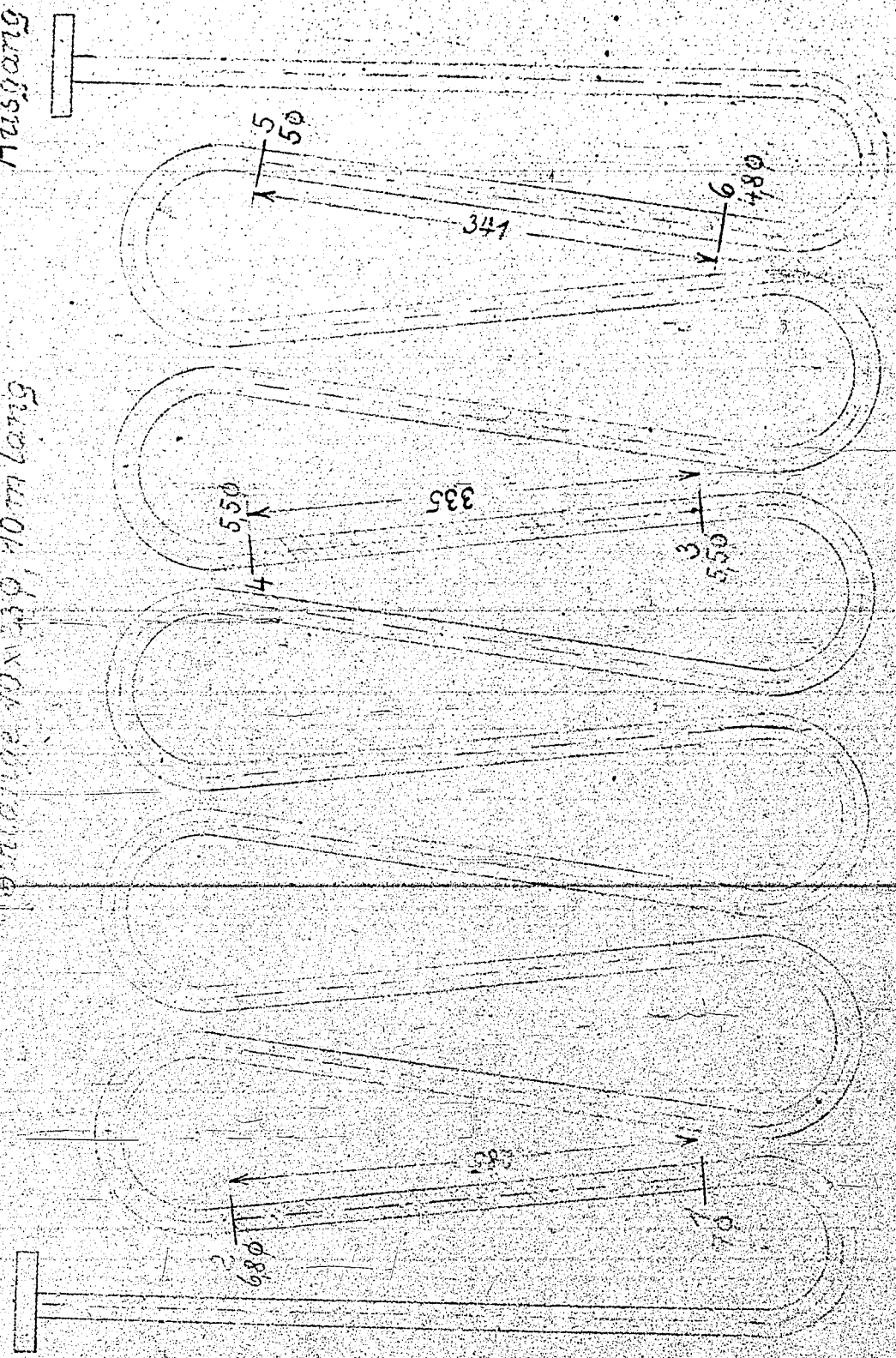
entnommen zwischen der Schnittstelle 4 und 5



200000117

Aufheizschlange Ofen 451, Ausbau v. 18./19.5.1938 (siehe Bericht S. 28-30)
Eingänge 10 x 39, 10 m lang

Eingang



Lage der Proben.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft	Maßst.	Vorheizschlange Ofen 451	RSK 4401
Ludwigshafen am Rhein		Urheberrechtsschutz nach DIN 34	
Tag 20.5.38 Name D. H. A.			

Tabellenverzeichnis.

200000118

Tabelle Nr. 1 a	} Bilanzen
" 1 b	
" 1 c	Anhang zu 1a und 1b
" 2 a	Abstreifer- und Benzinuntersuchungen
" 2 b	Mittelöl- und Schwelöluntersuchungen aus Abstreifer.
" 2 c	Benzinfraktionen
" 3	Abschlammuntersuchungen
" 4	Anreibeöluntersuchungen
" 5	Gasöl-Untersuchungen
" 6	Heizöl-Untersuchungen
" 7 a	Elementaranalysen von Ölen
" 7 b	Elementaranalysen der Kohlen
" 7 c	Elementaranalysen von Festen aus Abschlamm und Anreibeöl
" 8	Verbrennungswärmen-Heizwerte
" 9	Zusammensetzung der KW-Vergasung
" 9 a	Organischer Schwefel in Gasen
" 10	Asphaltzerlegungen
" 11	Liquoruntersuchungen
" 12	Jodzahlen
" 13	Viskositätsbestimmungen
" 14	Totalbilanzen
" 15	Schleuder-Tabelle
" 16	Feste Aromaten in Schwelöl
" 17	Zerlegung der Phenole im Abstreifer
" 18	Herauslösen von Asphalten.

Bilanzen

200000119

Tabelle Ia
1. Teil

Versuchsgruppe	A	A	A	A	A
Bilanz Nummer	A 1	A 2	A 3	A 4	A 5
Kohle Nummer	K 1065 vom 20. 1. 1936; 90% wechn. neutralisiert/Kohle Mathias Stinnes, Carnap, Feinkohle				
Wasser in Kohle	Spuren	0,7	Spuren	0	2,4
Asche in Feinkohle	5,4	5,5	5,6	5,6	5,9
Asche in Reinkohle	87	87	87	87	87
Gf. Nr.	455	455	455	455	455
Reaktionsvolumen Lit.	11,65	11,65	11,65	11,65	11,65
Datum	20. 1. 1936	31. 1. 1936	4. 2. 1936	7. 2. 1936	13. 2. 1936
Schicht	bc	bc	bc	bc	bc
Abschleud. Art	Schleuderöl aus Abschl.+Abstr.M'öl (75:25)+Abstr.S'öl + Schwelöl	Schleuderöl aus Abschl.+Abstr.M'öl (70:30) + Schwelöl	Schleuderöl aus Abschl.+Abstr.M'öl (70:30) + Schwelöl	Schleuderöl aus Abschl.+Abstr.M'öl (75:25) + Schwelöl	Schleuderöl aus Abschl.+Abstr.M'öl (75:25) + Schwelöl
Asche in Feinstes	6,0	8,8	11,3	11,2	13,4
Asche in Feinstes	22,7	21,4	25,4	25,0	28,7
Aschegehalt	7,2	11,6	13,1	12,6	10,2
Asche bei 325°C	30,2	29,7	32,7	37,4	38,8
Asche bei 500°C	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Asche bei 700°C	0,48	0,48	0,48	0,44	0,39
Asche bei 800°C	4,3	4,3	4,3	4,6 (?)	4,7
Asche bei 900°C	10	10	10	10	10
Katalysator	1,75% K 5976 Gh. II +0,06% E 5146 koll. s. Brei + 2% K 2182 koll. i. Birne	1,75% K 5976 Gh. II +0,06% K 5146 koll. s. Brei + 2,3% K 2182 koll. i. Birne	1,75% K 5976 Gh. II +0,06% K 5146 koll. s. Brei + 2,4% K 2182 koll. in Birne	1,75% K 5976 Gh. II +0,06% K 5146 koll. s. Brei + 2,4% K 2182 koll. in Birne	1,75% K 5976 Gh. II +0,06% K 5146 koll. s. Brei + 2,4% K 2182 koll. in Birne
Temperatur	441-450	441-450	441-450	441-450	441-450
Ofen	458	458	458	458	458
Reinheitsgrad	447	447	447	447	447
Druck atm.	30	30	30	30	30
Reaktionszeit	300	300	300	300	300
praktische Verfl./theoretische Verflüssigung	95,5	99,5	99,5	99,6	99,0
Verflüssigung	100,2	96	97,5	100,3	96,5
Wdg. Bildung	92,7	93,8	91,4	91,2	94,2
Wdg. in Reinkohle	5,7	6,7	6,5	5,7	8,6
Wdg. in Feinkohle	78,8	74,8	76,5	79,0	75,8
Wdg. in Schwelöl	11,5 ¹⁾	13,7 ¹⁾	11,0 ¹⁾	12,3 ¹⁾	15,1 ¹⁾
Wdg. in Abstr. M'öl	22,2 ²⁾	7,8 ²⁾	10,8 ²⁾	26,5 ²⁾	36,7 ²⁾
Wdg. in Abstr. S'öl	23,2	35,2	32,0	32,6	37,7
Wdg. in Schwelöl	45,7	44,3	45,2	28,6	10,5

1) 270°
2) 270-225°

Bilanz

200000120

Tabelle Ia
1. Teil (Fortsetzung)

Versuchsgruppe Bilanz Nummer	A				
	A 1	A 2	A 3	A 4	A 5
festes in Abschläm					
Asphalt im Abschlämöl	19,7	23,4	25,7	25,5	27,2
Asphalt im Abschläm-Schweröl	17,0	20,1	18,9	19,4	22,1
-325° im Abschlämöl	19,0	22,4	21,1	21,8	24,8
von Abschläm: Stockpunkt (Kolmer-Sarnow) °C	10,5	10,3	10,5	11,3	10,7
	+33,7	+26,7	+39,7	+33,5	+39,4
Theoretischer Ölgehalt-Benzin + Mittelöl + Schweröl neu im Abstreifer % auf Raunkohle Lösung Benzol + Mittelöl + Schweröl neu im Abstreifer (Benzin + Heizöl)	71,5	69,5	71,5	75,6	77,8
Ölgehalt (% Benzin -215° (Abstreifer))	0,215	0,201	0,203	0,248	0,268
Verdünnung: Mittelöl 213-325° (Abstreifer)	19,7 ¹⁾	24,7 ¹⁾	20,1 ¹⁾	17,2 ¹⁾	16,9 ¹⁾
neu ohne (1) Schweröl > 325° (Abstreifer)	39,8 ²⁾	6,5 ²⁾	19,7 ²⁾	37,1 ²⁾	41,0 ²⁾
Abstreifer	40,5	68,8	60,2	45,7	42,1
Vergasung mit Benzin + Mittelöl + Schweröl im Abstreifer + Verdünnung	23,6	26,7	22,7	18,2	18,3
von verdünntem Öl als Öl	1,6	1,7	0,6	2,0	1,7
	2,0	2,9	3,7	2,0	1,7
in Heizöl	49,5	8,6	24,7	43,8	49,3
	50,5	91,4	75,3	56,2	50,7
Rückstände					
Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)		Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)	Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)	Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)	Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)
Abstreifer destilliert (170°, 325°)		Abstreifer destilliert (170°, 325°)	Abstreifer destilliert (170°, 325°)	Abstreifer destilliert (170°, 325°)	Abstreifer destilliert (170°, 325°)
Abschläm mit Abstreifer-Mittelöl (75:25) + der Hälfte des anfallenden Abstreifer-Schweröls + Schweröl geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl, Schleuderrückstand geschwelt		Abschläm mit Abstreifer-Mittelöl (70:30) + Schweröl geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl, Schleuderrückstand geschwelt	Abschläm mit Abstreifer-Mittelöl (70:30) + Schweröl geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl, Schleuderrückstand geschwelt	Abschläm mit Abstreifer-Mittelöl (75:25) + Schweröl geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl, Schleuderrückstand geschwelt	Abschläm mit Abstreifer-Mittelöl (75:25) + Schweröl geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl, Schleuderrückstand geschwelt

1) 170°
2) 170-325°

Tabelle Ia
2. Teil

Verfahrensgruppe	B	B	B	B	B
Bilanz Nummer	B 1	B 1a	B 2	B 3	B 4
Kohle Nummer	K 1013 c vom 20. Oktober 1934, Braunkohle Nuß V				
Wasser in Kohle	3,2	0,5	1,5	1,0	3,5
Asche in Braunkohle	2,3	2,5	2,6	2,1	2,4
Wasser in Braunkohle	81,4	81,4	81,4	81,4	81,4
Ofen Nummer	455	455	455	455	455
Reaktionsvolumen Liter	11,62	11,62	11,62	11,62	11,62
Datum	13. 12. 1936	15. 12. 1936	20. 12. 1936	27. 12. 1936	3. 1. 1937
Schicht	b _{IIc}	bc	ab _I	b _{IIc}	bc
Anreiböl Art	Schleuderöl aus Abschlamm + gestripp- tem Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Ab- schlamm+gestripp- tem Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Ab- schlamm+gestripp- tem Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Ab- schlamm+gestripp- tem Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Ab- schlamm+Abstreifer- Mittelöl (65:35)
% Festes	10,0	9,4	7,9	9,1	13,6
% Asche im Festen	9,5	15,1	15,5	16,5	15,5
von Öl : (% S-Asphalt H-32500)	10,5	9,8	10,6	12,7	12,5
	33,1	29,6	34,3	30,4	42,3
Anreibung: Kohle:Öl	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,75	1:0,75
Reinkohle Durchsatz	0,50	0,50	0,68	0,63	0,62
Gas cbm/kg Reinkohle	3,5	3,5	3,7	3,1	3,2
davon % in die Breischlange	100	100	100	69,1	29,4
Katalysator (s. Anhang am Tab. Ia und Ib)	3 % K 6539, kolloidal zum Brei	3 % K 6539, kolloidal zum Brei	3 % K 6539, kolloidal zum Brei	3 % K 6539 koll. hinter Vorheizung	3% K 6539, kolloidal hinter Vorheizung
Temperatur °C Schlange	433-450	433-450	433-450	433-450	433-450
	Ofen	Ofen	Ofen	Ofen	Ofen
	Abscheider	Abscheider	Abscheider	Abscheider	Abscheider
Umdrehung des Ofenführers	433	433	441	441	441
Druck Atm.	30	30	30	30	30
	250	250	250	250	250
Rohausbeute %	99,3	99,2	98,8	99,3	99,0
praktische Verfl./theoretische Verflüssigung	106,2	98,2	105,8	105,0	99,5
Abbau %	86,2 (?)	93,7	92,5	94,8	98,4
Äqu. Bildung % auf Reinkohle	9,1	9,9	6,1	8,3	7,0
praktischer Ölgehalt % auf Reinkohle	77,7	75,8	75,2	74,2	75,8
(Sensar <215° (Abstreifer)					
Ölgehalt-Mittelöl (215-325°) (Abstreifer)					32,2
Wertel-Schweröl >325° (Abstreifer)					27,7
lang (Anreiböl-überschuß)					37,7
					2,4

a) einschließlich Phos und Asphalt im Reinkohl

200000122

Tabelle Ia
2. Teil (Fortsetzung)

B i l d e r n e n

Verfahren	B B 1	B B 1a	B B 2	B B 3	B B 4
Asphalt im Abschlammschlamm	22,9	23,5	26,0	25,6	25,5
Asphalt im Abschlammschlamm	24,9	26,2	24,5	25,9	26,4
Asphalt im Abschlammschlamm	27,4	32,1	27,9	29,2	29,4
Asphalt im Abschlammschlamm	9,1	11,1	12,2	11,2	10,3
von Asphalt: Stochwasser (Krause-Garnow)	+31,8	+30,0	26,5	+33,0	+45,5
Theoretischer Ölgewinn Benzin + Mittelöl + Schweröl mit Abstreifer auf Heizölbasis	72,3 ¹⁾	77,2 ¹⁾	75,4 ¹⁾	75,8 ¹⁾	75,7
Zuleitung Benzin + Mittelöl + Schweröl mit Abstreifer (Benzin + Heizöl)	0,325 ¹⁾	0,321 ¹⁾	0,463 ¹⁾	0,473 ¹⁾	0,461
Oligoverteilung (% Benzin < 215° (Abstreifer) Zerlegung ohne Anreibeöl > 215-325° (Abstr.) Heizöl-Überschuss (% Öl > 325° (Abstr.))	21,9	24,9	24,9	27,7	33,0
	78,1	75,1	75,1	72,3	25,4 38,6
Verzweigung auf Benzin + Mittelöl + Schweröl im Abstreifer + Vergasung	14,6 ²⁾	17,2 ²⁾	16,9 ²⁾	19,2 ²⁾	18,7
	3,0	2,8	2,0	5,2	4,3
von vergasem Öl als CO ₂	5,2	4,0	5,2	3,8	4,1
In Heizöl	35,0	35,7	34,4	-	42,3
	49,9	46,0	48,7	-	37,7
	11,7	12,1	9,1	-	-
	6,1	5,9	7,0	-	-
	0,14	0,3	0,38	-	-
Gefahren auf	Benzin + asphalt- und festhaltiges Heizöl	Benzin+asphalt- und festhaltiges Heizöl	Benzin+asphalt- und festhaltiges Heizöl	Benzin+asphalt- und festhaltiges Heizöl	Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphalt-freies Heizöl)
Rückstandscharakter	Abstreifer gestrippt -215°; gestrippter Abstreifer mit Abschlammschlamm u. Schweröl geschleudert (80°) Schleuderöl z. Teil als Anreibeöl, Rest noch einmal geschleudert (180°); als Heizöl gesammelt, Schleuderrückstand gesammelt	Abstr. gestrippt -215°; gestrippter Abstreifer m. Abschlammschlamm u. Schweröl geschleudert (80°) Schleuderöl z. Teil als Anreibeöl, Rest noch einmal geschleudert (180°) als Heizöl gesammelt, Schleuderrückstand gesammelt	Abstreifer gestrippt -215°; gestrippter Abstreifer m. Abschlammschlamm u. Schweröl geschleudert (80°) Schleuderöl z. Teil als Anreibeöl, Rest noch einmal geschleudert (180°) als Heizöl gesammelt, Schleuderrückstand gesammelt	Abstreifer gestrippt -215°; gestrippter Abstreifer m. Abschlammschlamm u. Schweröl geschleudert (80°) Schleuderöl z. Teil als Anreibeöl, Rest noch einmal geschleudert (180°) als Heizöl gesammelt, Schleuderrückstand gesammelt	Abstreifer destilliert (215°, 325°) Abschlammschlamm mit Abstreifer + Mittelöl (65:35) geschleudert, Schleuderrückstand geschleudert, Schleuderöl + Schweröl = Anreibeöl.

1) Benzin + asphalt- und festhaltiges Heizöl

2) auf Benzin + asphalt- und festhaltiges Heizöl + Vergasung

Bilanzen.

20000123
Tabelle Ia
3. Teil

Versuchsgruppe	B	B	B	B	B	C
Bilanz Nummer	B 5	B 6	B 7	B 8	B 8a	C
Kohle Nummer	K 1013 c vom 20. Oktober 1934			Brassertkohle Nuß V		K 1068 v. 30.11.36 Gelsenkirch. Berg- werks A.G., Schacht- anlage Nordstern, Feinkohle
% Wasser in Kohle	0,7	0,8	0,8	0,8	0,3	1,5
% Asche in Trockenkohle	2,3	3,0	2,5	3,0	2,8	4,9
% C in Feinkohle	81,4	81,4	81,4	81,4	81,4	86,76
Ofen Nummer	455	455	455	455	455	451
Reaktionsvolumen ltr.	11,62	11,62	11,62	11,62	11,62	11,52
Datum	7.1.37	12./13.1.37	15.1.37	24.1.37	27.1.37	3./4.2.37
Schicht	bc	ca	bc	bc	bc	ca
Anreibeöl Art:	Schleuderöl aus Abschl.+ Abstr.- Mittelöl (65:35)	Schleuderöl aus Abschl.+ Abstr.- Mittelöl (50:50)	Schleuderöl aus Abschl.+ Abstr.- Mittelöl (50:50)	Schleuderöl aus Abschl.+ gestr. Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Abschl.+ gestr. Abstreifer (>215°)	Schleuderöl aus Abschl.+ Abstr.- Mittelöl (65:35)
% Festes	14,4	9,2	8,6	10,2	12,6	5,2
% Asche im Festen	16,4	9,5	9,3	15,5	8,8	15,7
vom Öl: (% s-Asphalt (% -325°)	12,8 48,8	9,3 59,7	9,7 62,2	9,4 46,7	9,1 41,3	8,4 43,0
Anreibeung: Kohle:Öl	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Kohle:Abschl.	1:0,75	1:0,75	1:0,75	1:0,75	1:0,75	1:0,75
Feinkohle Durchsatz Ggr. abm/kg Feinkohle	0,55 3,4	0,55 3,4	0,55 3,4	0,54 3,4	0,55 3,3	0,45 3,7
davon in die Dreischlange	70	70	70	70	70	100
Kontakt (s. Anh. zu Tab. Ia u. Ib)	3% K 6539, koll. hinter Vorheizung	3% K 6539, koll. hinter Vorheizung	3% 6539, koll. hinter Vorheizg.	3% 6539, koll. hinter Vorheizg.	3% 6539, koll. hinter Vorheizg.	3% 6539, koll. hinter Vorheizg.
Temperatur in Schlange	433-450	433-450	433-450	433-450	433-450	441-458
in Ofen	475	475	475	475	475	475
in Abschlager	425	425	441	425	425	450
Temperatur des Ölstrahlers	30	30	30	30	30	30
Barometer	250	250	250	250	250	600
Kohlensiebeute %	99,2	99,6	99,2	99,6	99,4	98,8
Prakt. Vorflüssig./theor. Vorfl.	98,1	99,4	96	98,7	99,6	93,6
Wasser	93,3	91,9	91,4	90,9	92,0	96,2
Wasserbildg. % s. Feinkohle	7,9	7,5	7,7	7,7	8,7	5,0
Wasseroligen. % s. Feinkohle	56,8	71,5	68,2	73,1 1)	74,1 1)	71,3
Ölgehalt (Benzin -215° (Abstr.)	37,1	33,0	36,2			31,8
Ölgehalt (M'öl (215-325°) (Abstr.)	18,7	7,7	22,0			2,8
Ölgehalt (S'öl -325° (Abstreifer)	33,4	30,5	42,3			34,4
teilig. (Anreibeöl-Überschuß)	10,8	28,8	0,5			31,0

1) Abschl. Festes und Asche in Eisöl

Bilanzen.

20000124
Tabelle Ia
3. Teil (Fortsetzung)

Vorschlagsgruppe	B 5	B 6	B 7	B 8	B 8a	C
Bilanz Nummer						
% Festes im Abschlamme	34,3	31,4	35,2	28,4	28,2	17,6
% Asphalt im Abschlamme	26,8	26,7	29,5	28,0	28,8	16,8
% Asphalt im Abschlamme-Schweröl	30,9	32,2	33,6	31,5	34,3	21,6
% -325° im Abschlamme	15,2	17,1	12,2	11,2	16,1	22,1
Abschl.-Stockpt. (Kra-800) °C	+39,5	+37,5	+45,0	+32,5	+38,0	+9,0
Theoret. Erlösgewinn Bi + M'öl + Schweröl neu i. Abstr., % a. Reinkohle	66,4	67,3	70,7	74,8 ¹⁾	74,5 ¹⁾	69,4
Leistung Bi + M'öl + Schweröl neu i. Abstr. (Benzin + Heizöl)	0,326	0,280	0,374	0,400 ¹⁾	0,410 ¹⁾	0,219
Ülgen.-Wert. (% Bi -215° (Abstr.))	41,6	46,4	36,0	27,9	21,8	46,1
gerechnet ohne (% M'öl 215-325° (Abstr.))	21,0	10,8	21,9	(Heiz- 81) 72,1	(Heiz- 81) 78,2	4,1
Anreibeöl - (% Schweröl -325° (Abstr.))	37,4	42,8	42,1			49,8
Vergasung auf Bi + M'öl + Schweröl im Abstreifer + Vergasung	24,8	22,8	18,2	16,5 ²⁾	18,2 ²⁾	28,6
von vergastem C, % C als C ₂	4,3	6,6	5,9	7,7	3,0	1,3
von vergastem C, % C als C ₂	5,4	5,1	4,2	5,9	5,4	4,1
Heizöl						
% Mittelöl	36,0	20,1	34,2	42,7	44,5	7,6
% Schweröl	64,0	79,9	65,3	39,6	37,6	92,4
% Asphalt				10,9	11,5	
% Festes				6,7	6,3	
% Asche				0,05	0,13	
Gefahren auf	Benzin+Heizöl aus Abstreifer (asphaltfreies Heizöl)	Benzin + Heizöl aus Abstreifer (asphaltfreies Heizöl)	Benzin + Heizöl aus Abstreifer (asphaltfreies Heizöl)	Benzin+Asphalt- und festhalti- ges Heizöl	Benzin + Asphalt- und festhaltiges Heizöl	Benzin + Heizöl aus Abstreifer (asphaltfreies Heizöl)
Rückstands- aufarbeitung	Abstreifer dest. (215°, 325°) Abschlamm mit Abstr.-M'öl (65:35) ge- schleudert, Schleuderöl + Schwölöl = An- reibeöl. Schlei- derrückstand geschwelt.	Abstreifer dest. (215°, 325°) Abschlamm mit Abstreifer-M'öl (50:50) geschleu- dert, Schleuderöl + Schwölöl = An- reibeöl. Schlei- derrückstand geschwelt.	Abstreifer dest. (215°, 325°) Abschlamm mit Abstreifer-M'öl (50:50) ge- schleudert, Schleuderöl + Schwölöl = An- reibeöl. Schlei- derrückstand geschwelt.	Abstreifer ge- stript -215°; gestr. Abstr. mit Abschlamm + Schwölöl ge- schleudert (80°) Schleuderöl z.T. als Anreibeöl; Rest noch ein- mal geschleu- dert (180°) als Heizöl. Schlei- derrückstand geschwelt.	Abstreifer ge- stript -215°; gestr. Abstreifer mit Abschlamm + Schwölöl ge- schleudert (80°) Schleuderöl z.T. als Anreibeöl; Rest noch einmal geschleudert (180°) als Heiz- öl. Schlei- derrückstand ge- schwelt.	Abstreifer destil- liert (200°, 325°) Abschlamm mit Ab- streifer-Mittelöl (65:35) + Schwölöl geschleudert. Schlei- deröl = Anreibeöl. Schleuderrückstand geschwelt.

1) Benzin + asphalt- und festhaltiges Heizöl
2) auf Benzin + asphalt- und festhaltiges Heizöl + Vergasung

Vorbereitung	D	D'	D	D	D	D	D
Nummer	D 1	D 2	D 3	D 4	D 5	D 5a	D 5b
K 1090 vom 9. August 1937 Gelsenkirchener Bergwerks A.G., Zeche Nordstern 3/4, Flöz Donar II							
Wasser im Feuchtwasser	1,2	1,6	0,7	1,1	1,0	1,3	1,0
Wasser im Trockenschlamm	5,2	4,9	5,0	5,0	4,6	5,1	4,9
Wasser im Schlamm	63,53	63,53	63,53	63,53	63,53	63,53	63,53
Wasser im Feuchtwasser	451	451	451	451	451	451	451
Wasser im Trockenschlamm	10,02	10,02	10,02	10,02	10,02	10,02	10,02
Wasser im Schlamm	6. 4. 1938	10. 4. 1938	14. 4. 1938	18. 4. 1938	23. 4. 1938	27. 4. 1938	3. 5. 1938
Wasser im Feuchtwasser	abc	abc	bc	abc	abc	ab	abc
Wasser im Trockenschlamm	Schleuderöl aus Abschlamm+Mit- telöl 200-325° (50:50)	Schleuderöl aus Abschlamm+Mit- telöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm+ Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm+Mit- telöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)
Wasser im Schlamm	1,5	3,4	3,7	3,5	3,4	4,6	3,8
Wasser im Feuchtwasser	13,4	31,5	41,2	33,0	23,5	19,6	37,8
Wasser im Trockenschlamm	5,5	7,6	7,4	6,8	9,0	9,6	7,4
Wasser im Schlamm	57,7	47,6	50,1	51,9	53,2	50,1	50,1
Wasser im Feuchtwasser	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Wasser im Trockenschlamm	1:0,5	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3
Wasser im Schlamm	0,75	0,93	0,84	0,80	0,80	0,80	0,79
Wasser im Feuchtwasser	4,0	3,8	3,8	3,7	3,7	3,8	3,9
Wasser im Trockenschlamm	100	100	100	100	100	100	100
Wasser im Schlamm	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2 % K 1181 + 1,5% K 6512 getrock- net u. gemahlen, dann gemischt m. 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2 % K 1181 + 1,5% K 6512 getrock- net u. gemahlen, dann gemischt m. 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2 % K 1181 + 1,5% K 6512 getrock- net u. gemah- len, dann ge- misch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle ver- misch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2 % K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709
Wasser im Feuchtwasser	441-450	433-467	433-467	433-467	433-467	433-467	433-467
Wasser im Trockenschlamm	475	479	475	475	477	477	477
Wasser im Schlamm	458	455	450	450	452	452	452
Wasser im Feuchtwasser	30	30	30	30	30	30	30
Wasser im Trockenschlamm	600	600	600	600	600	600	600
Wasser im Schlamm	92,4	94,3	99,5	100,3	99,5	98,7	99,5
Wasser im Feuchtwasser	97,0	97,0	99,3	98,9	98,1	97,5	99,1
Wasser im Trockenschlamm	95,2	91,0	97,2	95,7	95,6	96,2	96,4

Tabelle Ib

1. Teil (Fortsetzung)

Vertragsgruppe	D		D	D	D	D	D
	D 1	D 2	D 3	D 4	D 5	D 5a	D 5b
... Bildung/Reinigung ...	6,8	7,6	7,8	7,68	7,1	6,6	6,9
... auf ...	73,4	68,1	75,1	77,4	76,0	74,3	74,4
... (Benzin + Mittelöl) (Abstreifer)	31,5	29,2	26,2	25,3	26,2	26,8	30,0
... (Mittelöl + Schweröl) (Abstr.)	20,4	19,4	27,9	13,2	23,6	21,0	24,9
... (Schweröl + 325°) (Abstreifer)	54,7	48,6	49,3	37,8	38,7	40,4	42,3
... (Antriebsöl) (Antrieb)	2,5	2,8	3,4	22,7	11,5	11,8	2,8
... Asphalt ...	19,6	24,8	17,5	16,5	16,6	18,1	17,7
... Asphalt ...	14,0	13,9	17,3	14,9	18,0	21,5	16,3
... Asphalt ...	17,0	15,1	21,5	18,6	22,5	26,1	20,2
... Asphalt ...	17,6	16,1	19,3	19,8	20,0	17,7	19,3
... Benzol + Mittelöl + Schweröl ...	0,57	0,63	0,64	0,48	0,51	0,51	0,57
... (Benzin + 215°) (Abstreifer)	20,9	30,0	25,3	33,1	29,6	30,4	30,9
... (Mittelöl + 325°) (Abstr.)	20,3	20,0	27,0	17,3	26,6	23,8	25,6
... (Antriebsöl) (Antrieb)	33,2	50,0	47,7	49,6	43,8	45,8	43,5
... auf Benzin + Mittelöl + Schweröl ...	18,2	18,7	19,3	20,7	19,2	20,2	20,2
... als ...	0,7	0,9	0,8	0,8	1,3	1,2	0,9
... als ...	3,7	6,5	5,4	5,9	4,5	3,8	5,4
... auf:	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)	Benzin + Mit- telöl+Schweröl aus Abstreifer (asphalt- und festefreies Heizöl)
... Antriebsmittel ...	Abstreifer dest.: 200°; 325° Abschlamm 60:40 mit Ab- streifermittel- öl geschleudert Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschlamm 60:40 mit Mittelöl ge- schleudert. Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschlamm 60:40 mit Mittelöl ge- schleudert. Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschlamm 60:40 mit Mit- telöl geschleu- dert. Schleu- deröl = An- triebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschl. 60:40 mit Mittelöl ge- schleudert. Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschlamm 60:40 mit Mittelöl ge- schleudert; Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern	Abstreifer dest.: 215°; 325° Abschlamm 60:40 mit Mittelöl ge- schleudert; Schleuderöl = Antriebsöl. Schleuderrück- stand geschwelt; Schwölöl zum Schleudern

200000127

B i l a n z e n

Tabelle Ib
2. Teil

Versuchsgruppe	D	D	E	E	E	E	E
Numer	D5	D7	E1	E2	E3	E4	E5
Kohle Nummer	E 1066 vom 30. 11. 1936 / Gelsenkirchner Bergwerks A.-G. Schachanlage Hordestern, Feinkohle			K 1132 vom 16. 5. 1938 / Oberschlesisches Steinkohlensyndikat Gleiwitz; Steinkohle B.u.H. 6aI			
Wasser in Kohle	0,4	0,5	0,6	1,0	1,2	1,3	1,5
Asche in Trockenkohle	7,0	7,0	7,7	7,7	7,9	7,5	6,9
Wasser in Feinkohle	86,76	86,76	86,76	86,76	83,38	83,38	83,38
Ofen Nummer	451	451	411	411	411	411	411
Reaktionsvolumen Liter	10,02	10,02	8,25	8,25	8,25	8,25	8,25
Datum	8. 5. 1938	12. 5. 1938	19. 5. 1938	24. 5. 1938	30. 5. 1938	4. 6. 1938	8. 6. 1938
Schicht	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc
Verfahren	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl a. Abschlamm + Mittelöl 215-325° (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschlamm + Mittelöl(215- 325°)(60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschlamm + Mittelöl(215- 325°)(60:40)
Festes	5,3	5,5	6,4	5,9	6,5	6,3	8,1
Asche in Festen	29,9	27,3	7,6	12,0	6,7	8,5	12,1
von Öl:	7,0	11,3	12,9	9,9	11,3	7,1	10,7
215-325°	48,8	46,5	47,4	44,9	50,6	45,7	47,6
Anstellung:	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1	Kohle:Öl 1:1
	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5	Kohle:Abschlamm 1:0,5
Relaktive Durchsätze	0,58	0,64	0,57	0,64	0,74	0,955	0,937
aus dem Feinkohle	2,0	4,0	4,3	4,4	4,2	4,1	4,1
aus der die Dreischicht	100	100	100	100	100	100	100
Katalysator	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit	geschrotete Kohle ver- mischt mit
(Niederschlag zu Tabelle Ia und IV)	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709	1,2% K 1181 + 1,5% K 6512, getrocknet u. gemahlen, dann vermischt mit 0,3% K 6709
Temperatur °C	Schlange 455-467	Schlange 455-467	Schlange 455-467	Schlange 455-467	Schlange 455-467	Schlange 455-467	Schlange 455-467
	Ofen 479	Ofen 479	Ofen 479	Ofen 479	Ofen 479	Ofen 479	Ofen 479
	Abschlamm 434	Abschlamm 434	Abschlamm 445	Abschlamm 448	Abschlamm 448	Abschlamm 450	Abschlamm 450
Temperatur des Ofenraums	50	50	40	40	40	40	40
Druck atm.	600	600	600	600	600	600	600
Schmelztemperatur	99,7	99,4	99,6	99,6	99,2	99,5	99,6
Praktische Verflüchtbarkeit, Meer-Verfl.	94,5	97,0	100,0	97,4	97,7	97,9	94,9
Verfl.	93,5	95,7	97,6	95,6	95,6	94,5	94,8

Versuchsgruppe	D	D	E	E	E	E	E
Nummer	D6	D7	E1	E2	E3	E4	E5
Ben. Bildung / ...	5,1	6,0	4,3	4,5	7,7	7,5	9,1
Druck Öl ...	69,9	70,8	78,8	75,0	72,1	73,4	68,3
... (Benzin + Mittelöl)	26,1	31,1	25,3	22,4	22,2	21,4	25,0
... (Benzin + Mittelöl)	13,3	11,4	18,5	12,5	21,3	19,5	17,5
... (Benzin + Mittelöl)	43,1	43,8	40,2	35,8	43,8	45,2	49,4
... (Benzin + Mittelöl)	17,5	14,8	15,5	29,5	12,7	13,9	8,1
... (Benzin + Mittelöl)	24,7	25,1	21,8	24,0	25,2	25,4	29,7
... (Benzin + Mittelöl)	19,4	23,5	25,5	19,9	21,5	20,0	18,8
... (Benzin + Mittelöl)	20,1	27,2	30,2	23,1	25,6	23,6	22,1
... (Benzin + Mittelöl)	15,8	13,4	16,3	13,9	16,8	15,2	14,8
... (Benzin + Mittelöl)	70,6	70,6	75,9	71,0	71,7	72,9	70,7
... (Benzin + Mittelöl)	0,28	0,30	0,38	0,378	0,465	0,603	0,588
... (Benzin + Mittelöl)	31,5	36,3	30,5	31,7	25,4	24,9	27,2
... (Benzin + Mittelöl)	15,1	13,3	21,9	17,7	24,4	22,6	19,0
... (Benzin + Mittelöl)	52,3	50,4	47,6	50,6	50,2	52,5	53,8
... (Benzin + Mittelöl)	25,4	25,5	22,9	26,4	22,6	20,4	23,0
... (Benzin + Mittelöl)	0,8	0,8	0,7	0,3	1,2	1,5	1,2
... (Benzin + Mittelöl)	2,3	5,0	2,8	2,0	4,0	5,8	6,0
Benzin+Mittelöl + Schweröl	Benzin + Mit-	Benzin + Mit-	Benzin + Mit-	Benzin+Mittel-	Benzin+Mittel-	Benzin+Mittel-	Benzin+Mit-
...	telöl + Schwer-	telöl + Schwer-	telöl+Schwer-	öl+Schweröl	öl+Schweröl	öl+Schweröl aus	telöl+Schwer-
...	öl aus Abstreifer	öl aus Abstreifer	öl aus Abstreifer	öl aus Abstreifer	öl aus Abstreifer	Abstreifer (as-	öl aus Ab-
...	(asphalt- und fe-	fer (asphalt-	fer (asphalt-	(asphalt- und	(asphalt- und	phalt- und fe-	streifer (as-
...	stefreies Heizöl)	und festes re-	und festes re-	festefreies	festefreies	stefreies Heiz-	phalt- und fe-
...		os Heizöl)	Heizöl)	Heizöl)	Heizöl)	öl)	stefreies Heiz-
...							öl)
...	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer destilliert	Abstreifer destilliert
...	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°	dest.: 215°, 325°
...	Abschlamm	Abschlamm	Abschlamm	Abschl.	Abschlamm	Abschlamm mit verunreinigtem	Abschlamm mit verunreinigtem
...	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl (Schleuderöl	Mittelöl (Schleuderöl
...	geschleudert	geschleudert	geschleudert	geschleudert	geschleudert	aus 2. Schleuderprozeß)	aus 2. Schleuderprozeß)
...	Schleuderöl	Schleuderöl	Schleuderöl	Schleuderöl	Schleuderöl	(60:40) geschleudert. Schleuderöl-Anreiböl.	(60:40) geschleudert. Schleuderöl-Anreiböl.
...	Anreiböl	Anreiböl	Anreiböl	Anreiböl	Anreiböl	Schleuderrückstand mit frischem	Schleuderrückstand mit frischem
...	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Abstreifer-Mittelöl nochmals	Abstreifer-Mittelöl nochmals
...	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	geschleudert. Schleuderöl zum	geschleudert. Schleuderöl zum
...	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	1. Schleuderprozeß als Verdünnungsöl.	1. Schleuderprozeß als Verdünnungsöl.
...	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand geschwelt. Schwelöl zum	Schleuderrückstand geschwelt. Schwelöl zum
...	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	Schleuderrückstand	1. Schleuderprozeß	1. Schleuderprozeß

200000129

E i l l e n z e n

Tabelle 1b
3. Teil

Versuchsreihe	E E5a	E E6	E E7	E E7a	E E7b	E E7c
Kohle Name	K 1182 vom 16. Mai 1938 / Oberschlesisches Steinkohlensyndikat, Gleiwitz; Steinkohle Pund H 6a _I					
Wasser in Kohle	3,3	1,5	1,2	1,3	1,3	1,4
Asche in Trockenschicht	6,8	7,5	6,9	7,4	7,4	7,6
Asche in Feinschicht	83,38	83,38	83,38	83,38	83,38	83,38
Ofen Nummer	411	411	411	411	411	411
Reaktionsvolumen l/Tag	8,25	8,25	8,25	8,25	8,25	8,25
Datum Schicht	12. 6. 38 abc	17. 6. 38 abc	21. 6. 38 abc	26. 6. 38 abc	5. 7. 38 abc	7. 7. 38 abc
Probierart	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)	Schleuderöl (2x geschleudert) aus Abschläm + Mittelöl (215-325°) (60:40)
Asche in Feinschicht	8,3	8,0	7,8	7,9	7,0	7,5
Asche in Trockenschicht	9,1	7,5	7,8	7,2	4,3	4,5
Asche in Feinschicht	6,9	10,0	5,6	10,0	9,2	9,1
Asche in Trockenschicht	47,0	48,0	49,1	47,7	47,8	50,5
Asche in Feinschicht	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Asche in Trockenschicht	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Kohle durchsicht	0,904	0,81	0,74	0,75	0,74	0,764
Asche in Feinschicht	4,1	4,0	3,9	4,0	4,0	3,8
Asche in Trockenschicht	100	100	100	100	100	100
(siehe Zusammenhang Tabelle Ia und II)	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 6512 getrocknet und gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 2175, getrocknet u. gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 2175, getrocknet und gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 2175, getrocknet und gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 2175, getrocknet und gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709	geschrotene Kohle vermisch mit 1,2% K 1181 + 1,5% K 2175, getrocknet und gemahlen, dann vermisch mit 0,3% K 6709
Asche in Feinschicht	433-467	433-467	433-467	433-467	433-467	433-467
Asche in Trockenschicht	477	482	477	478	484	479
Asche in Feinschicht	482	457	452	453	458	453
Asche in Trockenschicht	40	40	40	40	40	40
Asche in Feinschicht	600	600	600	600	600	600
Asche in Trockenschicht	99,5	99,8	99,8	100,0	99,3	99,3
Asche in Feinschicht	97,2	98,6	97,7	98,9	96,5	99,1
Asche in Trockenschicht	94,2	95,1	95,8	93,5	94,2	93,8

200000130

Tabelle 1b
3. Teil (Fortsetzung)

B	B	B	B	B
B7a	B7	B7a	B7b	B7c
8,0	7,9	8,1	7,3	7,2
70,0	71,9	70,2	70,5	68,3
22,7	22,0	25,0	19,5	29,0
22,2	23,7	15,2	22,2	21,7
43,6	44,0	43,0	43,6	44,1
14,7	13,4	17,0	14,7	5,2
28,5	27,1	28,5	28,4	30,3
21,4	22,7	21,4	19,2	22,3
21,8	21,0	21,8	21,7	26,6
15,0	14,0	15,0	16,0	16,0
70,8	71,2	70,8	70,8	68,2
0,455	0,440	0,455	0,445	0,495
22,9	22,1	22,7	22,9	30,6
26,0	27,0	19,2	26,0	22,9
51,1	50,3	52,5	51,1	46,5
22,5	22,0	24,0	22,5	25,0
0,5	0,2	0,5	0,5	0,6
5,5	5,2	7,1	5,5	4,6
Benzin + Mittelöl	Benzin + Mittelöl	Benzin + Mittelöl	Benzin + Mittelöl	Benzin + Mittelöl
40/60-Schweröl	40/60-Schweröl	40/60-Schweröl	40/60-Schweröl	40/60-Schweröl
Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer	Abstreifer
(asphalt- und feststofffreies Heizöl)	(asphalt- und feststofffreies Heizöl)	(asphalt- und feststofffreies Heizöl)	(asphalt- und feststofffreies Heizöl)	(asphalt- und feststofffreies Heizöl)

Abstreifer geschliffen (219, 305). Ausschlag mit verunreinigtem Mittelöl
 Schleudert für ersten Schleudersprozess (40 x 40) geschleudert.
 Schleudert = Asphalt-Schleudersprozess mit zwischen Abstreifer Mittelöl
 als Verdünnungsmittel zum ersten Schleudersprozess als Verdün-
 nungsmittel. Schleudert zum ersten Schleudersprozess.

200000131

Anhang zu Tabelle 1a und 1bverwendete Kohlen:

K 1068	Methias Stinnes, Carnap Feinkohle (Bil. A 1 - A 5)
K 1013 c:	Brassertkohle, Muß V (Bil. B 1 - B 3a)
K 1086	Gelsenkirchener Bergwerks A.G., Schachtanlage Nordstern, Feinkohle (Bil. C D 6 - E, 2)
K 1090	Gelsenkirchener Bergwerks A.G., Zeche Nordstern 3/4 Flöz Donar II (Bil. D 1 - D 5b)
K 1132	Oberschlesisches Steinkohlen-Syndikat Gleiwitz, Steinkohle B und K Ca I (Bil. E 3 - E 7c)

verwendete Kontakte:

K 5976	Ammonchlorid
K 5146	Zinnnoxalat
K 2182	Natriumcarbonat
K 6539	geschwefelte Luzmasse
K 1181	Ferrosulfat
K 6512	Bayermasse
K 2175	Luzmasse
K 6709	Natriumsulfid

200000134

200211 20

M 5 5 7

Ad-
1000
100

415 211
425 1329
0.210 0.268
1.000 1.170
1.170 1.170

20.0
57.0
10.0
91.0
98.0
249.0
271.0
59.0

19.0
56.0
9.0
90.0
97.0
248.0
270.0
58.0

18.0
55.0
8.0
89.0
96.0
247.0
269.0
57.0

17.0
54.0
7.0
88.0
95.0
246.0
268.0
56.0

16.0
53.0
6.0
87.0
94.0
245.0
267.0
55.0

15.0
52.0
5.0
86.0
93.0
244.0
266.0
54.0

14.0
51.0
4.0
85.0
92.0
243.0
265.0
53.0

13.0
50.0
3.0
84.0
91.0
242.0
264.0
52.0

12.0
49.0
2.0
83.0
90.0
241.0
263.0
51.0

11.0
48.0
1.0
82.0
89.0
240.0
262.0
50.0

10.0
47.0
0.0
81.0
88.0
239.0
261.0
49.0

9.0
46.0
-1.0
80.0
87.0
238.0
260.0
48.0

8.0
45.0
-2.0
79.0
86.0
237.0
259.0
47.0

7.0
44.0
-3.0
78.0
85.0
236.0
258.0
46.0

6.0
43.0
-4.0
77.0
84.0
235.0
257.0
45.0

5.0
42.0
-5.0
76.0
83.0
234.0
256.0
44.0

4.0
41.0
-6.0
75.0
82.0
233.0
255.0
43.0

3.0
40.0
-7.0
74.0
81.0
232.0
254.0
42.0

2.0
39.0
-8.0
73.0
80.0
231.0
253.0
41.0

1.0
38.0
-9.0
72.0
79.0
230.0
252.0
40.0

0.0
37.0
-10.0
71.0
78.0
229.0
251.0
39.0

-1.0
36.0
-11.0
70.0
77.0
228.0
250.0
38.0

Benzin-Fractionen.

Tabelle II c.

Zu Bilanz D 5b.

Zu Bilanz E 5.

Siedetemperatur °C	25-90 ¹⁾	-119	-159	-184	21-184
Gewichte-%	20,2	20,0	20,0	20,2	10,7
Spez. Gewicht	0,674/ 10°	0,764/ 15°	0,786/ 15°	0,833/ 15°	0,870/ 15°
Anilinpunkt I °C	+2,5	+31,2	+33,5	+37,4	+42,2
" II °C	+1,0	+43,0	+33,0	+38,0	+43,5
Klopfferte:					
Research-Methode	81,5	73,0	71,0	73,0	81,0
Motor-Methode	ca. 78,0	56,0	55,0	55,0	53,0
% Aromaten ca.	7,0	15,5	20,3	41,0	50,0
% Unges. K	2,0	2,5	3,0	3,5	3,2

Siedetemperatur °C	35-73	73-106	106-142	142-184	>184
Gewichte-%	20,0	21,2	20,2	20,3	17,7
Spez. Gewicht	0,654/ 10°	0,750/ 15°	0,768/ 15°	0,828/ 15°	0,868/ 15°
Anilinpunkt I °C	-	+31,5	+21,5	+ 8,5	+ 1
" II °C	-	+48,0	+53,5	+58,5	+63
Klopfferte:					
Research-Methode	ca. 87	75,0	75,5	75,5	81,0
Motor-Methode	81,5	70,5	67,0	68,2	71,0
% Aromaten	-	14,7	28,6	45,3	57
% Unges. K	-	6	6	4,5	3,2

1) Werte nach dem schon. Gehalter an Leichtfraktionen

Zu Bilanz D 7

Zu Bilanz E 7 - E 7a.

Fraktion	45-90°	95-125°	125-160°	160-190°	>190°
Gewichte-%	20,0	20,0	20,0	20,0	19,0
Spez. Gewicht/15°	0,730	0,774	0,814	0,850	0,892
Anilinpunkt I °C	+49,0	+27,0	+10,0	- 3	- 6
" II °C	+34,0	+49,5	+36,0	+1,5	+3,0
Klopfferte:					
Research-Methode	70,0	72,5	77,0	74,0	68,0
Motor-Methode	71,5	68,5	66,0	70,0	75,0
% Aromaten	2,2	20,5	41,1	50,5	62,3
% Unges. K	1,0	5,0	6,0	4,5	4,0

Fraktion	76-98	98-130	130-164	164-187	>187
Gewichte-%	20,0	20,0	20,0	20,5	18,5
Spez. Gewicht/15°	0,754	0,778	0,814	0,852	0,894
Anilinpunkt °C I	+38,5	+25,2	+11,5	+ 2,5	- 6,5
" II	+48,5	+51,2	+56,2	+52,5	+57,0
Klopfferte:					
Research-Methode	74,0	72,5	77,0	82,0	88,0
Motor-Methode	69,0	66,0	64,5	67,5	70,5
% Aromaten	2,1	23,5	40,3	50,8	63,7
% Unges. K	4,5	5,0	5,0	4,5	3,5

200000136

Spezifisches Gewicht/°C	Volumen-Gewicht	Spezifisches Gewicht/°C	Volumen-Gewicht	Spezifisches Gewicht/°C	Volumen-Gewicht
110	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
10,2	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
15,1	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
27,3	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
39,7	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
0,992/20°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,020/40°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,046/60°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,058/90°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
Spez. Gew./A.P. 0)					
10 - 200°					
110	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
10,2	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
15,1	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
27,3	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
39,7	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
0,992/20°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,020/40°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,046/60°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000
1,058/90°	1,000	17,25	1,000	1,000	1,000

1) 345°

2) Untersuchung von Abschlamm-01.

K O D A K S A F E T Y A F I L M A A

200006137

Anreibe 61

Untersuchungen

Tabelle 4.

Einheit	A 2	A 5	B 1a	B 2	B	B 4	B 7	B 2	B 5	B 7	B 7c
...
...	1,040 /100	1,041 /100	1,047 /100	1,038 /100	1,040 /100	1,050 /20	1,070 /20	1,076 /20	1,075 /20	1,072 /20	1,066 /20
...	21,7	21,3	21,6	21,7	41,5	2,1 51,9	46,8	44,9	47,6	49,1	50,5
...	24,3	24,3	24,2	24,4	41,2	50,0	48,0	44,9	46,0	50,0	46,3
...	0,978	0,962	0,985	0,985	0,966	0,965	0,966	0,957	0,970	0,974	0,968
...	0,4	0,2	1,2	1,0 (?)	0,5	-20,8	-21,4	-27,5	-30,8	-27	-27,5
...	215°	215°	200°	198°	218°	220°	215°	202°	210°	225°	225°
...	110,6	110,6	110,6	110,6	110,6	24,5	24,3	26,7	25,4	19,5	23,4
...	36,8	36,8	36,8	36,8	36,8	59,6	59,9	63,7	59,4	55,1	61,5
...	83,5	83,4	83,2	85,2	80,1	84,0	83,7	87,4	84,4	79,2	86,2
...	94,8	95,6	94,2	95,4	95,1	94,8	94,8	96,2	96,6	92,7	95,2
...	Spuren verharzt	Spuren verharzt	Spuren verharzt	Spuren verharzt	ver- harzt	Spuren	Spuren	verharzt	Spuren	Spuren verharzt	Spuren verharzt
...	0,970	0,952	0,972	0,972	0,960	0,950	0,952	0,955	0,951	0,958	0,955
...	12,4	12,5	12,5	12,5	12,0	-19,2	-22,0	-24,9	-15,0	-24,0	-23,0
...	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	13,0	13,0	13,4	12,75	-	12,5
...	0,938	0,940	0,942	0,958	0,947	0,938	0,940	0,944	0,920	0,940	0,941
...	(-19,4°)	(-18)	(-14,5°)	(-13,5°)	(-21,1)	(-19,4°)	(-18)	(-27,3)	(-31)	(-30,6)	(-27,5)
...	0,960	0,962	0,960	0,960	0,960	0,960	0,962	0,969	0,940	0,962	0,964
...	(-23,4°)	(-11)	(-22,4°)	(-22,0°)	(-22,5°)	(-23,4°)	(-11)	(-22,4°)	(-21)	(-15,0)	(-23,5)
...	71,6	71,6	71,6	71,4	59,6	48,0	51,8	55	52,0	50,0	51,6
...	1,088 /100	1,088 /100	1,088 /100	1,094 /100	1,110 /100	1,110 /100	1,114 /150	1,135 /100	1,118 /150	1,142 /150	1,124 /150
...	190°	190°	190°	170°	190°	198°	198°	189°	175°	200°	200°
...	32,1	32,1	32,1	32,2	2,4	-	-	6,6	4,5	-	-
...	33,8	33,8	33,8	33,7	10,0	10,0	6,5	16,5	13,1	2,6	7,9
...	34,9	34,9	34,9	33,8	37,1	26,4	23,1	32,1	26,6	13,5	21,9
...	34,8	33,1	34,5	35,5	53,7	41,8	38,2	43,6	38,5	27,4(?)	34,9
...	1,060 /20	1,035 /20	1,040 /20	1,040 /20	-	-	-	1,037 /20	1,010 /20	-	-
...	1,048 /40	1,004 /40	1,048 /40	1,047 /40	1,074 /40	1,012 /40	1,050 /40	1,048 /40	1,020 /40	1,010 /40	1,012 /40
...	1,048 /60	1,048 /60	1,048 /60	1,070 /60	1,048 /60	1,034 /60	1,058 /60	1,070 /60	1,058 /60	1,035 /60	1,032 /60
...	1,086 /90	1,086 /90	1,086 /90	1,094 /90	1,070 /90	1,052 /90	1,076 /90	1,085 /90	1,060 /90	1,055 /90	1,050 /90

Gesül - Untersuchungen.

Tabelle 5

200000138

Mittelname	D 1							techn. gestrippter Abstreifer entphenoliert	D 4		D 7	S 2	S 5	S 70
	Mittelname techn. gestrippter Abstreifer (55:45) (Vol. 2)	techn. Gest. Mittelname (40:60/Kog. II) + Kog. sin II (55:45) (Vol. 2)	techn. Gest. Mittelname (40:60/Kog. II) + Kog. sin II (55:45) (Vol. 2)	techn. Dest. Mittelname (40:60/Kog. II) + Kog. sin II (55:45) (Vol. 2)	75% RII (+268°) aus abstr. Prod. > 200 + Kog. sin II (55:45 Vol. 2)	75% RII (+268°) aus abstr. Prod. > 200 + Kog. sin II (55:45 Vol. 2)	Zum Vergleich: In Mischungen verwendetes Kog. sin		M'81 -325° (60,05) aus techn. gestr. Abstr. entphenoliert	Abstr. S'81 + M'81 (40:60) 3 aus techn. gestr. Abstreifer entphenoliert	M'81 -325° + S'81 325° aus Abstreifer im Neubild. Verhältnis 3 (20,9 : 79,1)	M'81 -325° + S'81 325° aus Abstreifer im Neubild. Verhältnis 3 (25,9 : 74,1)	M'81 -325° + S'81 325° aus Abstreifer im Neubild. Verhältnis 3 (26,1 : 3,9)	M'81 -325° + S'81 325° aus Abstreifer im Neubild. Verhältnis 3 (33,0 : 67,0)
Verhalten der Kugelung					keine Ausflockung	keine Ausflockung	-	-	-	-	-	-	-	-
Farbe					dunkelgrün	dunkelgrün	gelb	dunkelgrün	rotbraun	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün
Spektralanalyse					0,907	0,911	0,774	0,986	0,947	0,992	1,052	1,035/20°	1,048	1,032
Fluoreszenz					+ 44,6°	46,0°	+ 45,5°	- 2,4°	- 17,4°	- 4,4°	- 16,6°	- 8°	- 23°	- 24,5°
Chlorophyll					gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut
Gesamtwert					44,5	46,5	50,0	8,0	1,0	2,0	- 8	- 6	- 2	- 8
Fluoreszenz					- 3°	- 3°	- 3°	- 14°	- 32°	- 10°	- 6°	- 24°	- 10°	- 18°
Viskosität					1,50°	1,50°	1,59°	2,24	1,27	2,70	39,8	22,4	44,5	14,40
					1,24	1,34	1,24	1,48	1,12	1,61	4,02	3,21	4,37	2,52
Gesamt					17,7	19,3	10,7	28,5	4,5	7,1	-	-	6,5	7,4
					32,9	27,8	29,2	55,1	33,8	1,0	3,9	5,2	16,3	25,0
					48,9	44,8	48,4	49,9	81,3	18,6	12,4	17,2	26,0	37,2
					61,1	62,4	64,9	78,5	93,9	38,8	34,9	31,4	35,6	50,6
					74,9	75,6	78,6	89,3	98,8	51,9	44,8	46,8	42,2	58,7
					79,1	79,6	78,6	93,2	71,6	51,9	51,9	51,9	42,2	58,7
					2,1		18,2		16,5	13,5	22,5	4,6	3,1	7,21
												132°		
												172°		

1) Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte der Untersuchungen; an Grunde gelegt die Verteilungszahlen sind errechnet worden.
 2) Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte der Untersuchungen; an Grunde gelegt die Verteilungszahlen sind errechnet worden.
 3) Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte der Untersuchungen; an Grunde gelegt die Verteilungszahlen sind errechnet worden.
 4) Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte der Untersuchungen; an Grunde gelegt die Verteilungszahlen sind errechnet worden.
 5) Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte der Untersuchungen; an Grunde gelegt die Verteilungszahlen sind errechnet worden.

Mei:31untersuchungen

							B 6	B 7	B 8	B 6a	D 1	D 1	D 4			D 5b		M 3				
							Abstr. M'81 + Abstr. S'81 im Neubild. Verhältnis (54:46)	Abstr. M'81 + Abstr. S'81 auf 10 ²⁵ 20° eingeteilt (41,4 : 58,6)	Abstr. M'81 + Abstr. S'81 (39,2:61,8)	Abstr. L'81 + Abstr. S'81 im Neubild. Verhältnis (41,51:58,5)	gestrippter Abstreifer + Abschl'81 im Anfall-Verhältnis (61,8:38,2)	gestrippter Abstreifer mit Abschl'81 (60,8:39,2)	gestrippter Abstreifer + Abschl'81 (60,8:39,2)	75 % H ₂ O (> 268) aus Abstr. Produkt > 260°	M'81 + S'81 aus Abstreifer (40 : 60)	Abstreifer-Produkt > 200°	gestrippter Abstreifer entphenoliert	gestrippter Abstreifer (60 : 40) entphenoliert	Abstreifer S'81 (40 %) mit Phenolen	M'81/S'81 im Neubild. Verhältnis (37 : 63)	Abstreifer Rückstand > 325° (43,8 %)	M 3 im Neubild. Verhältnis (20 : 80)
							grün	grün	grün	dunkelbraun	schwarzbraun	dunkelbraun	dunkelgrün	grün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün	grün	
							1,020/20°	1,040/20°	1,040/20°	1,030/20°	1,062/20°	1,062/50°	1,010/20°	1,024	1,024	1,006	0,986	0,992	1,042/50°	1,021/20°	1,040/20°	
							0,1	0,1	0,15	0,18	1,5	18,2	12,35	0,82	0,56	0,52	0,60	1,22	1,38	1,05	1,82	
							-22°	-11°	-16°	-16°	-23°	-12°	-19°	154°	120°	120°	117°	110°	182°	173°	156°	
							3,83 °s	10,51°	10,2°	7,51°	28,47	ca. 170°	40,08	13,52	14,10	5,07	2,24	2,70	-	12,10 °)	-	
											08. 10,6					148	1,61	51,8	-	-		
							Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	3,0	9,0	5,8									
							0,1	0,1	0,08	0,02	0,05	0,16										
							17,2	7,5	8,7	12,4	18,6	15,2		9,6	4,8	4,5	1,0	-	5,9	-		
							47,5	27,8	29,0	32,2	38,7	34,1	3,1	15,2	23,6	29,4	18,6	-	-	-		
							57,6	39,6	40,0	42,2	38,5	42,3	23,1	28,0	43,0	49,9	38,8	-	29,1	-		
													41,8	37,5	59,8	70,7	53,9	-	43,1	-		
													62,5	48,7	67,0	88,3	63,9	7,7	53,1	21,6		
													85,4	72,8	93,2	71,6	18,3	59,0	32,9	51		
							0,3	0,55	0,8	0,7	0,0	11,0	8,8	0,9			2,0	1,5 2)	9,5	4,9		
							0,11	0,11		0,13	0,135	0,11			16,5	22,5						
							9600	9600	9594	9467	9493	9531										
							9135	9150	9146		9042	9027	9105									
							87,45	88,15				88,51										
							8,56	8,32				7,71										
							0,19	0,19														

Die hier angegebenen Werte sind die Mittelwerte aus drei Bestimmungen. Die Einzelwerte sind in der Tabelle angegeben. Die Werte sind auf 10²⁵ 20° eingeteilt. Die Werte sind auf 10²⁵ 20° eingeteilt. Die Werte sind auf 10²⁵ 20° eingeteilt.

Tabelle 6.

200000139

		E 2		E 5		E 7a		E 7b	
Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (20,9:48,1)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (25,9:74,1)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (26,1:73,9)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (31,9:68,1)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (33:67)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (37:63)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (42,5:57,5)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (47,5:52,5)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (57:43)	Abstreifer M'81 - 325° + S'81 > 325° in Heubild. Verhältnis (67:33)
dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün	dunkel- grün
1,040/20°	1,046/50°	1,048/20°	1,046/50°	1,032/20°	1,032/20°	1,052/20°	1,044/20°	1,042/50°	1,021/20°
1,82	2,1	1,2	1,4	1,24°	1,32°	1,52	1,52	1,52	1,5
175°	176°	176°	176°	154°	154°	172°	172°	172°	128°
10°	-10°	-10°	-10°	-8°	-8°	-12°	-12°	-12°	-12°
2,21	2,1	2,1	2,1	21,2	21,2	22,8	22,8	22,8	22,8
1,65	1,65	1,65	1,65	3,05	3,05	4,37	4,37	4,37	4,37
						0,01	0,01	0,01	0,01
						0,006	0,004	0,004	0,012
				4,3	7,4	5,2	6,5	6,5	6,5
				13,8	23,0	17,2	16,3	16,3	16,3
				24,8	37,2	31,4	26,6	26,6	26,6
				36,0	50,6	46,8	35,6	35,6	35,6
				48,1	58,7	42,2	42,2	42,2	42,2
				54,6	1,0	7,21	7,21	7,21	7,21
				1,0		1,0	1,0	1,0	1,0

Tabella 6.

20000139

						E 7	E 2	E 5	E 7a		E 7c	
Abstreifer Höckrigel > 325 (43,8 %)					M 325 Höckrigel Verhältnis (27 : 65)	Abstreifer Höckrigel > 325 (43,8 %)	M 325 Höckrigel im Neubild. Verhältnis (26,9:74,1)	M 325 Höckrigel im Neubild. Verhältnis (25,9:74,1)	M 325 Höckrigel im Neubild. Verhältnis (26,1:73,9)	Abstreifer Höckrigel > 325	M 325 Höckrigel im Neubild. Verhältnis (31,9: 68,1)	M 325 Höckrigel im Neubild. Verhältnis (55 : 67)
dunkel- grün 1,040/20° 1,82 175° 210° + 10° 11,65					dunkel- grün 1,021/20° 1,78 182° 210° -12° 23,16 2,21	dunkel- grün 1,040/20° 1,73 173° 210° -12° 23,16 11,65	dunkel- grün 1,052/20° 1,72 172° 210° -12° 23,16 4,08	dunkel- grün 1,035/20° 1,2 136° 175° -24° 23,8	dunkel- grün 1,048/20° 1,4 135° 170° -10° 44,50	dunkel- grün 1,046/50° 2,1 176° 221° + 9° -	dunkel- grün 1,032/20° 2,1 124° 154° -8° 21,2	dunkel- grün 1,032/20° 1,43 132° 162° -18° 14,40 2,52
							0,01 0,006	0,01 0,004				0,012
											4,3 13,8	7,4 23,0
							5,2 17,2 31,4 46,3	6,5 16,3 26,0 35,6	11,1	4,3 13,8 24,8 36,0 48,1	7,4 23,0 37,2 50,6	
									42,2 7,21 1,0	22,6 54,6	58,7 1,0	

Tabelle 7a.

Elementaranalysen.

Balanz Nr.	A 2						B 1a						B 2						D 4														
	C	H	H/100C	O	N	S	C	H	H/100C	O	N	S	C	H	H/100C	O	N	S	C	H	H/100C	O	N	S	C	H	H/100C	O	N	S			
4) in der angelaufenen Probe																																	
Abstreifer - Rohbenzin	85,22	13,83	16,23	0,71	0,22	0,02	83,82	11,52	13,74	3,82	0,79	0,05																					
Abstreifer - Mittelöl	37,37	9,97	11,41	2,20	0,38	0,08																											
Abstreifer - Mittelöl entphenolisch																																	
Abstreifer - Schweröl	10,02	8,42	9,35	0,95	0,42	0,19																											
technisch gestrippter Abstreifer																																	
Mittelöl aus Abschlamm	91,55	6,83	7,59	0,86	0,67	0,19																											
Schweröl aus Abschlamm																																	
Mittelöl aus Anstrichöl	30,44	7,54	5,34	1,13	0,71	0,18	89,33	7,45	8,34	2,56	0,45	0,21																					
Schweröl aus Anstrichöl																																	
Mittelöl aus Abschl. + Abstr. (50 : 40)							86,74	9,27	10,69	3,06	0,86	0,08																					
Schweröl aus Abschl. + Abstr. (50 : 40)							90,80	6,94	7,64	1,91	0,22	0,15																					
Mittelöl													88,03	7,87	8,94	3,73	0,27	0,10	88,28	8,62	9,76	1,79	1,22	0,091									

- 1) Kjeldahl
- 2) Abstreifer Schweröl > 325°
- 3) Abstreifer Mittelöl + Abstr. Schweröl im Neubild.-Verhältnis
- 4) Benzin -170°
- 5) ausgestrippter Abstreifer + Abschl.-öl im Anfallverh.
- 6) gestr. Abstreifer + Abschl.-öl im Neubild.-Verhältnis (61,8 : 38,2)
- 7) Abstr. Mittelöl + Abstr. S'öl im Neubild.-Verhältnis (25,8 : 74,2)
- 8) Abstr. M'öl + Abstr. S'öl im Neubild.-Verhältnis (26,1 : 73,9)

Tabelle 7a.

Elementaranalysen.

200000140

		D 4								D 7					E 2					E 5					E 7 c									
H	H/100	H	S	C	H	H/1000	O	N	S	C	H	H/1000	O	N	S	C	H	H/1000	O	N	S	C	H	H/1000	O	N	S							
12,08	14,			85,94	11,99	14,28	3,30	0,72	0,051	84,85	12,08	14,24	2,28	0,75	0,036	84,19	12,34	14,66	2,67	0,77	0,030	85,68	12,06	14,41	3,63	0,57	0,055	83,37	12,05	14,45	3,92	0,65	0,017	
10,13	11,			86,16	10,07	11,69	2,86	1,06	0,035	87,04	10,13	11,64	1,67	1,13	0,055	87,62	10,28	11,73	1,00	1,07	0,034	86,43	9,86	11,41	2,66	1,03	0,026	87,08	10,29	11,82	1,69	0,93	0,017	
8,22	9,			88,31	10,44	11,81	0,35	0,85	0,046																									
				88,91	8,34	9,38	1,52	1,15 ¹⁾	0,085	89,61	8,22	9,17	0,90	1,16	0,11	89,01	8,59	9,65	1,20	1,08	0,12	88,73	8,30	9,35	1,81	1,11	0,055	89,13	8,51	9,55	1,35	0,98	0,058	
9,75	11,			89,15	9,85	11,05	0,03	0,90	0,073																									
6,66	7,			86,83	9,72	11,19	2,43	0,93 ¹⁾	0,048	87,30	9,75	11,27	1,78	1,11	0,061	87,58	9,69	11,06	1,52	1,16	0,054	87,59	9,59	10,95	1,74	1,05	0,038							
10,08	11,			89,74	7,08	7,89	2,20	1,39 ¹⁾	0,094	91,53	6,66	7,28	0,89	0,77	0,15	90,14	6,96	7,72	1,66	1,13	0,11	91,47	6,27	6,85	1,03	1,15	0,084							
6,52	7,			86,41	9,96	11,53	2,69	0,91	0,037	87,04	10,08	11,58	1,76	1,07	0,050	86,86	9,59	11,04	2,47	1,05	0,037	86,53	9,93	11,48	2,52	0,97	0,054	86,59	9,80	13,18	2,67	0,92	0,027	
				90,23	7,11	7,88	1,23	1,28 ¹⁾	0,15	91,38	6,52	7,14	1,31	0,63	0,16	90,54	6,85	7,57	1,62	0,83	0,16	90,71	6,61	7,29	1,39	1,19	0,10	91,02	6,67	7,33	1,11	1,15	0,059	
73	0,27	0,10	2)	88,28	8,62	9,76	1,79	1,22	0,091						88,95	9,03	10,15	1,09	0,84	0,097	88,34	8,67	9,81	2,04	0,89	0,064	87,83	8,70	9,91	2,88	0,57	0,029		

200000141

Elementaranalysen der Kohlen.

Tabelle 7 b.

Kohle	Bilanz Nr.	H ₂ O Roh- probe	Asche in Trocken- probe	Reinkohle						H disp.	% Ur- teer/RK	
				C	H	O	N	Sfe	S ges.			Cl
K 1068 v. 20.1.36	A 1-A 5	2,85	5,27	87,70	5,16	3,80	2,33	1,01	1,01	-	4,71	- 2)
K 1013 o v. 20.7.34	B 1- B 8a	4,09	2,09	82,10	5,38	9,70	2,04	0,78	0,93	-	4,48	13,66
K 1090 v. 9.8.37	D 1 - D 5b	2,92	2,98	83,53	5,88	7,69	1,56	1,24	1,28	0,10	5,40	13,94
K 1086 v. 30.11.36	D 6 - E 2	1,40	7,89	85,60	5,24	6,75	1,35	1,06	1,30	0,12 ¹⁾	4,72	- 2)
K 1132 v. 16.5.38	E 3 - E 7c	2,40	6,53	83,35	5,20	9,63	1,35	0,47	0,96	-	4,30	10,88

1) auf Trockenprobe

2) wegen starken Blähens der Kohle Schwefelanalyse nicht möglich

200000142

Tabelle 7c

Restes aus Abschläm:

Mfang Nr.	H ₂ O in angefieferter Probe	Asche in Trocken- Probe	Reinprobe					S fl.	S ges.
			G	H	H/1000	0	H		
A 2	0,44	45,41	79,58	3,28	4,12	14,17	1,14	1,83	4,36
B 1a	2,02	26,7	91,10	3,63	3,98	0,00	1,60	4,89	6,16
E 2	0,60	48,50	86,33	3,67	4,25	2,22	1,20	6,58	9,13
E 5	< 0,02	39,63	91,62	3,84	4,20	1,15	1,09	2,30	7,67
E 7c	0,92	37,67 ¹⁾	57,51	2,31	4,02	0,00	0,62	1,08	4,51

Restes aus Anreiböl:

A 2	0,40	19,84	88,41	3,96	4,48	5,55	1,60	0,48	1,05
B 1a	2,40	14,63	90,88	3,72	4,09	1,97	1,80	1,63	2,54
E 2	0,20	31,57	86,85	4,49	5,16	3,71	1,49	3,46	5,36
E 5	< 0,02	25,66	91,99	3,63	3,95	1,16	1,00	2,22	5,11
E 7c	0,10	11,05	92,50	4,67	5,04	0,47	0,75	1,61	-

1) Asche ist sulfathaltig

Tabelle 7c

Verbrennungswärmen - Heizwerte.

Tabelle 8.

Bilanz Nr.	B 8		D 4		D 7		E 2		E 5		E 7c	
	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-Wärme	cal. Heizwert
Abstreifer-Rohbenzin - 215°			10290	9507	10248	9596	10262	9596				
Abstreifer Mittelöl			9971	9427	9960	9413						
Abstreifer Mittelöl entphenoliert			10309	9745								
Abstreifer Schweröl			9721	9271	9641	9197						
techn. gestrippter Abstreifer			10108	9575								
Mittelöl aus Abschläm			9916	9391	9884	9337						
Schweröl aus Abschläm			9363	8981	9257	8897						
Mittelöl aus Anreibeöl			9912	9374	9882	9338						
Schweröl aus Anreibeöl			9440	9056	9291	8939						
Mittelöl aus Abschläm + Abstr.-M'öl (50:40)												
Schweröl aus Abschläm + Abstr.-M'öl (50:40)												
Heizöl	9457 2)	9042 2)	9740 1)	9275 1)			9776 3)	9288 3)	9738 4)	9270 4)	9780 5)	9310 5)

- 1) Abstreifer Schweröl > 225°
 2) techn. Abstreifer + Abschl'öl im Neubild. Verhältnis (61,8 : 38,2)
 3) Abstr. M'öl + Abstr. S'öl im Neubild. Verhältnis (25,8 : 74,2)
 4) " " " " " " " " (26,1 : 73,9)
 5) " " " " " " " " (33 : 67)

200000142

Tabelle 7c

Festes aus Abschläm:

Bilanz Nr.	H ₂ O in angelieferter Probe	Asche in Proben- Probe	Reinprobe					S ges.	
			C	H	M/100C	O	M		S fl.
A 2	0,44	45,41	79,58	3,28	4,12	14,17	1,14	1,83	4,36
B 1a	2,02	28,7	91,10	3,63	3,98	0,00	1,60	4,89	5,16
E 2	0,60	48,50	86,33	3,67	4,25	2,22	1,20	6,58	9,13
E 5	< 0,02	39,63	91,62	3,84	4,20	1,15	1,09	2,30	7,67
E 7c	0,92	37,67 ¹⁾	57,51	2,31	4,02	0,00	0,62	1,08	4,51

Festes aus Anreibei:

A 2	0,40	19,84	88,41	3,96	4,48	5,55	1,60	0,48	1,05
B 1a	2,40	14,63	90,88	3,72	4,09	1,97	1,80	1,63	2,54
E 2	0,20	31,57	86,85	4,49	5,16	3,71	1,49	3,46	5,36
E 5	< 0,02	25,66	91,99	3,63	3,95	1,16	1,00	2,22	5,11
E 7c	0,10	11,05	92,50	4,67	5,04	0,47	0,75	1,61	-

1) Asche ist sulfathaltig

Tabelle 7c

Verbrennungswärmen - Heizwerte.

Tabelle 8.

Mikans Nr.	B 3		B 4		D 7		E 2		E 5		E 7c	
	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert	cal. Verbr.-wärme	cal. Heizwert
Abstreifer-Rohbenzin-2190			10290	9603	10245	9596	10262	9596				
Abstreifer Mittelöl			9911	9427	9965	9413						
Abstreifer Mittelöl entphenoliert			10509	9745								
Abstreifer Schweröl			9721	9271	9641	9197						
techn.gestrippter Abstreifer			10108	9576								
Mittelöl aus Abschläm			9916	9391	9864	9337						
Schweröl aus Abschläm			9363	8981	9257	8897						
Mittelöl aus Anreibeöl			9912	9374	9882	9338						
Schweröl aus Anreibeöl			9440	9056	9291	8939						
Mittelöl aus Abschläm + Abstr.-öl (50:40)												
Schweröl aus Abschläm + Abstr.-öl (50:40)												
Heizöl	9767 2)	9042 2)	9740 1)	9275 1)			9776 3)	9288 3)	9738 4)	9270 4)	9780 5)	9310 5)

1) Abstreifer Schweröl 9725
 2) techn. Abstreifer + Abschl. Öl im Neubild-Verhältnis (61,8 : 38,2)
 3) Abstr.-öl + Abstr.-öl im Neubild-Verhältnis (25,6 : 74,2)
 4) " " " " " " (26,1 : 73,9)
 5) " " " " " " (33 : 67)

Zusammensetzung des als Kohlenwasserstoff vergasten Kohlenstoffes.

Tabelle 9.

Versuchsgruppe	B		B		D		D		E		E	
Bilanz Nr.	B 1a		B 5		D 4		D 7		E 2		E 5	
% C als	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %	ohne Gasbenzin %	davon Unge-sätt. %
CH ₄	26,5	-	26,5	-	21,9	-	25,2	-	26,2	-	24,8	-
C ₂ H ₆ + C ₂ H ₄	29,1	4,7	26,5	4,1	21,7	4,3	23,5	2,0	23,8	6,1	24,5	2,9
C ₃ H ₈ + C ₃ H ₆	31,3	7,4	36,4	5,0	28,4	5,6	31,8	3,5	31,0	7,2	32,9	3,5
C ₄ H ₁₀ + C ₄ H ₈	13,1	6,3	8,6	2,6	28,0	7,0	19,5	4,0	19,0	13,1	17,8	4,4

200000145

Tabelle 9a.

Organischer Schwefel in Gasen.

Bilanz Nr.	B 5			E 7a		
	Ofen- gas	Produkt- gas	Abschl.- Gas	Ofen- gas	Produkt- gas	Abschl.- gas
mg org.S/m ³	2,15	3,36	2,60	11,3	19,0	9,4
mg org.S/m ³ H ₂ - freies Gas	21,4	4,87	10,8	151,2	38,0	42,0

200000147

T a b e l l e 11.

Liquor - Untersuchungen.

Zu Bilanz Nr.	A 2	B 1a	B 7	D 7	E 7
Ges. Liq g/kg Rk	85,0	99,0	102,8	77,3	82,0
darin					
CO ₂ g / kg Liq	99,0	60,5	65,5	69,0	48,0
H ₂ S	43,5	21,4	22,8	33,6	4,0
NH ₃	150,0	42,0	72,5	76,0	39,0
Cl	2,7	0,53	1,0	0	0
Phenole	--	--	--	--	4,0
rel. Äquivalente :					
CO ₂	0,51	1,10	0,70	0,70	0,95
(NH ₃ =1,0) H ₂ S	0,29	0,65	0,31	0,45	0,10
Cl	0,01	0,006	0,007	0	0
Summe	0,81	1,76	1,02	1,15	1,05

Jodzahlen

Bilanz Nr.	D 4	
Produkt	Abstreifer techn. gestrippt	Abstreifer- Mittelöl
Jodzahl	50,2	41,5

Tabelle 13

Viskositätsbestimmungen.

zu Bilanz Nr.	D 1	D 3	D 4
Produkt	Abstreifer-Schweröl + Scholvener Mittelöl > 215° 70 : 30		
Viskosität °E/20°	19,8	35,7	34,5

200000149

Totalbilanzen x)

Bilanz Nr.	D 5 - D 5a	D 6 - D 7	E 5 - E 5a
Ölgewinn (einschl. Anreibeöl-Überschuss)			
% von Reinkohle	69,3	66,0	69,4
Proz. Verteilung dieses Ölgewinns:			
% Benzin	29,9	30,8	24,7
% Mittelöl	22,7	14,3	19,1
% Schweröl	43,5	42,6	46,3
% Anreibeöl-Überschuss	2,9	12,3	9,9
Ölgewinn (o h n e Anreibeöl-Überschuss)			
% von Reinkohle	68,7	64,4	67,9
Proz. Verteilung dieses Ölgewinns:			
% Benzin	28,6	35,1	27,7
% Mittelöl	26,1	16,3	20,9
% Schweröl	45,3	48,6	51,4

- x) Zum Unterschied von den in Tabelle 1a und 1b aufgeführten Hochdruckbilanzen, welche unter Verwendung von Labor. Untersuchungen berechnet wurden, liegen den Total-Bilanzen die tatsächlichen Ergebnisse der im Betrieb durchgeführten Rückstandsaufarbeitung zu Grunde. Dabei gehen in die Rechnung wohl die Verluste innerhalb der Rückstandsaufarbeitungsprozesse ein, Verluste durch Probenahme und Verluste, welche zwischen einzelnen Prozessen der Aufarbeitung auftreten, sind jedoch ordnungsgemäß rechnerisch eliminiert. Die Umrechnung auf 0 % Anreibeöl-Überschuss geschieht durch Aufteilung des überschüssigen Anreibeöls in Benzin, Mittelöl und S-öl unter der Annahme, dass das Anreibeöl mit der gleichen Vergasung hydriert wird wie die Kohle. Die Ergebnisse der Totalbilanzen stellen eine Kontrolle der Hochdruckbilanzen dar.

Festes und Asche im Schleuderöl¹⁾ (Anreiböl)

Bilanz Nr.	Festes	Asche i.F.	Bilanz Nr.	Festes	Asche i.F.
A 1	6,1	3,5	D 1	2,2	7,0
A 2	7,8	10,7	D 2	2,3	12,2
A 3	8,4	15,4	D 3	1,9	15,4
A 4	10,3	17,6	D 4	2,4	17,8
A 5	10,7	21,9	D 5	3,1	8,9
B 1	8,1	11,1	D 5a	3,6	9,2
B 1a	8,0	8,3	D 5b	4,0	14,5
B 2	8,5	14,1	D 6	3,4	20,6
B 3	7,8	12,5	D 7	3,7	11,7
B 4	12,5	9,3	E 1	3,6	3,7
B 5	15,7	13,9	E 2	3,4	3,8
B 6	8,3	8,0	E 3	4,4	1,6
B 7	8,8	3,4	E 4	4,6	3,0
B 8	9,4	10,6	E 5	5,8	1,9
B 8a	7,3	11,9	E 5a	6,2	3,6
C	8,2	22,0	E 6	7,2	6,2
			E 7	7,3	2,9
			E 7a	7,3	2,9
			E 7b ²⁾	5,8	2,4

1) Einmal-Schleudern

2) Die besseren Zahlen sind durch die beim Abstellen des Ofens unvermeidbare Ölverdünnung bedingt.

Festes und Asche im asphalt- und festhaltigen Heizöl^{z)}

Bilanz Nr.	% Festes	% Asche i.F.
B 1	6,7	2,2
B 1a	6,6	4,8
B 2	8,5	11,2
B 3	-	-
B 8	7,3	0,9
B 8a	6,8	2,1

z) Zweimal-Schleudern.

Untersuchung der Schwelöle^{x)} auf feste Aromaten.

zu Bilanz Nr.	A 3	A 5
Gehalt an festen Aromaten bez. auf Schwelöl	0 %	1,7% Rohpyren

x) Schwelöl aus Schleuder-Rückstand.

Zerlegung der Phenole im Abstreifer
(zu Bilanz Nr. E 2)

in Benzin + Mittelöl - 325° (56% des Abstr.)	13,9 % Phenole
in Fraktion 325-350° (6,2 " " " ")	1,1 % "
Phenole - 250° im Benzin + Mittelöl - 325°	10,8 %

Zerlegung derselben:

Siedebeginn:	32°
Vorlauf	1,6 %
Karbolsäure	15,4 %
o-Kresol	6,1 %
p-m-Kresol	20,2 %
Xylenol	18,8 %
höh. Xylenole	22,5 %
Rückstand > 250°	11,1 %
Verlust	4,3 %

200000152

Tabelle 1a

**Verbesserung der Schwelausbeute durch Nachschleuderung
des Schleuderrückstands mit Mittelölverdünnung**

(Herauslösen von Asphalten)

zu Bilanz Nr.	E 4	
	1	2
Zahl der Schleuderprozesse		
<u>im Schleuderrückstand:</u>		
% Festes	60,5	58,7
% Asche i. Festen	48,0	49,9
im Öl (% Asphalt	12,0	2,5
(% Mittelöl	54,0	84,0
<u>Schwelausbeute:</u>		
% Schwelöl auf Öl im Schleuder-Rückstand		
a) Kugelofen	87,3	96,1
b) Fischerretorte	84,7	97,9

Hochdruckversuche
La 558

6. d. e

1. W. M. H.
Fischer
22.1.42
K. P. H.

200000153

Prüfung einer von Wesseling eingegangenen Bayermasse im Drehtrocknen

Wir erhielten am 23.12.42 von Wesseling eine 2 kg Probe Bayermasse zur Aktivitätsprüfung. Die Masse hatte 5,8 % Wasser gegen 6,3 % in der bei unseren Versuchen verwendeten Bayermasse. Mit je 3 % dieser Masse wurden folgende Vergleichsversuche bei 600 atm angestellt:

- a) Mit K 228 v. 16.4.42 (Rhein. Braunkohle als Trockenkohle erhalten) ohne Zusatz von elementarem Schwefel und mit aromatischem Öl (Steinkohlenschwefel + Fach 3:1) anreichernd bei 22,5 MV (434°C).
- b) Mit K 228 v. 21.8.42 (Rhein. Braunkohle als Honkohle erhalten und bei uns getrocknet) mit 2 % Schwefel und mit einem Anreicheröl von Rheinbraun vom 19.7.42 anreichernd bei 22,2 MV (426°C).

Zusammenfassung.

Die Hydrierergebnisse, die in anhängender Tabelle enthalten sind zeigen, daß beide Bayermassen sowohl mit dem aromatischen als auch mit dem Anreicheröl von Rheinbraun nur geringe Unterschiede in den Hydrierergebnissen geben, die innerhalb der Versuchs- und Bestimmungsfehlergrenzen liegen dürften.

gez. Grassl

Gemittelt mit:

Dr. Schiffmann

• Heilmann

1. W. M. H.

200000154

Hydrierergebnisse mit Bayermasse von Hesselring
und Ludwigshafen bei rheinischer Braunkohle.

Versuchsbedingungen:

Anheisszeit: 3 Stunden
Reaktionszeit: 3 " "
Höchstdruck ca 600 atm
Fällungsgrad: ca 20%.

Kontakt:	3% Bayermasse v. Lu	3% Bayermasse v. Hesselring v. 28.12.42	3% Bayermasse v. Lu	3% Bayermasse v. Hesselring v. 28.12.42
Kohle Anreibeöl	K 228 v. 16.4.42 P 1214	P 1235 (9:1)	2% elem. Schw. K 229 v. 21.9.42 Anreibeöl v. Rheinbraun v. 19.7.42 (P 1525)	2% elem. Schw. K 229 v. 21.9.42
Abbau	100	100	100	100
Spez. Gew. v. Öl	1,056/20	1,034/50	1,000/20	0,984/50
% Asphalt i. Öl	3,2	3,4	1,9	2,3
% Neubildung -350°	105,8	117	116	103
Vergasung s. Neu- bildg. -350° Vergasg.	14,6	14,1	19,1	18,4
Spez. Gewicht v. Ru > 3250/1000	1,060	1,058	1,008	1,006
Temperatur: MV	22,5	22,5	22,2	22,2
°C	434	434	428	427

Hochdruckversuche
Lu 558

den 16. Oktober 1942 Gr/Pf

H. J. Müller

Über die Hydrierbarkeit von Kohlen.

1) Abhängigkeit der Hydrierbarkeit von den Eigenschaften der Kohle

Die katalytische Hochdruckhydrierung hat im Laufe der Zeit einen so hohen Entwicklungsgrad erreicht, dass praktisch jede in der Natur vorkommende Kohle, von der älteren Steinkohle bis zur jungen Braunkohle ohne Schwierigkeit in Öl übergeführt werden kann. Damit soll nicht behauptet werden, dass jede Kohle für die großtechnische Hydrierung gleich gut geeignet ist, sondern bei einem chemisch so komplizierten Körper wie Kohle sind es die mannigfaltigsten Faktoren, welche die Hydrierbarkeit nach der einen oder anderen Richtung beeinflussen können. Aufgrund der Erfahrungen mit den verschiedenartigsten Kohlen ist es möglich und erscheint es zweckmässig, für die großtechnische Verarbeitung jeweils die dafür geeignetsten Sorten auszuwählen.

Von den Steinkohlen kommen vor allem die Gasflammkohlen und auch die Gaskohlen, deren C-Gehalt etwa zwischen 78 und 86 % liegt, in Betracht. Obwohl zwischen C-Gehalt und Hydrierbarkeit eine rohe Abhängigkeit besteht, so kann man doch nicht aufgrund des C-Gehaltes allein auf das Hydrierverhalten einer Kohle schließen. Denn Steinkohlen mit gleichem C-Gehalt können je nach ihrer Herkunft Unterschiede in ihrer Hydrierbarkeit zeigen. So verhält sich z.B. eine Kohle mit 83 % C aus dem schlesischen Kohlenrevier durchschnittlich bei der Hydrierung etwas ungünstiger als eine Ruhrkohle mit gleichem C-Gehalt. Dies hat seinen Grund darin, dass die schlesischen Kohlen im allgemeinen bei gleichem C-Gehalt sauerstoffreicher sind und weniger flüchtiges und Schwefel enthaltend als eine entsprechende Ruhrkohle. Ausserdem bestehen in der Aschezusammensetzung meist Unterschiede insofern als die Asche bei schlesischen Kohlen häufig infolge höheren CaO-Gehaltes alkalischer reagiert.

Allgemein gilt, dass die jüngeren (C-ärmeren) Kohlen leichter hydrierbar sind als die älteren Kohlen; sie geben in jeder Hinsicht bessere Hydrierergebnisse. Der Reinkohleabbau ist höher, die Spaltung zu Benzin und Mittelöl ist besser, die Qualität des Schweröles ist besser, da es weniger Asphalte enthält und die Gasbildung ist ebenfalls geringer als bei C-reicheren Kohlen (s. Kurvenblatt). Eine gewisse Abhängigkeit der Hydrierbarkeit lässt sich auch vom Flüchtigengehalt, der dem C-Gehalt etwa umgekehrt proportional verläuft, feststellen. Der Sauerstoffgehalt ist, beeinflusst die Hydrierung in der Weise, dass Kohlen mit höherem Sauerstoffgehalt meist asphaltreichere Anfallprodukte geben. Von Bedeutung sind ausserdem Chlorgehalt und Schwefelgehalt, die beide die Hydrierung günstig beeinflussen. Aber nicht nur die organische Substanz, sondern auch die anorganischen Bestandteile beeinflussen nach ihrer Menge und Zusammensetzung die Hydrierbarkeit. Hoher Aschegehalt drückt den Kohleabbau, wirkt aber andererseits durch die verteilende Wirkung günstig auf den

Asphaltabgehalt. Bei Steinkohle hat man es in der Hand, den Aschegehalt durch Auswahl der Kohle oder durch mechanische Entaschung niedrig zu halten, sodass bei der grosstechnischen Hydrierung für gewöhnlich Steinkohlen mit einem Aschegehalt von 4-6 % verarbeitet werden. Die Entaschung der Kohle bringt Ersparnis an Reaktionsraum und Verkleinerung der Rückstandsaufarbeitung. Bei Kohlen mit stark alkalischer, CaO-reicher Asche sind sauer reagierende Katalysatoren nur von geringer Wirkung, da sie einen Teil des wirksamen Katalysators neutralisieren und Alkali die als Katalysatoren häufig angewendeten Metalle der 6. Gruppe schädigt. Daher bringt bei derartigen aschereichen Kohlen Neutralisation mit freier Säure erhebliche Verbesserung der Hydrierwirkung.

Neben der elementaren, analytischen Zusammensetzung spielt bei Steinkohle ausserdem die petrographische Beschaffenheit eine gewisse Rolle. Die einzelnen in der Steinkohle enthaltenen Gefügebestandteile wie Glanzkohle, Mattkohle, Faserkohle und Brandschiefer verhalten sich bei der Hydrierung sehr verschieden. Während die ersten beiden sehr gut hydrierbar sind, ist Faserkohle und Brandschiefer schlecht hydrierbar. Faserkohle hat meist wesentlich höheren C-Gehalt, höheren Aschegehalt und viel mehr CaO in der Asche als Glanz- und Mattkohle. Letztere zur enthält grosse Mengen an Teerbildnern (Pflanzensporen und Algen), die auch beim Schwelen gute Ölausbeute geben.

Zusammenfassend kann für die verschiedenen Steinkohlenreviere zur Kennzeichnung geeigneter Hydrierkohlen folgende Charakterisierung gegeben werden:

	Ruhrkohle	Saarkohle	Schlesische Kohle
% C auf Reinkohle	weniger als 84	weniger als 83	weniger als 82,5
% Flüchtiges auf Reinkohle	über 36	über 37	über 37
% Asche in Trockenkohle	unter 4	und	nicht über 6,5
% CaO in der Asche			gering
Faserkohle und Brandschiefer-Gehalt			gering

Beim Braunkohlen, die infolge ihres geringen C-Gehaltes alle gut hydrierbar sind, ist ebenfalls eine Abhängigkeit der Hydrierbarkeit von C-Gehalt erkennbar, doch ist diese nicht so ausgeprägt wie bei Steinkohle. Die Hydrierfähigkeit wird von Aschegehalt, der Aschezusammensetzung, vom Schwefelgehalt und vor allem vom Sauerstoffgehalt beeinflusst. Schwefelarme und sauerstoffreiche Braunkohlen geben bei der Hydrierung asphaltreiche und häufig auch instabile und phenolreiche Reaktionsprodukte. Höherer Schwefelgehalt begünstigt Asphaltreduktion und Spaltung. Hoher Sauerstoffgehalt begünstigt ist auch wegen des höheren Wasserstoffverbrauchs ungünstig. Über die Wirkung von hohem Aschegehalt gilt dasselbe wie bei Steinkohle. Da die in der

Braunkohle enthaltene Asche skelettartig infiltriert ist, bzw. wie bei Ca an Huminsäure chemisch gebunden ist, ist eine mechanische Entaschung, wie sie bei der Steinkohle ohne weiteres durchführbar ist, nicht möglich. Neutralisation der meist stärker alkalischen Asche mit Säure bringt bei Braunkohle naturgemäss grössere Vorteile als bei der meist ascheärmeren Steinkohle. Bei der jetzt üblichen Anwendung von alkalischen Eisenkatalysatoren wird durch Neutralisation keine bessere Hydrierung erreicht, sie ist daher nicht mehr notwendig.

Für eine gute Hydrierbraunkohle ergeben sich demnach folgende Eigenschaften:

Aschegehalt:	weniger als 13 %
Sauerstoffgehalt:	weniger als 25 %
Schwefelgehalt:	hoch.

Für die Hydrierfähigkeit von Pechelankohlen, die nach ihrer analytischen Zusammensetzung als ältere Braunkohlen zu betrachten sind, gilt im wesentlichen dasselbe wie für Braunkohlen.

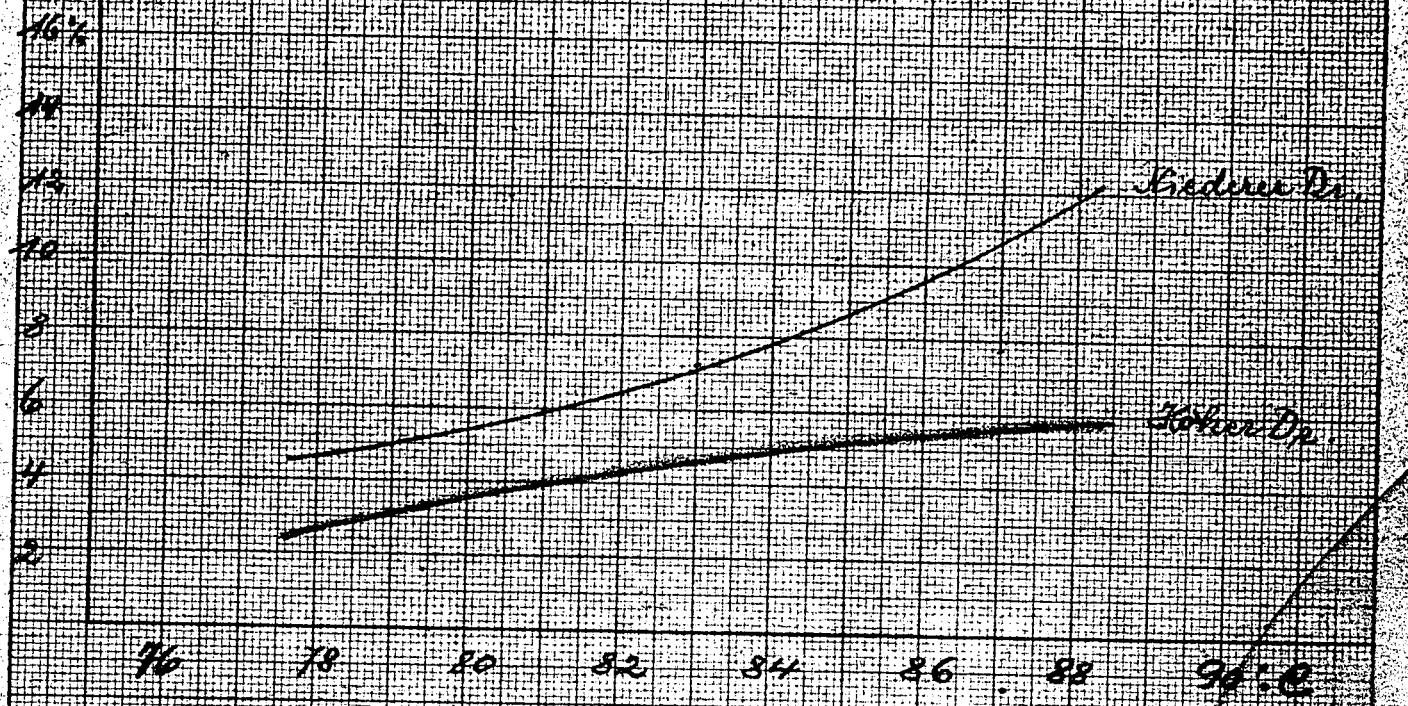
2.) Druckeinfluss bei der Kohlehydrierung.

Erhöhung des Wasserstoffdruckes bewirkt im allgemeinen stärkere Hydrierung und verhindert daher auch Abscheidung wasserstoffarmer Produkte, sodass die Möglichkeit besteht, bei höherer Temperatur zu arbeiten als bei niedrigerem Druck. Durch Anwendung hoher Drucke kommt man zu höheren Reaktionsgeschwindigkeiten und kann daher im gleichen Zeitraum mehr Kohle durchsetzen. Besonders ist durch Anwendung von hohem Wasserstoffdruck die Verarbeitung älterer Kohlen möglich, da der Einfluss der Druck-erhöhung bei diesen vor allem in einkohleabbau und Asphalt-ermöglicht die Druckerhöhung Steigerung des Durchsatzes, was sich in einer Leistungserhöhung und Vergasungsverringerung günstig auswirkt.

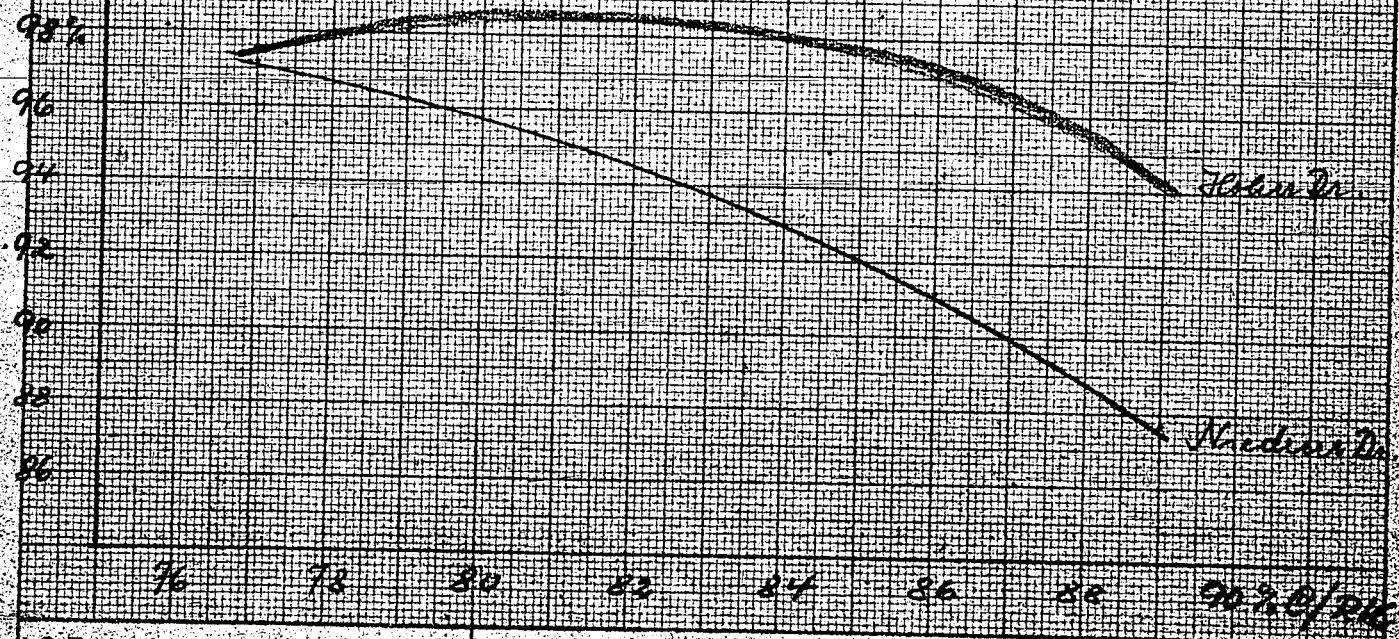
Ferner können bei hohem Druck billigere und nicht korrodierende Kontakte (Eisen) verwendet werden, da die Druckerhöhung bei weniger aktiven Kontakten wirksamer ist als bei hochaktiven. So ist es jetzt möglich, mit Eisenkontakten bei 700 atm bessere Ergebnisse als mit Zinn + Chlor bei 250 atm Druck zu erzielen. Gleichzeitig kann bei hohem Druck durch Anwendung höherer Reaktionstemperatur eine um etwa 50 % erhöhte Leistung erzielt werden.

Druckbestimmung v. Stahl mit Variable
 drehen C-Gehalt bei niedrigem u. hohem
 Wasserstoffdruck 2000000158

Asphaltpulver u. Schmelzöl



From Kette abbau



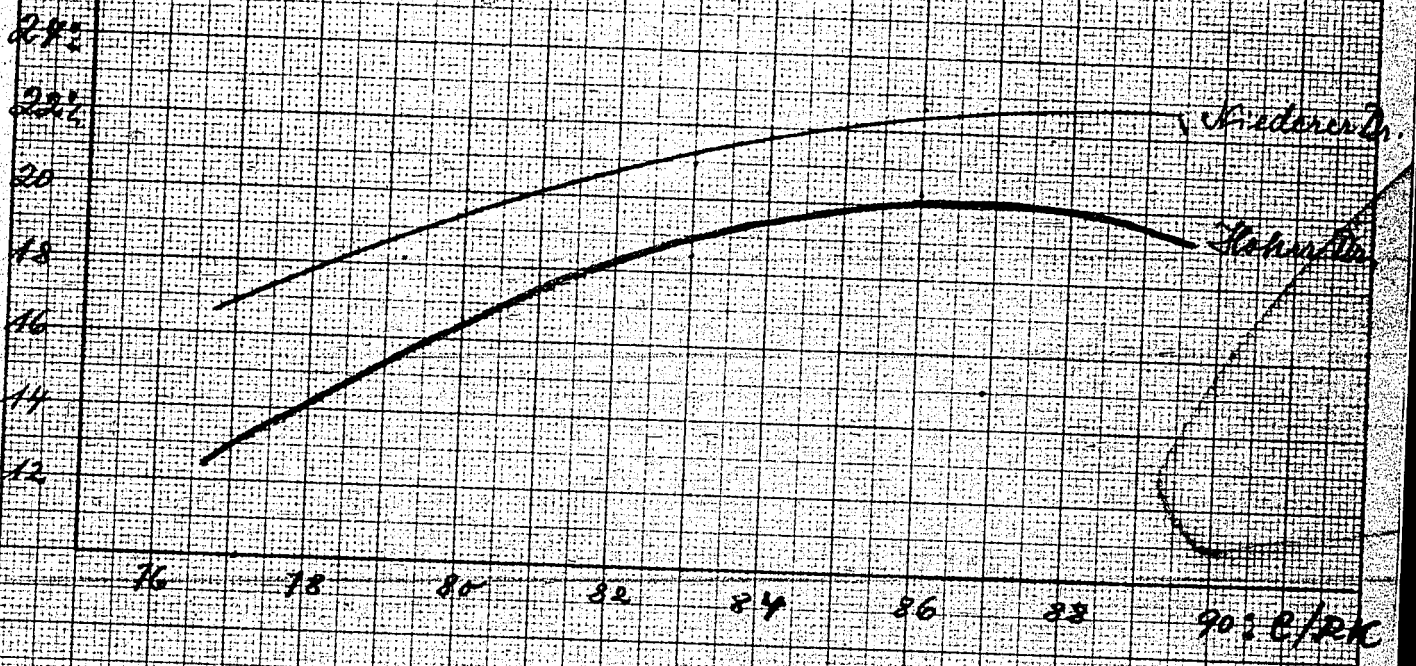
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
 Ludwigshafen a. Rhein.

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

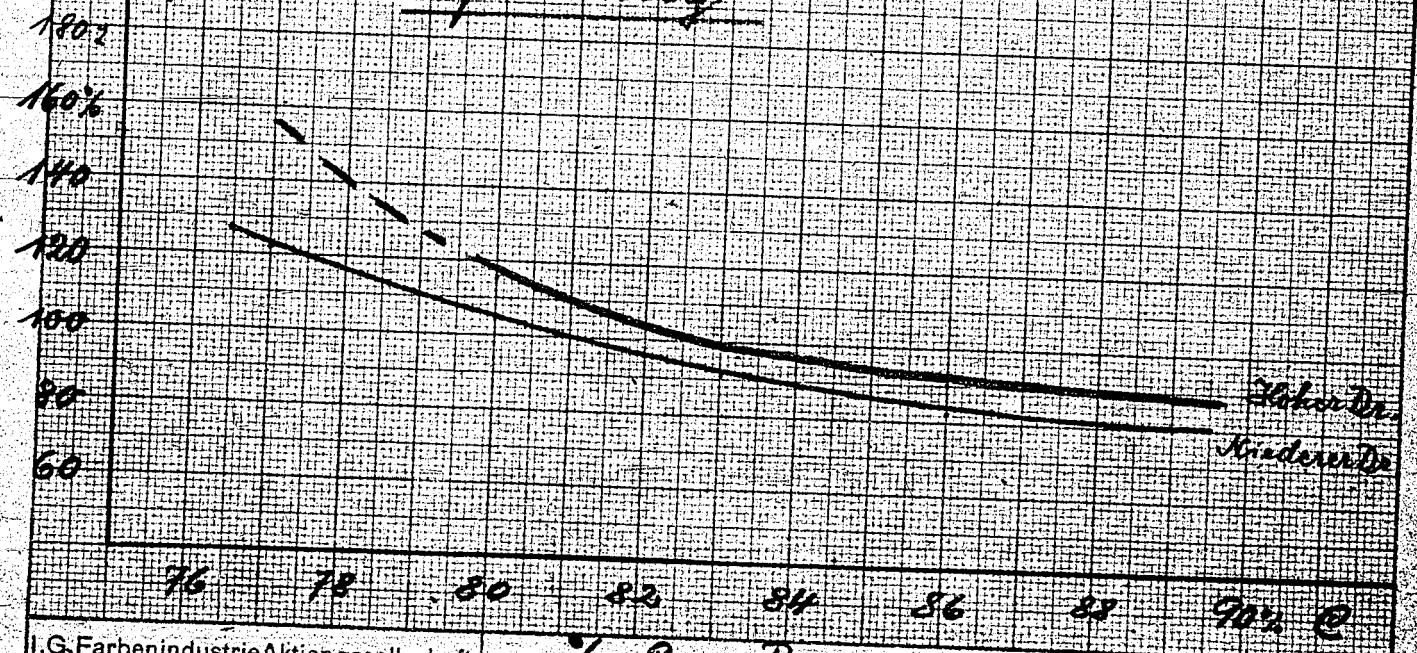
200000159

Druckhydrierung von Kohlen mit verschie-
denen C-Gehalt bei niedrigem u. hohem
Wasserdampfdruck

Vergasung



Spaltung



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

% C a Reinkohle

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

23. Oktober 1942 Rb/Ty.

f. v. m. m. m.

Entwicklung der Sumpfphase seit 1933.

Nachdem die Braunkohlehydrierung auch grostechnisch bis zu einem gewissen Abschluss gekommen war, wurde der Schwerpunkt der Kohleverflüssigungsversuche auf die Hydrierung der Steinkohle verlegt. 1934 wurde in Ludwigshafen ein erfolgreicher Grossversuch bei 300 atm zur Hydrierung von Ruhr-Gasflammkohle durchgeführt. Bei Gelegenheit dieses Versuches wurden auch die für die Aufarbeitung der Steinkohlehydrirückstände durch Schleudern und Schwelen geeigneten Apparate entwickelt, u.a. der heute allgemein in Steinkohlehydriranlagen benützte Ziegelofen. Gleichzeitig wurden die Grundlagen geschaffen für den Bau des ersten Steinkohlehydrirwerkes, das im Jahre 1936 in Scholven zum Anfahren kam.

Im Hinblick auf die Notwendigkeit, auch ältere Kohlen hydriermässig zu verarbeiten, wurden die Versuche auf höhere Drücke ausgedehnt und insbesondere bei 700 atm vorgenommen. Die bedeutend verbesserte Hydrierwirkung bei diesen hohen Drucken führte zur Anwendung billiger Eisenkontakte anstelle von Zinn und Chlor. Bei höherem Druck kam eine höhere Reaktionstemperatur eingestellt werden, wodurch höherer Abbau, bessere Leistung und vor allem eine Senkung des Asphaltspiegels erzielt wird, die sich für die Rückstandsaufarbeitung besonders günstig auswirkt. Trotz der hohen Temperatur bleibt bei 700 atm die Vergasung niedriger als bei 300 atm. Würde man anstelle der Eisenkontakte auch bei 700 atm Zinn und Chlor verwenden, so würden bei 700 atm noch weitere Verbesserungen der Ergebnisse erreicht werden. Diese Vorteile sind aus der Tabelle I ersichtlich, in welcher die Ergebnisse von 10 Ltr-Ofenversuchen aufgeführt sind.

Tabelle I

Einfluss des Druckes bei Hydrierung von Ruhrkohle (82,7 % G).

Druck	300 atm	700 atm	700 atm
Katalysator	Zinn+Chlor	Eisen	Zinn+Chlor
Reaktionstemperatur °C	465 <small>Scholven</small>	475-480 <small>Eisen</small>	475-480
Reinkohlenabbau %	93 <small>90-92</small>	96 <small>96</small>	97
Ölgewinnleistung kg/Ltr/h	0,18 <small>0,16</small>	0,27 <small>0,25</small>	0,32
Vergasung a/Ölgewinn+Vergasung %	25 <small>> 26</small>	21 <small>25</small>	19
Asphaltgehalt des Abschlamms bezogen auf Reinkohle %	18 <small>26</small>	11 <small>14</small>	9

Diese Entwicklung zu hohen Drucken kam auch der Verarbeitung von Pechen, Teeren, Krackrückständen usw. zugute. In Grossbetrieb wurden 700 atm erstmalig in Welheim zur Hydrierung von Pech und in Gelsenberg zur Hydrierung von Steinkohle angewendet.

Bei Betrachtung der Eigenschaften der 700-atm-Hydrierprodukte (Tabelle II) zeigt sich, dass auch bei der 700-atm-Hydrierung der Charakter der Ausgangsstoffe in den Eigenschaften der Hydrierprodukte deutlich widerspiegelt. (Wasserstoffgehalt des Mittelöls nimmt zu vom Kokereiteer zu den Krackrückständen, ebenso Anilinpunkt, Phenolgehalt entsprechend Gehalt des Ausgangsstoffes; beim Schweröl analoge Verhältnisse.)

Tabelle II.
Eigenschaften der 700-atm-Sumpffhasenprodukte aus verschiedenen Rohstoffen.

Ausgangsprodukt	Kokereiteer	Steinkohle	Braunkohle bitumenarm	Krackrückstände
<u>Mittelöl:</u>				
Elementanalyse % C	88,51	87,23	86,05	87,00
% H	8,95	9,54	9,37	11,07
O	1,82	3,08	3,90	1,14
N	0,66	1,06	0,55	0,16
S	0,26	0,04	0,13	0,63
g H/100 g	10,12	10,93	10,90	12,72
% Phenole	2,5	15,3	20,1	0
A.P. des phenolfr. Mittelöls	-25	-20	-10	
Spez. Gewicht	0,988	0,974	0,962	0,907
<u>Schweröl:</u>				
El. Analyse % C	90,71	89,27	88,62	88,62
H	7,46	8,26	8,40	9,46
O	1,10	1,64	2,62	0,64
N	0,61	0,77	0,28	0,12
S	0,12	0,06	0,08	1,16
g H/100 g	8,22	9,25	9,46	10,67
Spezif. Gewicht	1,053/50°	1,038/50°	1,030/50°	0,994/50°

Bisher wurde nur
~~Alle bisherigen Angaben bezogen sich auf eine bestimmte Richtung~~
 der Sumpffase, nämlich die vollständige Überführung der Rohstoffe in Benzin und Mittelöl. Dabei wird mit relativ scharfen Hydrierbedingungen und mit hohem Wasserstoffangebot gearbeitet. Eine extreme Arbeitsweise mit sehr niedrigem Wasserstoffangebot stellt die Extraktion der Kohle mit wasserstoffabgebenden Mitteln dar. Zwischen diesen Extremen lassen sich die verschiedensten Stufen der Hydrierung einstellen. Je nach Wahl der Bedingungen entstehen in der Hauptsache Mittelöle, Schweröle oder hochasphaltische Bitumina. Eine Mittelstufe dieser Bedingungen

betrachtet

fand ihre Anwendung bei der Entwicklung der Heizölfahrweise, die besonders während des Krieges durch die Anforderungen der Marine, aus einheimischen Rohstoffen Heizöl zu schaffen, Bedeutung gewann. Es gelang, Bedingungen zu finden, unter denen in einer gegebenen Anlage unter Anwendung hoher Durchsätze ohne Schmälerung des Benzinanfalls zusätzliche asphaltfreie Schweröle erzeugt werden.

Tabelle II vergleicht bei Verarbeitung einer oberschlesischen Steinkohle die Fahrweise auf Benzin und Mittelöl mit zwei Fahrweisen auf 35 und annähernd 50 % Schweröl (Heizöl). Die Heizöl-Fahrweisen unterscheiden sich von der Arbeitsweise auf Benzin und Mittelöl, abgesehen vom erhöhten Durchsatz, durch gesteigerten Mittelölgehalt der Anreibung, etwas höhere Temperatur und etwas geringeres Wasserstoffangebot. Es wird bei gleichem Abbau der Kohle eine 50% höhere Ölgewinnleistung und eine niedrigere Vergasung erzielt.

Tabelle II
 Verschiedene Fahrweisen bei der Steinkohlehydratisierung.

Fahrweise auf	Benzin-Mittelöl	Benzin-Mittelöl-wenig Schweröl	Benzin-Mittelöl + viel Schweröl
Temperatur °C	476	478	480
Reinkohledurchsatz	0,45	0,62	0,63
Anreibeöl	100% Schweröl	85% Schweröl 15% Mittelöl	73% Schweröl 27% Mittelöl
Abbau %	96	95,5	96
Gesamtleistung	0,26	0,40	0,41
Zusammensetzung: des Ölgewinns			
% Benzin	23	20	21
% Mittelöl	77	45	32
% Schweröl	-	35	47
Vergasung %	23	20	18,5
Asphalt im Abschlammschweröl	14,7	18,0	19,3

Der Kohledurchsatz wird dabei in solchen Grenzen gehalten, dass die entstehenden Asphalte in der normalen Rückstandsaufarbeitung durch Schmelzen und Schwelen ohne Schwierigkeit bewältigt werden können.

Die technische Durchführung der Heizölfahrweise wurde im Sommer 1941 mit oberschlesischen Kohlen in einem Grossversuch in Ludwigshafen erprobt. Dieser Versuch lieferte einerseits die Unterlagen für das Werk Blechhammer, andererseits wurde das hergestellte Heizöl zur Erprobung an die Kriegsmarine gegeben.

Die dabei erzielten Qualitäten erfüllen die Anforderungen der Marine.

Eine weitere Steigerung der Durchsätze erlaubt ein neues Verfahren, das asphalthaltige Hydrierrückstände als Bindemittel zur Steinkohlebrikettierung verwendet. Damit können zusätzliche Mengen schlecht backender Kohle, für die heute andere Bindemittel nicht mehr zur Verfügung stehen, zu einem festen, in Wassergasgenerator gut vergasbaren Formkoks verarbeitet werden. Die Möglichkeit, die dabei entstehenden Teere in der Sumpffphase weiter zu verarbeiten, führt zu einer Kombination von Hydrierung und Schwelung, wie sie erstmalig im oberschlesischen Hydrierwerk Blechhammer zur Durchführung kommt.

Die Gewinnung von hochmolekularen Asphalten als Hauptprodukt ist der Zweck der sog. extrahierenden Hydrierung, bei der im Vergleich zu den bisher geschilderten Verfahren die mildesten Hydrierbedingungen angewendet werden. Dabei wird die Kohle in Anreißung mit Mittelöl bei verhältnismässig hohen Durchsätzen und Temperaturen mit geringer Wasserstoffmenge verarbeitet und liefert dabei hochasphalthaltige Bitumins, die sich durch Filtrieren von der gesamten Asche befreien lassen. Diese völlig aschefreien Produkte sind wertvolle Ausgangsstoffe zur Herstellung von Elektrodenkoks für die Aluminiumindustrie. Von der Extraktion nach Pott-Broche unterscheidet sich die extrahierende Hydrierung durch die Anwendung von gasförmigem Wasserstoff unter hohem Druck und bei hoher Temperatur. Es werden höhere Durchsätze und Leistungen erhalten als bei der Extraktion. Das Verfahren zeichnet sich durch besondere Variationsfähigkeit hinsichtlich der Zusammensetzung und Art der anfallenden Produkte aus. Je nach Wahl der Bedingungen können in bestimmten Grenzen die Qualität des Bitumens und die Mengen der zusätzlich anfallenden leichten Öle geändert werden.

Aus dem nicht filtrierten Anfall der extrahierenden Hydrierung lässt sich durch Abdestillieren der leichten Öle ein brauchbares Brikettiermittel, die sog. anhydrierte Kohle, gewinnen.

Es ist weiterhin noch zu erwähnen, dass mit der Verknappung des Molybdäns im Kriege auch bei der 300-atm-Sumpffphase sowohl bei der Verarbeitung der Braunkohle, wie auch bei der Hydrierung von Teeren und Ölen der Molybdänsäurekontakt durch eisenhaltige Katalysatoren ersetzt werden konnte.

gez. Rank-

Beitrag zur chemischen Konstitution der
Asphalte der Steinkohlhydrierung.

(Referat im Kolloquium über Asphalte
am 13. Oktober 1942.)

Über die physikalischen Eigenschaften der Asphalte ist bereits viel geschrieben worden. Ebenso interessant, vielleicht noch interessanter ist es, über die chemische Konstitution der Asphalte etwas kennenzulernen. Aber hierüber ist bis jetzt fast gar nichts bekannt.

Wenn im folgenden über die chemische Konstitution der Asphalte etwas berichtet werden soll, so sei vorausgeschickt, daß es sich nicht um ein systematisch bearbeitetes Gebiet handelt. Es sind vielmehr Erfahrungen, die im Laboratorium bei den Versuchen der Rückstandsanarbeitung zugleich mit dem Studium der hochkondensierten Aromaten gesammelt wurden. Es sind keine abgeschlossenen Versuche und zum Teil nur "Reagenzglasversuche".

In der Hauptsache soll versucht werden zu zeigen, daß es vielleicht möglich ist, durch das Studium der hochkondensierten Aromaten auf dem Gebiet der chemischen Konstitution der Asphalte etwas weiter zu kommen.

Die Asphalte können in ihrem Charakter je nach der Herkunft, ob aus Erdöl, Teer usw. sehr verschieden sein. In folgenden soll nur von den Asphalten der Steinkohlhydrierung die Rede sein.

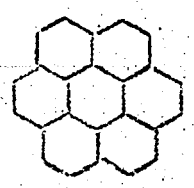
Wenn man sich die Eigenschaften und die chemischen Reaktionen der Asphalte ansieht, so scheint es sich hier bei der Unmenge von chemischen Verbindungen, die vorhanden sein können, besonders um folgende große Körperklassen zu handeln:

- I. Hochkondensierte Aromaten (einschl. Heterocyclen mit O, N, S im Ring)
 - a) in dehydrierter Form
 - b) in teilweiser hydrierter Form
- II. Umwandlungsprodukte von labilen, teilweise hydrierten hochkondensierten Aromaten.
 - a) durch Oxydation
 - b) durch Kondensation und Polymerisation.

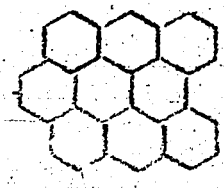
Zunächst wäre zu beiden Gruppen I. und II. folgendes zu sagen: Es handelt sich um hochkondensierte Aromaten, die besonders gekennzeichnet sind durch ihre symmetrische Struktur und bei denen bei der Druckhydrierung die hydrierten Ringe bei höheren Temperaturen nicht aufgespalten, sondern wieder dehydriert werden.

Zur Gruppe Ia)

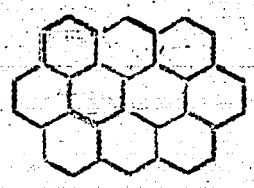
Als Schema dieser hochkondensierten Aromaten seien einige Kohlenwasserstoffe genannt:



Coronen

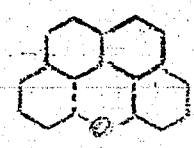


Dibenzacoronen

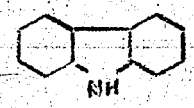


wobei man sich alle diese Kohlenwasserstoffe als noch höher kondensiert vorstellen muß. Coronen selbst als Grundkörper ist in den Asphalten in der Größenordnung von ca. 1 - 5 % vorhanden.

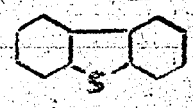
Ferner Kohlenwasserstoffe derselben Art ^{mit} O, N, oder S, im Ring. Als Typen seien genannt:



Naphthoxanthen



Carbazol



Diphenylsulfid

Auch hier kommen natürlich nur hochkondensierte Kohlenwasserstoffe dieser Typen in Frage. Mit den oben erwähnten Eigenschaften der Symmetrie bzw. der leichten Dehydrierbarkeit bei der Druckhydrierung bei hohen Temperaturen. Diese Heterocyklen kommen bei der Gruppe I schätzungsweise zu ca. 20 - 30 % in Frage.

Wenn man die Eigenschaften dieser Kohlenwasserstoffe mit den Eigenschaften der Asphalte vergleicht, so sieht man in beiden Fällen ziemlich gleiches Verhalten. z.B.

- Ausfällung mit Benzinen,
- starke Adsorption an Torana,
- schwere Hydrierbarkeit.

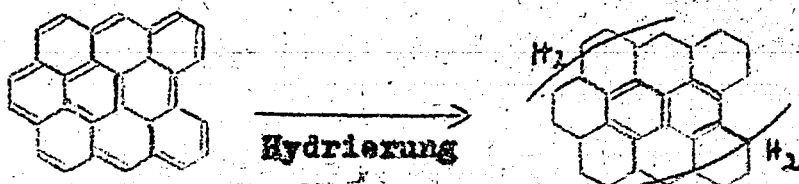
Es ist vielleicht kein Zufall wenn in Scholven bei hohem Asphaltspiegel auch eine relativ hohe Konzentration an hochkondensierten Aromaten ist. (Im Schwelöl ca. 8-10 % Pyren, ca. 1 % Coronen)

Diese in Gruppe I. a) beschriebenen Kohlenwasserstoffe kann man als hartnäckige Asphalte ansehen.

Zur Gruppe I. b)

Alle Kohlenwasserstoffe der Gruppe I. a) können nun auch in teilweise hydrierter Form vorliegen. Besonders die teilweise unsymmetrisch - hydrierten hochkondensierten Aromaten zeigen zuweilen einen tiefen Schmelzpunkt. Es scheint, daß diese Substanzen zum Teil öligen ja sogar harzartigen Charakter haben. Dieses zeigt folgendes Versuchsergebnis .

Durch Zufall haben wir eine geringe Menge eines höher kondensierten Aromaten als Coronen aus der Kohleverflüssigung in Händen. Es ist die Begleitsubstanz (das sog. Chrysofen) des Coronens. Bei diesem braunrot gefärbten Kohlenwasserstoff handelt es sich wahrscheinlich um ein Dibenzcoronen, oder jedenfalls um eine in der Struktur ähnliche Substanz (nach Elementaranalyse und Absorptionsspektrum (Dr. Fromherz)).



Bei der Hydrierung dieses Kohlenwasserstoffes zeigt sich die interessante Erscheinung, daß das Anfallprodukt in der Hauptsache ein Harz ist.

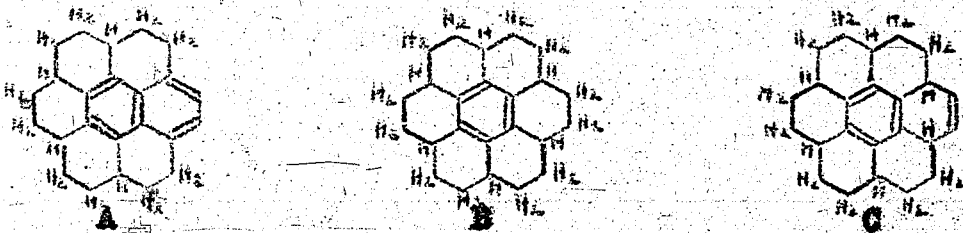
Es handelt sich nach der Elementaranalyse um ein teilweise hydriertes Produkt. Ob dieses Harz ein einheitlicher Körper oder eine Mischung von Substanzen verschiedener Hydrierstufen ist, konnte wegen der geringen Menge des Produktes nicht untersucht werden.

Vielleicht wird dieser harzartige Charakter dadurch hervorgerufen, daß die inneren Ringe des Moleküls aromatisch sind, während die äußeren Ringe aliphatische Struktur haben.

Zu Gruppe II. a) und b)

Hier wäre folgendes zu beachten. Bei der Druckhydrierung bei höheren Temperaturen findet bei den bisher besprochenen Aromaten teils Hydrierung, teils Dehydrierung statt, sodaß wahrscheinlich Substanzen in allen möglichen Hydrierstufen vorliegen können, zum Teil auch in labiler Form, d. h. Substanzen mit konjugierten und anlenkenden reaktionsfähigen Doppelbindungen.

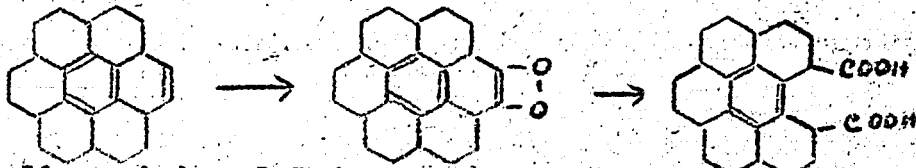
Dieses sei an einem Beispiel erläutert und zwar an dem Coronen. Bei der Hydrierung von Coronen mit Nickel entsteht unter anderem neben verschiedenen anderen Hydroverbindungen ein Produkt,



das nach der Elementaranalyse, der chemischen Reaktion und insbesondere der Absorptionsanalyse (letztere Untersuchung von Dr. Fromherz) zwischen den stabilen Hydrierstufen A und B liegt, also ein Hexa-keidecahydrocoronen ist, und in seinem Aufbau etwa der Form C entspricht (Konstitution noch unbekannt). Es entsteht jedenfalls ein Produkt mit reaktionsfähigen Doppelbindungen.

Diese Substanz ist sauerstoff- und lichtempfindlich, besonders in der Wärme. Unter Sauerstoffaufnahme tritt Dunkelfärbung ein, die immer weiter fortschreitet bis zum schwarzen Aussehen der Substanz. Dabei wird die Substanz, die zuerst in Benzol leicht löslich ist Benzol-unlöslich, bleibt jedoch Pyridin-löslich. Zum Teil bilden sich auch Lauge-lösliche Produkte, ein Zeichen, daß COOH-Gruppen auftreten.

Der Elementaranalyse des entstehenden Produktes nach zu urteilen käme etwa folgende Reaktion in Frage:



Auf diese Art und Weise kann man sich die Asphalt- und Feste-Neubildung (Benzol-unlösliches) in den Abschlämmen und Schwelölen vorstellen.

Die bekannte Festneubildung wird ja auch wieder im letzten Bericht Krönig/Hupfer 9.3.1942 (202441) Seite 30 erwähnt, betr. Unstimmigkeit in der Festebestimmung im Abschlämm: "Es zeigt sich, daß in offenen beheizten Abschlämmgefäßen eine erhebliche Festneubildung stattfindet".

Diese Asphalte der Gruppe II scheinen die weniger hartnäckigen Asphalte zu sein. Es kann sogar sein, daß gerade durch die Oxydation nachher im Ofen ein besserer Abbau erfolgt, da das symmetrische Ringgebilde zerstört ist.

Die Umwandlung labiler Verbindungen bzw. das Dunkelwerden der hohen Fraktionen des Schwelöls kann man stark verhindern, wenn man das Produkt einer raffinierenden Hydrierung (K 8376, 400°, 300 at) unterzieht, wenn man also die reaktionsfähigen Doppelbindungen mit Wasserstoff absättigt.

Zu Gruppe II.b)

Die labilen Kohlenwasserstoffe mit den reaktionsfähigen Doppelbindungen können außer durch Oxydation zum Beispiel auch durch Polymerisation Umwandlungen erfahren. Das vorhin erwähnte Hexakeidecahydrocoronen (Form C) würde in seinem labilen Ring die Struktur eines Dihydrobenzols haben. Die Polymerisation des Dihydrobenzols und ähnlicher Substanzen zu bimolekularen Produkten ist ja bekannt. In wie weit bimolekulare Wasserstoffe in den Asphalten vorhanden sind, darüber liegen keine Erfahrungen vor.

Im Zusammenhang mit den Ausführungen in Gruppe II sei erwähnt, daß viele chemische Reaktionen im niedermolekularen Gebiet zu finden sind bei der Peroxybildung und Harzbildung in Benzinen z.B. aus den Cyclohexenen und Indenen.



Allgemein noch eine kurze Bemerkung über die Art, wie die Unmenge dieser chemischen Individuen in den Verband Asphalt zusammengefasst sind. Es sei hingewiesen auf die Arbeit von Pfeiffer und Saal (Ref. im Zentralblatt 1941 II 1929) "Asphaltbitumen als Kolloidsystem". Hier wird das Asphaltbitumen als Dispersion verschiedener stark peptisierter Micellen in viskosen Ölen gekennzeichnet. Dabei bestehen die Micellen vorwiegend aus hochmolekularen aromatischen Kohlenwasserstoffen (Asphaltene), die dann Harze, aromatische, naphthenische, aliphatische Kohlenwasserstoffe (Maltene) adsorbieren.

200000168

- 5 -

Zum Schluß sei nochmals erwähnt, daß mit diesen noch stark mit Hypothesen durchsetzten Darlegungen vererst nur ein Weg gezeigt werden soll, auf welchem man durch systematisches Studium der Chemie der hochkondensierten Aromaten in das komplizierte Gebiet der Asphaltenchemie möglicherweise etwas mehr Licht bringen kann.

gez. Boente

14. November 1942 Rs./V

K. Linn

Beitrag zur Dampfphaserveröffentlichung.Asphalte in der Dampfphase.

Die Rohstoffe der Dampfphase sind im wesentlichen Gemische hochmolekularer Stoffe verschiedenster Art, wie Erdöl und Teerrückstände, Kohlen usw. Die Druckhydrierung in Dampfphase läßt daraus neben niedrig- bzw. mittelmolekularen Stoffen, wie Benzin und Mittelen gleichseitig Schweröle, Schwerstöle und Asphalte entstehen, von denen wiederum kontinuierliche Übergänge zu sogenannten festen organischen Stoffen führen. Wenn nicht direkte Verwendung für diese hochmolekularen Stoffe bestehen, werden sie in der sogenannten Rückstands-aufarbeitung möglichst von Asche und festen Stoffen befreit und als Amalgschle wieder in den Prozeß zurückgeführt und weiter hydriert und gespalten. Lediglich ein kleiner Teil dieser Schweröle, der an den abgeschiedenen Asche- und Feststoffteilchen haftet, wird abgeschleift.

Ebenso wie die Erforschung der in der Natur vorkommenden Hochmolekularen stößt auch die Erforschung der Hydrier-Hochmolekularen auf erhebliche Schwierigkeiten. Reine Lösungen, Kolloide und grobdispers Systeme bestehen gleichzeitig nebeneinander und gehen bei chemischen und physikalischen Eingriffen ineinander über. Deshalb sind Eigenschaften von aus solchen Gemischen nach irgendwelchen Methoden abgetrennten Stoffen oder Stoffgruppen stark durch ihre Begleitstoffe beeinflusst. Die Anwendung von aus der Erdöl- und Teerchemie bekannten Zerlegungsmethoden, welche mit Hilfe verschiedener Lösungsmittel und Adsorption einzelne Stoffgruppen der Hochmolekularen herausarbeiten, auf die Hochmolekularen der Hydrierung, geben jedoch auch hier wertvolle Aufschlüsse. Zusammenhänge zwischen Rohprodukten und zugehörigen Hydrierprodukten, sowie der Einfluß verschiedener Hydrierbedingungen beim gleichen Rohstoff lassen sich durch solche Zerlegungen der Hochmolekularen verfolgen. Die Hochmolekularen von Hydrier-Schwerstößen aus Erdölen setzen sich anders zusammen wie entsprechende Produkte aus Teeren oder Kohlen, untereinander verschiedene Erdöle, Teere oder Kohlen liefern verschiedene hochmolekulare Systeme. Da diese Hochmolekularen in der Hauptsache als erste - Ält- und Hydrierprodukte der Rohstoffe aufzufassen sind, kommt ihnen besonderes Interesse zu. Im Vergleich zu den verhältnismäßig rohen thermischen Methoden der Crackung, Verkokung und Schwelung greift die Dampfphasenhydrierung sehr schonend in das Gefüge der hochmolekularen Naturstoffe ein. In Gegensatz z.B. zur Verkokung und Verschwelung einer Kohle, welche nur einen kleinen Teil der Gesamtphase bis auf geringe Reste die ganze organische Kolloidsubstanz in flüssige und lösliche Körper um. Die primären Hochmolekularen der

20/11/42

Hydrierung erscheinen also vornehmlich dazu geeignet, die Kon-
stitution der Ausgangssysteme zu beleuchten.

So konnten z.B. hinsichtlich des Auftretens hochkonden-
sierter aromatischer Ringsysteme in Hydrierasphalten eine Reihe
interessanter Erkenntnisse gewonnen werden. Die einzelnen Ring-
systeme zeigen verschiedene Beständigkeit gegenüber den unter den
Bedingungen der destruktiven Hydrierung gleichzeitig auftretenden
Spalt-, Hydrier- und Dehydrierreaktionen. Die ständige Rückführung
der Hochmolekularen in den Prozess kann besonders beständige Ring-
systeme anreichern. Wenn solche hochkondensierte Aromaten und Hydro-
aromaten auch nur in geringen Mengen aus den Asphalten und Harzen
ausgesondert werden können, so können die Struktur dieser Aromaten
noch vielleicht schlüssig gemacht werden, insbesondere des-
halb, weil diese Aromaten weitgehend gleiches Verhalten gegen vor-
sichgehende Reaktionen aufweisen wie die Asphaltsysteme selber. Neben
Pyren, Homologen des Pyrens und Benzopyren konnte bisher unter
anderem das besonders symmetrisch gebaute Coronen in Hydrierasphalten
aus verschiedenen Rohstoffen identifiziert werden. Weiter bestehen
Andeutungen, daß Übergänge von den amorph erscheinenden Asphalten
und Harzen zu diesen kristallisierten Aromaten vorhanden sind.
Allerdings läßt der heutige Stand der Forschung noch nicht erken-
nen, ob diese Ringsysteme im Rohstoff vorgebildet sind oder erst
bei der destruktiven Hydrierung aus primären Spaltstücken entstehen.

gez. Rank

Hochdruckversuche
Lu 558

Dr. Franke

3.11.42 Rk/Pf.

200000171

Stumpphase - Ausgangsprodukte.

Rohstoff	Kokerei- teer	Steinkohle	Braunkohle bitumenarm	Erdöl- Krackrück- stand	Braunkohle bitumen- reich	Braunkohle- schwei- teer	Erdöl- asphalt- basisch
Elementaranalyse: % C	88,42	82,93	68,72	85,92	71,9	83,41	84,6
% H	6,01	5,28	4,87	9,98	5,3	10,79	10,8
% O	4,28	9,21	25,16	1,37	16,3	3,53	0,5
% N	0,91	1,48	0,74	0,09	0,6	0,28	0,4
% S	0,38	1,10	0,51	2,64	5,9	1,99	3,7
S H / 100 C	6,8	6,37	7,08	11,6	7,4	12,9	12,8
<i>11 7%</i>	<i>5,95</i>	<i>4,5</i>	<i>3,03</i>	<i>14,2</i>	<i>3,84</i>	<i>12,15</i>	<i>11,65</i>

K O D A K S A F E T Y A F I L M

Hochdruckversuche
Lu 558

3.11.1942. Ra/Pf.

Eigenschaften von Sumpffaseprodukten aus verschiedenen Rohstoffen
(Fahrweise auf 100 % Benzol + Mittelöl im Anfall)

200000172

a) Mittelöle 200-225°

Rohstoff	Kokereiteer	Steinkohle	Braunkohle bitumenarm	Erdölkrack-rückstand	Braunkohle bitumenreich	Braunkohlen-schmelteer	Erdöl asphaltbas.
spez. Gewicht / 20°	0,988	0,974	0,950	0,907	0,900	0,889	0,876
% Phenole	2,5	15,3	20,1	0	13	0,6	spuren
Elementaranalyse % C	88,51	87,28	85,60	87,00	85,7	87,45	87,4
% H	8,95	9,54	9,80	11,07	10,6	11,81	12,0
% O	1,82	3,08	4,00	1,14	2,7	0,37	0,14
% N	0,66	1,06	0,50	0,16	0,6	0,20	0,94
% S	0,06	0,04	0,10	0,63	0,4	0,17	0,14
ε H/100 C	9,2	10,2	10,2	12,2	11,8	13,4	13,6
A.P. des phenolfreien Öles	10,12	10,93	11,42	12,72	12,4	13,5	13,7
	-25°	-20°	+ 13°	+ 27,7°	+ 34°	+ 41,0°	+ 41°

b) Schweröle 225°

Rohstoff	Kokerei-teer	Steinkohle	Braunkohle bitumenarm	Erdölkrack-rückstand	Braunkohle bitumenreich	Braunkohlen-schmelteer	Erdöl asphaltbas.
spez. Gewicht / 50°	1,053	1,038	1,030	0,994	--	0,925	--
Elementaranalyse: % C	90,71	89,27	88,62	88,62	88,0	88,47	87,8
% H	7,46	8,26	8,40	9,46	9,7	10,78	9,9
% O	1,10	1,64	2,62	0,64	0,9	0,38	0,2
% N	0,61	0,77	0,28	0,12	0,6	0,12	0,6
% S	0,12	0,06	0,08	1,16	0,8	0,25	1,6
ε H / 100 C	8,22	9,25	9,46	10,67	11,0	12,18	11,3

7,9

8,89

9,27

9,20

10,65

12,1

11,1

Hochdruckversuche
Lu 558

3.11.1942 RK/Ed

Eigenschaften von Sumpffaseprodukten
einer Gasflamkohle bei verschiedenen Fahrweisen.

200000173

a) Mittelöle

Fahrweise: Anfall	100 % Benzin+Mittelöl	35 % Schweröl	50 % Schweröl	Mittelöl+Bitumen 700 Schmelzpkt.	Mittelöl+Bitumen 1000 Schmelzpkt.
spezifisches Gew./20°	0,979	0,973	0,964	1,006	1,012
% Phenole	12,88	15,0	15,5	11,6	8,6
Elementaranalyse: % C	87,08	86,88	86,54	88,91	88,90
H	9,66	9,42	9,57	7,49	7,82
O	2,59	3,58	3,28	2,96	2,52
N	0,64	0,30	0,60	0,45	0,59
S	0,07	0,02	0,01	0,19	0,17
C	11,08	10,86	11,0	8,42	8,80
A.P. des phenolfreien Öles	-29,6	-25,6	-24,0	-43,5	-43,3

b) Schweröle bzw. Bitumina.

Fahrweise: Anfall	100 % Benzin+Mittelöl	35 % Schweröl	50 % Schweröl	Mittelöl+Bitumen m. 700 Schmelzpkt.	Mittelöl+Bitumen m. 1000 Schmelzpkt.
spezifisches Gew./500	1,042	1,052	1,052	88,87	88,79
Elementaranalyse: % C	89,58	89,37	89,02	5,53	5,72
H	8,22	7,93	8,21	5,41	3,94
O	1,46	2,09	2,32	0,06	1,39
N	0,71	0,59	0,42	0,13	0,17
S	0,03	0,02	0,03	6,22	6,5
gH / 100 C	9,18	8,87	9,25		

- 1) 700 atm extrahierende Hydrierung.
- 2) 300 atm extrahierende Hydrierung.

200000174

Material zur Sumpfphaseveröffentlichung in Öl und Kohle.
Parallelen zwischen Entstehungstheorien natürlicher Bitumina
und der Druckhydrierung.

Eine gewisse Bedeutung kommt dem Studium der Druckhydrierung und insbesondere der Sumpfphase im wissenschaftlichen Sinne auch insofern zu, als die Entstehungstheorien für Erdöle, Asphalte, Wachse und Kohlen teilweise darauf basieren, daß im Laufe von mehr oder weniger langen geologischen Zeiträumen höhere Drücke und Temperaturen infolge geologischer Vorgänge auf die pflanzlichen und tierischen Ausgangsstoffe gewirkt haben. Manche Forscher nehmen bei ihren Theorien auch zusätzliche katalytische Wirkungen von Mineralsubstanzen an, welche in den bitumenbildenden Ausgangsstoffen mehr oder weniger fein verteilt waren, bzw. in welchen die bitumenbildenden Stoffe eingeschlossen waren. Teilweise wird auch Einwirkung von Wasserstoff im gasförmigen Zustand dabei in Betracht gezogen. Es können deshalb gewisse Parallelen zu den bei der Sumpfphase bzw. bei Druckerhitzungsprozessen vorsichgehenden Reaktionen gezogen werden. Die Polymerisation von asphaltbasischen Erdölen zu Asphalten unter dem Einfluß von höheren Drücken bei höheren Temperaturen, andererseits Spaltung, Depolymerisation und Dehydrierung unter denselben Einflüssen sind Umwandlungen, welche bei Druckhydrierung und Druckextraktion primär auftreten. Die zusätzliche Anwesenheit von Wasserstoff oder wasserstoffabgebenden Stoffen gegebenenfalls in Gegenwart von Katalysatoren verändert die primär unter Druck und Temperatur entstandenen Umwandlungsprodukte. Nebeneinander von gasförmigen, flüssigen und festen Kohlenwasserstoffen aller Molekulargrößen, von Asphaltiten, Wachsen etc. in den natürlichen Lagerstätten enthält weitgehende Analogien mit dem Nebeneinander von Produkten, welche bei der Druckhydrierung entstehen. Je nach den gewählten Bedingungen und Katalysatoren erlaubt die Druckhydrierung einerseits die Herstellung der verschiedensten Kohlenwasserstofftypen aus einem bestimmten Rohstoff und andererseits die Herausarbeitung und Isolierung gewisser im Rohstoff vorgebildeten Typen. So lassen die Endprodukte der Sumpfphase noch deutlich die spezifischen Eigenschaften des Rohstoffes erkennen. Teilweise werden durch die Druckhydrierung die genetischen Verschiedenheiten der Bitumina sogar noch sillfälliger herausgearbeitet, als sie im Rohprodukt selbst erkennbar sind. Daraus sind wieder Rückschlüsse auf die Entstehung der Rohstoffe möglich, sodaß die Entwicklung und Anwendung der Druckhydrierung auf die verschiedensten bituminösen Naturstoffe eine wertvolle Ergänzung und Erweiterung der sonstigen Forschungsmethoden darstellt. So erlaubt zum Beispiel die Druckextraktion unter mild hydrierenden Bedingungen die fast völlige Umwandlung der unsmelzbaren organischen Kohlenstoffsubstanz in schmelzbare und lösliche Bitumina, welche je nach der Art der behandelten Kohle charakteristische Unterschiede zeigen und noch schärfer abstechen gegen die Erdölaspalte und Asphaltite. Die aus höher organisierten, harz und wachsreichen Pflanzen entstandene Braunkohle liefert ein Bitumen, das beim Aufschmelzen in einen wachsartigen paraffinischen Teil und einen wasserstoffärmeren asphaltischen Teil zerfällt. Die Steinkohlen, welche hauptsächlich aus

niederen Gefäßkryptogamen entstanden sind, liefern einheitlichere Extrakte, die verhältnismäßig wasserstoffarm und dem asphaltischen Teil des Braunkohlenextraktes ähnlich sind. Je älter eine Steinkohle ist, umso wasserstoffärmer ist ihr Extrakt. Weitere Unterschiede, insbesondere gegen die Erdölaspalte, ergibt das Löslichkeitsverhalten der Kohlenextrakte. Die destruktive Hydrierung der Kohlen in der Sumpfphase liefert infolge des gleichzeitigen Eintretens von Hydrierung und Dehydrierung neben undefinierten Harz- und Asphaltgemischen auch defiltrierte und wohlkristallisierte hochkondensierte Ringsysteme, die bei den angewandten Bedingungen infolge ihrer Konstitution besonders widerstandsfähig sind. Die Erforschung solcher Stoffgruppen und ihren Umwandlungsprodukte kann wertvolle Rückschlüsse auf die chemische Konfiguration der Kohlesubstanz und ihre Entstehung aus den pflanzlichen Ausgangsstoffen vermitteln.

gez. Rank

1 Tabelle.

200000176

Asphalte verschiedener Herkunft.

	Naturasphalt (Trinidad)	Asphaltit (Bentheim)	Boghead Kohle (Ruhrgebiet)	Steinkohle extrakt (Ruhrgeb.)	Braunkohle extrakt (mittel- deutsche Br.)
Erweichungspunkt	87°	nicht un- zersetzt schmelzbar		210°	70-100°
Elementaranalyse der Reinprobe					
% C	81	87,65	80,08	88,91	82,28
% H	10,5	9,05	8,90	5,53	6,85
% O	0,8	1,73	6,01	3,30	8,01
% N	0,7	1,29	1,71	1,70	0,98
% S	7	0,28	3,30	0,56	1,78
g H/100 C	13,0	10,3	11,1	6,2	8,3
g O + S + S/100 C	10,5	3,8	13,7	6,2	13,1

Die Raffinationswirkung der Sumpphase.

Aus Elementarbilanzen von 10-Ltr.-Öfen-Versuchen bei 600 atm mit verschiedenen Rohstoffen wurde festgestellt, wieviel von Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel der Rohstoffe in den Produkten des Ölgewinns enthalten ist bzw. wieviel von ihnen entfernt wird. Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind in beiliegender Tabelle niedergelegt und haben folgendes Bild:

- 1.) Der größte Teil der Fremdelemente wird bereits in der Sumpphase beseitigt. Die Raffinationswirkung ist bei den einzelnen Elementen verschieden. Der Schwefel läßt sich im allgemeinen am leichtesten entfernen. Bei Kohlen ist die Sauerstoffreduktion praktisch ebenso gut. Der Stickstoff läßt sich aus der organischen Bindung ungleich schwieriger lösen als Schwefel und Sauerstoff.
- 2.) Bezüglich der Rohstoffe folgt die Raffinationswirkung im wesentlichen der Hydrierbarkeit.
- 3.) Der Einfluß der Fahrweise wurde bei den Kokeriteeren untersucht. Wie erwartet werden konnte, ist bei Anwendung schärferer Hydrierbedingungen (Benzin-Mittelöl-Fahrweise) die Raffinationswirkung besser, was vor allem für Sauerstoff, ~~zugunsten~~ der Stickstoffreduktion zugute kommt.
- 4.) Die Entfernung des Sauerstoffs in Form von Gasen (CO und CO₂) ist entsprechend früheren Befunden bei der Braunkohle prozent-mässig mindestens doppelt so hoch (20-30%) wie bei der Steinkohle (rd. 12%).

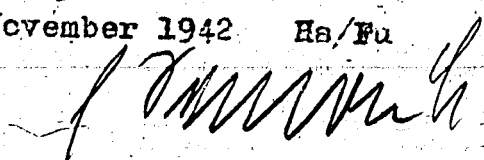
Überraschenderweise wird auch von dem an sich geringen Sauerstoffgehalt der Hochtemperaturteere ein großer Teil (bis zu 65%) als CO und CO₂ abgespalten, was an 11 Elementarbilanzen erhärtet wurde.

gez. Hupfer
" Leonhardt

200000178

Raffinationswirkung der Sumpfphase.

Rohstoff Fahrweise	Schwelteer P 1376 S'01	Kokereiteere S'01	Kokereiteere Bi + Mi	K 1197 St.K. Bi + Mi	K 229 Rh.Br. Bi + Mi
Vom O d. Rohstoffs im Ölgewinn % insgesamt entfernt%	27 73	30 - 64 70 - 36	30 - 56 70 - 44	9 - 14 91 - 86	8 - 11 92 - 89
Vom N d. Rohstoffs im Ölgewinn % insgesamt entfernt%	44 56	49 - 62 51 - 38	27 - 47 73 - 53	33 - 40 67 - 60	21 - 36 79 - 64
Vom S d. Rohstoffs im Ölgewinn % insgesamt entfernt%	21 79	13 - 25 87 - 75	8 - 18 92 - 82	3 - 20 97 - 80	11 - 14 89 - 86



Über die Begriffe Bitumen und Asphalt.

Die Namengebung für Teere und Peche befand sich in der Praxis und in wissenschaftlichen Büchern in großer Verwirrung. 1933 wurde von Mallison folgende Einteilung des Begriffs Bitumen aufgestellt, die auch heute noch in Gebrauch ist:

I. Bitumen (in der Natur vorgebildet)

A. größtenteils in CS_2 löslich und verseifbar
(Sapropelwachs, Montanwachs, fossile Harze)

B. größtenteils in CS_2 löslich, nicht verseifbar:

1. Ozokerit

2. Erdöle und Erdöldestillationsrückstände

a) flüssig

α. paraffinbasisches Erdöl

β. gemischtbasisches Erdöl

γ. asphaltbasisches Erdöl

b) halbflüssig oder fest, schmelzbar

α. paraffinische Erdölrückstände

β. paraffinisch-asphaltische Erdölrückstände

γ. asphaltische Erdölrückstände

C. größtenteils in CS_2 unlöslich, unverseifbar.

(Elaterit, Torf, Braunkohle, Ülschiefer).

II. Dem Bitumen verwandte Stoffe.

A. Teere und Peche (künstlich durch zersetzende Destillation 1) organischer Naturstoffe gewonnen.)

1. Teere

a) Holzteer

α. Absatzteer

β. Blasenteer

b) Torfteer

c) Braunkohlenteer

d) Schieferteer

e) Steinkohlenteer

1) Die Destillate heißen Teeröle, die Destillationsrückstände: Teerpeche.

- f) Öl- und Wassergasteer
- g) Fett-Teer
- h) Knochenteer.

2. Pech

- a) Destillationsrückstände aus dem Teer
- b) Carbol- und Naphtholpech
- c) Harzpech
- d) Montanwachspech.

B. Raffinationsrückstände (durch chemische Behandlung von Bitumen und Teeren und Pechen entstanden).

Säureharze.

Es sind also grundsätzlich alle natürlich vorkommenden oder aus Naturstoffen ohne Zersetzung gewonnenen KW-Gemische als Bitumen zu bezeichnen. Diese Regelung schließt sich dem in den deutschen wissenschaftlichen Werken sowie auch dem in Amerika üblichen Gebrauch weitgehend an. Die Schwierigkeit, daß man im praktischen deutschen Sprachgebrauch den Destillationsrückstand der asphaltbasischen Erdöle Bitumen nennt, wurde dadurch beseitigt, daß man diese Stoffe wie auch die in CS_2 löslichen Anteile der Naturasphalte als Bitumen im engeren Sinne bezeichnete. Das heißt Bitumen im weiteren Sinn sind die in der Tabelle aufgeführten Stoffe und Bitumen im engeren, praktischen Sinn sind die Destillationsrückstände der asphaltbasischen Erdöle.

Unter Asphalt versteht man in Deutschland ein natürlich vorkommendes oder künstlich entstandenes Gemisch von Bitumen im engeren Sinn und Mineralstoffen in wechselnden Prozentverhältnissen. Für die reinen löslichen Bitumina soll das Wort Asphalt nicht verwendet werden. Darum ist ein Wort wie Erdölaspalt zu vermeiden. In Amerika wird unser Bitumen im engeren Sinn mit Asphalt bezeichnet.

Unter Teer versteht man das flüssige bis halbflüssige Erzeugnis, das bei der thermischen Zersetzung organischer Naturstoffe wie Torf, Holz, Braun- und Steinkohle als Nebenerzeugnis anfällt. Pech ist der Destillationsrückstand der Teere.

(Gas- und Wasserfach 83 (1940) 241).

E.J. Fischer unterscheidet

I. Naturasphalte

II. Künstlich gewonnene Asphalte und Pech

- a) Erdölrückstände
- b) Teerpech (Destillationsrückstand der Teere)
- c) Immediatpech (direkter Rückstand der trockenen Destillation)

III. Chemoasphalte und -Pech (asphalt- oder pechähnliche Stoffe, die mittels Chemikalien direkt oder als Rückstand einer Destillation von Asphalten, Erdölrückständen, Teeren usw. gewonnen werden).

In diese dritte Gruppe sind auch die durch Hydrierung von Asphalten, Pechen, Teeren, Teerölen usw. erhaltenen Produkte einzureihen.
(Die natürlichen und künstlichen Asphalte und Pech, 1928).

gez. Henkels

200000181

Hochdruckversuche
Lu 558

10. 11. 1942. Hu/Pf.

Eigenschaften von Sumpfbenzinen
aus verschiedenen Rohstoffen.*J. W. W. W.*

	Kokerei- teer	Stein- kohle	Braun- kohle Mitteld.	Erdöl- krack- rück- stand	Böhlener Braun- kohlen- teer	Asphalt- basisch. Erdöl (Reit- brook)
spez. Gewicht/20°	0,801	0,790	0,780	0,764	0,750	0,738
Anilinpunkt °C	+ 6	+ 25	+ 28	+ 40	+ 44	+ 51
Phenol %	10	4	6	0	2	0
Elementaranalyse						
C %	86,3	85,8	84,5 1)	85,8	85,1	85,3
H %	11,8	12,8	13,2 1)	14,1	14,3	14,5
O %	1,6	1,0	2,0 1)	0	0,4	0
N %	0,3	0,4	0,3 1)	0,1	0,2	0,1
S %	0,04	0,05	0,05 1)	0,03	0,05	0,1
H/100 C	13,7	14,9	15,6	16,4	16,8	17,0
Zusammensetzung						
Paraffine	24	33	43	57	71	74
Naphthene	30	33	35	23	10	11
Aromaten	42	28	12	16	16	14
Unges. Kohlenwasser- stoffe	4	6	10	4	3	1
Klopfwert Res.-Meth.	83	75	69	62	51	42

1) geschätzt.

200000182

Hochdruckversuche in
Lu 558

6.11.1942. Wch. 5

Oberbach u. Pauer: "Über die Zusammensetzung von
Erdasphalten."S. 70: Elementaranalysen von Asphalt Ebano N9
und seinen Komponenten.

	Ebano N 9	Erdölanteil	Erdölharz	Asphaltherz	Hartasphalt
Kohlenstoff %	82,93	83,97	82,75	83,01	78,51
Wasserstoff %	10,38	12,00	10,07	9,29	7,36
Schwefel %	6,20	4,27	6,74	7,25	14,07

Übersichtstabelle I: Elementaranalysen u. Zerlegung (nach Pöll)
einiger Bitumina.

	Deutsches Bitumen	Galizisches Bitumen	Russisches Bitumen
Kohlenstoff %	85,87	87,13	85,68
Wasserstoff %	10,31	10,60	11,43
Schwefel %	1,13	0,71	0,51
Rest %	2,69	1,56	2,38
Erdölanteil	44,03	42,71	37,73
Ölharz	34,35	23,37	31,77
Asphaltherz	19,18	22,67	23,67
Hartasphalt	2,24	11,05	0,83

Elementaranalysen u. Zerlegung (nach Pöll)
einiger Naturbitumina.

	Gilson's USA	Trinidad	Boston
Kohlenstoff %	87,54	86,11	81,12
Wasserstoff %	10,76	10,87	9,32
Schwefel %	1,45	2,74	5,07
Rest %	0,25	0,28	4,49
Erdölanteil	0,75	20,04	22,98
Ölharz	0,67	25,22	49,96
Asphaltherz	64,79	46,44	19,82
Hartasphalt	34,39	8,93	7,24

Georen B. Simon

200000183

Chemie der Asphalte. (Literaturzusammenstellung)

Asphaltbitumina sind kolloide Systeme, in denen die Asphaltene (Hartasphalt), die Disperse und die Malthene (ölige Bestandteile) die kontinuierliche Phase bilden. Es handelt sich bei den schwerlöslichen Anteilen der Asphalte nach Nellensteyn nicht um Kohlenwasserstoffe in gegenseitiger Lösung, sondern um dispergierten Kohlenstoff in Öl. Zwischen den Ölanteilen der Asphalte und den schwerlöslichen Anteilen bis zum freien Kohlenstoff besteht ein lückenloser Übergang. Das Molekulargewicht wächst stetig an und das System geht von der ersten Lösung über die kolloidale Verteilung bis zu grobdispersen Anteilen gleichmäßig über. Die Erdölharze bilden die erste Übergangsstufe von den Erdölkohlenwasserstoffen zu den Asphalten. Sie finden sich in geringerer Menge bereits vorgebildet in den meisten Mineralschmierölen. Größere Mengen bilden sich bei der Oxydation der Öle mit Luft. Im Gegensatz zu den Schmierölen sind sie in Aceton nur wenig löslich. Durch weitere Oxydation bilden sich aus den Erdölharzen die Asphaltene, die in Benzin unlöslich sind. Aber auch unter Luftausschluß können sich bei längerem Stehen die Asphaltene bilden. Charakteristisch für die Asphaltene der Naturasphalte ist der hohe Gehalt an Schwefel.

Soweit überhaupt die Asphalte auf die chemische Zusammensetzung untersucht sind, sind es in erster Linie die natürlichen Asphalte, die Erdölrückstände und die Crackrückstände.

Je älter die Asphalte sind, um so mehr schwerlösliche Bestandteile enthalten sie. Oxydative Veränderungen führen zur Vermehrung der Hartasphalte. Das Verhalten der Erdölrückstände bei der Oxydation ist ähnlich dem bei der Destillation. Bei verschiedenen aus dem gleichen Erdöl hergestellten Bitumen sind mit steigendem Schmelzpunkt die Hartasphalte beständig und es tritt eine Anreicherung derselben auf Kosten der Weichasphalte, Harze und paraffinfreien, öligen Anteile ein. Im Gegensatz zum Destillationsprozeß nehmen bei der Oxydation mit steigendem Schmelzpunkt der Asphalte die Weichasphalte ab, während die Harze bis zu einem gewissen Schmelzpunkt ansteigen und dann wieder abnehmen. Bei der Oxydation werden demnach die Weichasphalte in Hartasphalte, die paraffinfreien öligen Anteile in Harze und diese wieder in Hartasphalte übergeführt.

Das Paraffin, das sich in einem Bitumen bei der Destillation oder Oxydation befindet, greift nicht in den Prozeß ein, sondern bleibt in kolloidaler Lösung im Bitumen.

200000184

Veränderungen in den Gruppen der Hart- und Weichasphalte des Ebano-Bitumens (Mexiko)
 durch Destillation und Oxydation

	Destillation						Oxydation			
	Schmelzpunkt Krämer-Sarnow m. 1°C Aufstieg						Schmelzpunkt Krämer-Sarnow m. 1°C Aufstieg			
	27°	35°	45°	53°	60°	70°	75°	85°	115°	100°
Asphalte:										
Hart-	16,8	17,6	18,35	19,3	19,9	33,7	38	46	36,8	
Weich-	20,8	24,2	28,95	31,2	33,6	7,7	7,5	7,0	16,7	
Harze	22,4	20,75	18,1	18,0	17,8	27,6	25,7	22,3	18,5	
Paraffinfreie ölige Anteile	39,2	36,7	33,0	29,87	27,8	30,2	27,9	23,8	27,14	
Paraffin	1,06	1,11	1,17	1,22	1,26	-	-	-	-	
Änderungen bei den Asphalten:										
Hart-	-	+0,8	+1,55	+2,5	+3,1	+13,2	+16,9	+29,2	+20,0	
Weich-	-	+2,4	+8,15	+10,4	+12,8	-13,1	-13,1	-13,2	-13,2	
Änderungen bei den:										
Harzen	-	-1,65	-4,3	-4,4	-4,6	+5,2	+3,3	-0,1	-3,9	
paraffinfreien öligen Anteilen	-	-2,5	-6,2	-9,3	-11,4	-7,1	+9,0	-15,4	-12,1	

(Manheimer, Petroleum 28 (1932) Nr. 16)

Über den chemischen Aufbau und über die Beziehungen zwischen chemischer Konstitution und physikalischen Eigenschaften der Naturasphalte und der bei der Destillation von Erdöl bleibenden Rückstände ist fast nichts bekannt. Der Grund dafür ist darin zu suchen, daß es sich bei den Erdölrückständen um die chemisch am schwersten zugänglichen Erdölbestandteile handelt, die sich mit den üblichen chemischen Methoden kaum trennen und analysieren lassen. Bei den Kohlenwasserstoffen, um die es sich bei den Asphalten und Erdölrückständen in erster Linie handelt, nimmt der Unterschied im Siedepunkt mit steigendem Molekulargewicht immer mehr ab, die Zahl der Isomeren wächst dagegen außerordentlich stark. Auch die Neigung zu Polymerisationen und Kondensationen nimmt mit wachsender Kohlenstoffzahl zu. Die chemische Reaktionsfähigkeit der einzelnen Kohlenwasserstoffarten ist nicht sehr verschieden voneinander. Das Kohlenstoff-Wasserstoff-Verhältnis ergibt bei der Gesamtanalyse kaum einen nennenswerten Unterschied. Andererseits hat die Bestimmung einzelner Elemente zu gewissen Ergebnissen geführt; so sind die Erdölasphalte um so ähnlicher den Naturasphalten, je mehr Schwefel sie enthalten. Aber auch dabei gibt es Ausnahmen.

Wendet ^{man} sich dagegen physikalischen Untersuchungsmethoden zu, so findet man hauptsächlich auf bestimmte Gebrauchszwecke ausgerichtete Verfahren (Erweichungspunkt, Tropfpunkt, Eindringungstiefe u.a. = Viskositätskennpunkte).

Als dritter Weg zur Erlangung von Kenntnissen über den inneren Aufbau der Asphalte kommt die kolloidchemische Betrachtungsweise. Danach ergibt sich, besonders auf den Arbeiten von Wellensteyn fußend, daß die Bitumina kolloidale Systeme sind, deren disperse Phase aus Kohlenstoff- oder hochmolekularen Kohlenwasserstoffkernen besteht, die an der Oberfläche niedermolekulare Kohlenwasserstoffe absorbiert haben. Diese disperse Phase ist in einem öligen Medium als Dispersionsmittel verteilt. Der Härtegrad hängt von dem Gehalt an Kernen bzw. öligen Anteilen ab und das rheologische Verhalten ist durch die Haftfestigkeit der einzelnen Bestandteile untereinander bedingt. Mit Hilfe von Fällungsmitteln oder durch chromatographische Trennung lassen sich die Bitumina in einzelne Stoffgruppen zerlegen, unter denen die Hartasphalte oder Asphaltene und die Harze und öligen Anteile oder Malthene die wichtigsten sind. Aus den Mengen der erhaltenen Gruppen kann man zu Schlüssen über den kolloidchemischen Aufbau des untersuchten Bitumens kommen. Durch Vergleich kann man auch Rückschlüsse auf andere Eigenschaften ziehen.

Die Naturasphalte haben eine ganz andere Zusammensetzung als die Erdölasphalte. Letztere haben einen viel höheren Gehalt an Hartasphalt und enthalten wenig Weichasphalt und besonders wenig Harze. Mit steigendem Erweichungspunkt nehmen bei den Erdölasphalten die Hartasphalte und die Weichasphalte zu und nur der Ölgehalt wird entsprechend geringer. Daß mit fallendem Hartasphaltgehalt nicht der Gehalt an Ölen entsprechend zunimmt, sondern manchmal sogar noch niedriger wird, während Weichasphalt und Harze zunehmen,

ist verständlich, denn sonst müßte bei geringeren Werten für den Hartasphaltgehalt der Härtegrad automatisch zurückgehen. Es scheint weniger auf den Gehalt an einzelnen Anteilen, als auf das Verhältnis der Gruppenbestandteile zueinander anzukommen.

Die Gruppeneinteilung mit Hilfe verschiedener Methoden erzielt auch verschiedene Werte.

Die Zerlegung der Asphalte in diese Gruppenbestandteile sagt nichts über die chemische Konstitution aus. Die Identifizierung und Reindarstellung von Kohlenwasserstoffen aus dem Erdöl ist bisher nur aus niedrigsiedenden Fraktionen desselben gelungen. Bei den höher siedenden nehmen die Schwierigkeiten mit steigendem Molekulargewicht zu. Man ist darum dazu übergegangen, sich mit der Bestimmung charakteristischer Stoffklassen wie Aromaten, Naphthene, Paraffine, Olefine zu begnügen. Methoden, die hierfür in Frage kommen, sind die Watermansche Ringanalyse und einige neue in der Entwicklung begriffene physikalisch-chemische Verfahren, wie Ultraviolettabsorption und Ramanspektrum.

Der Ringanalyse kann selbstverständlich nicht der gesamte Erdölrückstand zugänglich gemacht werden, sondern nur der Ölanteil. Die Zusammensetzung der übrigen Komponenten muß der des Ölanteils auf Grund der organischen Verbundenheit der einzelnen Komponenten und der Entstehung mindestens im Prinzip ähnlich sein. Außerdem ist die Erdölkomponente zahlenmäßig die größte.

Die Naturasphalte enthalten wenig Paraffine und entsprechend viel aromatische Ringe, so daß sowohl der Gehalt an Aromaten als auch der an Naphthenkohlenwasserstoffen die bei Erdölrückständen festgestellten Zahlen weit übertrifft.

Die asphaltbasierten Erdölrückstände nähern sich in ihrer Konstitution noch den Naturasphalten, so daß die Behauptung, je asphaltreicher die Rohöl, aus denen der Rückstand erhalten wurde, desto ähnlicher dem Naturasphalt, zahlenmäßig belegt ist. Je paraffinreicher das Rohöl ist, desto verschiedener ist der Aufbau des Rückstands von den Naturasphalten.

Die Erdöl-asphalte zeigen verschiedene Zusammensetzung je nachdem, ob sie asphaltbasierte Bitumina oder paraffinbasierte Bitumina sind. Erstere enthalten 40 - 50 % Gesamtringe und 50 - 60 % Paraffine und letztere 30 % Ringkohlenwasserstoffe und 70 % Paraffine. Dazwischen lassen sich die gemischtbasierten Bitumina einschalten mit 30 - 35 % Ringen und 65 - 70 % Paraffinen.

Zwischen der chemischen Konstitution und den physikalischen Eigenschaften lassen sich Beziehungen nachweisen. Die große Klebkraft der asphaltbasierten Bitumen ist eine Folge des hohen Gehalts an ringförmigen Verbindungen.

Das spezifische Gewicht der Erdölrückstände ist im allgemeinen um so höher, je asphaltbasischer das Rohöl war, aus dem er gewonnen wurde. Klarer wird das Bild jedoch, wenn man nur die spezifischen Gewichte der öligen Anteile betrachtet und eine Ordnung der spezifischen Refraktion ergibt eine Reihenfolge, die mit den Werten der Ringanalyse übereinstimmt.

20000187

	Chromatographische Trennung				Ringanalyse							Herkunft
	Öle %	Erdölharze %	Weich-asph. %	Hart-asphalt %	D20	²⁰ D	AP	Aromaten %	Naphthene %	Paraffine %	H/C-Verhältnis	
Naturasphalte:												
Selenizza	21,6	9,5	22,8	46,1	0,9755	1,5385	62,2	27,7	39,5	32,8	1,580	
Trinidad	20,9	10,7	19,1	49,3	0,9650	1,5307	64,4	23,9	43,0	33,1	1,593	Trin.
Derna	44,8	9,2	18,1	27,9	0,9400	1,5161	88,5	6,1	44,8	49,1	1,695	Ung.
Erdölasphalte:												
M 200	40,0	16,0	31,6	12,4	0,9421	1,5220	35,0	18,6	29,3	52,1	1,689	mex.asph. aus.
K 65	-	-	-	-	0,9377	1,5190	98,3	15,4	27,2	57,4	1,711	kalif.
K 150	36,9	17,8	34,2	11,1	0,9363	1,5182	95,0	13,7	28,8	57,5	1,712	"
V 65	43,8	18,2	27,3	10,7	0,9337	1,5170	106,1	14,2	25,8	60,0	1,703	Venezuela
V 200	47,8	17,4	25,4	9,4	0,9342	1,5168	101,7	10,9	28,9	50,2	1,700	
D I 200	40,7	20,6	31,5	7,2	0,9374	1,5200	102,1	15,4	24,4	60,2	1,738	deutsch
D II 150	34,9	22,2	37,0	5,9	-	-	-	10,5	25,7	63,8	1,720	"
D IV 200	39,1	21,9	31,8	7,2	-	-	-	4,7	22,7	72,6		"
D III 50	41,9	18,4	32,5	7,2	-	-	-	5,5	21,6	72,0	1,800	"
G 50	39,5	20,5	34,6	5,4	0,9200	1,5129	121,3	6,4	17,6	76,0	1,150	östgal.

Die Tabelle gibt die Untersuchung einiger natürlicher und Erdölasphalte. Sie ist nach wachsendem Paraffingehalt geordnet. (Grader, Öl und Kohle 38 (1942) 867).

Nach Abraham (Asphalte und verwandte Stoffe, 1929) haben die Hartasphalte (Asphaltene) polycyklischen Charakter von weitgehend naphthenischer Struktur.

Mack (Kolloidchemie der Asphalte, Colloid Symposium Monograph 10, 53 (1932)) spricht von polycyklischen Verbindungen, die Sauerstoff und Schwefel in Brücken oder Heterocyklen enthalten. Sazhanov und Tilichejew (Die Chemie und Technologie des Krackens, 1932) meinen, daß in den Asphaltene Naphthenderivate und andere kondensierte aromatische Ringsysteme vorliegen müssen. Nach ihrer Ansicht bilden sich beim Kracken der Asphaltene immer höher kondensierte Ringsysteme.

Hillman und Barnett führen dagegen an, daß die hochkondensierten aromatischen Kohlenwasserstoffe nicht in den Lösungsmitteln löslich sind, in denen sich die Asphaltene lösen. Sie schließen daraus, daß sowohl Destillationsasphalte wie auch die aus Spalt- rückständen nicht so hochkondensierte Ringsysteme enthalten, obgleich der Gehalt an aromatischen Verbindungen größer ist. Beim Kracken zerfallen die kondensierten Systeme in einfachere, was sich in solchen rheologischen Eigenschaften des gekrackten Materials bemerkbar macht, die nur auf ein höher disperiertes lyophiles Kolloid zurückzuführen sind.

Die Asphaltene lassen sich nicht ohne weiteres sulfurieren, denn diese sind durch adsorbiertes Öl geschützt. Erst nach Extraktion können die gereinigten Asphaltene sulfuriert und in wasserlösliche Produkte übergeführt werden.

Gekrackte Malthene können auch sulfuriert werden, nicht aber die ungekrackten. Das heißt, daß die ungekrackten Malthene ganze Paraffinmoleküle und auch Paraffinketten als Seitenketten von Aromaten und Naphthenen enthalten, die gekrackten Malthene aber keine freien Paraffinmoleküle mehr haben.

Alle Bestandteile des gekrackten Rückstands (außer Carbenen und Carboiden) sind chemisch eng miteinander verwandt und sind aus einfacheren Bausteinen aufgebaut.

Eine Theorie der Struktur dieser Bitumenbausteine muß das in Betracht ziehen, was über die nächsten Verwandten, d.h. über das schwerste Schmieröl, bekannt ist. Das Bureau of Standards hat festgestellt, daß die schweren Schmieröle hauptsächlich Naphthene und Aromaten enthalten mit einem Ring oder mehreren kondensierten Ringen mit oder ohne paraffinische Seitenketten.

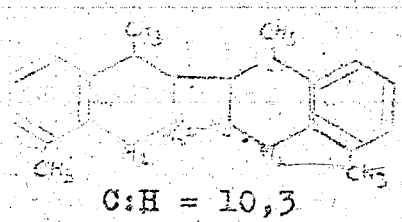
Es wird allgemein angenommen, daß die am wenigsten lösliche gekrackte Fraktion keine langen Seitenketten enthält. Das C:H-Verhältnis ist bei diesen Fraktionen nicht hoch genug, daß so hochkondensierte Ringsysteme angenommen werden können, wie sie dem Molekulargewicht entsprechen würden. Es müssen daher Einheiten von relativ kleinen Ringsystemen angenommen werden, die aneinandergekettet sind. Das geht aus dem Molekulargewicht und dem C:H-Verhältnis hervor:

	Molekulargewicht	C:H
Decacyclen	450	24,0
Spaltasphalt	700-800	13,5
Destillationsasphalt	2400	11,1

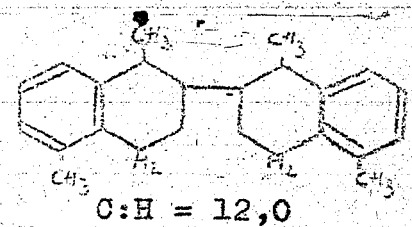
Aus der Ähnlichkeit der Bromide und Sulfonate der verschiedenen Fraktionen läßt sich schließen, daß die Bausteine, die die größeren Moleküle bilden, auf wenige ähnliche Typen begrenzt sind.

Der Vorgang, der sich beim milden Kracken abspielt, ist ein Zerbrechen der ausgedehnteren Strukturen in kleinere Bruchstücke. Außerdem werden die Seitenketten abgespalten (CH_4 -Bildung) und eine leichte innere Dehydrierung tritt ein, wobei in geringen Mengen H_2 frei wird. Manche Krackprodukte sind nicht nur weniger aliphatisch im Charakter, sondern auch höher kondensiert, so daß die Schwerlöslichkeit mancher Fraktionen damit erklärt ist. Es ist nicht ausgeschlossen, daß eine Depolymerisierung der erste Schritt beim Kracken ist. Dann tritt Abspaltung der Seitenketten ein. Es folgt daraus, daß sich Destillations- und Krackasphalt nur in Molekulargewicht, Dichte und Länge der Seitenketten unterscheiden. Die geringere Löslichkeit des Krackasphalts gegenüber dem Destillationsasphalt kann sich auch auf den geringeren Gehalt an Paraffinen und paraffinischen Seitenketten zurückführen lassen. Die kleinen Mengen schwererer Fraktionen (Carbene und Carboide) werden den oben beschriebenen Kondensationsreaktionen zugeschrieben.

Demnach kann man sich die Struktur der Asphaltene folgendermaßen vorstellen:



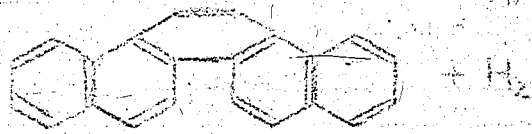
oder



Es werden in den Destillations-Asphalten längere Seitenketten vorliegen. Beim Kracken werden die Seitenketten abgespalten, außerdem kann eine Kondensation eintreten.



Gleichzeitig wird der Naphthenring dehydriert.



Dieses Beispiel zeigt ein verhältnismäßig langes Molekül; es ist anzunehmen, daß im Asphalt gebalttere Verbindungen vorliegen, wofür auch die rheologischen Eigenschaften sprechen. (Refiner 16 (1937) 362).

gez. Henkels

Hochdruckversuche
La 558

200000190
9.11.1942 Rk/Et

Beitrag zur Sumpfphaseveröffentlichung in Öl und Kohle.

Eigenschaften von Hydrierprodukten aus verschiedenen Rohstoffen.

Alte Steinkohle (Ruhr)

	g Asche/100 G	g H/100 G	g O+N+S/100 G
Kohle	0	6,0	9,0
Extrakt	0,06	6,3	6,9
Schwerstöl	-	7,9	4,3
Sumpfphasedestillatschweröl	-	8,9	1,7
Sumpfphase-Mittelöl	-	11,0	2,4
Gasphase-Mittelöl	-	15,0	-
Benzin	-	16,9	-

Junge Steinkohle (Ruhr)

	g Asche/100 G	g H/100 G	g O+N+S/100 G
Kohle	5,0	6,4	14,2
Extrakt	0,1	7,0	9,5
Schwerstöl	-	8,4	4,4
Sumpfphasedestillatschweröl	-	9,3	2,8
Sumpfphase-Mittelöl	-	10,9	4,8
Gasphase-Mittelöl	-	15,0	0
Benzin	-	17,0	0

Braunkohle bitumenarm

	g Asche/100 G	g H/100 G	g O+N+S/100 G
Kohle	9,6	7,1	38,4
Extrakt	-	7,8-8,1	6,4-7,3
Schwerstöl	-	8,9	3,4
Sumpfphasedestillatschweröl	-	9,5	3,4
Sumpfphase-Mittelöl	-	11,4	5,4
Gasphase-Mittelöl	-	15,2	0
Benzin	-	17,3	0

200000191

Braunkohle bitumenreich

	g Asche/100 G	g H/100 G	g O+N+S/100 G
Kohle	18,0	8,5	33,5
Extrakt	0,7	8,7	13,2
Schwerstöl	-	9,0	4,5
Sumpfphasedestillatschweröl	-	10,2	1,6
Sumpfphase-Mittelöl	-	12,0	4,5
Gasphase-Mittelöl	-	15,5	0
Benzin	-	17,6	0

Erdöl asphaltbasisch

	g Asche/100 G	g H/100 G	g O+N+S/100 G
Erdöl-Rückstand	-	12,2	7,2
Schwerstöl	-	10,3	2,8
Sumpfphasedestillat-Schweröl	-	11,3	2,7
Sumpfphase-Mittelöl	-	13,7	1,7
Gasphase-Mittelöl	-	16,0	0
Benzin	-	17,7	0

200000192

9. November 1942 Rk/Fu

Material zur Sumpffase-Veröffentlichung

Eigenschaften von Hydrirprodukten aus verschiedenen Rohstoffen

	Alte Steinkohle (Ruhr)	Junge Steinkohle (Ruhr)	bitumenarme Braunkohle	bitumenreiche Braunkohle	Erdölrückstand asphaltbasisch
<u>Rohstoff:</u>					
g Asche/100 C	5,0	5,0	9,6	18,0	-
g H/100 C	5,0	6,4	7,1	8,5	12,2
g O+N+S/100 C	9,0	14,2	38,4	33,5	7,2
<u>Extrakt:</u>					
g Asche/100 C	0,06	0,1		0,7	
g H/100 C	6,3	7,0	7,8-8,1	8,7	
g O+N+S/100 C	6,9	9,5	15,4-17,3	13,2	
<u>Schweröl:</u>					
g R/100 C	7,9	8,4	8,9	9,0	10,3
g O+N+S/100 C	4,3	4,4 ?	3,4 ?	4,5	2,8
<u>Sumpffase-Destillat-Schweröl:</u>					
g H/100 C	8,9	9,3	9,5	10,2	11,3
g O+N+S/100 C	1,7	2,8	3,4	1,6	2,7
<u>Sumpffase-Mittelöl:</u>					
g H/100 C	11,0	10,9	11,4	12,0	13,7
g O+N+S/100 C	2,4	4,8	5,4	4,5	1,1
<u>Gasphase-Mittelöl:</u>					
g H/100 C	15,0	15,0	15,2	15,5	16,0
g O+N+S/100 C	-	-	-	-	-
<u>Benzin:</u>					
g H/100 C	16,9	17,0	17,3	17,6	17,7
g O+N+S/100 C	-	-	-	-	-

Einfluss des Druckes auf die Hydrierung von Steinkohle.

Die nachstehende kleine Tabelle enthält eine Gegenüberstellung der Bedingungen und Ergebnisse der Hydrierung von Scholvenener Kohle bei 300 und 700 atm. Der Übergang zu dem höheren Druck bringt folgende Vorteile mit sich:

Es können Kontakte verwendet werden, die keine Sparmetalle enthalten, den Ofen nicht durch Korrosion angreifen und überdies billiger sind.

Es kann eine höhere Reaktionstemperatur eingestellt werden; hierdurch wird eine bessere Leistung, ein etwas höherer Abbau und vor allem eine Senkung des Asphaltanfalls erzielt, die einen störungsfreien Betrieb der Rückstandsaufarbeitung sichert.

Trotz der höheren Temperatur wird eine niedrigere Vergasung erhalten.

gez. Hupfer

gez. v. Hartmann

200000194

Niedrig- und Hochdruck

Druck atm		300	700
Kohle		Hydrierkohle Schölvon	
	C %		82,7
	O %		10,4
	S ges. %		2,3
	disp. H		4,8
	Alkalität		10-11
Kontakt		0,06% Zinnwolfat 1,16% NH ₄ Cl	1,8% Fe SO ₄ · 7 H ₂ O 1,5% Bayermasse 0,3% Na ₂ S
Ofentemperatur	°C	462	480
<u>Ergebnisse Abbau</u>	%	93	93
Leistung		0,19	0,27
Vergasung	%	25	21
Asphalt a.R.K.	%	16	11

Hochdruckversuche
Lu 558

200000195

TEA

16. Oktober 1942 Gr./Ey.

H. Simon

Entwicklung der Sumpfphasekatalysatoren.

Gleichzeitig mit den systematischen Kontaktversuchen zur Verarbeitung von Teeren und Ölen über festangeordneten Kontakt wurden schon 1925 Kontaktversuche im Kippofen zur Verarbeitung von Kohlen durchgeführt. Dabei wurden die bei festangeordneten Kontakten erhaltenen Ergebnisse sinngemäss übertragen. Als erste Betriebskontakte wurden Ammonmolybdat, das auf die Braunkohle aufgetränkt wurde, und später besonders für angepasste Kohle K 2500 (W. Mg) und 3510 verwendet, die in feiner Verteilung der Kohlepartikel bzw. dem schweren Öl und Teer zugemischt wurden.

Dabei wurden zunächst entsprechend der Gasphase der Kontakt in der Form von in hoher Konzentration angewendet, dass der flüssige Ofeninhalt (Sumpf) umgepumpt und soviel Frischprodukt neu zugeführt wurde, wie an Reaktionsprodukten gebildet worden war. Da nun die Wiedergewinnung der kostspieligen Me- und W-Kontakte aus den Hydrierückständen noch nicht gelöst war, musste für den Grossbetrieb zunächst eine Verwendung von Kontakten ausgeschieden. Die damaligen Versuchsbedingungen waren vornehmlich gekennzeichnet durch hohe Durchsätze an Kohlebrei. Ende 1929 zeigten Versuche mit deutschen Steinkohlen ebenso wie die später mit der I.C.I. zusammen durchgeführten Versuche, dass durch Erniedrigung des Breidurchsatzes neben einer Verbesserung des Abbaus und der Produktqualität (vor allem eine Erniedrigung des Asphaltgehaltes der Produkte) erzielt wurde. Bei Anwendung der niedrigen Durchsätze bei Braunkohle zeigte sich, dass auch mit wirtschaftlich tragbaren Kontaktmengen, beispielsweise mit 0,02% MoO_3 auf Kohle, bei denen eine Rückgewinnung des Kontaktes nicht mehr notwendig ist, sehr gute Effekte erzielt wurden. Bei Braunkohle wurden damit Abbausahlen von 95 % erreicht. Der ungünstige Einfluss der alkalischen Bestandteile der Braunkohlenasche auf die MoO_3 -Kontakte konnte durch Zugabe von H_2SO_4 zur Kohle beseitigt werden. Dadurch wurden noch weitere Verbesserungen in Abbau und Asphaltgehalt, in Phenolgehalt und Spaltung sowie in Erniedrigung der Vergasung erreicht. Das Bestreben, die teure MoO_3 durch billigere einheimische Kontakte zu ersetzen, führte zur Anwendung von billigen eisenhaltigen Massen, wie Raseneisenerz und Bauxitrückständen (Bayermasse und Luxmassen), die zudem den Vorteil haben, dass die Neutralisation der alkalischen Aschebestandteile nicht mehr notwendig ist. Diese Kontakte werden heute noch in Launa und Rheinbraun angewandt.

Bei Kleinversuchen mit neutralisierter Braunkohle brachte Neutralisation mit Salzsäure einen zusätzlichen Effekt.

Diese Erkenntnis führte zur Zugabe von Chlor bei der Steinkohlehydrierung, wo anstelle von Ammonmolybdat inzwischen Zinnchlorid zugegeben worden war. Im Grossen wurde diese Kontaktkombination erstmalig mit englischer Kohle im Jahre 1931 durchgeführt und noch heute bei der 300 atm Hydrierung in Scholven technisch verwendet.

Die Weiterentwicklung der Steinkohlehydrierung führte zur Anwendung höherer Drücke (700 atm), insbesondere bei der Verarbei-

tung älterer Kohlen. Die bedeutend verbesserte Hydrierwirkung
in diesen hohen Drucken führte zur Anwendung ähnlicher Kontakte
wie bei Braunkohle, insbesondere konnte auch die Zugabe von Chlor
unterbleiben, was besonders im Hinblick auf den vermehrte
Korrosion bei 700 atm von Bedeutung war.

Bei der Verarbeitung von Teeren und Ölen führten die
Erfahrungen der Kohlehydrierung über die Anwendung von neutrali-
sierter Grube + MoO_3 zu Grubeisenkontakten.

gez. Simon
v. Fünfer
Grassl
v. Hartmann

Abschlamm-Aufbereitung durch Filtration.

Die vollkommene Abtrennung der für den weiteren Hydrierverlauf nutzlosen festen Ballaststoffe von den wertvollen Hydrierprodukten und deren bestmögliche Gewinnung ist nur durch Filtration möglich.

Leider lassen sich nur Abschlämme einer bestimmten Fahrweise durch Filtration aufarbeiten. Die Bedingungen, die zu einem filtrierbaren Schlamm führen, sind zusammengefaßt folgende:

Anreibung mit einem möglichst aromatenreinen Mittelöl, Beschränkung des Wasserstoffverbrauches und damit der Aufhydrierung, sodaß in der Hauptsache ein bituminöses Hydrierprodukt entsteht und bei tieferen und mittleren Drucken geringe Durchsätze unter 0,4 und möglichst wenig Schwerölrückführung. Dies gilt bis zu Drucken von etwa 450 atm. Bei Erhöhung der Drucke auf 700 atm können die Fahrbedingungen erweitert werden; die Mittelölanreicherung bleibt; die Hydriertemperatur kann aber auf 470 - 480°, der Durchsatz deshalb bis auf rund 1,0 gesteigert werden; auch das Wasserstoffangebot kann in weiteren Grenzen vereint werden, sodaß ein größerer Anteil flüssiger Produkte, B₂ + M₁, neben dem bituminösen Hydrierprodukt erzeugt wird. Die Fahrweise bei 700 atm stellt also eine Zwischenstufe zwischen der hydrierenden Extraktion und der normalen Hydrierung dar, deren Schlamm noch praktisch unfiltrierbar ist.

Die Filtration selbst ist der Eigenart des Filtergutes angepaßt. Da die Festbestandteile durch den Hydrierprozeß einer sehr starken Verfeinerung unterliegen, darf die Filtration nicht durch einen dicken Kuchen von Festteilchen hindurch erfolgen, sondern der Kuchen muß stetig erneuert werden; die Filterunterlagen sind leicht auswechselbar zu gestalten, da Teile des Hydrierbitumens bei der nötigen hohen Filtrier-Temperatur von 150-200° durch Weiterpolymerisieren unlöslich werden und die Unterlagen „verlacken“.

Als bester Filtertyp hat sich das „Dünnschichtfilter“ nach Dorr erwiesen mit einer automatisch mit dem Filterrückstand entfernbaren Hilfsschicht aus Kieselgur oder anderen porösen Materialien. Das bei den hohen Temperaturen noch brauchbare Druckkerzenfilter, System Jung, benötigt mehr Zeit für die Hilfsoperationen, ist komplizierter und teurer; vor allem werden die Steine durch den Vorgang der Lackbildung bei Hydrierbitumen schneller unbrauchbar; die Anwendung der Kerzenfilter würde dann in Frage kommen, wenn die Steine in einfacher Weise wieder regeneriert werden könnten.

Die mit einem Dünnschichtfilter erreichbaren Durchsätze betragen bei 300 atm etwa 240 - 280 kg/qm/St., bei 700 atm 150 - 180 kg, unter besonderen Bedingungen auch 200 - 250 kg. Die Aschengehalte im Filtrat liegen bei nur 0,005 % - 0,04 %, sodaß im Lösungsmittelfreien Bitumen etwa 0,1 % Asche und weniger enthalten ist. Der Filtrierrückstand enthält 35 - 40 % Öl, in der Hauptsache leicht destillierbares Mittelöl; er ist daher in normalen Kammeröfen schnell und mit geringen Verlusten abschwelbar.

Die Vorteile der Abschlammaufbereitung durch Filtration gegenüber der seither geübten Methode durch Schleudern und Schwelen liegen auf der Hand; die Schwelerei wird entlastet, da nur das wirkliche Feste durchgesetzt werden muß und nicht die große Menge im Schleuderrückstand enthaltene Schweröl; daher sind die Schwelverluste geringer, der Schwelvorgang selbst einfacher, sodaß er in technisch und betrieblich billigen gemauerten Ofenkammern vorgenommen werden kann; die Hydrierung erhält festes Rückführöl, das man seiner Eigenart entsprechend auch unter optimalen Bedingungen für sich aufhydrieren kann, sodaß die Vergasung weitergedrückt werden könnte.

Die besondere zu filtrierbaren Produkten führende Fahrweise bei 700 atm ergibt, wenn aus dem Hydrierbitumen Elektrodenkoks hergestellt werden soll, etwa ebensoviel Elektrodenkoks (32 %) wie Öl (34 %). Es ist zu erwarten, daß bei weiterer Ausgestaltung dieser Fahrweise der Ölanteil erheblich gesteigert werden kann, sodaß die Filtration auch bei einer modifizierten Fahrweise auf Heizöl bzw. Bi + Mi anwendbar wird. Dann ist jenes Ziel der restlosen Kohleauswertung gelungen, indem die heute noch beim Verschwelen als wertlose Rückstände mit der Asche anfallenden C-Bestandteile in Form von wertvollem Elektrodenkoks nutzbar gemacht werden.

gez. Pfirrmann

H. Linn

200000199

TEA

Einfluß der Fahrweise.
=====

In der anliegenden Tabelle sind die Verarbeitungsbedingungen und die wichtigsten Ergebnisse der Verflüssigung von schlesischer Steinkohle bei verschiedenen Fahrweisen wiedergegeben.

Die Bedingungen ändern sich von der Benzin- + Mittelölfahrweise bis zur extrahierenden Hydrierung bei annähernd gleichbleibender Reaktionstemperatur schrittweise bezüglich

Zunahme des Kohledurchsatzes.

Abnahme des Schwerölgehaltes der Anreicherung, die durch Erhöhung der Abschlammrückführung teilweise kompensiert werden mag.

Abnahme des Wasserstoffangebotes.

Bei der extrahierenden Hydrierung wird außerdem die Zugabe von Bayermasse und Sulfitgran eingespart und dadurch ein besser filtrierbarer Schlamm erhalten.

Diese Änderungen der Bedingungen wirken sich auf die Ergebnisse wie folgt aus:

Die Leistung, die Clausbeute bezogen auf eingesetzte Kohle und die schweren Anteile des Ölgewinns, u.a. der Asphaltanfall, nehmen zu. Aber auch siegleiche Fraktionen werden schwerer und wasserstoffärmer. Während z.B. das S-Benzin aus der Bi- + Mi- und aus der S-Öl-Fahrweise einen Klopffwert von <70 Res. aufweist, hat das Benzin aus der extrahierenden Hydrierung einen Klopffwert von 78,5 Res.

Die Vergasung und bis zu einem gewissen Grad auch der Absau nehmen ab.

gez. Hupfer
" v. Hartmann

1 Tabelle.

200000200

Einfluß verschiedener Fahrweise

Verarbeitung schlesischer Steinkohle bei 700 atm.

Fahrweise	Bi + Mi	30% S'Öl	50% S'Öl	Extrahier- rende Hydrierung
Temperatur °C	475	478	480	476
Reinkohledurchsatz	0,43	0,62	0,63	0,85
Kontakte FeSO ₄ - 7 H ₂ O %	1,2	1,2	1,2	1,2
Bayernmasse %	1,5	1,5	1,5	—
Sulfigran %	0,3	0,3	0,3	—
Anreibung Schweröl : Mittelöl 81	100 : 0	85 : 15	75 : 27	0 : 100
Gasmenge cbm/kg RK.	5,1	3,7	3,6	1,5
Aufarbeitung	Schleudern mit Schweröl 81 Schwelen des Schl.- rückstan- des 1 : 0	Schleudern mit Mi+S'Öl 1 : 1 Schwelen des Schl.- Rückstandes 1 : 0,20	Schleudern mit Mi+S'Öl 85 : 15 Schwelen des Schl.- Rückstandes 1 : 0,32	Filtrieren Schwelen des Filter- rückstandes Toppen des Filtrates 1 : 0,50
Kohle : Abschlamrück- führung	1 : 0	1 : 0,20	1 : 0,32	1 : 0,50
Abbau %	96	95,5	96	92,8
Gesamtleistung	0,26	0,40	0,41	0,67
Ausbeute an Ölen kg/t RK	600	670	670	798
davon Benzin -200° %	23	20	21	7
Mittelöl -325° %	77	45	32	14
Schweröl > 325° %	—	35	47	—
Bitumen %	—	—	—	79
Vergasung %	23	20	18,5	7,5
Asphalt in Abschlam- schweröl %	14,7	13,0	19,3	29,0 1)

1) Da der Topprückstand noch wechselnde Mengen Mittelöl enthält, ist der Asphaltgehalt des Schweröls eher noch etwas höher.

300000201

Bag 1928

30/4.03

III Vapour Phase
Hydrogenation

300000202

Versuche zum Einspruch gegen die Anmeldung D 76 866 IVa/12 c, Degussa.

Nach der Anmeldung sollen besonders günstige Hydrierungsergebnisse erzielt werden, wenn man in Gegenwart von 1 bis 12 % Schwefelwasserstoff arbeitet und als Katalysatoren natürlich vorkommende, insbesondere eisenreiche Stoffe, wie Bauxit u. dgl. verwendet, die im wesentlichen aus hydratisierten Aluminiumverbindungen bestehen. Im Zusammenhang mit dem Einspruch gegen diese Anmeldung wurden Versuche in Anlehnung an Beispiel 1 der Anmeldung ausgeführt. Als Ausgangsstoff diente ein Braunkohlenschwefeltemittelöl aus der Erbaganlage Magdeburg (P 1350) mit folgenden Eigenschaften:

Siedebeginn	152°
% bis 180°	6
Siedeende	320°
Phenolgehalt	12,2 %
Anilinpunkt	24°

Als Versuchsbedingungen wurden gewählt:

Ofentyp	:	100 ccm mit Aufwärtsströmung
Druck	:	250 at
Temperatur	:	500°C = 26,5 HV
Durchsatz (kg/l/h)	:	1,0 = 100 g/a
Gas : Öl (obm/kg)	:	2,0 = 200 l/h

Schwefelsusatz	:	0 bzw. 10 % CS ₂ zum Öl entspr. etwa 0 bzw. 3% H ₂ S im Gas.
----------------	---	---

Die Versuchsergebnisse sind in der beiliegenden Tabelle niedergelegt. Spalte 2 enthält die Ergebnisse mit einem Katalysator der nach Anmeldung zu verwendenden Art. Mit 10 % Schwefelkohlenstoffzusatz zum Öl wurden gegenüber dem Arbeiten ohne Schwefelkohlenstoffzusatz nur unwesentlich bessere Ergebnisse erzielt. Mit einer teilweisen Enteisung des Katalysators (vgl. Spalte 3) ist eine Verminderung der Spaltleistung verbunden. Bei Wiederbeladung mit Eisen auf den ursprünglichen Gehalt wird beim Arbeiten unter Zusatz von CS₂ die ursprüngliche Spaltwirkung wieder erreicht und eine wesentliche Verbesserung der Phenolreduktion auch gegenüber dem ursprünglichen Katalysator erzielt (s. Spalte 4). Die in den Spalten 5 und 6 mitgeteilten Ergebnisse mit Katalysatoren auf Basis gefällter aktiver Tonerde (die als nicht natürlich vorkommend nicht unter die Anmeldung fallen) bestätigen die Ergebnisse der Spalten 2, 3 und 4 besonders hinsichtlich der Wirkung von zugesetztem Eisen (vgl. % bis 180° im Anfall und Phenolgehalt).

Versuche gemeinsam mit:
Dr. Peters, Grassel, Trofimow.
Kontaktherstellung:
Dr. v. Fünar.
Untersuchungen:
Dr. Furst, Dr. Dahn, Dr. Meier.

gez. Engel
" Günther

Reaktion using $W S_2$

17. Mai 1943 Do/Py.

Die beschriebenen Reaktionen in der Adsorptionsschicht verlaufen bei Zimmertemperatur sehr langsam. Bemerkenswert ist es, dass Wolframsulfid eine andere Reaktion, nämlich die Knallgas-Umsetzung, schon bei Zimmertemperatur ausserordentlich beschleunigt. Allerdings wird hierbei der Katalysator vergiftet, sodass nach einigen Stunden kein Umsatz mehr erfolgt. Die eigentliche Hydrierreaktion an Wolframsulfid verläuft mit technisch nutzbarer Geschwindigkeit bei höherer Temperatur. Folgende Tabelle enthält einige Beispiele für einheitliche Teilreaktionen, die bei der katalytischen Druckhydrierung neben- bzw. nacheinander verlaufen.

Tabelle 1.

Zunächst seien einige Reaktionen geschildert, die ohne Änderung des C-Gerüsts verlaufen. Schon wenig über $200^{\circ}C$ gelingt es, Olefine praktisch vollständig aufzuhydrieren, wie hier am Beispiel der Hydrierung von Diisobutylene zu Isooktan gezeigt ist. Höhere Temperaturen, etwas über 300° werden benötigt, um Aromaten aufzuhydrieren, wobei die Hydrierung von Naphthalin zu Dekalin leichter verläuft als die von Benzol zu Cyclohexan. Beinahe 400° erfordert die Reduktion organischer Sauerstoff-, Stickstoff- und Schwefelverbindungen, wofür hier als Beispiel die Vorhydrierung von Braunkohlemittelöl gegeben wird. Es bleibt dahingestellt, wie weit z.B. bei der Reduktion von Phenolen oder Stickstoffbasen eine gewisse Giftwirkung dieser Stoffe für die erforderliche höhere Temperatur verantwortlich zu machen ist. Bei weiterer Steigerung der Temperatur über etwa 400° spaltet der Katalysator. Nimmt man ihm durch Nickel-Zusatz seine Spaltwirkung, so kann man bei Temperaturen von annähernd 500° Naphthene wieder zu Aromaten dehydrieren. Aus Gleichgewichtsgründen ist bei Drucken von etwa 50 atm eine so hohe Temperatur z.B. bei Cyclohexan erforderlich. Bei höher kondensierten Ringsystemen, z.B. dem des Pyrens, liegt das Gleich-

gewicht schon bei tieferen Temperaturen auf Seiten der Aromaten, sodass hier schon bei 300° eine Dehydrierung des Perhydropyrens erfolgt, also in dem gleichen Temperaturgebiet, in dem noch Naphthalin zu Dekalin hydriert wird.

Diesem Umstand muss bei der technischen Durchführung der Druckhydrierung durch Verwendung von Rohstoffen geeigneter Molekulargewichte, d.h. geeigneten Siedebereichs Rechnung getragen werden. Die folgende Tabelle enthält Beispiele für Reaktionen an reinen

Tabelle 2.

Stoffen, die unter Änderung des C-Gerüsts verlaufen. Hier sind Temperaturen von etwa 400° an erforderlich. Ohne Aufspaltung zu kleineren Molekülen verlaufen einige Isomerisierungs-Reaktionen. So gelingt es z.B., Normalbutan in Isobutan, das zur Herstellung von Isooktan benötigt wird, umzuwandeln. Der in der Tabelle angegebene Umsatz/entspricht etwa dem Gleichgewicht zwischen Normal- und Isobutan bei der Versuchstemperatur. Eine weitere Isomerisierungsreaktion ist die Umwandlung von Cyclohexan bzw. von Benzol zu Methylcyclopentan. Sie verläuft mit einem Umsatz von rund 90% ebenfalls bis zur Einstellung des Gleichgewichtswertes. Bei 400° verläuft auch schon die Spaltung von Paraffinen, wie Isooktan, zu niedriger molekularen Spaltstücken. Auch ein Paraffinöl vom Siedebereich $260-320^{\circ}$, das weitgehend aus geradkettigen Kohlenwasserstoffen besteht, lässt sich sehr leicht in unter 180° siedendes Benzin aufspalten. Die Spaltung des niedriger molekularen Normalheptans erfordert, wie die Temperatur von 435° und der kleine Umsatz von 15% zeigen, schon wesentlich schärfere Bedingungen. Die Spaltung von Naphthalin Naphthenen, wie z.B. Dekalin, verläuft auch schon bei 408° mit grosser Geschwindigkeit. Auf das Verhalten von Naphthenen mit höher kondensierten Ringsystemen wurde schon vorher hingewiesen.

(3)
Die folgende Tabelle bringt nun noch einige Beispiele für die technische Anwendung von Wolframsulfid. Hierbei verlaufen meistens mehrere Reaktionen neben- bzw. nacheinander. Die Diisobutylene, die vorhin schon erwähnt wurde, Hydrierung, ist ein Beispiel für eine einheitliche, auch technisch anwendbare Reaktion. Bei der Rohbenzoleraffination, die bei etwa 300° durchgeführt wird, werden Olefine aufhydriert und Schwefel- und Sauerstoffverbindungen reduziert. Durch Anwendung von nicht zu hohen Drucken kann die unerwünschte Aufhydrierung von Aromaten praktisch unterdrückt werden. Als Beispiel für eine derartig raffinierende Hydrierung, die in flüssiger Phase verläuft, sei die Tieftemperaturhydrierung von Braunkohlenschwefeltee genannt. Hier werden Olefine und Sauerstoff-, Stickstoff- und Schwefelverbindungen aufhydriert. Auch aromatische Ringe werden teilweise hydriert, sodass man aus Braunkohlenteer Reinparaffin und wasserstoffreiche Schmieröle gewinnen kann. Die Vorhydrierung von Mittelölen ist eine ähnliche Reaktion; derartig vorhydrierte Mittelöle finden als Dieselöl Verwendung, sie lassen sich aber auch mit "verdünntem" Wolframsulfid in klopffeste Benzine überführen. Bei der Vorhydrierung entstehen verhältnismässig grosse Benzinnengen; diese stammen jedoch zum grössten Teil aus der Reduktion von Phenolen und sind nicht durch Aufspaltung entstanden. Der Anteil der Spaltung ist zwangweise grösser bei der Verbesserung von Schmierölen, die zur Gewinnung von Ölen mit flacher Temperatur-Viskositäts-Kurve dient. Der Anteil der Spaltung, die in der Hauptsache zu Gasöl führt, steigt bei der Schmierölverbesserung deshalb, weil die hochmolekularen Ausgangsstoffe eine grössere Spaltgeschwindigkeit haben als Mittelöle. Der Anteil der rein thermischen Spaltung ist aber unter den Reaktionsbedingungen auch hier verschwindend klein. Durch hohen Druck, n.B. von 700 atm, wird die Geschwindigkeit der Hydrierung stärker erhöht als die der Spaltung. Höherer

Druck ist daher für diese Reaktion vorteilhaft.

Hauptreaktion ist die spaltende Hydrierung bei der Benzini-
rung von Mittelölen. Verhältnismässig leicht lassen sich paraffini-
sche Mittelöle, z.B. aus Erdöl, aufspalten. Höhere Temperaturen er-
fordert die Benziniierung von z.B. Steinkohlemittelöl, wobei wahr-
scheinlich eine hemmende Wirkung von Phenolen und Stickstoffverbin-
dungen an der Erhöhung der Arbeitstemperatur mit Schuld ist. Auch
bei dieser Reaktion würde ohne Katalysator praktisch kein Umsatz
eintreten.

Hochdruckversuche
Lu 558

300000208

17.5.1943. Do/Pf.

Reaktionen an WS₂ ohne Änderung des C-Gerüsts.

W. W. W.

Reaktionstyp	Beispiel	Reaktionsbedingungen			Umsatz %
		Temperatur °C	Druck atm	Ölteil- druck atm	
Olefinhydrierung	Diisobutylen → Isooktan	216	250	20	99
Aromatenhydrierung	Benzol → Cyclohexan	322	200	3	99
	Naphthalin → Dekalin	336	200	3	90
Reduktion von organischen Sauerstoff-, Stickstoff- und Schwefelverbindungen	Vorhydrierung von Braunkohlemittelöl mit 2,5% Schwefelverbindungen	380	200	8	Phenole 99,5 Basen 99,5
	4% Stickstoffbasen				Schwefelverbind. 99
Naphthendehydrierung	Cyclohexan → Benzol	485	50	6,5	80 1)
	Methylhexan → Toluol (an Wolfram-Nickelsulfid-Kontakt)	485	50	6	90 1)
	Perhydroropyren → Pyren	305	200	4	weitgehend

1) Etwa dem Gleichgewichtswert entsprechend.

Hochdruckversuche
Lu 558

300000209

17. 5. 1943. Do/Pf.

Reaktionen an WS2 mit Änderung des C-Gerüsts.

Friedrich 2

Reaktionstyp	Beispiel	Reaktionsbedingungen				Umsatz %
		Temperatur °C	Druck atm	Ölteil- druck atm	Durchsatz kg/l Kat. Stde	
Isomerisierung	n-Butan	400	200	160	0,5	35
	1-Butan					
	Cyclohexan	408	250	27	1,0	90
Spaltung von Paraffinen	Benzol	408	250	27	1,0	90
	Methylcyclopentan					
	Methylcyclopentan					
	Isooktan	400	250	18	1,5	40
Spaltung von Naphthenen	Paraffinöl 260-320°	408	220	5	1,0	90
	Benzin bis 180°					
	n-Heptan	435	250	20	1,5	15
	Niedrigersiedende KW.					
	Niedrigersiedendes Benzin	408	220	6	1,1	90

Hochdruckversuche
Lu 558

300000210

17.5.1943. Do/Pf.

Tabelle 3.

Beispiele für technische Reaktionen an WS_2 geordnet nach zunehmender Spaltung und abnehmender Hydrierung.

Verfahren	Hauptreaktion	Reaktionsbedingungen				Ergebnisse Umsätze %	Auf- spaltung %
		Temp. °C	Druck atm	Ölteil- druck atm	Durch- satz kg/Kat. Std		
<u>Raffinierende Hydrierung</u>							
a) Rohbenzolraffination	Olefinhydrierung	320	40	3	1,25	Olefine > 90	0
b) Tieftemperaturhydrierung von Braunkohlenschwefel	Hydrierung von Aromaten und Olefinen, Reduktion von O, N u. S-Verbindungen	350	300	Sumpf- phase	0,5	Aromaten unter 5 Olefine > 90 O, N, S-Ver- bind. > 90	10
c) Vorhydrierung von Mittelöl aus Braunkohle	Reduktion von O, N, S-Verbindungen, Hydrierung von Aromaten und Olefinen	370	200	8	1,0	O, N, S- Verb. 99 Olefine > 90	10
Schmierölverbesserung	Hydrierung von Aromaten mit geringer Spaltung, Reduktion von S-Verbindungen	380	700	Sumpf- phase	0,8	Aromaten 90 S-Verb. 80	30
<u>Spaltende Hydrierung</u>							
<u>Benzinierung von Mittelöl aus paraffinischem Erdöl</u>							
a) paraffinischem Erdöl	Starke Spaltung, evtl. Reduktion und Hydrierung	380	300	15	1,0	S-Verb. > 90	60
b) Steinkohle	Hydrierung u. Reduktion mit starker Spaltung	420	300	12	1,0	Olefine > 90 O, N, S- Verb. 99	50

300000211

Handwritten scribbles and marks in the top right corner.

B

16. Oktober 1942 Fe/Fe

Entwicklung der giftfesten Katalysatoren
und der Gasphase-Hydrierung.

Die Entwicklung der giftfesten Katalysatoren und die Entwicklung der Gasphasehydrierung hängen so eng zusammen, daß sie gemeinsam betrachtet werden sollen.

Der Anstoß zur Ausbildung giftfester Hydriercatalysatoren gaben Versuche zur Herstellung von Aminen bzw. zur Reduktion von Phenolen, die im Oktober 1929/im Bau Lu 35 begonnen wurden.

Der für die Ammoniaksynthese verwendete Schwärzoxydkontakt, der dabei infolge seiner Schwefelempfindlichkeit schnell an Aktivität verlor, behielt sie nach vorheriger Behandlung mit H_2S unverändert bei. Andere Sulfide, wie die des Co und Mo, verhielten sich ebenso und zeigten noch höhere Aktivität als Schwärzoxyd. Damit war das Gebiet der giftfesten Katalysatoren erschlossen, das die Basis für die ganze Kohle- und Ölhydrierung bildet. Es erwies sich dann bald, daß auch gewisse oxydische Katalysatoren, wie MoO_3 und WO_3 , anwendbar sind, da sie während der Verarbeitung von S-haltigen Produkten automatisch in Sulfide übergehen.

Die Anwendung solcher Kontakte auf die Teerverarbeitung brachte schon im Januar 1925 den entscheidenden Erfolg: Aus Oppauer Braunkohlengeneratorteer wurde in einem Arbeitsgang ohne jede Verkokung ein wasserhelles sauerstoffreies Produkt hergestellt, das zum größten Teil aus Benzin bestand. Damit war für diese schwefelfesten Katalysatoren neben der hohen Hydrieraktivität auch ihre Fähigkeit erwiesen, höhermolekulare Substanzen zu niedrigmolekularen zu spalten.

Diese ersten Hydrierversuche mit Teeren wurden mit sehr niedrigen Produktpartialdrücken (unter 1 at bei 200 at Gesamtdruck) ausgeführt. Bei der Übertragung in den halbtchnischen Maßstab, wobei Durchsätze und Partialdrücke zwangsläufig erhöht werden mußten, zeigten die Katalysatoren schnelles Abklingen ihrer Aktivität. Die Ursache hierfür war die Ablagerung und Kondensation hochmolekularer Stoffe auf der Kontaktfläche. Diese Erscheinungen machten eine Unterteilung des Prozesses in zwei Stufen, die Sumpphase und die Gasphase, notwendig. In der Sumpphase werden die höhersiedenden oder hochmolekularen Produkte mit feinverteiltem Katalysator in Mittelöle mit Siedepunkten von etwa $325 - 350^\circ C$ gespalten, die dann in der Gasphase über fest angeordneten Katalysator zu Benzin weiterverarbeitet werden.

Die Weiterentwicklung der Gasphasekatalysatoren führte über Mo-Zn-Kombinationen zunächst zu unserem ersten Betriebskatalysator 3510, der aus Zink-Magnesium-Molybdat besteht, und der sich sowohl in chemischer wie in mechanischer Beziehung als äußerst robust erwies, während die sehr aktiven Mo-Cr-Katalysatoren für den Betrieb zu empfindlich waren und keine genügende mechanische Festigkeit hatten.

Neben systematischen Versuchen zur Prüfung der verschiedenartigsten Substanzen auf ihre Brauchbarkeit für die katalytische Druckhydrierung wurden in monatelanger gemeinsamer Arbeit mit dem Bitterfelder Molybdän-Laboratorium und -Betrieb die zur Erzielung höchst aktiver Molybdänoxyd-Katalysatoren einzuhaltenen Bedingungen hinsichtlich Erhitzungstemperatur und Dauer ermittelt.

Außer der Herstellung dieser oxydischen Katalysatoren, die im Hochdruckofen in Sulfide übergehen, wurde die Entwicklung hochaktiver Sulfide weiter verfolgt. Sie führte Ende 1930 zum Katalysator 5058, der aus reinem Wolframdisulfid besteht und durch Zersetzung von Ammonsulfowolframat in einer H_2 -Atmosphäre hergestellt wird.

Mit 5058 war die Katalysatorentwicklung in der Gasphase zu einem gewissen Abschluß gekommen und ein Höchstmaß an Aktivität erreicht. Es wurde gegenüber 3510 die zwei- bis dreifache Stundenleistung an Benzin für ein bestimmtes Katalysatorvolumen erreicht, wobei außerdem bei rund $100^\circ C$ tieferer Temperatur gearbeitet werden konnte und die Vergasungsverluste bedeutend kleiner waren.

Um den 5058 als Betriebskatalysator verwenden zu können, mußte man von der bisher üblichen Verformung durch Anpasten und Trocknen zur trockenen Verpressung des Katalysatorpulvers zu zylindrischen Formkörpern von 10 mm Durchmesser übergehen. Mit dem so hergestellten 5058 konnte der bisherige Betriebskatalysator 3510 - bis auf wenige Spezialanwendungen - überall ersetzt werden.

Mit den steigenden Anforderungen an die Klopfestigkeit der Benzine konnte der 5058 bei der Verarbeitung gewisser paraffinischer Rohstoffe wegen seiner starken Hydrierwirkung nicht mehr Schritt halten.

In diesen Fällen konnte der in der Zwischenzeit in Kleinversuchen entwickelte sogenannte verdünnte Katalysator 6434 eingesetzt werden, der aus 90 % HF-behandelter Bleicherde und 10 % WS_2 besteht. Er hat mindestens die gleiche Spaltaktivität wie 5058, hydriert aber weniger stark und liefert klopfere Benzine.

Seiner allgemeinen Anwendung stand zunächst seine Empfindlichkeit gegen Sauerstoff und Stickstoffverbindungen entgegen. Dies machte eine Unterteilung der Gasphase in zwei Stufen notwendig: Eine Vorhydrierungsstufe, in der bei möglichst geringer Spaltung eine weitgehende Entfernung von Sauerstoff und Stickstoffverbindungen erfolgt, und eine Benzinierungsstufe, in der das gereinigte Mittelöl zu Benzin gespalten wird. Diese Arbeitsweise wird heute in allen Hydrierwerken angewendet, wobei in der zweiten Stufe allgemein der 6434 benutzt wird, während in der ersten Stufe der lange Zeit verwendete 5058 jetzt teilweise durch wolframärmere Katalysatoren ersetzt wird.

Die Entwicklung wolframärmerer Katalysatoren wurde gefordert, um Devisen zu sparen und wurde zur unbedingten Notwendigkeit, als die Wolframeinfuhr im Krieg ganz unterblieb. In langwierigen Klein- und Großversuchen, die nicht ohne Rückschläge blieben, gelang, es, in den Katalysatoren 7846 und 7846W

Handwritten note:
Klopfwert
auswerten

Kontakte zu finden, die zwar bei etwas höherer Temperatur arbeiten als der 5058, aber trotz ihres wesentlich geringeren Molybdän- bzw. Wolframingehaltes dem 5058 in der Vorhydrierung gleichwertig, zum Teil sogar überlegen sind. Die Katalysatoren bestehen aus aktiver Tonerde mit ca. 10 bis 25 % Molybdän- bzw. Wolframsulfid und etwas Nickel.

Die Ersparnisse an seltenen Metallen, die durch die Anwendung dieser neuen Katalysatoren eintreten, gehen aus der folgenden Zahlentafel hervor:

Zahlentafel 1.

Katalysator	Wolfram bzw. Molybdän kg/cbm
5510	470 Mo
5058	2000 W
6434	50 W
7846	70 Mo
7846 W	200 W

Bei der Erzeugung von 100 000 t Fliegerbenzin pro Jahr aus Steinkohlverflüssigungsmittelöl ergeben sich danach folgende Mengen an Sparmetallen bei Verwendung der verschiedenen Katalysator-Kombinationen:

Zahlentafel 2.

Katalysator	kg Wolfram bzw. Molybdän je 100000 t/Jahr L-Benzin
5058	62 500
5058/6434	32 000
5058 + 7846W/6434	14 000
7846W/6434	4 300
7846Mo/6434	2 100

Die dritte in der Tabelle angeführte Kombination hat sich in Leuna, Pölitz und Scholven bereits im Betrieb bewährt und wird demnächst in Gelsenberg, Wesseling, Brück und Blechhammer eingeführt.

Von vollständigen Ersatz des 5058 durch 7846 hat man zunächst abgesehen, um während des Krieges Produktionsausfälle unter allen Umständen zu vermeiden.

Bei der Verarbeitung von Mittelölen aus Braunkohlenschwefelteeer wird bei der Erzeugung der Katalysator 6434 auch für die erste Stufe verwendet.

Eine weitere Möglichkeit, Molybdän und Wolfram zu sparen, besteht in der Anwendung höherer Wasserstoffdrücke. In Kleinversuchen konnten so z. B. Erdölmittelöle mit vollkommen Molybdän- und Wolfram-freien Katalysatoren in Benzin übergeführt werden.

Die schon erwähnte ausgezeichnete Raffinationswirkung der Vorhydrier-Katalysatoren hat auch für die raffinierende Hydrierung von Schweißbenzin, Kackbenzin, Rohbenzol, Leuchtöl, Dieselöl, Rohnaphtalin, Rohparaffin und Schmieröl Anwendung gefunden. Für Braunkohlenteere wurde in dem TTH-Verfahren eine besondere Arbeitsweise zur Herstellung von Paraffin und Schmieröl entwickelt.

Die hohe Konzentration an aktiver Katalysatorsubstanz in der Gasphase erlaubt es, die Wasserstoffanlagerung so weit zu treiben, daß der nach der Sumpfhasehydrierung noch weitgehend erhaltene Charakter der Ausgangsstoffe bei der Weiterverarbeitung in der Gasphase mehr oder weniger verwischt wird, wie folgende Zahlen über den Wasserstoffgehalt der Produkte zeigen:

Zahlentafel 3.

Wasserstoffgehalt in g H/100 g C

	Erdöl	Braunkoh- leschwei- teer	Steinkoh- lenkoke- reiter
Ausgangsmaterial	13,5	11,8	6,2
Destillationsmittelöl	15,0	12,1	7,7
Sumpfhasemittelöl	14,5	13,0	9,5
Gasphasebenzin, stark hydriert	17,9	17,6	17,0

Die im Vergleich zur Sumpfhase starke Hydrier- und Raffinationswirkung in der Gasphase zeigt Zahlentafel 4.

Zahlentafel 4.

Hydrierung von Kokerückteer.

	Destillat Mittelöl	Sumpfhasemit- telöl aus Koke- reiteerrückst.	Gasphaserück- laufmittelöl m. stark hydr. Katalysatoren
Spez. Gew./15°C	1,045 ⁹⁰⁷	0,980 ⁸⁶⁰	0,855 ⁸¹⁸
Anilinpunkt °C	-30 ⁺²³	etwa -15° ⁺¹⁸	+40 ⁺⁴⁶
Siedebereich °C	200-325°	195-325°	185-295°
% Phenole	8 ²⁴	5 ⁵	0,1 ^{0,3}
% Schwefel	0,5 ^{1,6}	0,2 ^{1,0}	0,01 ^{0,07}

*6434!
Boller
Ker*

Wenn auch der Charakter der Rohstoffe in der Gasphase etwas verwischt wird, so ist doch, besonders bei Anwendung schwächer hydrierender Katalysatoren, beim Benzin noch

eine deutliche Abhängigkeit seiner Eigenschaften, besonders der Klopfestigkeit von der Art des Ausgangsstoffes festzustellen, wie Zahlentafel 5 veranschaulicht.

Zahlentafel 5.

Autobenzine aus verschiedenen Rohstoffen.

Ausgangsstoffe	Autobenzin	
	spez. Gewicht	Oktanzahl
Mittelöl aus:		
Paraffin	0,680	45
Erdöl gemischtbasisch	0,722	64
Erdöl asphaltbasisch	0,728	67
Braunkohlenschwefel- teer	0,734	65
Braunkohleverflü- sigung	0,735	66
Erdölkrackrück- stand	0,745	74
Steinkohleverflü- sigung	0,745	74
Steinkohle-Hochtem- peraturteer	0,748	75

Außerdem sind die Eigenschaften der Hydrierprodukte stark abhängig von den angewandten Arbeitsbedingungen, wie Temperatur, Druck und Art der Katalysatoren. Dies gab die Möglichkeit, die Qualität der Erzeugnisse den steigenden Anforderungen anzupassen.

Schon in den ersten Jahren der Hydrierung wurde die sogenannte Aromatisierung entwickelt, die unter Verwendung des Katalysators 3510 bei Temperaturen von über 500°C und hohen Produktpartialdrücken aromatenhaltige, klopfeste Autobenzine bei allerdings etwas verringerter Ausbeute lieferte. Dieses Verfahren wurde lange Zeit in Amerika für die Verarbeitung von naphthenischen Erdölmittelölen und Schwerbenzinen angewendet. Auch in Leuna wurden bis zur Einführung des Katalysators 6434 gewisse Mengen Aromatisierungsbenzine zum Verbessern des Hydrierbenzins hergestellt.

Die Entwicklung eines Extraktionsverfahrens mit Propan und SO₂ ermöglichte die Gewinnung von reinem Toluol aus solchen aromatenhaltigen Benzin.

Die Weiterentwicklung der Aromatisierungs-Katalysatoren für 300 at führte über Aktivkohle-Eisen-Wolfram schließlich zum Katalysator 7019, der aus Aktivkohle mit aufgetränktem Chrom- und Vanadinoxid besteht. Er wurde noch vor Kriegsbeginn in

halbtechnischem Maßstab in Ludwigshafen für die Herstellung größerer Mengen aromatischer Hochleistungsfliegerbenzine aus Steinkohlenverflüssigungsmittelöl eingesetzt, die zur Erprobung an die Luftwaffe geliefert wurden. Die produktionsmäßige Herstellung dieser CV₂b-Benzine wurde dann nach Kriegsbeginn in Scholven, Gelsenberg und Pölitze aufgenommen.

Bei 700 at können für die Aromatisierung andere Katalysatortypen, z. B. auf Bleicherdebasis, Anwendung finden. Aus Steinkohlenverflüssigungsmittelöl werden dabei etwas aromatenärmere Benzine als bei 250 at erhalten. Unter Verwendung besonders wasserstoffarmer Ausgangsstoffe, wie z. B. Pechmittelöl, wird in Welheim auf diese Weise ein CV₂b-ähnliches Benzin VT 706 hergestellt.

Das thermodynamische Gleichgewicht zwischen aromatischen und naphthenischen Kohlenwasserstoffen liegt unter normalen Hydrierbedingungen, d. h. bei Temperaturen von 400 bis 500°C und bei Drucken von 200 bis 300 at, und noch mehr bei 700 at, weitgehend auf Seiten der Naphtene. Niedrige Drücke und hohe Temperaturen begünstigen die Aromatenbildung. Bei 50 at und 485°C wurden so mit einem in Leuna entwickelten Wolfram-Nickel-Katalysator 5615 naphthenische Benzine in aromatenreich umgewandelt, ein Verfahren, das vorübergehend in Welheim technische Anwendung gefunden hat.

Der niedrige Druck bringt die Gefahr mit sich, daß durch Polymerisation nicht genügend aufhydrierte Produkte die Katalysatoren nicht die bei den anderen technisch angewandten Hydrierungsprozessen gewohnte lange Lebensdauer haben. Nur durch Anwendung sehr kleiner Produktpartialdrücke, die technisch unerfreulich große Wasserstoffmengen bedingen, konnte bei den sulfidischen Katalysatoren diese Schwierigkeit überwunden werden.

In Anlehnung an das amerikanische Hydroforming-Verfahren wurde dann in Ludwigshafen das DHD-Verfahren entwickelt, das bei Drucken von 20 bis 50 at

mit einem Tonerde-Molybdän-Oxyd-Katalysator 7360 arbeitet, der periodisch durch Abbrennen mit Luft regeneriert wird. Das Verfahren hat den Vorteil, daß es den bisherigen unveränderten Hydrierverfahren nach Bedarf nachgeschaltet werden kann und außerdem für die Dehydrierung von Benzin anderer Herkunft, z. B. Erdöl-straight-run-Benzinen, angewendet werden kann.

Es liegt in der Natur der Sache, daß naphthenisch-aromatische Benzine beim DHD-Verfahren bessere Ausbeuten geben als paraffinische. Es sind deshalb besondere Katalysatoren entwickelt worden, die bei 700 at arbeiten und mit besonders guter Ausbeute naphthenisch-aromatische Benzine liefern, die zwar noch keine Hochleistungskraftstoffe darstellen, aber durch das DHD-Verfahren leicht in solche umgewandelt werden können. Diese Kombination 700 at Gasphase + DHD ist für Oberschlesien II in Aussicht genommen.

Wird das DHD-Verfahren mit einem Prozeß kombiniert, der an sich schon aromatenreiche Produkte liefert, wie mit der Aromatisierung oder einer vorgeschalteten 1. DHD-Stufe, so können besonders aromatenreiche Produkte erzeugt werden, aus

denen allein durch Destillation reine Aromaten, z. B. Toluol, gewonnen werden können.

Die folgende Zahlentafel 6 gibt einen Überblick über die Qualitäten der Fliegerbenzine, die bei der Steinkohlehydrierung bei Anwendung der verschiedenen Gasphaseverfahren erhalten werden.

Zahlentafel 6.

Fliegerbenzine nach verschiedenen Verfahren der Steinkohlehydrierung.

	Benzinierung		Aromatisierung		Benzi-	Aromati-
	EP. 136°	EP. 155°	300 at	700 at	nierung	sierung
					+ DHD	+ DHD
			<u>Kennwerte</u>			
Spez. Gewicht/15°	0,729	0,730	0,806	0,780	0,785	0,844
Anteils bis 100° Vol%	64	57	30	38	50	42
Endpunkt °C	136	153	165	165	165	165
			<u>Zusammensetzung</u>			
Paraffine Vol.-%	38	40	15	20	26	6
Naphthene " "	55	52	35	41	24	11
Aromaten+Olefine " "	7	8	50	39	50	83
			<u>Klopffestigkeit</u>			
Gesamtbenzin MOZ	75,5	73	80	79	84,5	92
" +0,12% BTÄ MOZ	92	91	91	91	94,5	100
" ROZ	-	75	89	90	94	104
Restbenzin (ohne Aromaten) MOZ	-	-	65	69	75	72

gez. Simon
" Peters
" G. A. G. G. G.

Herrn
Dir. Dr. P i e r e

Hochdruckversuche Lu 558.

FB/N-Bg/7019

26. Juli 1940/Fn.

Vergleich der Kosten einer 7019-Kammer gegenüber einer 5058- bzw. 6434-Kammer.

In den in der letzten Zeit durchgeführten Kostenermittlungen von Gasphasenkammern wurde eine 7019-Kammer jeweils mit einem Betrag von etwa RM 200.000,- höher eingesetzt als eine 5058- bzw. 6434-Kammer im Mittel.

Da an diesen Mehrkosten in erster Linie der Vorheizler beteiligt ist, ist die nachfolgende Untersuchung im wesentlichen auf die unterschiedlichen Aufheizverhältnisse abgestellt.

In der Tabelle I sind die zur Berechnung der Vorheizler notwendigen Daten aus dem Fließschema Nordstern, Ausbaustufe 30, zusammengestellt, ebenso die entsprechenden Werte für 1 3-fach Kammer 7019. Da nun 6 solcher 7019-Kammern die gleiche Bi-Menge herstellen, wie die 3 x 3-fach 5058- + 3 x 2-fach 6434-Kammern, nämlich 36 to/h, so folgt daraus, daß die 7019-Vorheizung mit der der beiden anderen Systeme in obiger Kombination vergleichbar ist. Nebenbei sei jedoch vermerkt, daß der Vergleich von vornherein zu Ungunsten von 7019 ausfällt, wenn statt 3 x 2-fach 6434-Kammern 2 x 3-fach 6434-Kammern vorgesehen wären. x)

Tabelle II enthält die Wärmetönungen, wie sie für die Scholvenner 5058- und 6434-Kammern ermittelt wurden - die Nordstern-Werte liegen ähnlich, konnten aber bis jetzt nicht so genau erfaßt werden ... Da nun angenommen werden kann, daß die

Wärmetönung für 1 kg Benzol über 7019 Kontakt gleich ist der Wärmetönung für 1 kg Benzol über 5058 + 6434-Kontakt, so errechnet sich aus dem gefundenen Wert von 525 kcal/kg Bi eine Wärmetönung für 7019-Kontakt ^{xx)} 147 kcal/1 kg Einspritzung.

x) Bi-Leistung von 5058 + 6434: 0,3 kg/l
" " " 7019 : 0,25 "

xx) in Scholven am 26.VII. mit 150 bestätigt.

In Tabelle II sind außerdem die Kontakttemperaturen angegeben, wie sie bei den Kontakten 5058 und 6434 gefahren bzw. für 7019 von den Hochdruckversuchen angegeben werden.

Folgende in den Tabellen I und II bereits erwähnten Betriebsdaten beeinflussen nun die Größe des Vorheizers in starkem Maße.

	5058	6434	7019
1) Bi-Konzentration im Abstreifer % bzw. Einspritzung/1 to Bi	30 5,4	65 2,4	25 4,25
2) Temperatursprung im Kontakt	40	15	15
3) Austrittstemperatur aus dem Vorheizer	420	405	495

Jede einzelne dieser 3 Maßnahmen wirkt sich für die Auslegung des 7019-Vorheizers ungünstig aus; die Gesamtauswirkung ist auf Tabelle III dargestellt. Während die 5058-Kammer infolge des hohen Temperatursprungs im Kontakt aber auch wegen der großen Wärmetönung autotherm läuft und infolgedessen mit einem elektrischen Vorheizer auskommt, benötigen die 6434- und die 7019-Kammern gasbeheizte Vorheizer. Die Rechnung ergibt nun, daß für den 7019-Vorheizer ein Mehrfaches der Heizfläche des 6434-Vorheizers erforderlich ist (350 %), bedingt durch den größeren Wärmewert (siehe oben) und die kleinere mittlere Temperaturdifferenz zwischen Produkt und Wälzgas, da einerseits die Rauchgaseintrittstemperatur im Hinblick auf das Produkt sowie das Hochdruckmaterial mit 600°, andererseits die Wälzgasaustrittstemperatur mit Rücksicht auf die Gebläse mit 500° eine obere Grenze haben. Bezieht man die notwendigen Heizflächen auf gleiche Bi-Leistung, so ergibt sich sogar eine 4-fache Heizflächenvergrößerung des 7019-Vorheizers.

Wenn man bisher mit einer geringeren Vergrößerung des 7019-Vorheizers gerechnet hat, so ist dies dadurch begründet, daß man den 6434-Vorheizer mit niedrigeren Wälzgasemperaturen als 550° gefahren hat; das heißt dieser Vorheizer ist überdimensioniert, vor allem um auch

eine 4-Koch-Kammer und noch größere Durchsätze damit beherrschen zu können.

Der Vollständigkeit halber sind auf Tabelle IV die Wärme-flußbilder sowie die Wärmebilanzen zusammengestellt; auch hier zeigt sich, daß bei 7019 pro 1 to gebildetes Ei eine etwa 4-mal größere Wärmemenge aufgebracht werden muß, als bei der Herstellung nach 5058 + 6434.

Zusammenfassung:

Folgende 3 Gründe bedingen eine größere Auslegung der 7019-Vorheizung gegenüber dem System 5058 + 6434:

- 1) Größere Rückführung bei 7019
- 2) Kleinerer Kontakttemperatursprung
- 3) Höhere Austrittstemperatur aus dem Vorheizer.

Auf untenstehender Tabelle wird der Mehrpreis eines 7019-Vorheizers gegenüber dem mittleren Preis eines 5058- und 6434-Vorheizers ersicht-lich.

	5058	6434	7019
Anzahl Maschnadeln	6	8	16
Material	HTO	NS	NSV
Preis der Maschnadeln	49.000,-	85.000,-	170.000,-
kompl. Vorheizer (incl. Gehäuse bei 6434 und 7019)	170.000,-	350.000,-	440.000,-
Mehrpreis eines 7019- Vorheizers gegenüber dem mittleren Preis eines 5058-6434-Vorheizers			100.000,-
Mehrpreis einer 7019- Kammer gegenüber 5058- und 6434-Kammer, bedingt durch Fortschritt und höhere Rohmaterialqualität			40.000,-
Mehrpreis eines 7019-Kammer			230.000,-

26.7.

Der 7019-Kontakt erfordert auch einen höheren Aufwand an Wärme und zwar 177.000 Cal/l te Ei mehr als das über 5058 + 5434 hergestellte Benzin.

Dieser Mehraufwand an Wärme ließe sich nur durch den Einbau eines dritten Regenerators reduzieren, wenn auch in diesem Falle der Vorheizer etwas verkleinert werden könnte, so erhöht sich der Preisunterschied dennoch auf etwa 320.000,- RM

Allezeit

300000223

Supplement College, New York, Fall 1949/50.

Table 1
Percentage of ...

Category	Percentage	Percentage	Percentage	Percentage
Anteil der ...	70,9			
Kontinuum	3,4	3,4	1,5	
Stückweise ...	72	72	24	
Manuskript ...	2,7	2,7	0,7	
Mitgliedschaft ...	0,3	0,3	0,0	
Einzelarbeiten ...	10,7	10,7	10,0	
Einzelarbeiten ...		24,0	10,0	
Gesamt ...		72,7		
Verweise ...	10,7	10,7	25,5	
Bezüge ...	0,9	0,9	1,25	(0-0,85)
Technik ...	15,6	15,6	0,0	
Abstrakte ...	0,22	0,22	0,25	
Bezüge ...	51,5	32,3	24	
Bezüge ...	30	59	25	
Bezüge ...	3,4	1,8	4,25	
Bezüge ...		2,40		

K
S
A
F
E
T
Y
▲
F
L
L
M
▲

Table III.

Vorheizperiode der einzelnen Räume.

3000000225

Raumbezeichnung

5090

6434

7019

Zuschuss pro Raum

Gasverbrauch

Moment

Vorheizen

Temperatur

3 Ofen, 2 Reg. 1 Bl. Vor. 2 Ofen, 2 Reg. 1 Bl. Vor. 2 Reg. 1 Gas- Vorh.

17,6
51 000
17 200

11,9
20 000
14 200

25,5
40 000
30 600

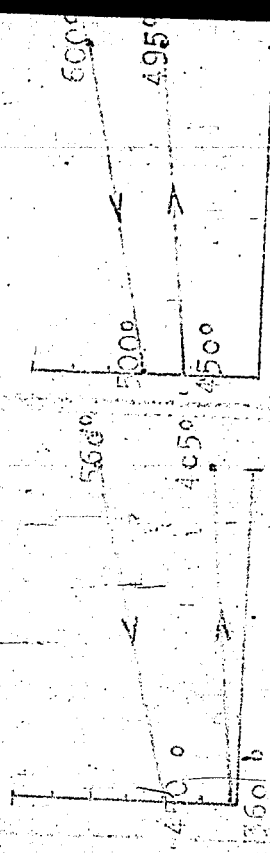
Elektr. Vor-
heizkammer
Betrieb, der
Vorheizperiode,
= Ölverbrauch

Luftdurchströmung

Mittlere Temp. Luft

Fläche des 7019-Vorheizraums
des 6434-Vorheizraums = 100 m²

2000 m³ pro h
Luftmenge des 6434-Raumes



700000
120
100
100

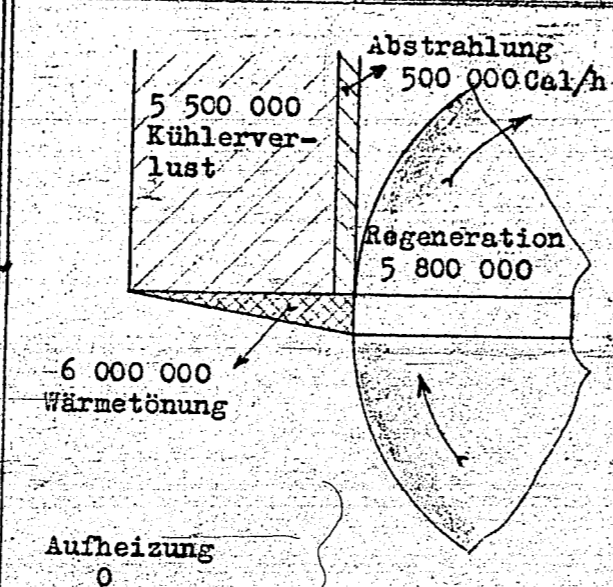
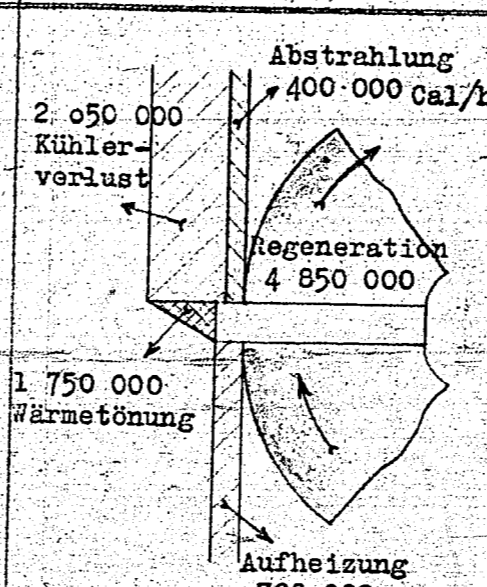
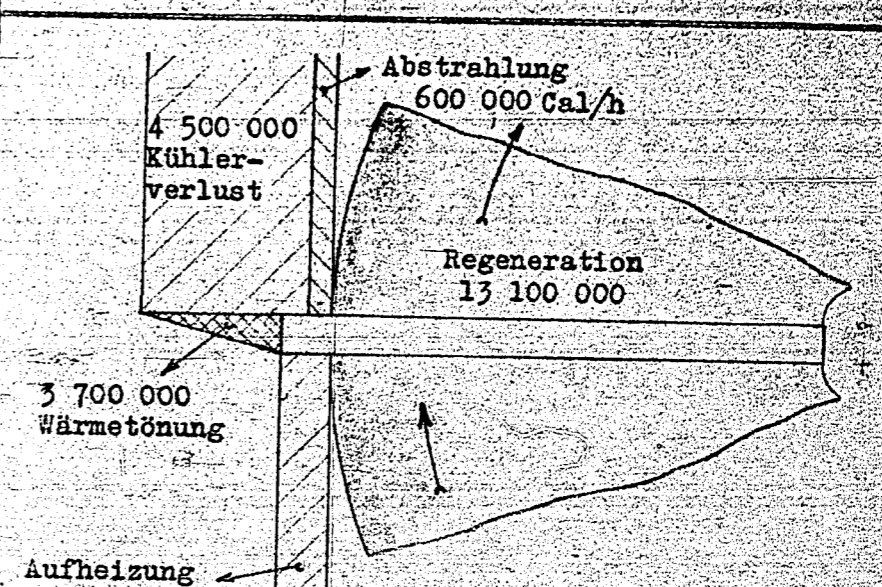
1 350 000
70

100 · 1300000 · 120
170000 = 350
70

350 · 7/6 = 408

Tabelle IV.

Wärmeflußbild und Wärmebilanz einer Gasphasekammer.

		5058	6434	7019
Wärmeflußbilder für 1 Kammer				
Wärmetönung	Cal/h	6 000 000	1 750 000	3 700 000
Aufheizung Reg.	Cal/h	5 800 000	4 850 000	13 100 000
Aufheizung Vorh.	Cal/h	0	700 000	1 400 000
Abstrahlung	Cal/h	500 000	400 000	600 000
Kühlerverlust	Cal/h	5 500 000	2 050 000	4 500 000
Aufzubringende Wärmemenge pro l to Bi	Cal/l to Bi	0	100 000	234 000
17 Vorheizer = 100%				
dto. für 5058 + 6434		57 000		

Handwritten signature

Siliciumsulfid

nach W. Lange, Essen: Untersuchungen über die Ursachen der Ansatzbildung bei der Vergasung und Verfeuerung von Steinkohlen¹⁾.

Außer bei Feuerungsanlagen wurden Absetzungen von Siliciumsulfiden auch in Rohrleitungen von Turbogeneratoren beobachtet. Es handelte sich um graue Beläge von folgender chemischer Zusammensetzung:

32 - 37 % Si
 0,5 - 1 % Fe
 3 - 4 % Al
 Spuren Alkalien + Erdalkalien
 10 % Sulfidschwefel
 0,5 % Sulfatschwefel.

Feuchtigkeit hatte H₂S-Geruch, größere Wassermengen starke H₂S-Entwicklung zur Folge. Glühen der Beläge im Sauerstoffstrom ergab im wesentlichen SiO₂.

Bei den Temperaturen der Feuerungen und Generatoren (1200-1500°) sind weder SiO₂ noch Si flüchtig bzw. haben geringen Dampfdruck. Silane sind unter den Bedingungen der Feuerung nicht beständig. Ebenso scheiden Siliciumhalogene aus.

Im Zusammenwirken von Kohlenstoff, Kieselsäure und Sulfidschwefel (Pyrit) entstehen unter Feuerungstemperaturen beständige Siliciumsulfide. Unter reduzierenden Bedingungen bilden sich klebrige, gelb bis braun gefärbte Beläge aus Monosulfid, SiS, vermischt mit bei 700° sublimierbarem kristallisiertem Disulfid SiS₂ und Flugstaub. Andere Beläge waren fest, darin war hauptsächlich Disulfid enthalten.

Die Bildung der Belagbildung kann durch Wasserdampfzugabe (SiS₂ + 2H₂O → SiO₂ + 2H₂S, lockere verteilte Kieselsäure!) und Oxydation (SiO₂ + SO₂) erfolgt.

Bildungsbedingungen der Siliciumsulfide im Einschmelzrohr:

Si amorph + S oder FeS bei 800°.
 Si kristall. + S oder FeS bei 1100 + 1200°.
 SiO₂ amorph + FeS + C bei 1400° (Strömungsversuch 1200-1300°).
 SiO₂ krist. keine Reaktion.

Siliciumdisulfid SiS₂:³⁾

Herstellung: Zusammenschmelzen von amorphem Silicium mit 3-facher Schwefelmenge bei Rotglut im Hessischen Tiegel. Sublimierbar (700°), farblose, seidenglanzende Nadeln. SiS₂ zersetzt sich an feuchter Luft zu SiO₂ und H₂S und geht beim Erhitzen mit Luft in SiO₂ und SO₂ über.

gez. Rank

1) Glückauf, 76, Nr. 30, 27. VII. 40, S. 410-413.

2) Siedepunkte 2600 bzw. 2400°

3) nach A. Hofmann Anorg. Chemie.

H. J. Simon

Colloquium - Referat am 3.12.43:

Neuere Ergebnisse auf dem Gebiet der Sulfide und Oxyde.

Die Arbeiten der letzten Jahrzehnte in der anorganischen Chemie waren dadurch gekennzeichnet, daß man sich mehr und mehr mit der Erforschung des festen Zustandes befaßt hat. Insbesondere ist die Neudurchforschung der verschiedenen Zwei- und Mehrstoffsysteme durch die Anwendung neuer physikalischer Methoden stark befruchtet worden. Früher war die Festlegung von Zustandsdiagrammen verhältnismäßig unsicher, da nur die präparative Methode einen Einblick gewährte. Seit mehreren Jahren sind vor allem vier physikalische Methoden, die Tensionsanalyse, die thermische Analyse, die röntgenographischen Untersuchungen und kalorimetrische Messungen, mit großem Erfolg zur Entscheidung der Existenzgebiete der Zwei- und Mehrphasensysteme herangezogen worden. Die vier Methoden seien daher kurz skizziert:

Bei der Tensionsanalyse, deren Ausbau wir vor allem W. Biltz und seiner Schule verdanken, mißt man über einer Phase den koexistenten Dampfdruck des einen Reaktionspartners in Abhängigkeit von der Temperatur.

Mit der thermischen Analyse gewinnt man Zeit-Schmelzkurven, die mit ihren Haltepunkten die Existenz der jeweiligen Phase kennzeichnen.

Die röntgenographischen Untersuchungen gestatten mit den verschiedenen Aufnahmemethoden zweierlei. Man kann einmal anhand von mehreren Aufnahmen das Existenzgebiet einer Phase eingrenzen und zum andern die Strukturauflösung, also die Bauprinzipien des festen Körpers erforschen.

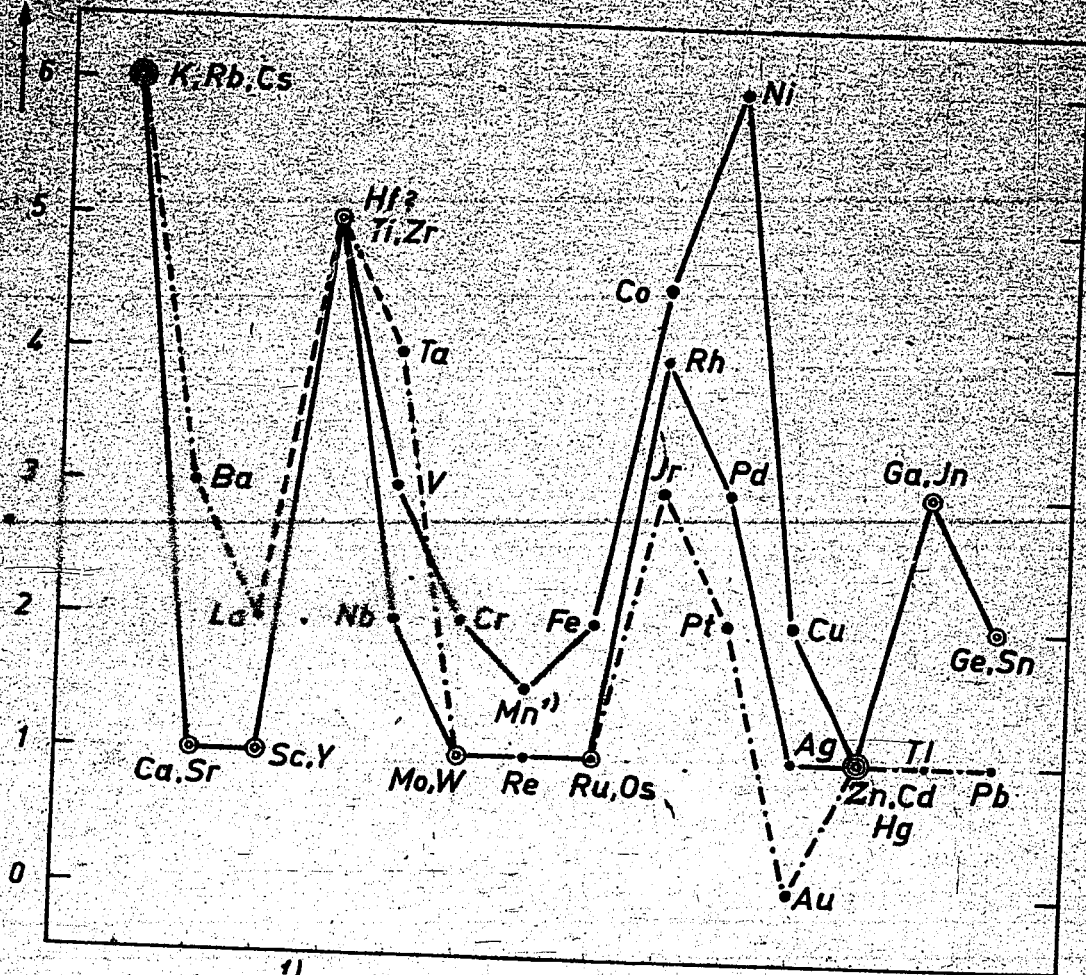
Die kalorimetrischen Messungen erlauben die Affinitätsverhältnisse in homologen Reihen zu vergleichen und damit Anhaltspunkte für die Stabilität der fraglichen Verbindungen zu gewinnen.

Wir wollen uns hier vor allem mit den Arbeiten auf dem Sulfid- und Oxydgebiet befassen, bei denen die Verhältnisse allerdings wesentlich verwickelter sind, als wir sie etwa von den Salzen her, z.B. den Halogeniden, gewöhnt sind. Für die Zusammenhänge hat Biltz folgende Darstellung gegeben: (siehe Seite 2, oben).

In diesem Diagramm ist angegeben, wieviel Schwefelverbindungen von jedem Element existieren. Man erhält so eine Kurve bestimmter Periodizität. Es sind jeweils die langen Perioden des K, Rb, Cs aufgetragen. Man sieht, daß die Anzahl der Verbindungen in dem hier betrachteten Bereich eine periodische Funktion der Gruppennummer des Systems ist, derart, daß jede lange Periode des Systems noch einmal periodisch unterteilt wird. Die Maxima liegen in der Gruppe I (Alkali), in Gruppe IV (C-Homologe) und in der Gruppe VIII. Bei der Gruppe I bedeuten die höchsten Werte, daß zahlreiche Verbindungen die Maximal-Elektrovalenzzahl überschreiten: es bilden sich Poly-Anionen-Verbindungen. Die Maxima in der Gruppe IV und VIII bedeuten, daß viele Verbindungen die Maximal-Elektrovalenzzahl unterschreiten; es entstehen Subverbindungen (Poly-Kationen-Verbindungen). Die Einzelheiten sind in der nächsten Tabelle der stabilen Sulfide zusammengetragen.

12/14/43

Zahl der Sulfide



¹⁾ 2 oder 1 → Ordnungszahl der Metalle

TiS ₃	VS ₄					
TiS ₂			(MnS ₂)	FeS ₂	CoS ₂	NiS ₂
Ti ₂ S ₃	V ₂ S ₃	Cr ₂ S ₃		FeS	Co ₅ S ₄	(Ni) ₃ S ₄
TiS	VS	CrS	MnS	FeS	CoS	(Ni) ₉ S ₈
Subsulfid					Co ₉ S ₈	NiS
					Co ₄ S ₃	Ni ₆ S ₅
						Ni ₄ S ₃
						Ni ₃ S ₂
ZrS ₃					Rh ₂ S ₅	
ZrS ₂		MoS ₂		RuS ₂		PdS ₂
Zr ₂ S ₃	Nb ₂ S ₃				Rh ₂ S ₃	
					Rh ₃ S ₄	
Zr ₄ S ₃	NbS				Rh ₉ S ₆	PdS
Zr ₃ S						Pd ₄ S
	Ta ₂ S ₃		(R ₂ S ₇)		Ir ₃ S ₈	
	Ta ₂ S ₂	WS ₂	ReS ₂	OsS ₂	IrS ₂	PtS ₂
	Zwei Sub-sulfide				Ir ₂ S ₃	
						PtS

Von besonderem Interesse ist für uns, daß in der Tabelle vor allem MoS₃ und WS₃ fehlen. Das hat aber seinen Grund darin, daß man MoS₃ und WS₃ als thermolabile Verbindungen auffassen muß. Sie gehören beide in die Klasse der Stoffe, die ihre Existenz lediglich dem Aufbau von Verbindungen höherer Ordnung verdanken. Denn beim Zersetzen von (NH₄)₂MoS₄ im Vakuum bei 130° entsteht ein amorphes Gebilde, das zwar die stöchiometrische Zusammensetzung von MoS₃ hat, während eine Synthese dieser beiden Verbindungen bisher noch nicht gelungen ist.

Die Plätze für schwefelarme Verbindungen bleiben bei V, Nb, Cr, Mo, W, Mn und Re frei, aber sie sind bei Ti, Zr einerseits und bei Co, Ni, R und Pd andererseits besetzt.

Die Zahl der beständigen Polysulfide nimmt in der linken Hälfte des periodischen Systems mit steigender Periodennummer zu, ist also in der Os-Periode am größten.

Ganz allgemein ergibt sich von den homologen Elementen der Hauptgruppen und Übergangereihen sind die leichteren durch die Beständigkeit x höherer Verbindungen ausgezeichnet. Bei den Elementen der ersten Nebengruppen ist es vielfach umgekehrt. Einige Beispiele mögen dies erläutern:

	Cr ₂ S ₃	CrS
MoS ₂	-	-
WS ₂	-	-

x) niederer, die schwereren durch die Beständigkeit.

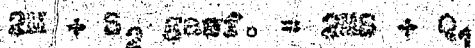
-	-	CoS ₂	-	CoS	Co ₉ S ₈	Co ₄ S ₃
-	Rh ₂ S ₅	-	Rh ₂ S ₃	-	Rh ₉ S ₈	-
Ir ₃ S ₈	-	IrS ₂	Ir ₂ S ₃	-	-	-

Es sei daran erinnert, daß wir bei den Salzen das gleiche Gesetz beobachten können. Bei den Fluoriden der Eisenhomologe existieren:

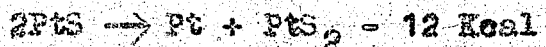
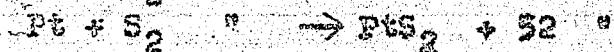
-	-	-	-	FeF ₃	FeF ₂
-	-	RuF ₅	-	-	-
OsF ₃	OsF ₆	-	OsF ₄	-	-

Die Annahme wird manchmal durchbrochen. Die Individualität eines Elementes äußert sich bisweilen auch entgegen der Regel wie in dem niedersten Pd₂S und wie beim Vanadin, wo man höhere Sulfide nicht erwarten sollte; in Wirklichkeit aber das seltene VS₄, das auch als Mineral (Patronit) vorkommt, auftritt.

Es drängt sich die Frage auf: Warum treten so viele Schwefelverbindungen auf? Aus kalorimetrischen Messungen, die wir vor allem Weibke verdanken, ergibt sich für das stabile Bestehen von niederen Verbindungen der Unterschied der Bildungswärmen der niederen Verbindungen und der höheren Verbindungen. Es sei:



Für $Q_2 > Q_1$ ist die Reaktionswärme einer Disproportionierung von Monosulfid in Metall und Disulfid positiv, der Vorgang wird demnach beim Einstellen eines tensionsanalytischen Gleichgewichtes erfolgen, ein Monosulfid wird nicht auftreten. Diese energetische Betrachtung würde das Fehlen einer stabilen OsS- oder RuS-Phase erklären. Für Platin gelten dagegen:



Eine Aufspaltung von PtS in Metall und Disulfid erfolgt demnach nicht. PtS tritt daher als stabiler Stoff im Zustandsdiagramm Platin-Sauerstoff auf.

Derartige Messungen sind aber bis heute nur an ganz wenigen Elementen durchgeführt.

Bezüglich der Kristallstruktur der Sulfide gibt die nächste Tabelle Auskunft.

In den Vertikalen:

$\left. \begin{matrix} \text{CaS} \\ \text{CrS} \\ \text{BaS} \end{matrix} \right\} \text{NaCl-Typ}$	$\left. \begin{matrix} \text{PbS}_2 \\ \text{ZnS}_2 \end{matrix} \right\} \text{CdI}_2\text{-Typ}$	$\left. \begin{matrix} \text{MoS}_2 \\ \text{WS}_2 \\ \text{ReS}_2 \end{matrix} \right\} \text{Hexagonales Schichtengitter}$	$\left. \begin{matrix} \text{FeS}_2 \\ \text{RuS}_2 \\ \text{OsS}_2 \end{matrix} \right\} \text{Pyrit-Typ}$	$\left. \begin{matrix} \text{CoS}_2 \\ \text{Rh}_2\text{S}_5 \\ \text{Ir}_2\text{S}_6 \end{matrix} \right\} \text{Pyrit-oder Pseudopyrit-Typ}$
	$\left. \begin{matrix} \text{PbS} \\ \text{PtS} \end{matrix} \right\} \text{Tetragonal}$			

In den Horizontalen:

	VS		CrS		FeS		CoS	NiS	CuS (NiAs-Typ)
					$\left. \begin{matrix} \text{FeS}_2 \\ \text{RuS}_2 \end{matrix} \right\}$		$\left. \begin{matrix} \text{CoS}_2 \\ \text{Rh}_2\text{S}_5 \end{matrix} \right\}$	$\left. \begin{matrix} \text{NiS}_2 \\ \text{Pyrit-Typ} \end{matrix} \right\}$	$\left. \begin{matrix} \text{Pyrit- bzw. Pseudopyrit-Typ} \end{matrix} \right\}$
$\left. \begin{matrix} \text{ErS}_2 \\ \text{TaS}_2 \\ \text{NbS} \\ \text{SbS} \\ \text{TeS}_2 \end{matrix} \right\}$		$\left. \begin{matrix} \text{MoS}_2 \\ \text{WS}_2 \\ \text{U}_2\text{S}_5 \end{matrix} \right\}$		$\left. \begin{matrix} \text{SnS}_2 \\ \text{ReS}_2 \\ \text{EuS (NaCl-Typ)} \end{matrix} \right\}$					$\left. \begin{matrix} \text{Hexagonales Schichtengitter, meist CdI}_2\text{-Typ} \end{matrix} \right\}$
		$\left. \begin{matrix} \text{HgS (Zinkblende-Typ)} \\ \text{U}_2\text{S}_5 \end{matrix} \right\}$							
		$\left. \begin{matrix} \text{U}_2\text{S}_5 \\ \text{US}_2 \end{matrix} \right\}$							

Bei den Strukturen finden sich zunächst die für Salze kennzeichnenden Gittertypen beim CaS, ZnS und GeS und in ihren Homologen. Bei den halbmetallischen Sulfiden herrschen die Schichtengitter- und die Pyrit-Typen vor.

Aus der nächsten Tabelle können wir bezgl. der Gesamtbildungswärmen folgendes entnehmen:

Gesamtbildungswärmen einiger Sulfide, bezogen auf 1 g-Atom
festen Schwefels in Kcal:

Nach $\frac{1}{2}M + \frac{2}{25} \text{ fest} = \frac{1}{2}MS_2 + Q_1$ bzw. $M+S \text{ fest} \rightarrow MS+Q_2$							
		MnS ₂ 23	FeS ₂ 22			NiS ₂ 13	
	MoS ₂ 25		RuS ₂ 21				
	WS ₂ 23	ReS ₂ 20	OsS ₂ 15		IrS ₂ 15	PtS ₂ 11	
Hochschmelz- bare Sulfide ←		MnS 45	FeS 23	CoS 20	NiS 17	CuS 12	ZnS 48
							CdS 35
					PdS 16		HgS 11
							PbS 23

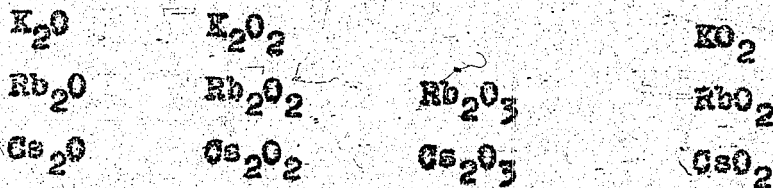
Bei den Doppelsulfiden und den Monosulfiden findet sich überall ein Absinken der Wärmebeträge bis zu den Nickel- und den Kupfergruppen. Di- rechts von der Kupfergruppe stehenden Metalle vereinigen sich aber im allgemeinen unter beträchtlicher Wärmeentwicklung mit Schwefel.

Der Unterschied zwischen salzartiger Bindung (MnS, ZnS) und halbmetallischer Bindung (FeS, CoS) wird hier sehr schroff. Außerlich fällt ja auch das Aussehen der Farbe nach auf: die salzartigen Sulfide sind durchweg hell gefärbt. Die Bildungswärmen der Monosulfide links von MnS sind nicht bekannt, wohl aber ihre Schmelzgebiete. Wie die nächste Zusammenstellung zeigt, geht aber die Schmelzbarkeit der Bildungswärmen symbat. Man darf also vielleicht aus den z.T. sehr hohen Schmelzpunkten von NiS, VS und CrS auf eine hohe Bildungswärme dieser Stoffe schließen:

Schmelzpunkte.

<u>NiS</u>	<u>VS</u>	<u>CrS</u>	<u>MnS</u>	<u>FeS</u>	<u>CoS</u>	<u>NiS</u>	<u>ZnS</u>
2 000°	1 900°	1 560°	1 600°	1 200°	1 135°	310°	1800°

Nach dieser summarischen Betrachtung der Sulfide erscheint die Frage der Elektronenbindung von besonderem Interesse. Damit komme ich aber in das Gebiet der Oxide, da der einzige Fall, in dem man wirklich Bescheid weiß, der der Polyoxyde ist. Bei den Alkali-oxiden sind die Verbindungen



bekannt.

Bei den Polyoxyden MO_2 lassen sich sowohl O_4^{-2} -Ionen als auch O_2^{-1} -Ionen annehmen. Eine Entscheidung über die Wertigkeitsverhältnisse konnte magnetochemisch nicht herbeigeführt werden. Dafür gab aber die Strukturklärung ein eindeutiges Bild. Die Verbindungen KO_2 und Homologe (früher als K_2O_4 bezeichnet) kristallisieren im CaC_2 -Typ. Die Maße der Elementarzellen sind folgende:

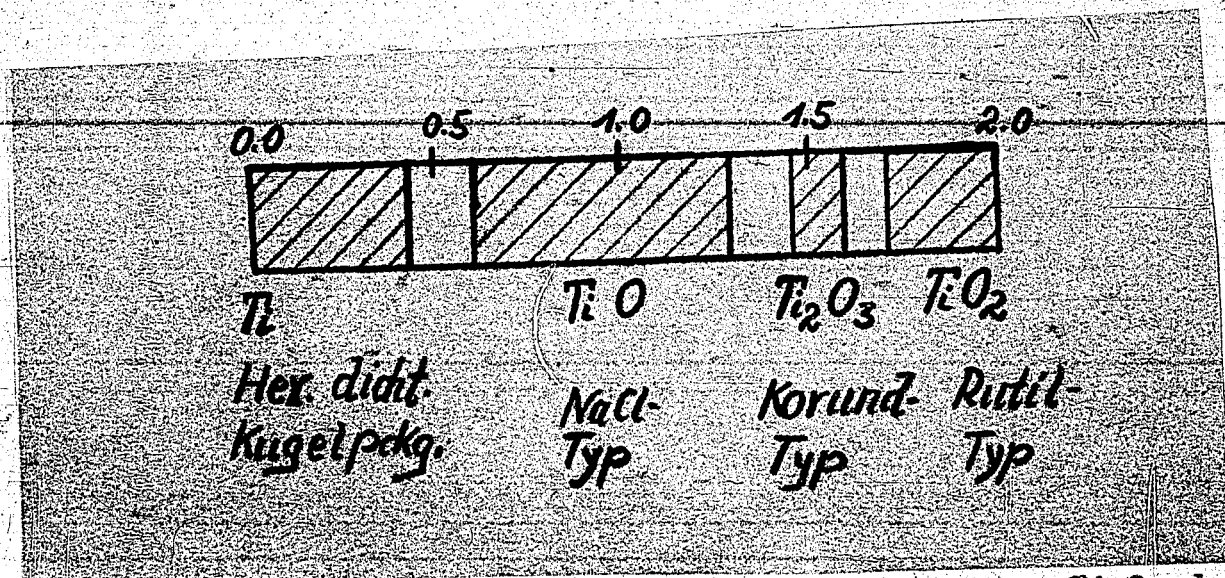
	a	c	O-O Abstand
KO_2	5,70 Å	5,72 Å	1,28 ± 0,007 Å
RbO_2	5,00 Å	7,03 Å	
CsO_2	5,28 Å	7,27 Å	

Damit ist die Frage bei den Polyoxyden entschieden: Es treten O_2^{-1} -Ionen auf. Bei den mittleren Oxyden werden neben O_2^{-2} -Ionen auch O_2^{-1} -Ionen gefunden. Die mittleren Oxyde bilden ein innenzentriertes, kubisches Gitter.

Die bei den Polyoxyden dargelegten Verhältnisse lassen sich auf die Verhältnisse bei den Polysulfiden nicht übertragen.

Bei den Oxyden fehlt bisher eine derartige Systematik, wie sie bei den Sulfiden gegeben war.

Wir sind von den Salzen her gewöhnt, bei den einzelnen Elementen in bestimmten Wertigkeiten zu denken. Dies trifft im allgemeinen auch für die Oxyde zu. Doch finden sich hier Beispiele, vor allem bei den Übergangselementen, die von den gewohnten Vorstellungen über den Aufbau salzartiger Verbindungen stark abweichen.



In der Abbildung sind die Phasenverhältnisse im System Ti-O_2 dargestellt, wie sie Paul Ehrlich gefunden hat. Charakteristisch sind die breiten Homogenitätsgebiete, besonders bei der TiO -Phase. Daneben fällt die hohe Löslichkeit des Sauerstoffs im metallischen Titan auf. Auch bei den anderen verwandten Metallen (Zr und Hf) wird eine ähnlich große Löslichkeit beobachtet und Klemm sieht darin den Grund,

warum gerade bei diesen Elementen die physikalischen Daten verschiedener Autoren sehr schlecht übereinstimmen.

Bei der TiO -Phase fällt weiter noch besonders auf: das Gitter, NaCl-Typ, ist außerordentlich lückenhaft besetzt, und es sind etwa $\frac{1}{6}$ Fehlstellen statistisch über das Gitter verteilt. Beim NbO geht die lückenhafte Besetzung sogar bis 25 % unter Ausbildung einer neuen Gitterstruktur. Die Gitterplätze sind nur zu 75 % besetzt. Brauer hat auch die übrigen Oxyde des Niobs untersucht; Es treten 3 Nb_2O_5 -Modifikationen auf, die verschiedene bisher noch nicht bekannte Kristallgitter besitzen. Sie werden als Tief- (T), Mittel- (M) und Hoch- (H) Temperaturform bezeichnet. Die Umwandlung ist einsinnig. Außerdem läßt sich ein NbO nachweisen, das im Rutiltyp kristallisiert. Dann existiert noch ein Nb_2O_3 (Korundtyp), und das schon erwähnte NbO . Die Nb-Oxyde sind alle voneinander durch heterogene Zustandsgebiete getrennt.

Beim Vanadin sind ähnlich interessante Verhältnisse. Das System $V-O$ geht vom kubisch raumzentrierten Vanadiummetall über die NaCl-Struktur des $VO_{0,9-1,5}$ zum V_2O_3 (Korundtyp) zum VO_2 (Rutiltyp) bis zum V_2O_5 , dessen Struktur noch fraglich ist. Bemerkenswert ist bei den Vanadinoxyden, daß kaum eine Abhängigkeit des Atomabstandes bei den jeweiligen Gittertypen vom Sauerstoffgehalt zu beobachten ist, mit einer Ausnahme, nämlich beim Vanadinmetall selbst.

Vanadinmetall löst Sauerstoff leicht bis zum $VO_{0,4}$. Dabei erleidet das kubisch raumzentrierte Gitter des Vanadins eine tetragonale Deformation, wobei keine Volumenkontraktion stattfindet, wie einige amerikanische Forscher früher behaupteten, sondern eine Volumenvergrößerung.

Beim $VO_{0,2}$ ist eine starke Flüchtigkeit besonders bemerkenswert.

Für die weitere Erforschung auf dem Oxydgebiet verspricht sich Klemm durch systematische Versuche über Mischkristallbildung bei Oxyden besondere Fortschritte. Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß die Oxydgitter z.T. eine starke Indifferenz gegen die Ladung der Ionen besitzen. So fand Zintl bei den Doppeloxyden Li_2TiO_2 , Na_2CeO_2 , Na_2PrO_2 NaCl-Struktur. Dabei bleiben die Kationengitter im allgemeinen bestreut, während die Anionengitter eine lückenhafte Besetzung aufweisen.

Glemser hat in neuerer Zeit die Verhältnisse bei Wolfram untersucht. Danach treten beim Wolfram die Oxyde WO_2 , W_4O_{11} und WO_3 auf. WO_2 kristallisiert tetragonal, WO_3 triklin, während beim W_4O_{11} die Struktur noch nicht festgelegt werden konnte. Ich möchte an dieser Stelle auf diese Arbeit nicht näher eingehen, da ich darüber erst kürzlich ein ausführliches Referat niedergelegt habe (21 6401 vom 26. 6. 43).

Bei der thermischen Untersuchung von hochschmelzenden Stoffen sind interessante Befunde bezüglich der Flüchtigkeit der niederen Oxyde bekannt geworden.

So konnten Zintl und W. Biltz SiO , AlO und GeO nachweisen. Es sind noch eine Reihe weiterer solcher flüchtiger Subverbindungen gefunden worden. Paul Ehrlich fand ein TiS von großer Flüchtigkeit, und auch bei Titan sowie beim Vanadin wird große Flüchtigkeit beim Sauerstoffindex 0,2 beobachtet.

Das Wesentliche zur Klärung der Flüchtigkeit hat Biltz hervorgehoben: Durch Anlagerung der Nichtmetallatome werden die Gitterkräfte der Metalle gelockert und die Flüchtigkeit steigt, vorausgesetzt, daß wenig Nichtmetall eingelagert wird. Bei weiterer Einlagerung treten

dann die elektrostatischen Ionenkräfte in den Vordergrund und die Flüchtigkeit sinkt wieder ab.

Auf das Verhalten dieser interessanten leichtflüchtigen Stoffe sei beim SiO näher eingegangen, da hier das meiste Material vorliegt.

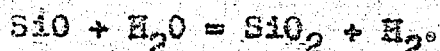
Bei der technischen Destillation von Al-Si-Legierungen wurde die Flüchtigkeit von Si beobachtet. Später konnten Gramont und Watteville die Existenz von SiO aus Bandenspektren wahrscheinlich machen. Bonnhöfer hat dann 1928 im Absorptionsspektrum SiO-Dampf bei der Reduktion von SiO₂ mit Kohle oberhalb 1 500° nachgewiesen. Im übrigen hat schon Potter behauptet, daß das SiO vorteilhaft für Mal- und Anstrichfarben verwendet werden soll, während Flusin SiO als Isoliermaterial empfiehlt. W. Bilz bestätigte die Flüchtigkeit des Siliciumdioxids unter reduzierenden Bedingungen bei hoher Temperatur.

Zintl hat dann bei langsamer Reduktion im Hochvakuum die Reaktion geklärt: $\text{SiO}_2 + \text{Si} = 2\text{SiO}$ bei 1 450°.

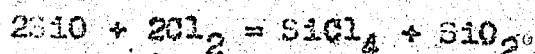
Die Beschaffenheit des SiO ist von der Art der Kondensation abhängig. Bei rascher Kühlung erhält man ein feines, hellbraunes Pulver, bei langsamer Kühlung an warmen Flächen bekommt man braunschwarzes, sprödes, hartes Glas bzw. Häute. Das Pulver zeigt röntgenographisch keine Interferenzen, hat aber die genaue Zusammensetzung SiO. Das Glas gibt Andeutungen vom Si-Gitter, sodaß die Verbindung thermolabil erscheint und eine Disproportionierung nach der Gleichung $2\text{SiO} = \text{SiO}_2 + \text{Si}$ bei gewöhnlicher Temperatur anzunehmen ist. Als besondere Eigenschaft ist die leichte Brennbarkeit zu erwähnen (Pyrophor).

Der Vollständigkeit halber seien einige Reaktionen des SiO erwähnt:

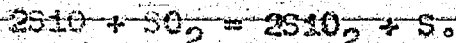
Aus Wasser macht SiO bei etwa 400° Wasserstoff frei nach der Gleichung



Mit Chlor reagiert es bei 800°:

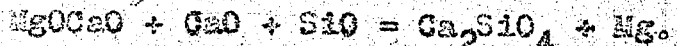


Ebenfalls bei über 600° findet Reduktion von Schwefeldioxyd statt:



Bemerkenswert ist das starke Reduktionsvermögen bei hoher Temperatur.

Man kann es zur Magnesiumdarstellung aus Dolomit benutzen: der gebrannte Dolomit reagiert unter Zuschlag von gebranntem Kalk nach der Gleichung



Die Ausbeute beträgt 99 % der Theorie. Auf die gleiche Weise läßt sich Zink darstellen.

Bisher waren die Elemente Bor und Niob sowie Vanadin nur sehr schwer sauerstofffrei darzustellen. Dies gelingt jetzt glatt dadurch, daß man im Hochvakuum die sauerstoffhaltigen Elemente auf 1 400 bis 1 500° erhitzt, wobei dann die leichtflüchtigen Suboxyde weggehen. So hat Zintl zum ersten Mal 99,1 %iges Bor dargestellt.

gez. Wittmann

Berücksichtigte Literatur:

Z. physik. Chemie, Abt. A, 189, 10 (1941) (W. Biltz) (Sulfide und ihre Häufigkeit)

Z. Elektrochem.-angew. phys. Chemie, 45, 362 (1939) (P. Ehrlich)

Naturwiss., 26, 188 (1939) (W. Biltz) (SiO)

Die Chemie, 54, 320 (1941) (W. Biltz: Sulfide und ihre Häufigkeit)

<u>Z. anorg. Chemie</u> , 250, 42	(1942)	(Klemm)	(VO)
234, 97	(1937)	(Biltz)	(Flüchtigkeit)
247, 53	(1941)	(Ehrlich)	(O ₂ am Ti)
245, 8	(1940)	(Zintl)	(BeO)
243, 1	(1940)	(Zintl)	(SiO)
234, 97	(1937)	(Biltz)	(TiS ₂)
241, 324	(1939)	(Biltz)	(VS ₄)
226, 362	(1936)	(Klemm)	(VS ₄)
225, 273	(1935)	(Klemm)	(polyoxyde)
241, 97	(1939)	(Klemm)	"
242, 201	(1939)	(Klemm)	(Rb ₂ O ₃)
241, 280	(1939)	(Klemm)	(Polysulfide)
248, 1	(1941)	(Brauer)	(NbO)
245, 26	(1940)	(Zintl)	(Ba ₂ GeO ₃)
242, 78	(1939)	(Zintl)	(Anionengetter)
248, 167	(1941)	(Klemm)	(LaOF ₃)
225, 362	(1936)	(Klemm)	(VS _{3,78})
190, 130		(Biltz)	

Z. Kristallogr. Min. Petrog., Abt. A, 92, 139 (1935), (Kordes.) (I. ...)

AF

H. Simon
Hygieneinst
Köln

Gleichgewichtsberechnungen für Arsen-Verbindungen
und Folgerungen für die Hydratierung in Bräun.

Für eine Reihe von Umsetzungen von Arsen und Arsenverbindungen mit Wasserstoff wird die Lage des thermodynamischen Gleichgewichtes nach der Bernstischen Näherungsformel berechnet (vgl. anhängende Tabelle). Demnach ist unter Hydratierungsbedingungen (250 atm H_2 -Partialdruck, Temperaturen bis 500°) nur mit dem Auftreten von elementarem As oder As_2S_3 zu rechnen, während As_2O_3 , As_2S_5 und insbesondere auch AsH_3 thermodynamisch nicht stabil sind.

Das Auftreten von Arsen in der Bräun-Sumpphase könnte man sich nach den Berechnungen sowie nach den sonstigen bekannten Eigenschaften der As-Verbindungen etwa so erklären, daß bei der Schwelung metallisches Arsen oder Arsensulfid flüchtig ist. Diese Stoffe, die im Öl suspendiert oder evtl. auch chemisch gebunden (z.B. an Basen) vorliegen, werden in der Vorheizung ausgeflockt, wobei sich das As_2S_3 schon bei so tiefen Temperaturen abscheiden kann, daß es noch nicht oder nur unvollständig zum Metall reduziert wird.

Es muß damit gerechnet werden, daß das Arsen aus der Vorheizung weitergeschleppt wird, sei es, daß es durch Zufälligkeiten von der Wand wieder mitgerissen wird oder daß es sich überhaupt nur unvollständig ausscheidet, und daß es in den Ofen selbst und weiter in den Abstreifer gelangt, da es bei den Ofentemperaturen bereits eine erhebliche Flüchtigkeit besitzt. Die Flüchtigkeit von Arsen und seinen Verbindungen gibt die folgende Tabelle wieder; As_2S_3 besitzt ungefähr die Flüchtigkeit von As, während As_2S_5 etwas weniger flüchtig ist.

Dampfdrucke

Temp. °C	As ₄		As ₂ O ₃	
	p in mm	g/ebm Gas von 300 atm 1)	p in mm	g/ebm Gas von 300 atm 1)
260			18	0,14
307			111	0,6
350			etwa 400)	extra 2,5
400	6	0,04	" 1000)	po- 4
470	28	0,2	" 5000)	liert 19
500	65	0,4	" 6000)	22
616	760	5		

1) Bezogen auf 1 ebm von 15° und 735 mm, der sich bei 300 atm und der angegebenen Temperatur mit As_4 bzw. As_2O_3 sättigt.

gez. Reitz

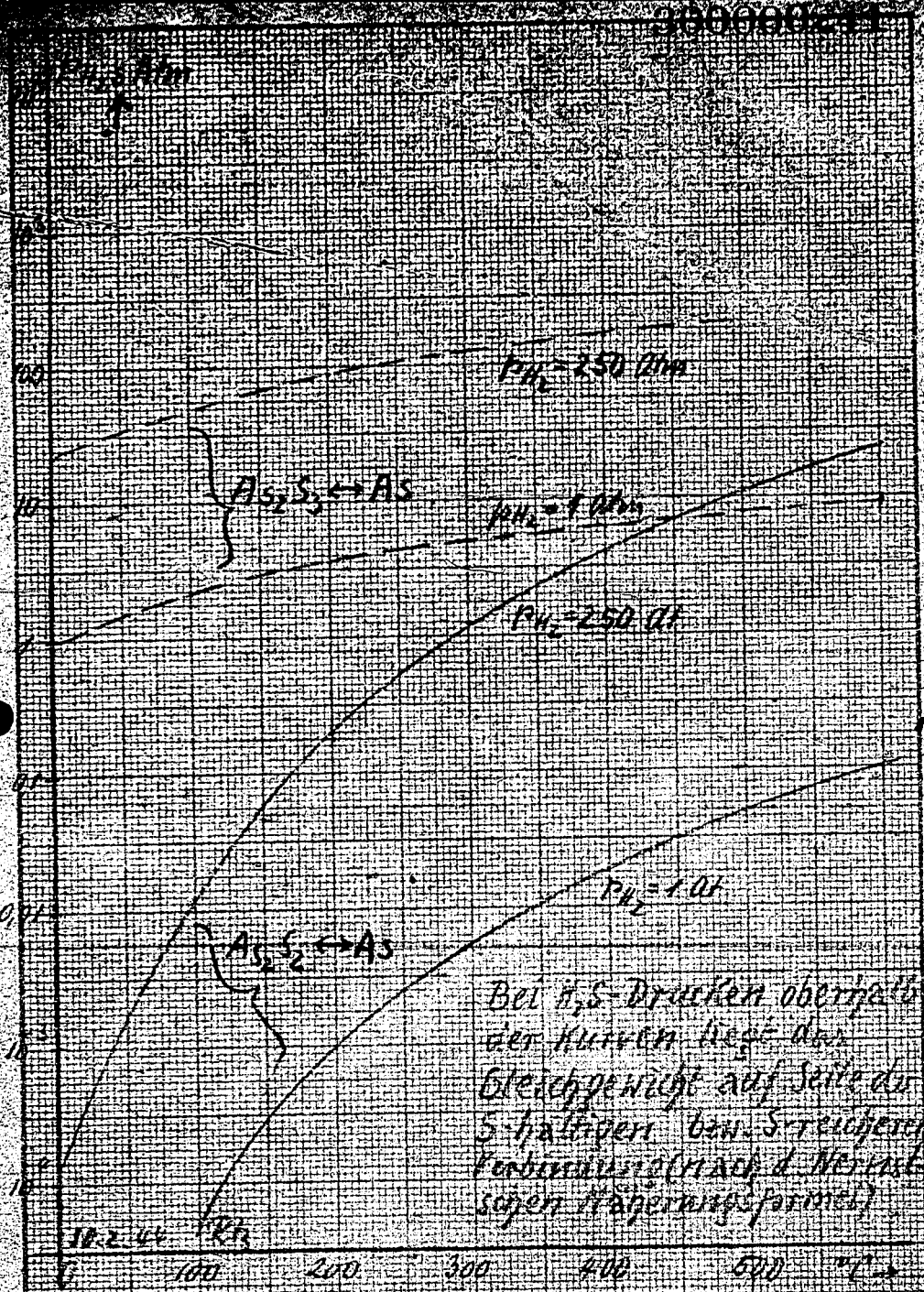
H. Simon

Tabelle.

Lage der thermodynamischen Gleichgewichte für einige Umsetzungen von As und As-Verbindungen
(nach der Nernstschen Näherungsformel berechnet).

1	Reaktion	Kp	log Kp 1)	Kp 300°C	Kp 500°C	bei p _{H₂} = 250 atm	
						300°C	500°C
1	$\text{As}_2\text{O}_3 + 3 \text{H}_2 = 2 \text{As} + 3 \text{H}_2\text{O}$	$p_{\text{H}_2} / p_{\text{H}_2\text{O}}$	$-1410/T - 2,0$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$p_{\text{H}_2\text{O}} = 10^7$	$2 \cdot 10^6$
2	$\text{As}_2\text{O}_3 + 6 \text{H}_2 = 2 \text{AsH}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$	$p_{\text{H}_2}^3 / (p_{\text{AsH}_3} \cdot p_{\text{H}_2\text{O}}^{3/2})$	$+7440/T + 0,88 \log T - 3,6$	$6 \cdot 10^{-11}$	$3 \cdot 10^8$	$p_{\text{H}_2} = p_{\text{AsH}_3} = 5 \cdot 10^{-5}$	0,05
3	$\text{As}_2\text{S}_3 + 3 \text{H}_2 = 2 \text{As} + 3 \text{H}_2\text{S}$	$p_{\text{H}_2} / p_{\text{H}_2\text{S}}$	$394/T - 1,4$	0,2	0,12	$p_{\text{H}_2\text{S}} = 1000$	2000
4	$\text{As}_2\text{S}_3 + 6 \text{H}_2 = 2 \text{AsH}_3 + 3 \text{H}_2\text{S}$	$p_{\text{H}_2}^3 / (p_{\text{AsH}_3} \cdot p_{\text{H}_2\text{S}}^{3/2})$	$10100/T + 0,88 \log T - 2,7$	$2,5 \cdot 10^{17}$	$8 \cdot 10^{12}$	$p_{\text{H}_2\text{S}} = 1; p_{\text{AsH}_3} = 5 \cdot 10^{-9}$	$2 \cdot 10^{-6}$
						$p_{\text{H}_2\text{S}} = 0,01; p_{\text{AsH}_3} = 5 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-3}$
5	$\text{As}_2\text{S}_2 + 2 \text{H}_2 = 2 \text{As} + 2 \text{H}_2\text{S}$	$p_{\text{H}_2} / p_{\text{H}_2\text{S}}$	$2110/T - 1,4$	200	20	$p_{\text{H}_2\text{S}} = 1$	12
6	$2 \text{As} + 3 \text{H}_2 = 2 \text{AsH}_3$	$p_{\text{H}_2}^{3/2} / p_{\text{AsH}_3}$	$9550/T + 0,88 \log T - 0,6$	$3 \cdot 10^{18}$	$2 \cdot 10^{14}$	$p_{\text{AsH}_3} \sim 10^{-15}$	$2 \cdot 10^{-11}$
7	$\text{As}_2\text{O}_3 + 3 \text{H}_2\text{S} = \text{As}_2\text{S}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$	$p_{\text{H}_2\text{S}} / p_{\text{H}_2\text{O}}$	$-1820/T - 0,6$	$2 \cdot 10^{-4}$	10^{-3}	$p_{\text{H}_2\text{O}} = 5 \cdot 10^3 \cdot p_{\text{H}_2\text{S}}$	$p_{\text{H}_2\text{O}} = 10^3 p_{\text{H}_2\text{S}}$

1) Unter Annahme folgender Bildungswärmen in kcal/Mol für die Bildung aus den Elementen (nach Bichowsky und Rossini): As_2S_3 fest 20; As_2S_2 fest 28,9; As_2O_3 fest 154,1; AsH_3 gas - 43,6; H_2O gas 57,8; H_2S gas 4,8 und folgender Werte für die chemischen Konstanten: AsH_3 3,0; H_2O 3,6; H_2 1,6; H_2S 3,0.



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

Arsensulfidgleichgewichte

DIN-Format: A5 T (148 X 210 mm)

400000242

Bag 1928

30/4.03

IV Engine Tests

on Isooctane

Technischer Prüfstand Oppau

Kraftstoff-Erprobung Nr. 273

det. Bl. ... 18/5

400000243

1928
**Untersuchung des Klopfverhaltens
nach dem Überladeverfahren**



**I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
LUDWIGSHAFEN AM RHEIN**

400000244

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh.

Technischer Prüfstand Oppau

Kraftstoffprüfung Nr. 273

Betreff: Untersuchung der Überladbarkeit von ET 110, T 52 und AT 244 in Mischung mit Aromatenkraftstoff CV2b im BMW 132 Einzylinder.

Vom Technischen Prüfstand war im Überlademotor in Übereinstimmung mit den gefundenen Oktanzahlen wiederholt festgestellt worden, dass AT 244 unvermischt und in Mischung mit anderen Flugkraftstoffen an das ET 110 bzw. T 52 nicht herankommt.

Bei der folgenden Untersuchung sollte ermittelt werden, wieviel Prozent AT 244 in Mischung mit Aromatenkraftstoff CV2b mehr benötigt werden als bei ET 110 bzw. T 52, um die gleiche Klopfgrenzkurve zu erhalten.

Für die Untersuchungen wurden die ET 110 -, T 52- und AT 244 - Proben verwendet, die vom Ammoniakwerk Merseburg für die Ringversuche zwecks Feststellung der AT 244 - Qualität im Vergleich zum ET 110 und T 52 dem Technischen Prüfstand zugegangen waren. (Vgl. Schreiben vom Ammoniakwerk Merseburg, 30.6.42)

Die Analysendaten der drei Proben ET 110, T 52 und AT 244 sind in der folgenden Aufstellung wiedergegeben:

Abgeschlossen am: 4. September 1942 Gr.

Bearbeiter: Dipl. Ing. Witschakowski

Die vorliegende Ausfertigung enthält

3 Textblätter

1 Bildblätter

Verteiler

Nr.	am	Empfänger	Nr.	am	Empfänger
1		Herrn Dir. Dr. Müller-Cunrad			
2		Herrn Obering. Penzig			
3		Herrn DI. Witschakowski			
4		Techn. Prüfstand			

Dieser Bericht ist unser Eigentum, alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Der Inhalt darf weder im Ganzen noch in Einzelheiten vervielfältigt oder dritten Personen ohne unsere ausdrückliche Genehmigung mitgeteilt werden.

400000245

Kraftstoffprobe Nr. 273 des Techn. Prüfstandes Oppau, Seite 2

	AT 244 Leuna	T 52 Scholven	ET 110 Leuna
Siedebeginn	94,0°	95,0°	94,0°
5 cm ³	98,0	100,0	97,0
15 "	101,5	105,5	101,0
25 "	104,0	107,5	102,5
35 "	105,0	108,0	103,5
45 "	107,0	108,5	105,5
55 "	108,5	112,0	107,0
65 "	110,5	116,5	109,0
75 "	112,0	127,0	117,5
85 "	117,0	174,0	131,0
95 "	137,0	188,0	148,0
Sieende	190,0	196,0	188,5
Nachlauf	0,6 cm ³	0,8 cm ³	0,4 cm ³
Rückstand	0,6 cm ³	1,4 cm ³	1,0 cm ³
Dichte bei 20°	0,7068	0,7092	0,7072
Dampfdruck nach Reid	0,151	0,147	0,150
Glasschalentest	2,8	3,0	3,2
Oktanzahl Motor-Methode	95,0	97,5	97,0

Danach weisen ET 110 und T 52 gegenüber dem AT 244 eine 2 - 2,5 Einheiten höhere Oktanzahl auf.

Auf Grund der früher gefundenen Klopfgrenzkurven wurden zunächst folgende drei Mischungen, mit 0,12 Vol-% BTA verbleit, angesetzt und deren Motor-Oktanzahlen bestimmt.

Mischung	Motor-Oktanzahl
CV2b-RLM + AT 244, 80 : 20 Vol-%	92,7
CV2b-RLM + ET 110, 85 : 15 Vol-%	91,8
CV2b-RLM + T 52, 85 : 15 Vol-%	91,7

Da die Mischung mit 20% AT 244 einen um eine Motor-Oktanzahl höheren Wert ergab, wurde der ET 110 -, bzw. T 52 - Zusatz auf 16% erhöht, um annähernd die gleiche Oktanzahl zu erhalten.

Kraftstoffprüfung Nr. 273 des Techn. Prüfstandes Oppav., Seite 3

Die mit diesen drei neuen Mischungen an BMW 132 Einzylinder-Überlademotor unter den vorgeschriebenen Untersuchungsbedingungen, Verdichtungsverhältnis 1 : 6,5, Drehzahl 1600 U/min, Zündzeitpunkt 30° v.o.T. und Ladelufttemperatur 130°C aufgenommenen Klopfgrenzkurven sind in dem Schaublatt TPrS.2442 zusammengestellt. Bei der Durchführung der Versuche wurde der Überlademotor vorher genau überprüft, um eindeutige Ergebnisse zu erhalten. Dass der Überlademotor in einwandfreiem Zustand war, beweist das Untersuchungsergebnis. Die Versuchspunkte von allen drei Proben liegen mit ganz geringer Streuung auf einem einzigen Kurvenzug. Daraus kann gefolgert werden, dass in der Mischung mit CV2b 4 Vol-% AT 244 mehr erforderlich sind, als bei ET 110- bzw. T 52-Zusatz.

Die gleiche Bewertung wurde auch im I.G.-Prüfmotor erhalten, wie die folgende Aufstellung zeigt:

Mischung	Motor-Oktananzahl	Res.-Oktananzahl
CV2b-RLM + ET 110, 84:16 Vol-%	90,9	102,2
CV2b-RLM + T 52, 84:16 Vol-%	91,1	102,5
CV2b-RLM + AT 244, 80:20 Vol-%	90,7	102,0

Techn. Prüfstand Oppau

Blatt

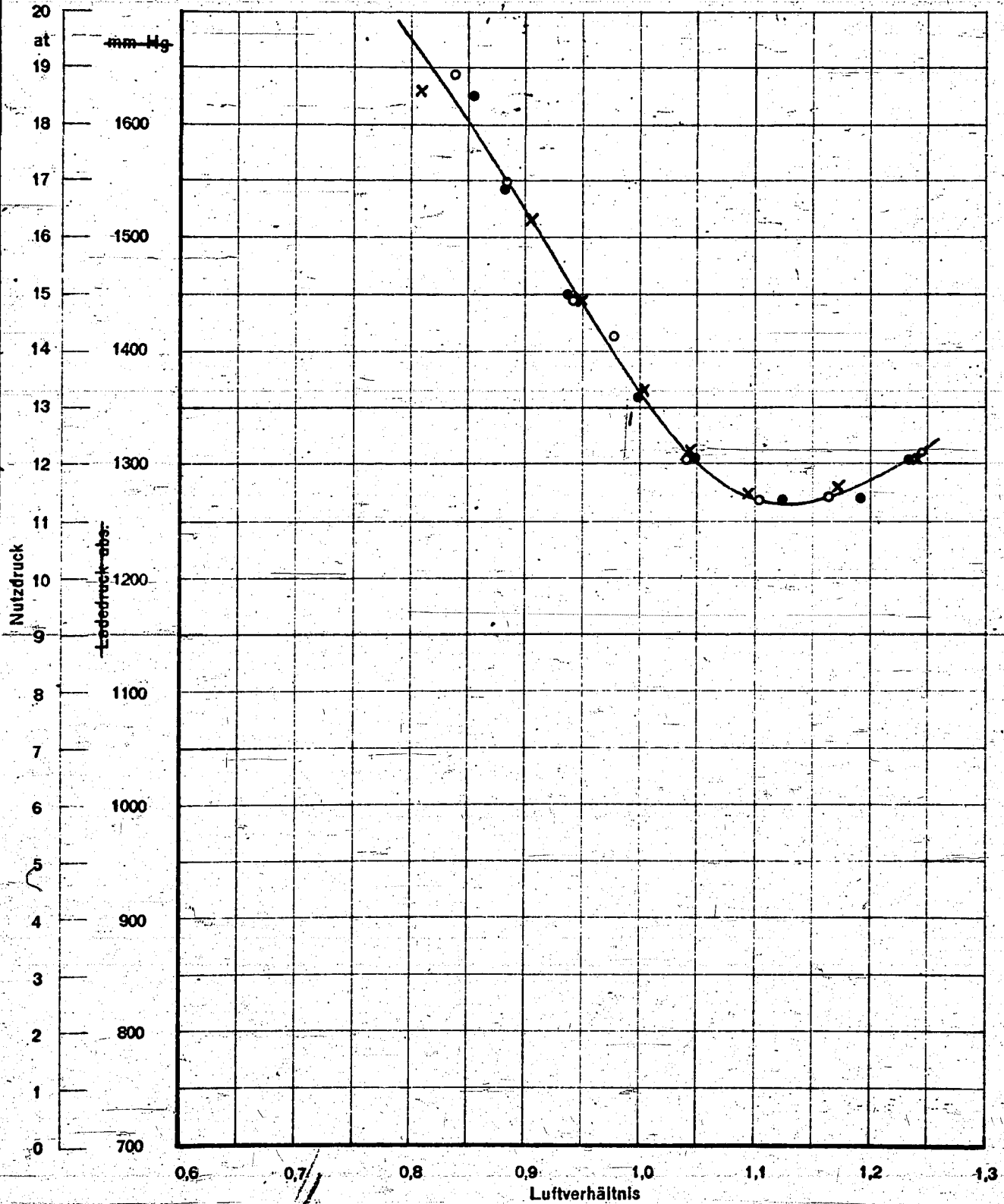
Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 N Verdichtungsverhältnis: 1:6,5

Motornummer: _____ Ladelufttemperatur: 738 °C

Versuchstag: 3. 9. 42 Zündzeitpunkt: 30 v. o. T.

- | | |
|---|--------------------------|
| 1. Prüfkraftstoff: <u>CV2b + ET 110 (Br. 2615) 84:16 vol. %</u> | Versuch Nr.: <u>84</u> ● |
| 2. Prüfkraftstoff: <u>CV2b + AT 244 (Br. 2614) 80:20 vol. %</u> | Versuch Nr.: <u>85</u> ○ |
| 3. Prüfkraftstoff: <u>CV2b + T-52 (Br. 2617) 84:16 vol. %</u> | Versuch Nr.: <u>86</u> x |
| 4. Prüfkraftstoff: _____ | Versuch Nr.: _____ |



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rh.
Tag 4. 9. 42 Name _____

zur Kraftstoffprüfung Nr. 273v. 4. 9. 42
Urheberrechtsschutz nach DIN 34

T.Pr.S.2442

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 N Verdichtungsverhältnis: 1:6,5

Motornummer: _____ Ladelufttemperatur: 130°C

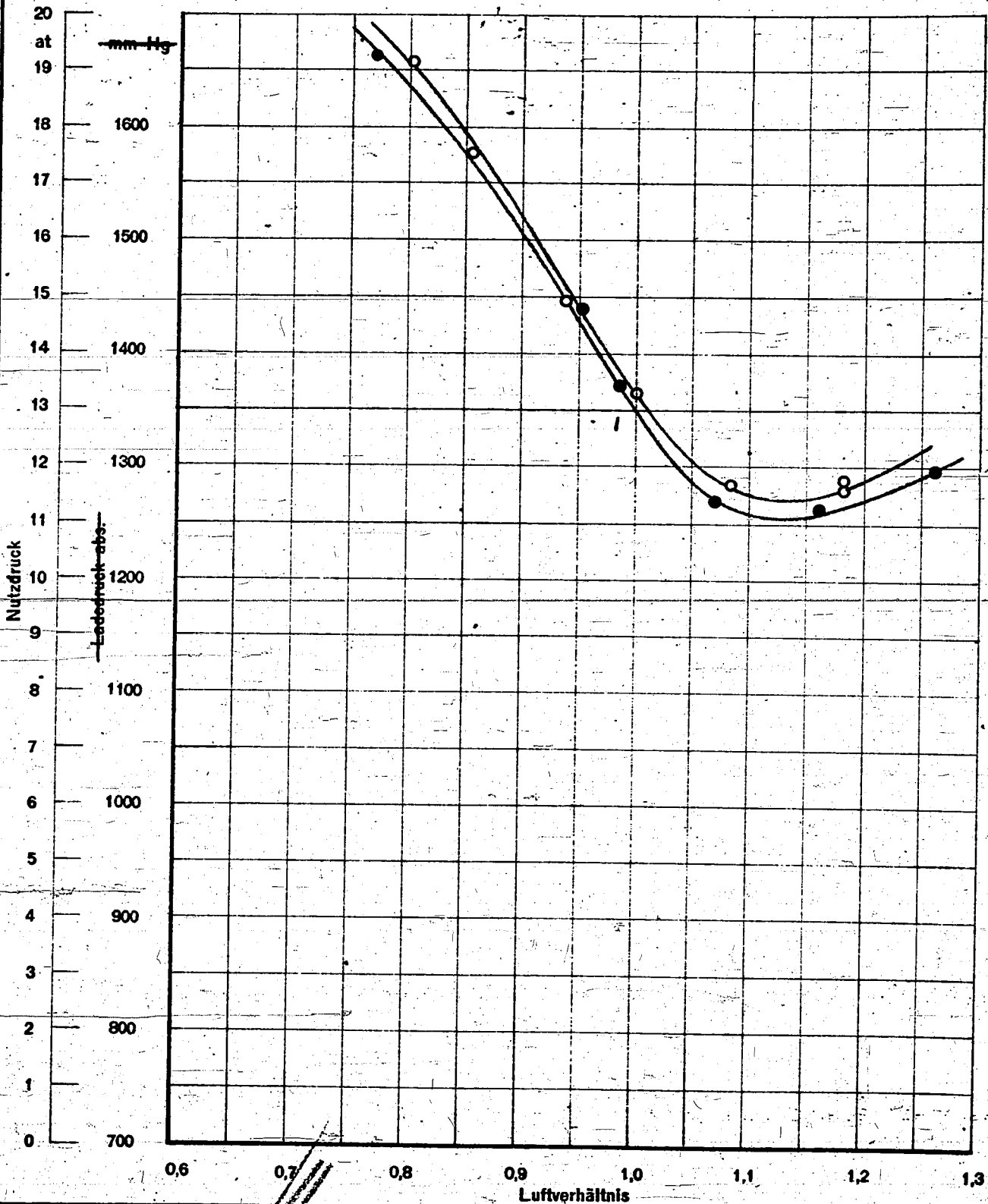
Versuchstag: 4. 9. 42 Zündzeitpunkt: 30 °v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: CV2b + ET110 (Br. 2615) 88:12 vol. % Versuch Nr.: 90 ●

2. Prüfkraftstoff: CV2b + AT244 (Br. 2614) 80:20 vol. % Versuch Nr.: 91 ○

3. Prüfkraftstoff: _____ Versuch Nr.: _____

4. Prüfkraftstoff: _____ Versuch Nr.: _____



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rh.
Tag 5. 9. 42 Name _____

zur Kraftstoffprüfung Nr. 273 v. 4. 9. 42
Urheberrechtsschutz nach DIN 34

T. Pr. S. 2447

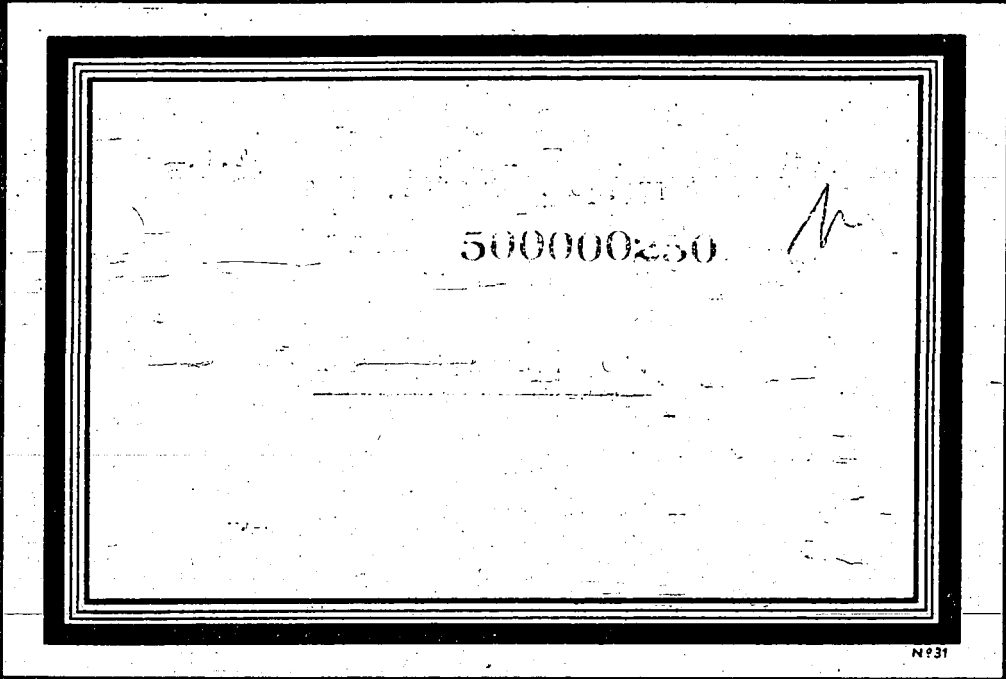
500000249

Bag 1928

Target 30/4.03

I Rich mixture

Blending agents



500000250

[Handwritten signature]

№31

500000251

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN/RHEIN

Technischer Prüfstand Oppau

Kurzbericht Nr. 304

über

den Einfluss von Aromaten-, Naphten-, Ather- und Alkohol-
zusätzen zu einem Grundbenzin auf die Überladbarkeit.

Abgeschlossen am 19. Februar 1941.

Bearbeiter: Dipl. Ing. Witschakowski

Die vorliegende Ausfertigung enthält
11 Blätter, davon 5 Schaublätter und
1 Zahlentabelle.

Verteiler:

1. Herrn Dir. Dr. Müller-Gunradi,
2. Herrn Dr. Ertel,
3. Herrn Dipl. Ing. Panzig,
4. Herrn Dipl. Ing. Witschakowski,
5. Herrn Ing. Singer,
6. Herrn Dr. Dehn.

Einfluss von Aromaten-, Naphthen-, Äther- und Alkohol-
zusätzen zu einem Grundbenzin auf die Überladbarkeit.

Nach dem Überladeverfahren wurden am BAW 132 Nr.4, Op.472, bei einem Verdichtungsverhältnis von 1:6,5 und 130° Ladelufttemperatur die Klopfgrenzkurven für VT 702 bei 20 Vol.-% Zusatz folgender hochklopffester Kraftstoffe ermittelt:

- 1.) Aromaten,
Flugbenzol,
Toluol,
Mesitylen,
Diäthylbenzol,
- 2.) Naphthen,
Cyclohexan,
- 3.) Äther,
Isopropyläther,
- 4.) Alkohole,
Methyl- und
Äthyl-Alkohol,

Als Vergleichskraftstoffe wurden VT 702, VT 705 und VT 702 + ET 100 (80:20 Vol.-%) gewählt. Sämtliche Kraftstoffe waren, wenn nicht anders vermerkt, mit 0,12 Vol.-% BTA verbleit.

Die Versuchsergebnisse sind in den Schaublättern TPr.S. 1017, 1023, 1024, 1025 und in einer Zahlentabelle zusammengestellt.

Bekanntlich ergeben sämtliche nach dem Überladeverfahren ermittelten Klopfgrenzkurven einen Minimalwert im Luftüberschussgebiet (etwa bei $\lambda = 1,15$, entsprechend 15% Luftüberschuss) und einen Maximalwert im Kraftstoffüberschussgebiet (etwa bei $\lambda = 0,8$) für den Arbeitsdruck p_{me} an der Klopfgrenze.

Für die Grösse des minimalen Arbeitsdrucks $p_{me\min}$ in at gibt

die Motoroktanzahl einen gewissen Anhaltspunkt.

Bildet man weiter die Differenz aus maximalem und minimalem Arbeitsdruck $\Delta p_{me} = p_{me,max} - p_{me,min}$, so ist dieser Wert ein Mass für die Empfindlichkeit eines Kraftstoffes hinsichtlich Klopfverhalten bei Änderung des Kraftstoffluftgemisches (Änderung der Luftüberschusszahl λ). Ein für einen untersuchten Kraftstoff gefundener ^{hoher} Δp_{me} -Wert bedeutet also, dass das Klopfverhalten dieses Kraftstoffes sehr stark von der Änderung des Kraftstoffluftgemisches abhängig ist.

In der Zahlentabelle sind neben den Werten für $p_{me,min}$ und Δp_{me} auch noch die Motoroktanzahl der Mischungen, die Siedepunkte bezw. Siedekennziffern und die spez. Gewichte der reinen Stoffe angegeben.

1. Versuchsreihe TPr. S. 1025:

Auf Schaublatt TPr. S. 1025 sind die Klopfgrenzkurven von VT 702 mit Zusätzen verschiedener Aromaten wiedergegeben. Nach dem Verlauf der Klopfgrenzkurven zu urteilen, verhält sich das Diäthylbenzol am günstigsten, es folgen das Mesitylen, das Tolnol und das Flugbenzol. Die gleiche Reihenfolge ergibt sich, wenn man die $p_{me,min}$ -Werte, die Motoroktanzahlen und die Siedepunkte miteinander vergleicht.

Das Klopfverhalten vor allem des Mesitylens ist sehr stark vom Kraftstoffluftgemisch abhängig, wie der hohe Δp_{me} -Wert mit 6,8 at beweist. Allgemein ergaben sämtliche untersuchten Aromatenzusätze hohe Δp_{me} -Werte, denn für das vergleichsweise herangezogene ET 100 wurde nur ein Δp_{me} -Wert von 3,4 at ermittelt. Zu erwähnen wäre noch, dass ET 100 und Diäthylbenzol, obwohl für beide stark unterschiedliche $p_{me,min}$ und Δp_{me} -Werte gemessen wurden, ^{etwa} die gleiche Motoroktanzahl aufweisen.

+) s. Schaublatt TPr. S. 1045

2. Versuchsreihe TPr.S.1017:

Ein Vergleich zwischen Cyclohexan, einem naphthenischen Kraftstoff, und ET 100 zeigt, dass beide etwa die gleiche Oktanzahl besitzen, obwohl der $p_{me_{min}}$ -Wert für Cyclohexan nur 9 at gegenüber 9,6 at bei ET 100 beträgt. Ausserdem ist das Cyclohexan hinsichtlich Klopfverhalten bei Änderung der Luftüberschusszahl viel empfindlicher als ET 100, wie eine Gegenüberstellung der beiden Δp_{me} -Werte (5,7 at gegenüber 3,4 at) sofort erkennen lässt.

3. Versuchsreihe TPr.S.1024:

Beim Isopropyläther entspricht einer höheren Oktanzahl von 94,5 auch ein grösserer $p_{me_{min}}$ -Wert von 10,8 at, während das vergleichsweise angeführte ET 100 mit einer OZ von 91,5 nur einen $p_{me_{min}}$ -Wert von 9,6 erreicht. Da beide Kraftstoffe sich hinsichtlich ihrer Δp_{me} -Werte nicht unterscheiden, ist der Isopropyläther-Zusatz dem von ET 100 in diesem Fall überlegen. Die Klopfgrenzkurve von Isopropyläther ist also etwa parallel zu der von ET 100 nach oben verschoben.

4. Versuchsreihe TPr.S.1023:

Bei dieser Versuchsreihe wurde in der Mischung VT 702 + ET 100 das ET 100 durch je einen der beiden Alkohole Methylalkohol und Äthylalkohol ersetzt. Wie das Schaublatt TPr.S.1023 zeigt, liegt die Klopfgrenzkurve bei Methanol höher als bei ET 100, die entsprechenden $p_{me_{min}}$ -Werte und Δp_{me} -Werte sind für Methanol 10,1 bzw. 4,3 at, für ET 100 9,6 bzw. 3,4 at. Wider alles Erwarten wird durch den Äthylalkoholzusatz die Klopfgrenzkurve von VT 702 + ET 100 bei weitem nicht erreicht, nicht einmal im Vergleich zu der Klopfgrenzkurve des verbleiten Grundbenzins. VT 702 ist eine merkbare Verbesserung eingetreten. Um eine etwaige irrtige Beurteilung auszuschalten, wurden diese Versuche mit unverbleiten Alkohol-

50000255

zusätzen wiederholt. Der Bleigehalt dieser Mischungen sank dabei auf 0,096 Vol.% BTA. Auch die Wiederholung dieser Versuche ergab die gleichen Resultate. Um diese Fragen einwandfrei zu klären, soll nochmals eine Versuchsreihe mit Mischungen aus 80 Vol.% unverbleitem VT 702 oder VT 705 und 20 Vol.% unverbleiten Alkoholzusätzen gefahren werden, da das abweichende Verhalten des Äthylalkohols möglicherweise mit dem Bleizusatz zusammenhängt.

Perij
W. B. K. K. K.

zusätzen wiederholt. Der Bleigehalt dieser Mischungen sank dabei auf 0,096 Vol.-% BTA. Auch die Wiederholung dieser Versuche ergab die gleichen Resultate. Um diese Fragen einwandfrei zu klären, soll nochmals eine Versuchsreihe mit Mischungen aus 80 Vol.-% unverbleitem VT 702 oder VT 705 und 20 Vol.-% unverbleiten Alkoholzusätzen gefahren werden, da das abweichende Verhalten des Äthylalkohols möglicherweise mit dem Bleizusatz zusammenhängt.

Perj

W. D. H. K. K.

500000256

Zahlen-Tabelle der untersuchten Kraftstoffmischungen
sämtl. mit 0,12 Vol.-% BTA

	1) spez. Gew.	1) Siedepunkt	2) Siedekenn- ziffer	MOZ ⁺)	$p_{me, min}$	Δp_{me}
VT 702	0,72		95	87	8,6	3,1
VT 705	0,74		102	88	8,9	4,1
ET 100	0,7	100	125	91,5	9,6	3,4
Flugbenzol	0,88	80	95	88	9,0	5,0
Toluol	0,89	110	110	88,5	9,4	5,5
Mesitylen	0,86	165	165	90	9,6	6,8
Diäthylbenzol	0,85	181		90,5	10,5	4,9
Cyclohexan	0,78	80	80	92	9,0	5,7
Isopropyläther	0,74		60	94,5	10,8	3,4
Methanol ⁺⁺⁾	0,79	64		90,5	10,1	4,3
Äthanol	0,79	78		91,5	8,9	3,1

⁺) MOZ der Mischung

⁺⁺⁾) Dem VT 702 - Methanol-Gemisch wurde 1,3% Isobuthylalkohol zugesetzt, um einer Entmischung vorzubeugen.

- 1) Der chemisch reinen Stoffe
- 2) Der untersuchten Stoffe

Techn. Prüfstand
Dresden

Blatt 1
2. Versuch

Klopfgrenzkurven

Verdichtungsverhältnis 1:1,5 Ladelufttemperatur 430°C

Motortyp BMW 132 Motor Nr. 4 Bau Dp 27,6

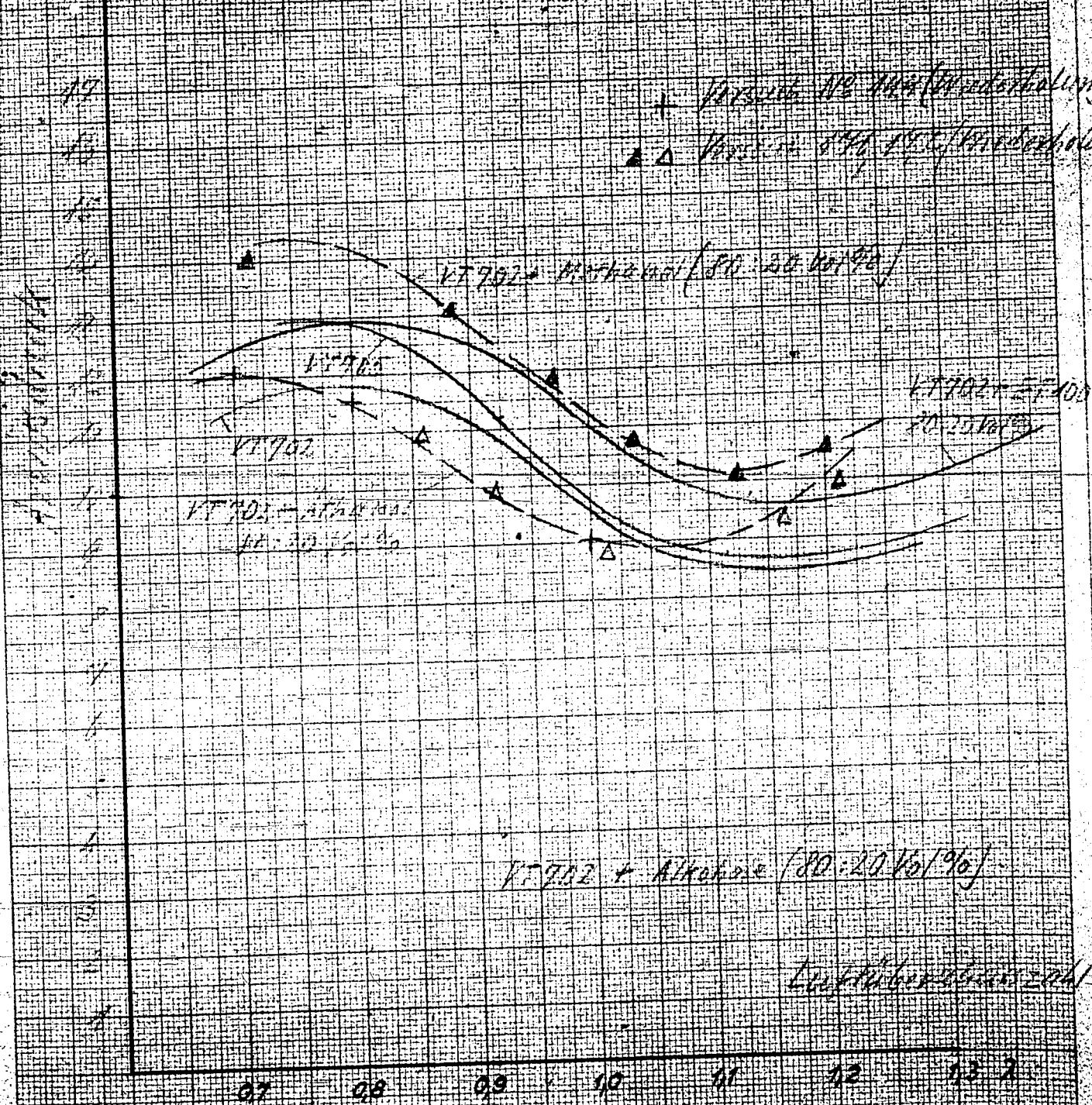
Probe: Alkohole + VT 702 20:80 Vol-%
" Phosphor + VT 702 25:75 Vol-%
" " " " " " " "

Vers. Nr. 132, 134, 144, 146

Versuch 132, 134, 144, 146 mit 90% Vol-% BFA
Versuch 132, 134 mit 100% Vol-% BFA
Alkohole + BFA werden nicht verbrennt

Werte

x Versuch 132, 144 (Verdichtungsverhältnis)
Δ Versuch 134, 146 (Verdichtungsverhältnis)



Techn. Prüfstand
10000

500000259

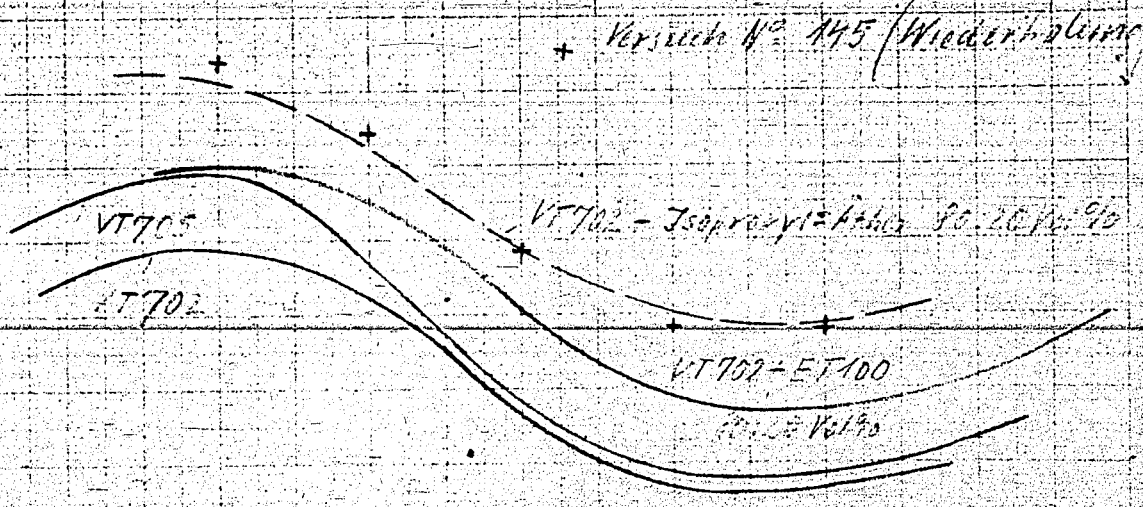
Blatt 3

Klopfgrenzkurven

Verdichtungsverhältnis 1:6,5 Ladelufttemperatur 130°C

Motortyp BMW 132 Motor Nr. 4 Bau Op. 472

Probe: Isopropyl-Ather + VT 702 20% 80 Vol. % Vers. Nr. 1024



Arbeitsvermögen
17
16
15
14
13
12
11
10
9
8
7
6
5
4
3
2
1

Luftüberdruckszahl
0.7 0.8 0.9 1.0 1.1 1.2 1.3

Techn. Prüfstand
Oppau

500000260

Blatt 1

Z. Kurzbericht

Klopfgrenzkurven

Verdichtungsverhältnis 1:6,5 Ladelufttemperatur 130 °C

Motortyp BMW 132 Motor Nr. 4 Bau Op 472

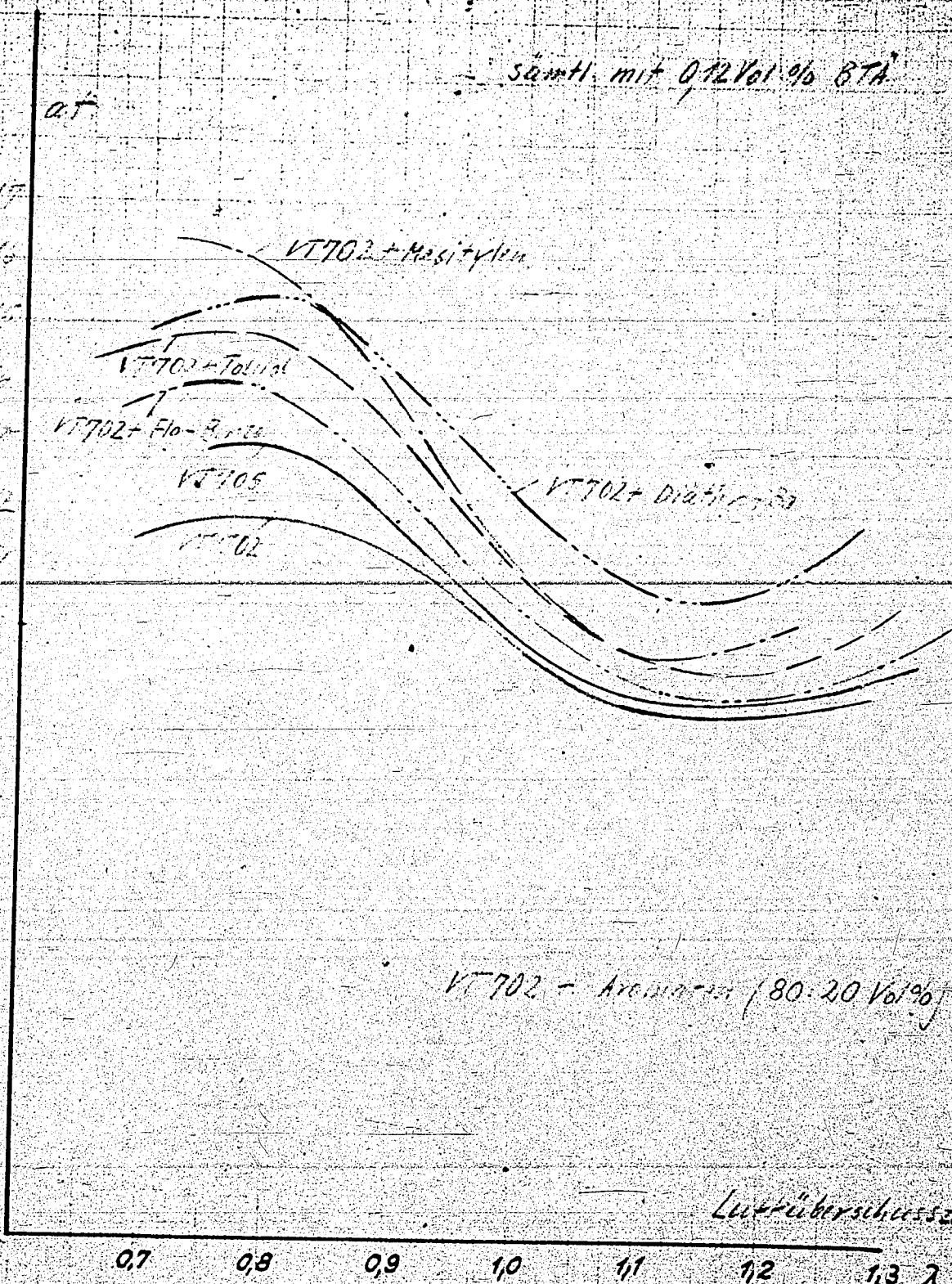
Probe: Mesitylen + VT 702 20:80 Vol %
" Diäthyl-Benzol + " " "
" Toluol + " " "
" Flo-Benzol + " " "

Vers. Nr. 128
" " 128
" " 126
" " 124

sämtl. mit 0,12 Vol % BTA

pmc at

17
16
15
14
13
12
11
10
9
8
7
6
5
4
3
2
1



VT 702 - Aromaten (80:20 Vol %)

Luftüberschusszahl

0,7 0,8 0,9 1,0 1,1 1,2 1,3 λ

Deutscher Reichsbank
Papier

500000000

Werte in Abhängigkeit
von der Motor-Umdrehzahl



- + Aromaten
- Δ Cyclohexan
- Isopropyläther
- Alkohole
- ▲ ET 100

600000262

BAG No 1925

Target 30/4.03

VI Quality of Fischer
Tropsek petrol

Ammoniaklaboratorium Oppau

Herrn Dr. G. Müller-Linsade
z. B.

600000263

44

Journalauszug Nr.:
vom 14. April 1938.

169

Jan. W. Rufe
- - Müller Wg
- - Jan. Rufe
- - Korum G

Dr. W. M ü n c h .

Über das Klopfverhalten von Fischergas-Polymerbenzin.

600000264

Über das Klopfverhalten von Fischergas-Polymerbenzin.

M. B. Kiepel
Zur Erläuterung der Tabelle 1) (vergl. Anhang) mögen die folgenden Ausführungen und Schlußfolgerungen dienen:

Die Bleiempfindlichkeit - ausgedrückt in der Steigerung der Oktanzahlen bei Zusatz von 0,1 % Bleitetraäthyl (abgekürzt "Pb") ¹⁾ - ist bei dem nichthydrierten Polymerbenzin mit 5,0 MOZ- (Steigerung von 82,5 auf 87,5) und 8,5 ROZ-Einheiten (Steigerung von 96,5 auf 105,0) wesentlich geringer als bei dem aufhydrierten Produkt mit 16,5 MOZ- (Steigerung von 77,0 auf 93,5) und allerdings nur 16,5 ROZ-Einheiten (Steigerung von 74,5 auf 91,0); die durch die Aufhydrierung bedingte Herabsetzung der Oktanzahlen wird aber ziemlich weitgehend wieder durch die höhere Bleiempfindlichkeit des aufhydrierten Benzins ausgeglichen, so daß im Endeffekt eine Verbesserung der Klopfestigkeit resultiert, die durch Aufhydrierung und Blei-Zusatz immer noch + 6 MOZ-Einheiten (Steigerung von 87,5 auf 93,5) ausmacht, während - in ROZ-Einheiten ausgedrückt - allerdings sogar eine Verschlechterung um 14 ROZ-Einheiten (Herabsetzung von 105,0 auf 91,0) eintritt. Das heißt mit anderen Worten, daß das Polymerbenzin (abgekürzt "Pobi") ²⁾ durch Aufhydrieren und gleichzeitigen Zusatz von "Pb" für seine Verwendung als Fliegerbenzin - auch besonders hinsichtlich der durch die Aufhydrierung bewirkten Verbesserung der Lagerbeständigkeit - verbessert wird, daß aber für seine Verwendung als Autobenzin - wofür die Oktanzahlen nach der Research-Methode einen Maßstab darstellen - die Hydrierung sich trotz des Zusatzes von "Pb" bezüglich der Klopfestigkeit ungünstig auswirkt. Ferner zeigt sich bei allen Versuchen mit Blei-Zusatz auch hier die bekannte Erscheinung, daß die ersten Zusätze von 0,025 % "Pb" relativ die größte Oktanzahl-Steigerung bewirken, während die größeren Mengen von 0,05 und 0,1 %

1) Bleitetraäthyl: Abk. = Pb

2) Polymerbenzin: Abk. = Pobi

eine zunehmend kleiner werdende zusätzliche Steigerung im Gefolge haben.

Die durch Zusätze gleicher Mengen "Pb" bewirkten Erhöhungen der Motor- und Research-Oktanzahlen bei Mischungen aus "Pobi" einerseits und gewöhnlichen Benzinsorten andererseits werden um so größer, je weniger klopfest das Benzin ist, wie folgende Tabelle 2 klar erkennen läßt. Bei allen Beispielen jedoch erweist sich ein Zusatz von "Pb" hinsichtlich der Klopfwertverbesserung als günstig.

Tabelle 2

Vers. Nr.	Spalte Zusammensetzg. d. Proben	1	2	3	4	5	6
		MOZ	Probe +0,1% Pb MOZ	Steigerung in MOZ-Einh.	ROZ	Probe +0,1% Pb ROZ	Steigerung in ROZ-Einh.
1 2	Pobi	82,5	87,5	5,0	96,5	105,0	8,5
	" aufhydriert	77,0	<u>93,5</u>	16,5	74,5	91,0	16,5
3	25% Pobi + 75% Leuna-Benzin (MOZ = 61,0; ROZ = 62,5)	71,0	86,0	15,0	74,5	89,5	15,0
4		25% Pobi aufhydriert + 75% Leuna-Benzin	64,0	83,5	19,5	65,0	83,5
5	25% Pobi + 75% Ubstädter-Benzin (MOZ = 42,5; ROZ = 41,5)	62,0	81,0	19,0	63,0	82,4	19,4
6		25% Pobi aufhydriert + 75% Ubstädter-Benzin	49,5	76,5	27,0	50,5	76,0
7	25% Pobi + 75% Brabag-Benzin (MOZ = 42,0; ROZ = 42,0)	60,5	79,0	18,5	60,5	84,5	24,0
8		25% Pobi aufhydriert + 75% Brabag-Benzin	53,0	76,5	23,5	50,5	78,0

In Spalte 2 und 5 zeigt der Vergleich der Oktanzahlen der Gemische mit aufhydriertem "Pobi" mit jeweils den zugehörigen Zahlen der Mischungen mit nichthydriertem Pobi, daß nur bei dem unvermischten aufhydrierten und mit Pb-Zusatz versehenen "Pobi" die Motor-Oktanzahl (93,5) über derjenigen des entsprechenden nicht aufhydrierten

Produktes (87,5) liegt, während bei allen anderen Vergleichspaaren die Oktanzahlen der Produkte mit aufhydriertem Polymerbenzin tiefer liegen. Hieraus ergibt sich die Folgerung, daß für die Verbesserung der Klopfestigkeit von Benzinsorten mit niedrigeren Oktanzahlen in Gegenwart von Bleitetraäthyl nur das nicht aufhydrierte oder allenfalls ein partiell hydriertes "Pobi" in Frage kommt.

Die Mischungsverhältnisse 25:75, sowie 50:50 und 75:25 Vol% entsprechen einer Steigerung der zugesetzten Menge "Pobi" bei Beziehung auf ein und dieselbe Menge gewöhnliches Benzin im Verhältnis 1:3:9; die hierdurch erzielten Steigerungen der Motor- und Research-Oktanzahlen sind in Tabelle 3 angeführt. Die stärkste Klopfwertverbesserung wird analog den Versuchen mit Bleizusatz stets mit den ersten 25 Vol% Zusatz von nichthydriertem "Pobi" erzielt. Die mit Zusätzen von hydriertem "Pobi" erreichten Steigerungen der Oktanzahlen folgen nicht dieser Regel und liegen meist ziemlich beträchtlich unter den entsprechenden Zahlen, die mit Zusätzen von nichthydriertem "Pobi" erzielt werden.

Tabelle 3

Vers. Nr.	Zusammensetzg. d. Mischgg.	Steigerg. d. Oktanzahlen b. Verw. von			
		nichthydr. "Pobi"		hydr. "Pobi"	
		MOZ-	ROZ-	MOZ-	ROZ-Einh.
1	25 Vol% Pobi+75 Vol% Leuna-Benzin	10,0	12,0	3,0	2,5
2	50 " " +50 " " "	5,0	10,0	4,5	3,0
3	75 " " +25 " " "	4,0	7,5	5,0	3,0
4	25 " " +75 " Ubstadter-Benzin	19,5	21,5	7,0	9,0
5	50 " " +50 " " "	15,5	14,5	9,0	7,5
6	75 " " +25 " " "	2,0	12,5	9,0	8,0
7	25 " " +75 " Brabag-Benzin	18,5	18,5	11,0	8,5
8	50 " " +50 " " "	10,0	14,0	7,5	8,5
9	75 " " +25 " " "	7,5	13,0	8,0	8,0

Wenn eine Verbesserung von gewöhnlichen Benzinsorten allein durch "Pobi" ohne "Pb"-Zusatz erwünscht ist, dann kommt ebenfalls nur nicht hydriertes "Pobi" in Frage, wie das auch deutlich ein Vergleich der Blending-Werte (siehe Tab.1, Versuch 5, 9 und 10) bei Zusätzen von nicht hydriertem und aufhydriertem "Pobi" erkennen läßt. Die erforderliche Lagerbeständigkeit muß in solchen Fällen unter Umständen durch Inhibitoren bewirkt werden.

Die Menge des "Pobi"-Zusatzes dürfte nach Tabelle 3 für hochwertigeres Benzin, wie z.B. für Leuna-Benzin mit der MOZ = 61,0, bei einem Mischungsverhältnis von 1 Teil "Pobi" + 3 Teile Leuna-Benzin (MOZ-Steigerung von 10 Einheiten) wirtschaftlich am günstigsten liegen, weil ein höherer Zusatz, wie z.B. von 3 Vol.Tl. "Pobi" auf 3 Vol.Tl. Leuna-Benzin trotz der 3 - fachen Zusatzmenge zur Verbesserung der gleichen Menge Leuna-Benzin nach Versuch 2 nur eine zusätzliche Klopfwertverbesserung von 5 Einheiten bewirkt, was dem 6. Teil der Klopfwertverbesserung - ausgedrückt in MOZ-Einheiten - entspricht, die man erhalten müßte, wenn die Oktanzahl-Steigerung proportional dem "Pobi"-Zusatz wäre. Hierdurch soll aber keinesfalls zum Ausdruck gebracht werden, daß bezüglich der motorischen Leistungssteigerung eine Mischung von 3 Vol.Tl. "Pobi" mit 3 Vol.Tl. Leuna-Benzin nur die Hälfte an zusätzlicher Leistungsverbesserung von derjenigen einer Mischung von 1 Vol.Tl. "Pobi" mit 3 Vol.Tl. Leuna-Benzin bewirkt, weil bekanntlich eine Oktanzahl-Steigerung von z.B. 80 auf 90 Einheiten eine höhere Leistungssteigerung bei voller Ausnutzung der Klopfestigkeit des Benzins im Gefolge hat als eine rein zahlenmäßig gleichgroße Erhöhung von z.B. 70 auf 80 Einheiten.

Bei einem schlechteren Benzin hingegen, wie z.B. bei Ubstädter-Benzin (MOZ = 42,5), verursacht eine Zugabe von 1 Vol.Tl. "Pobi" zu 3 Vol.Tl. Ubstädter-Benzin eine Heraufsetzung der MOZ von 42,5 auf 62,0 und ein Zusatz von 3 Vol.Tl. "Pobi" zu 3 Vol.Tl. Ubstädter-Benzin eine weitere Verbesserung von 62,0 auf 77,5, während bei den gleichen Mischungsverhältnissen mit Leuna-Benzin die Steigerung von 61 über 71 nur auf 76 erfolgt, so daß hiernach bei dem schlechteren Benzin durch die relativ starke Erhöhung der MOZ in der 2. Mischungsstufe ein Mischungsverhältnis von 3:3 Vol.Tl. wirtschaftlich eher tragbar erscheint. Da bei jeder Benzinsorte die Verhältnisse anders gelagert sein dürften, kann für den Einzelfall eine Entscheidung über das günstigste Mischungsverhältnis,

das auch von einer Reihe anderer Faktoren, wie Mengen der vorhandenen Mischungskomponenten, Verwendungszweck, Absatzmöglichkeit usw. bestimmt wird, nur nach Berücksichtigung aller Momente gefällt werden.

Besonders günstig liegen die Umstände, wenn außer "Pobi" auch noch ein Zusatz "Pb" gestattet ist. Während nach Tabelle 2) bei reinem "Pobi" ein Zusatz von 0,1% "Pb" die MOZ nur von 82,5 auf 87,5 steigert, kann nach Versuch 3) noch mit einer Mischung von 1 Vol.Tl. "Pobi" zu 3 Vol.Tl. Leuna-Benzin eine Erhöhung der MOZ von 71,0 auf 86,0 erzielt und damit ein Fliegerbenzin von beinahe derselben Oktanzahl wie das aus reinem "Pobi" (87,5), jedoch nach den bisher aus der USA-Literatur bekannt gewordenen Ergebnissen von höchst wahrscheinlich wesentlich besserer Lagerbeständigkeit erreicht werden. Mit anderen Worten heißt das, daß man eine gegebene Menge Fischergas-Polymerbenzin (mit 0,1% "Pb") mit Leuna-Benzin auf das 4fache Volumen strecken kann, ohne die Klopfestigkeit dieser Mischung (mit 0,1% "Pb") nennenswert zu verschlechtern. Bei dem Mischungsverhältnis 2:2 wird durch den gleichen Pb-Zusatz vermutlich die MOZ von 90,0 noch überschritten; dasselbe gilt sogar für das schlechte Ubstädter-Benzin.

Für das zur Zeit noch nicht lagerbeständige Benzin nach der Fischersynthese (=Brabag-Benzin), bei dem in wenigen Monaten ein Abfall der MOZ von 55 auf 38 eintrat, kann man vorläufig noch keine sicheren Angaben machen.

Die zu der vorstehenden Arbeit benutzten Kraftstoffe haben den Siedebereich der Auto-Benzine; so siedet z.B. das Polymerbenzin (ASTM-Analyse) bei 68-202°C. Legt man zur Gewinnung eines besonders hochwertigen Fliegerbenzins - etwa für Jagdflugzeuge - jedoch das Fliegerbenzin "Leuna 2" (Siedebereich 52-136°C und MOZ = 68,5) statt gewöhnliches Leuna-Benzin (MOZ = 61,0) den Mischversuchen mit einem Pobi vom gleichen Siedebereich zu Grunde, so ist nach den zur Zeit noch laufenden Versuchen und nach der folgenden Vergleichstabelle⁽⁴⁾ mit einer weiteren Steigerung der Oktanzahlen zu rechnen.

Tabelle 4.

	M O Z	Nach Zusatz von + 0,10 % "Pb" M O Z
1a) Ubstadter-Benzin	42,5	ca. 74
b) 25 Vol.% Pobi + 75 Vol.% Ubstadter Benzin	62,0	81,0
c) 50 " " + 50 " " " "	72,5	-
2a) Leuna-Benzin 5058	61,0	80,0
b) 25 Vol.% Pobi + 75 Vol.% Leuna-Benzin 5058	71,0	86,0
c) 50 " " + 50 " " " 5058	76,0	(> 90)
3a) Fliegerbenzin "Leuna 2"	68,5	85,0

In absehbarer Zeit werden nach Errichtung der geplanten Anlagen auch in Deutschland so große Mengen Polymerbenzin zur Verfügung stehen, daß z.B. bereits durch das Fischergas-Polymerbenzin allein die Rohstoffbasis sowohl für das gewöhnliche Fliegerbenzin von der Motor-Oktanzahl 87, auf welches zur Zeit die meisten Flugmotoren in Europa eingestellt sind, als auch für ein besonders hochwertiges Fliegerbenzin zu militärischen Zwecken beträchtlich erweitert wird. -

Die in der Anlage beigelegten Kurvenblätter 1-9 geben die in der Tabelle 1) zusammengestellten Oktanzahlen in ihren gegenseitigen Beziehungen besonders übersichtlich wieder und zwar:

- Blatt 1) Oktanzahlen nach der "Research"-Methode für alle Mischungsverhältnisse im Bereich von z.B. 100 Volum-Teilen Leuna-Benzin und 0 Vol.Tl. Pobi bis zu 0 Vol. Tl. Leuna-Benzin und 100 Vol.Tl. Pobi und zwar entsprechend auch für Mischungen von Pobi einerseits und Ubstadter-Benzin, sowie Brabag-Benzin andererseits;
- Blatt 2) Oktanzahlen nach der "Motor"-Methode für dieselben Mischungsverhältnisse wie auf Blatt 1;
- Blatt 3) Wiedergabe der Bleiempfindlichkeit - ausgedrückt in "Research"-Oktanzahlen - im Zusetzungsberich von 0,00 bis 0,10% Bleitetraäthyl
 - a) zu 100%igem Pobi
 - b) zu einer Mischung von 25 Vol.% Pobi + 75 Vol.% Leuna-Benzin 5058
 - c) zu einer Mischung von 25 Vol.% Pobi + 75 Vol.% Ubstadter Benzin
 - d) zu einer Mischung von 25 Vol.% Pobi + 75 Vol.% Brabag-Benzin;

K O D A K S A F E T Y A L
600000270

- 7 -

- Blatt 4) Wiedergabe der Beziehungen von Blatt 3, jedoch in "Motor"-Oktanzen ausgedrückt;
- Blatt 5-8) Ausführung der Versuche wie in den entsprechenden Blättern 1-4) mit dem einzigen Unterschied, daß überall das gewöhnliche Pobi durch ein aufhydriertes Pobi ersetzt worden ist;
- Blatt 9) Wiedergabe der Bleiempfindlichkeit (in MOZ) - im Zusammensetzungsbereich von 0,00 bis 0,10% "Pb" - von technisch hergestellten Benzinsorten verschiedener Klopf- festigkeit zum Vergleich mit derjenigen eines Fischer- gas-Polymerbenzins im nicht hydrierten und aufhydrier- ten Zustand.

(Zusammenfassung

- 8 -)

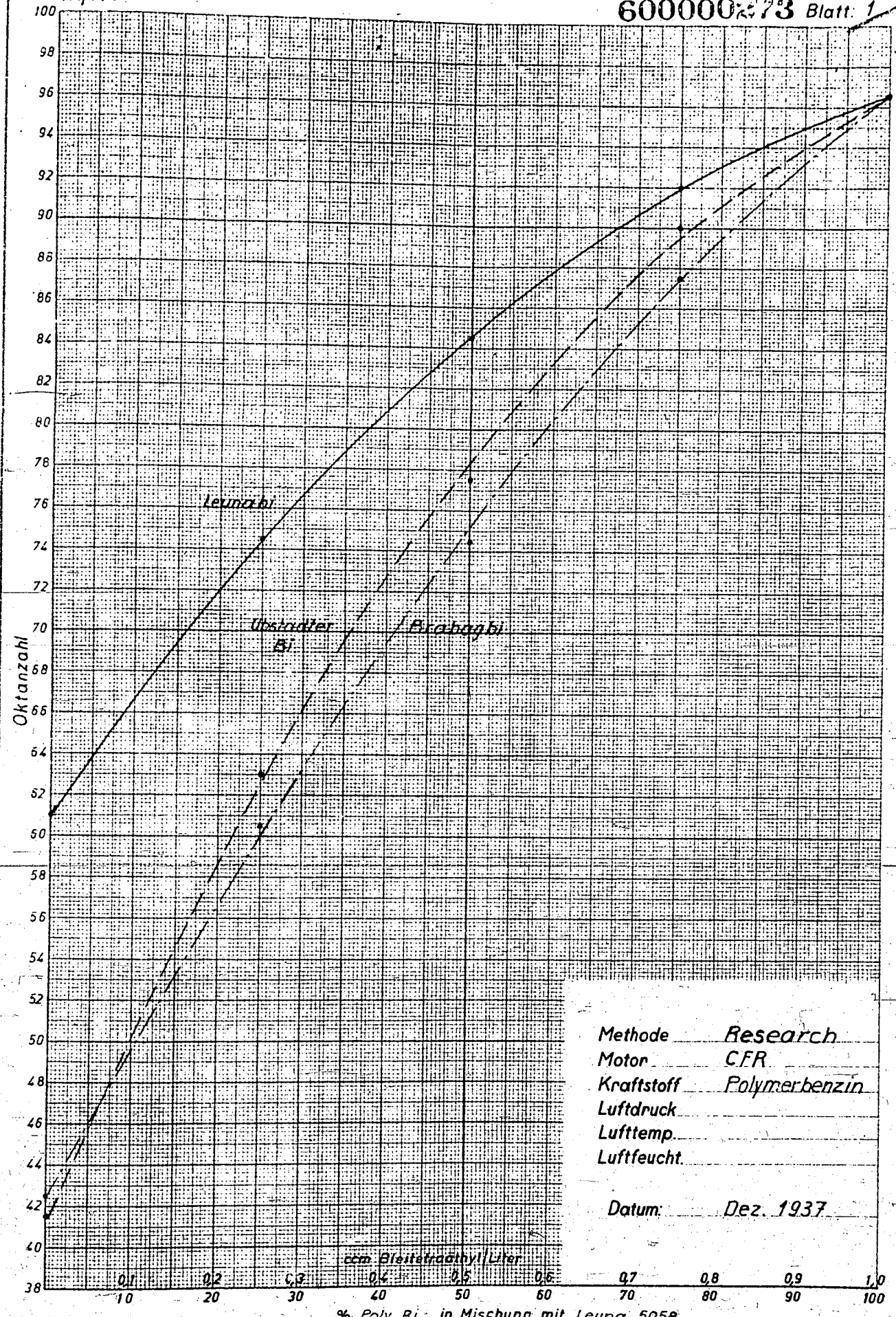
Zusammenfassung.

- 1) Vergleichende Zusammenstellung der Motor- und Research-Oktan-zahlen (mit den Blending-Werten) von Fischergas-Polymerbenzin aus der Anlage Op.454 in nicht hydriertem und aufhydriertem Zustand und zwar für sich allein und in verschiedenen Mischun-gen mit Leuna-Benzin 5058, Übstädter-Benzin und Brabag-Benzin und der bei der Bestimmung der Bleiempfindlichkeit von einigen dieser Mischungen bei Zusätzen verschiedener Mengen von Blei-tetra-äthyl erhaltenen Oktanzahlen.
- 2) Erzielung der höchsten "Motor"-Oktanzahl (= 93,5) der Tabelle 1 durch vollständige Aufhydrierung von reinem Fischergas-Polymer-benzin und Zusatz von 0,1% Bleitetraäthyl, daher zur direkten Verwendung als Fliegerbenzin geeignet.
- 3) Die wirtschaftlich zweckmäßigste Verwendung des Polymerbenzins besteht in der Ausnutzung seines hohen Blending-Wertes im nicht hydrierten Zustand zur Klopfverbesserung von gewöhnlichen Ben-zinsorten zwecks Verwendung im Autobetrieb und von Fliegerben-zinen bei zweckmäßig gleichzeitigem Bleizusatz.
- 4) Die Mischung aus 1 Volumteil Polymerbenzin (MOZ = 82,5) und 3 Volumteilen Leunabenzin (MOZ 61,0) ergibt die MOZ = 71,0 und nach Zusatz von 0,1% Bleitetraäthyl beinahe dieselbe Oktanzahl (MOZ = 86,0) wie reines 100%iges Polymerbenzin nach Zusatz von 0,1% "Pb". (MOZ = 87,5).
- 5) Eine noch höhere Oktanzahl als 87,5 wird z.B. 1 Volumteil Poly-merbenzin und 1 Volumteil Leuna-Benzin (MOZ der Mischung 76,0) nach Zusatz von 0,1% "Pb" ergeben. Allerdings würde die nach Ziffer 4) durch Leuna-Benzin erzielbare "Streckung" eines gege-benen Polymerbenzin-Vorrates auf die 4-fache Menge Fliegerbenzin von praktisch der gleichen Klopfestigkeit und sogar noch besse-rer Lagerbeständigkeit nach Ziffer 5) durch die Anstrebung noch höherer Klopfestigkeit auf die 2fache Menge vermindert werden.
- 6) Zur Erzielung von Fliegerbenzinsorten noch besserer Klopfestig-keit für speziell militärische Zwecke laufen zur Zeit Unter-suchungen mit Mischungen aus Fliegerbenzin "Leuna 2" (MOZ=68,5)

1,2: |

und Polymerbenzin im Verhältnis 3:1 und 1:1 unter Zusatz von
0,1% Bleitetraäthyl.

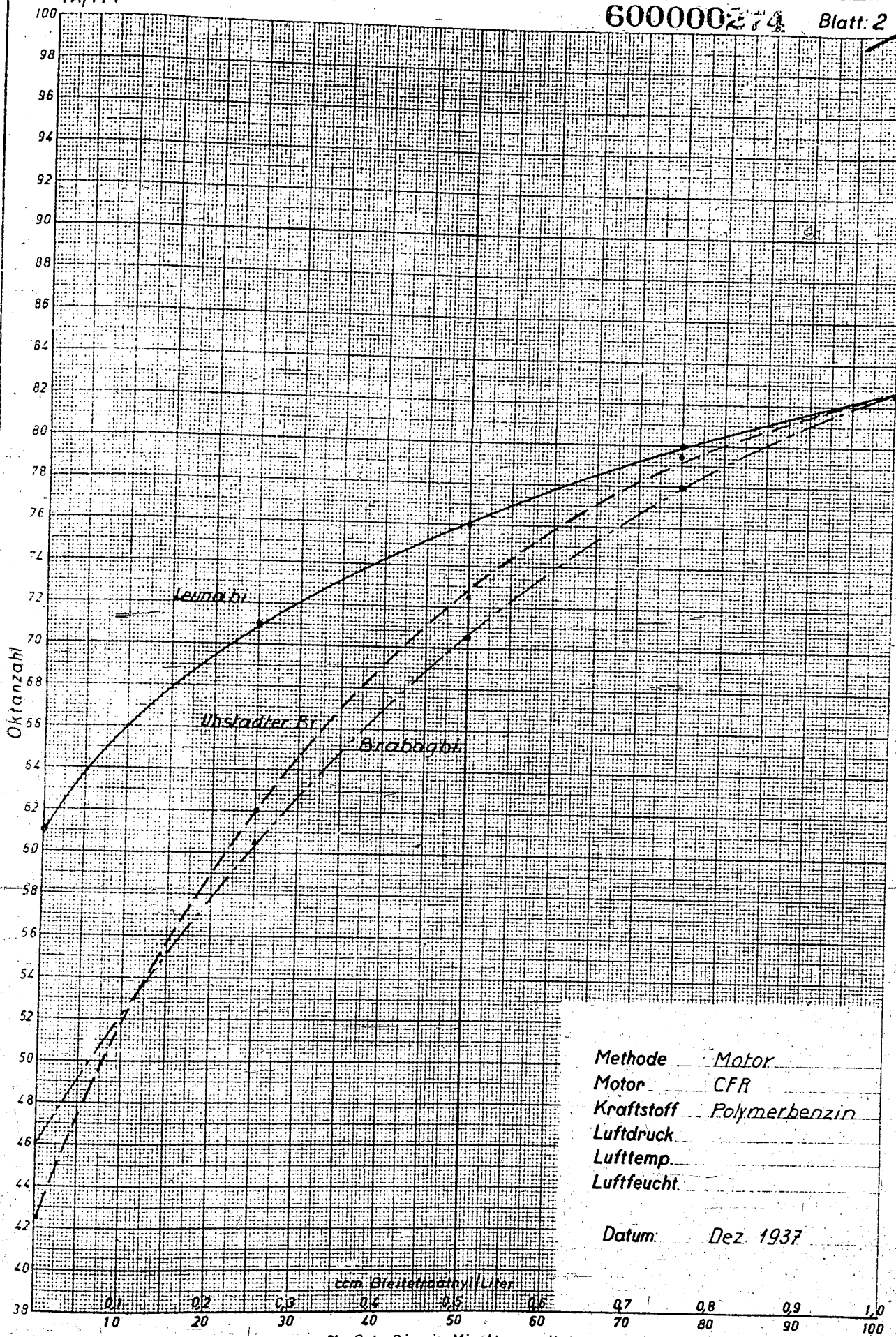
Willy van Minck



Methode *Research*
 Motor *CFR*
 Kraftstoff *Polymerbenzin*
 Luftdruck _____
 Lufttemp. _____
 Luftfeucht. _____
 Datum: *Dez. 1937*

ccm Bleitetraäthyl/Liter
 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1.0
 % Poly. Bi in Mischung mit Leuna 5058
 Ubstädter Bi
 Brabagbenzin

8.4.38. JF

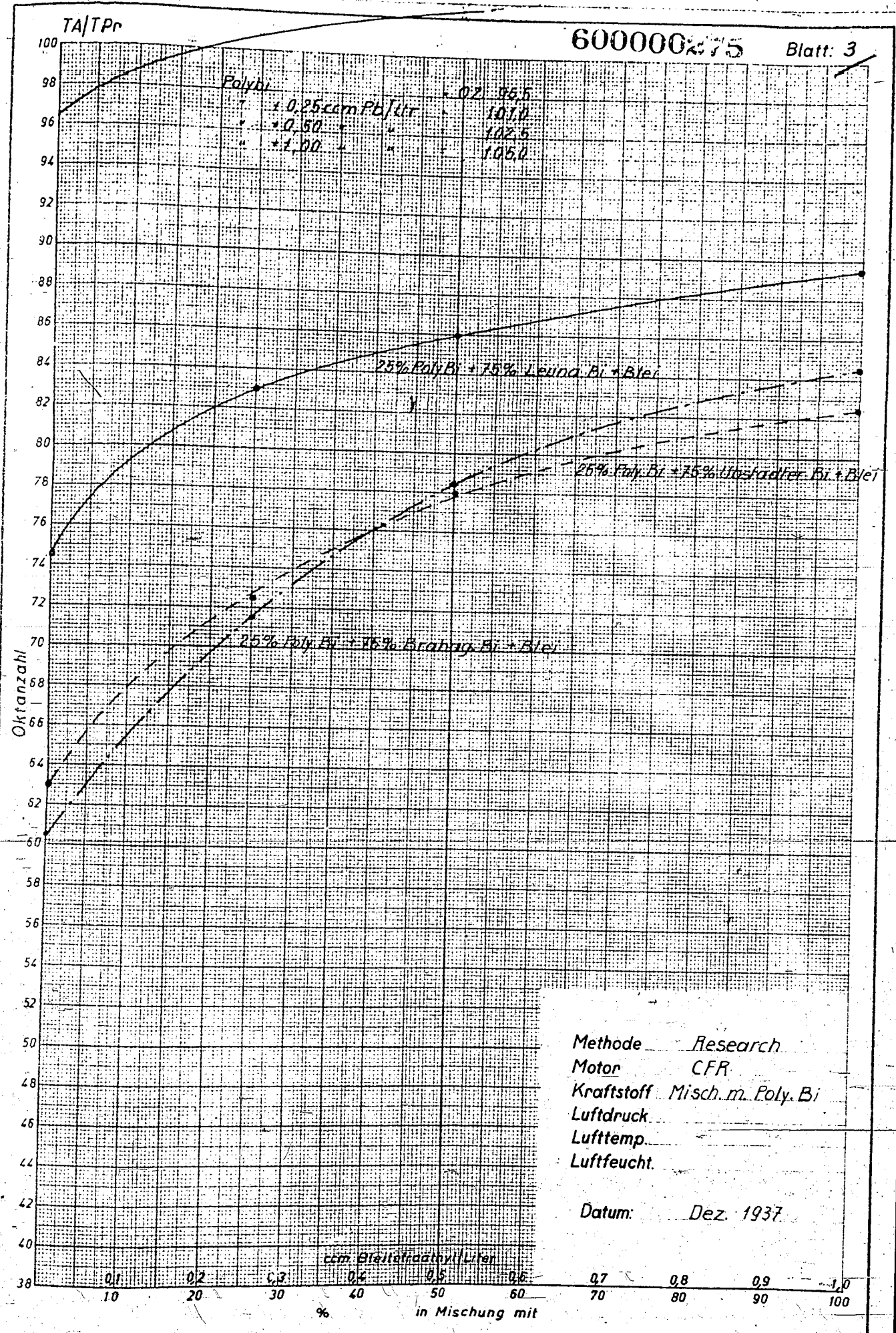


Methode Motor
 Motor CFR
 Kraftstoff Polymerbenzin
 Luftdruck _____
 Lufttemp. _____
 Luftfeucht. _____

Datum: Dez. 1937

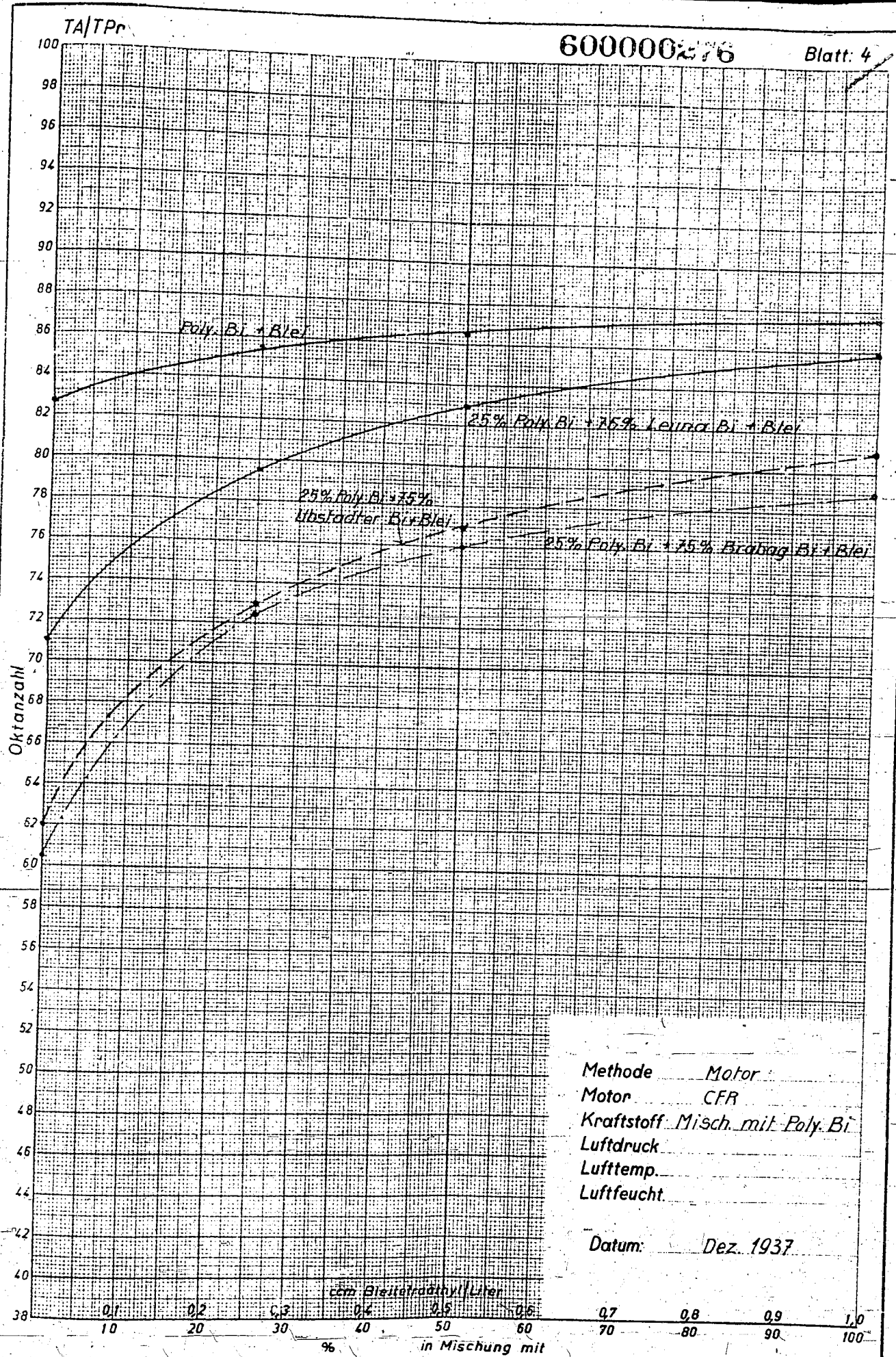
ccm. Bleitetraäthyl/Liter
 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1.0
 % Poly. Bi in Mischung mit Leuna 5058
 Ubstädter Benzin
 Brabag Benzin

8.4.38. J



Polymer Benzin in Mischung mit versch. Benzinen und Bleitetraäthyl

8.4.38 J



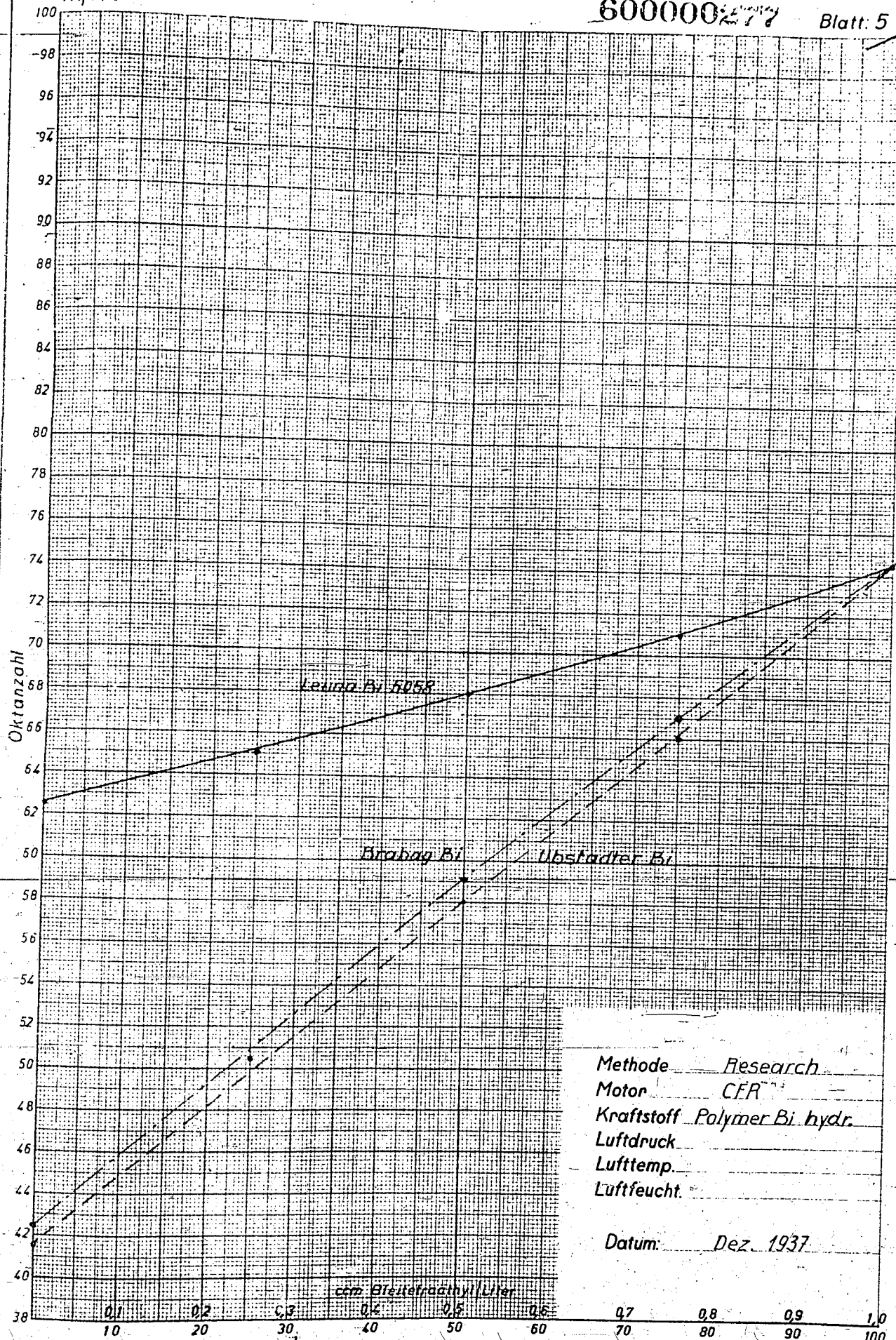
Polymer Benzin in Mischung mit verschiedenen Benzinen und Bleitetraäthyl

8.4.38. Jf.

J.G. LUDWIGSHAFEN
Technischer Prüfstand Op 44g

Klopfwertbestimmung

TPr S 107

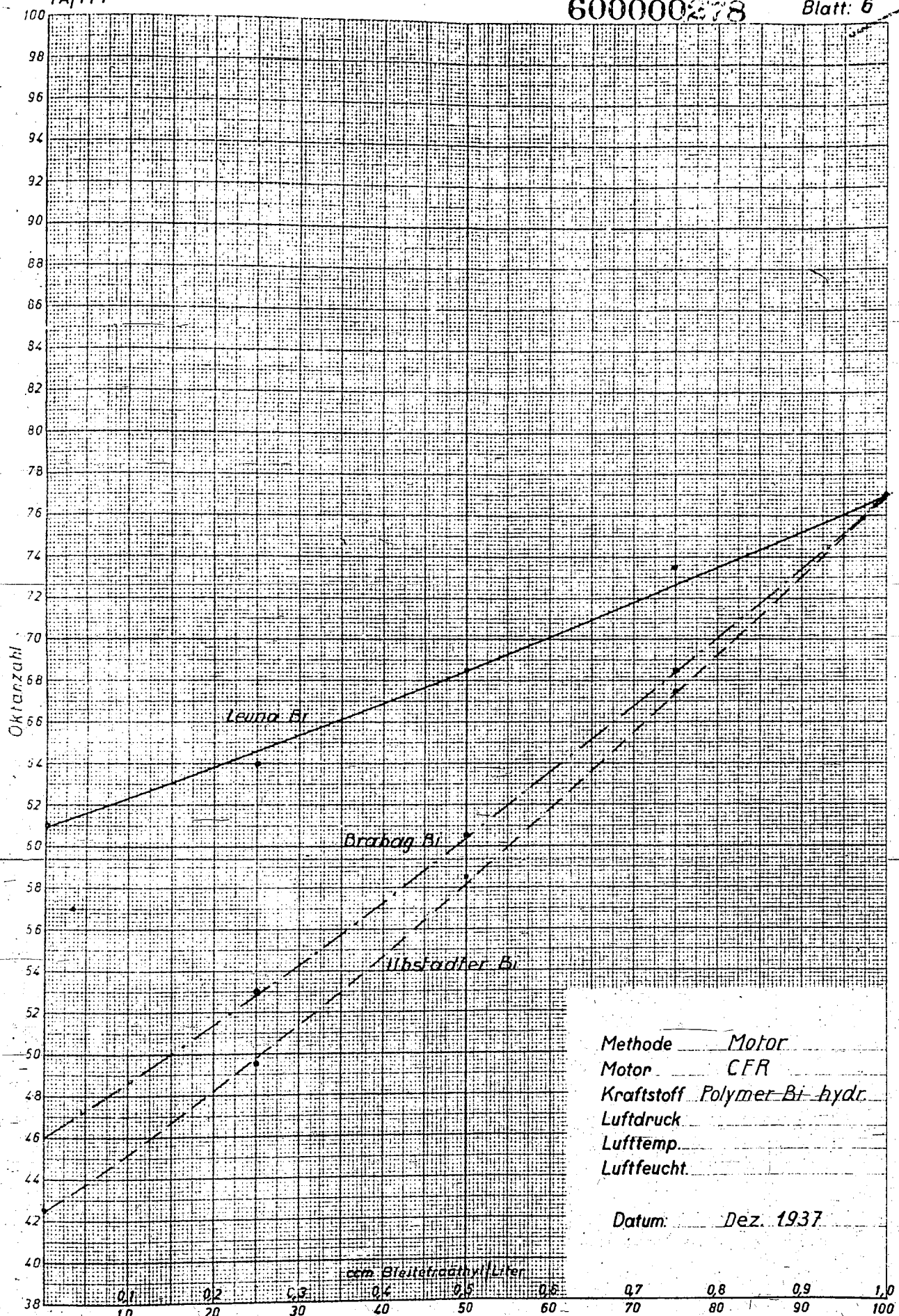


Methode *Research*
 Motor *CFR*
 Kraftstoff *Polymer Bi hydr.*
 Luftdruck
 Lufttemp.
 Luftfeucht.

Datum: *Dez. 1937*

ccm Breitenraethyl/Liter
 %Poly Bi hydr in Mischung-mit Leuna Bi 5058
 Ubstadter Bi
 Brabag Bi

8. 4. 38. J.P.



Methode Motor
 Motor CFR
 Kraftstoff Polymer-Bi-hydr.
 Luftdruck
 Lufttemp.
 Luftfeucht.

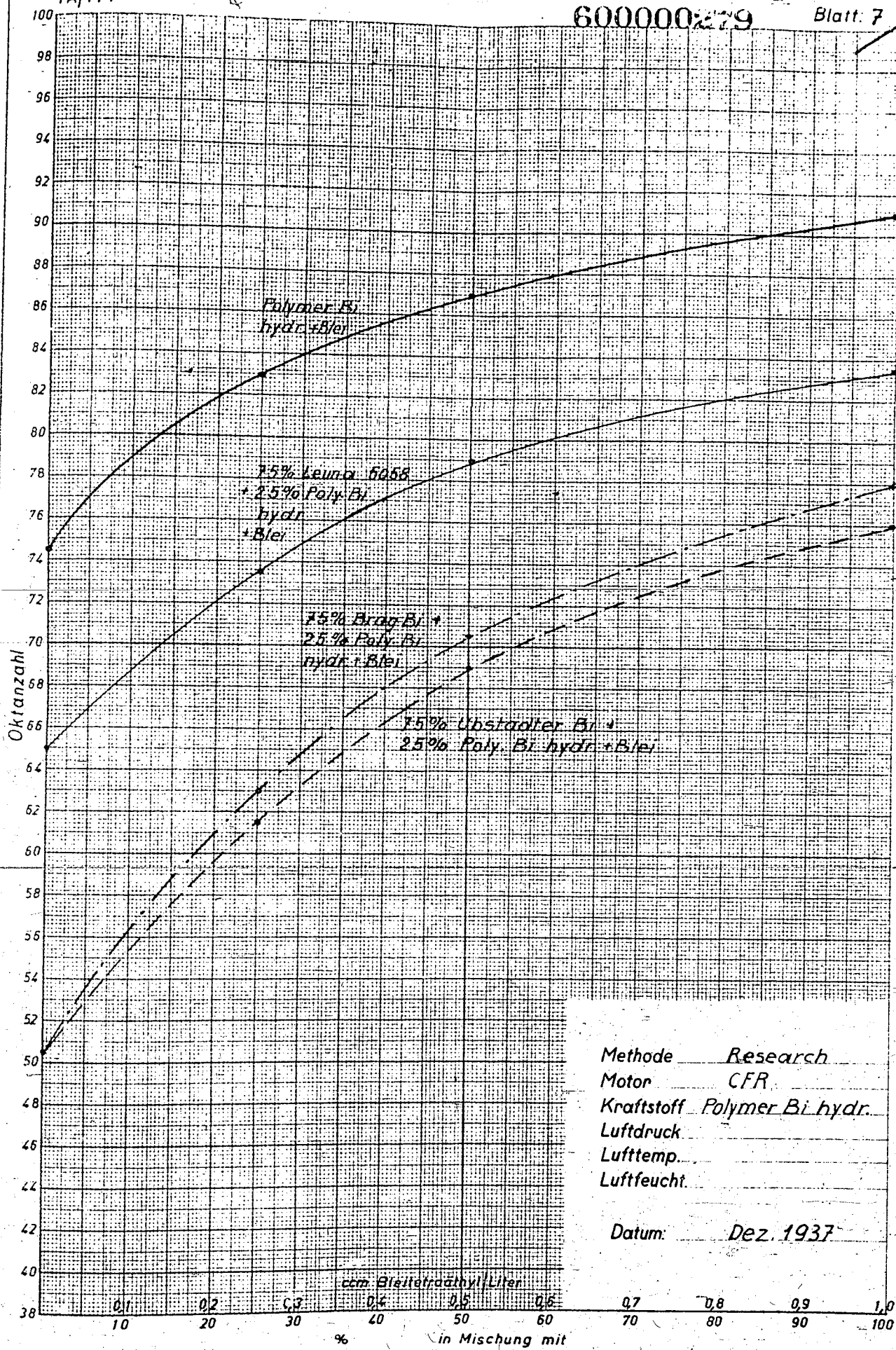
Datum: Dez. 1937

ccm. Bleitetradnyll/Liter

% Poly. Bi. hydrin Mischung mit

Leuna Bi 5058 ———
 Ubstadter Bi - - - -
 Brabag Bi - · - · -

8.4.38. Jf

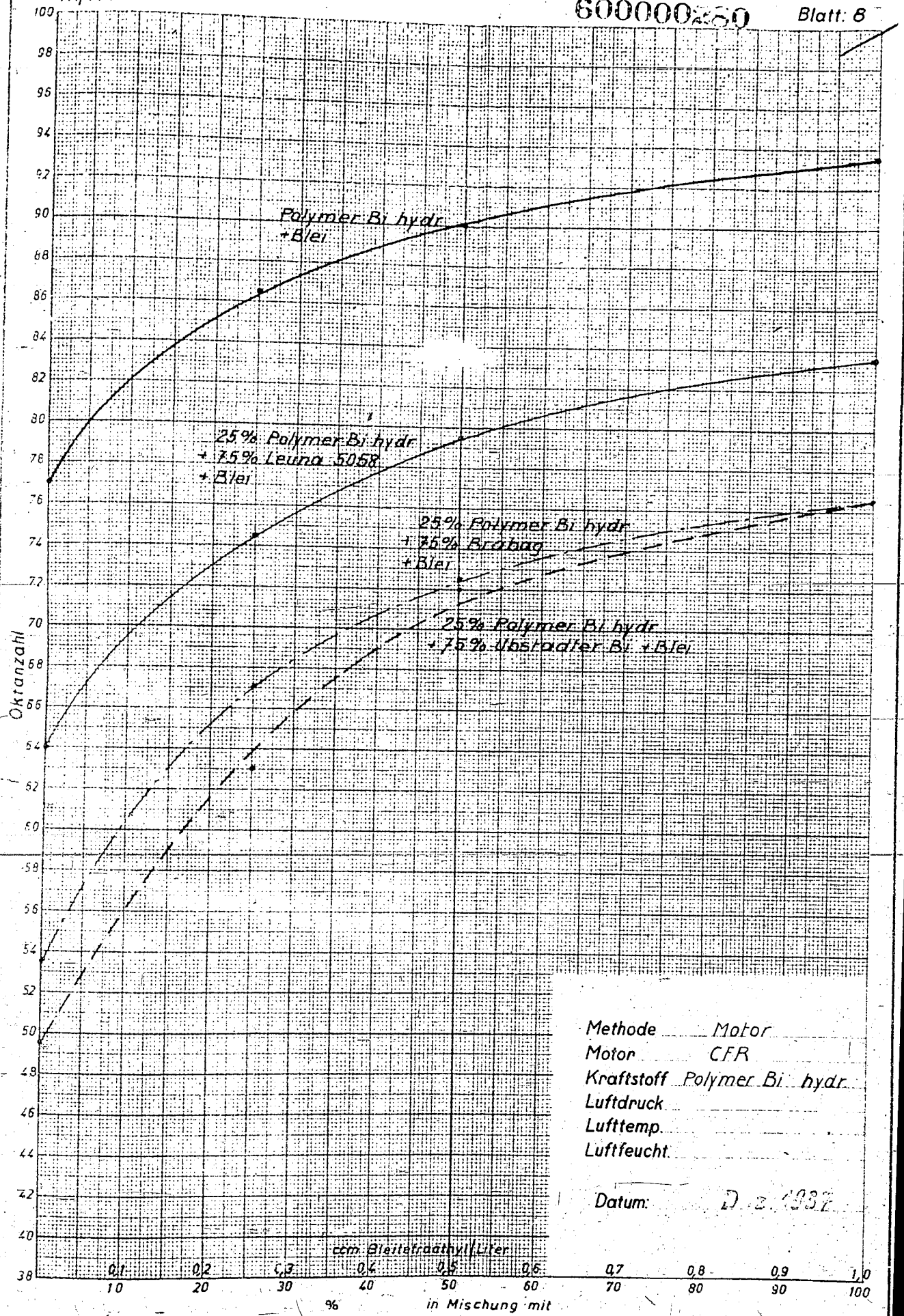


Methode *Research*
 Motor *CFR*
 Kraftstoff *Polymer Bi hydr.*
 Luftdruck
 Lufttemp.
 Luftfeucht.

Datum: *Dez. 1937*

Polymer Benzin hydriert in Mischung mit verschiedenen Benzinen u. Bleitetraäthyl

8.4.38. J.



Polymer Benzin hydriert in Mischung mit verschiedenen Benzinen u. Bleitetraäthyl

8.4.38 Jf.

J.G. LUDWIGSHAFEN
 Technischer Prüfstand Op 44g

Klopffwertbestimmung

TPr S 111