

**H y d r i e r u n g**

**b) Betriebsgruppe N i e d e r d r u c k**

**Betrieb: DI. Karl**

**Reparaturen: DI. Fußhüller**

## Kohleentschlammung, Schleuderei und Schwelerei

Betrieb: DI. Karl  
Dr. Brecht

Reparaturen: DI. Einsel

### Schleuderei:

#### Arbeiten in 1939:

Der Einbau von Cyclogetrieben an den Schwedenzentrifugen wurde fortgesetzt. Es wurden 9 Maschinen damit ausgestattet, so daß insgesamt 38 Maschinen mit diesen Getrieben laufen. Weitraummäntel und größere Spritzringe wurden an insgesamt 34 Maschinen eingebaut, während 22 Maschinen mit Kunstharzlagern ausgestattet sind.

Zur Vermeidung von Geruchsbelästigungen werden die Entlüftungsgase der Zentrifugen und Behälter abgesaugt und unter den Schwelöfen verbrannt.

Um die plötzlichen, starken Schwankungen im Feststoffgehalt der Entschlammung in der Schleuderei rechtzeitig abzufangen, werden z.Zt. Versuche gemacht, durch kontinuierliche Dichtemessung eine dauernde Kontrolle zu schaffen.

Mit dem Versuchskreislauf wurden zur Sammlung von Erfahrungen weitere Versuche gefahren.

#### Arbeiten für 1940:

- 1.) Weiterer Einbau von Cyclogetrieben sowie Einbau von Weitraummänteln und vergrößerten Spritzringen beim Rest der Schleudern.
- 2.) Weitere Versuche mit Dichteschreibern.

### Schwelerei:

#### Arbeiten in 1939:

Durch Steigerung der Kohlebenszinnmenge stieg im laufenden Jahr die Zahl der in Betrieb befindlichen Schwelöfen von  $\emptyset$  12 auf 17. Damit war die Anlage häufig längere Zeit ausgefahren.

Die durchschnittliche Laufzeit der Oberschnecken betrug 265 Tage, die der Unterschnecken 58 Tage, im Mittel beider 90 Tage.

Die mit Wälgasfeuerung ausgestatteten Öfen (1 u.2) zeigten besser ausgeglichene Temperaturen und ermöglichten einen wesentlich höheren Durchsatz. Wirtschaftlich bringt diese Fahrweise jedoch keinen Vorteil, da die Heizgasersparnis durch den höheren Energieverbrauch ausgeglichen wird.

An den Öfen 11 bis 16 wurden die stark verwitterten Schornsteinhauben und oberen Schüsse erneuert. Die Brennkammern aller Öfen sind nunmehr mit Silimanit ausgemauert. Die an den Öfen 14 und 16 eingebauten Walzen an Stelle der Plattenschieber sind von größerer Haltbarkeit und lassen sich leichter bedienen.

Die Versuche, den Rückstand der Schwelöfen trocken auszutragen (Rohrschneckenaustrag), wurden wegen der knappen Ofenlage an einer besonderen Apparatur weiter verfolgt.

Die direkte Verschmelzung der Entschlammung ohne vorheriges Schleudern wurde zunächst wieder aufgegeben, da einerseits die Konzentration zu stark schwankte, andererseits bei dem hohen Asphalt-Feststoffverhältnis die Schnecken zu schnell verkokten.

Um den Geruchsbelästigungen durch die Rauchgase der Schwelöfen zu begegnen, werden die Schwelgase nicht mehr in den Öfen verbrannt, sondern mittels zweier Gebläse in das Hy-Rückgas befördert. Die hierfür eingerichtete automatische Druckregelung bewährt sich gut.

Von der Firma Riebeck seit Anfang 1939 bezogenes Montanwachspech wird in einem mit Dampf beheizten Behälter in Vorkühleröl gelöst und als Anreiböl ins Tanklager gegeben.

Der Versuchsschwelofen, der zunächst statt mit Kugeln mit Stangen ausgerüstet ist, wurde mit einem Gemisch von Entsandrückstand und Zentrifugenrückstand eine Zeitlang mit befriedigendem Ergebnis gefahren.

#### Arbeiten für 1940:

- 1.) Verschmelzung von Originalentschlammung im Versuchsschwelofen nach Verringerung der Neigung.
- 2.) Weiterentwicklung des Trockenaustrages.

## Teeraufbereitung, T.T.H.-Betrieb, Teerfiltration

Betrieb: Dr. Jacobs

Reparaturen: DI. Ruebel

### Teeraufbereitung:

#### Arbeiten in 1939:

Es wurden im Mittel 1530 Moto Koppersteer vom Brabagwerk Schwarzheide aufbereitet, der im Mittel 1,8 % Wasser und 4,8 % Feststoffgehalt enthielt. Dieser Teer wurde versuchsweise ohne Säurezusatz in Mischung 1 : 2 mit Deubener und Voss-Schwelteer geschleudert. Der Schleuderteer hatte 0,3 % Feststoff.

Um ein Absetzen von Rückstand und das lästige Reinigen von Hand in den Vorratsbehältern zu verringern, wird der Rohteer seit November in die alten Entsandungsbehälter der Kohleentschlammungsaufbereitung geleitet, wo die Rückstände mechanisch entfernt werden.

An Abfallöl aus dem gesamten Bereich der Hydrierung wurden im Mittel 890 Moto geschleudert gegenüber 680 Moto im Jahre 1938.

Das zeitweise Schlagen der dazu verwendeten neuen Haubold-Horizontalschälzentrifuge (D = 1500, n = 1500/Min., Kennziffer 1860) bei voller Umdrehungszahl während des Ausschälens soll durch Einbau einer stärkeren Welle beseitigt werden. Eine zweite Heine-Schleuder wurde zwecks Arbeitens unter Schutzkohlenensäure gasdicht abgeschlossen. 3 von Welheim übernommene Haubold-Schleudern (D = 1500, n = 1160/Min., Kennziffer 1120) wurden bis auf die noch fehlenden Motoren fertig aufgestellt.

Die Entlüftungsgase der beiden im Freien stehenden Haubold-Schleudern für Abfallöl wurden zur Vermeidung von Geruchsbelästigungen abgesaugt und unter den Schwelöfen verbrannt.

Mit dem Lurgi-Schwelteer aus Braunkohle von Brück wurden Schleuder- und Filtrierversuche ausgeführt.

#### Arbeiten für 1940:

- 1.) Neuaufstellung einer 4. Haubold-Schleuder.
- 2.) Gasdichtes Abschließen von 3 Heine-Schleudern zwecks Arbeitens unter Schutzkohlenensäure. Einbau von mechanischen Austragsvorrichtungen (Hauerschnecke mit durch Öldruck gesteuerten Abschlußschiebern) für Rückstand an sämtlichen 5 Heine-Schleudern.
- 3.) Zwecks Eisensparnis: Einbau einer säurefesten Verkleidung in die Behälter und Apparateile der Abfallöl-Aufbereitung.
- 4.) Aufbereitungsversuche mit neuen Teeren.

### T.T.H.-Betrieb, Teerfiltration:

#### Arbeiten in 1939:

Zeitweise auftretende starke Leistungsverminderungen beim Filtrieren an der Presse infolge ungünstiger Beschaffenheit des Schwelteeres konnten durch Zusatz von geringen Mengen Kieselgur als Filterhilfe beseitigt werden.

Während der letzten Fahrperioden zeigten die T.T.H.-Kammern eine erhöhte Druckdifferenz, die namentlich auf Ablagerungen von Polymerisationsprodukten aus den bereits filtrierte Teeren zurückzuführen ist. Durch Versuche über den Einfluß einer "längeren Reife" des Teeres vor der Filtration und nochmalige Filtration durch Filterkerzen soll festgestellt werden, ob es sich hierbei um eine Neubildung von Harzpolymerisaten in dem bereits einmal gereinigten Teer handelt.

#### Arbeiten für 1940:

- 1.) Fortführung der Versuche über Vergrößerung der Filterleistung bei ungünstiger Beschaffenheit des Teeres.
- 2.) Nachweis der Stoffe, welche die Filtration ungünstig beeinflussen.
- 3.) Versuche über Filtration von Nachausscheidungen aus dem Teer im Zusammenhang mit der Reifezeit.

KontaktfabrikBetrieb: Dr. Hahn

Reparaturen: DI. Ruebel

a) Sumpfofenkontakt:Arbeiten in 1939:

Der Mehrverbrauch an Schwefelsäure bei der Neutralisation der Grude ist erheblich zurückgegangen, trotzdem keine Änderung der Fahrweise der Winkler-Generatoren stattgefunden hat und nach wie vor Deubener Grude in Mischung mit Tannenberg-Kohle vergast wurde.

Die bei der indirekten Kontaktrocknung auftretenden Brüden werden seit März vor ihrem Eintritt in den Verbrennungsraum des Ofens durch Einbau von Streudüsen in den ursprünglichen Zyklon wesentlich besser entstaubt. In die Tauchung des Zyklons wird neuerdings Carbid Schlamm eingeführt, wodurch ein Teil der schwefligen Säure aus den Brüden gebunden und vor allem die auftretenden Geruchsbelästigungen beseitigt werden.

Die Polysius-Mühle (Rohrmühle) zur Feinmahlung der Sumpfofenkontakthanreibung erhielt an Stelle der Kugelfüllung eine solche aus zylindrischen Mahlkörpern 20 x 20 mm. Hierdurch konnte die Mahldauer für die Feinmahlung um über 25 % verkürzt werden. Außerdem läuft die Mühle nahezu geräuschlos und ohne die harten Stöße, welche vorher durch Schädigung der Lager ständig Veranlassung zu Störungen abgaben.

Arbeiten für 1940:

Fertigstellung und Inbetriebnahme der Anlage zur Herstellung des Sumpfofenkontaktes für Hydrierwerke Pölitze A.-G.

b) Kontaktpillenpressen:Arbeiten in 1939:

Die Pillenpressen sind seit Ende Februar 1939 außer Betrieb.

Für die Reinigung der Sumpphase-Reichgase (COS-Reinigung) sollte versuchsweise Lautmasse, auf 15 % Feuchtigkeit getrocknet, in Tablettenform gebracht werden. Die Masse wurde auf eine Feinheit von 62 bis 82 % unter 0,06 mm vermahlen und ließ sich dann zu festen Tabletten pressen. Das scharf greifende Pulver zerstört jedoch Stempel und Matrizen der Presse so schnell, daß eine betriebsmäßige Verarbeitung von Lautmasse in Tablettenpressen nicht in Frage kommt.

Der giftige Kontaktstaub muß durch Absaugung der Pressen und Mühlen restlos aus den Arbeitsräumen ferngehalten werden. Durch sorgfältige Angleichung der Widerstände der Absaugerohrleitungen und Anschlüsse konnte die Entstaubungsanlage der Kontaktpressen weiter vervollkommen werden.



KohleaufbereitungBetrieb: Dr. HahnReparaturen: DI. RuebelArbeiten in 1939:

Die Belastungsgrenze der Konzentramühlen beträgt bei ausreichender Mahlfeinheit bei großen Mühlen etwa 36 Stundentonnen, bei kleinen Mühlen etwa 15 Stundentonnen Kohle (Anlieferungszustand 75 % TBK, 25 % Öl). Bei weiterer Erhöhung des Durchsatzes sinkt die Mahlfeinheit schnell ab.

Durch eine ständige Ergänzung der Mahlkörperverluste in bestimmten Zeitabständen kann die Mahlleistung der Mühlen und damit die Mahlfeinheit des Kohlebreies möglichst gleichmäßig gehalten werden.

Die Eisenverluste durch den Abrieb der Mahlkörper betragen je t trockenes Mahlgut ca. 0,1 kg.

Ein überraschend großer Verschleiß einer mit Stauscheiben ausgerüsteten großen Mühle gab Veranlassung, statt der Stauscheiben versuchsweise eine neue Konstruktion vorzusehen. Diese besteht darin, daß sich zum Ausgleich der Mahlkörperfüllung in den Konzentraplatten ein rechteckiges Loch befindet.

Infolge der dauernden Einwirkung des Kugelschlages treten in den Manganhartstahlpanzerplatten Spannungen auf. Beim Ausbau verziehen sich dann die Platten und können nicht mehr eingebaut werden. Die Versteifung der Platten soll durch geänderte Anordnung der Mitnehmerwülste verbessert werden.

Die Wirksamkeit der Magnetabscheider vor den Schwingsiebenen wurde über mehrere Monate untersucht. Es werden mindestens 50 % des im Brei vorhandenen Eisens abgeschieden. Der im Kohlebrei verbleibende Rest besteht fast ausschließlich aus kleinen Teilchen geringer Masse wie kurzen, feinen Drahtstückchen, Plättchen sowie Magnetitkörnchen, die den Regeneratoren weniger gefährlich sind.

Die Schwingsiebe sind mit 50 cbm Brei je Stunde voll belastet. Bei dem im November erreichten Breidurchsatz von 176 m<sup>3</sup> fuhr die Anlage ohne Reserve. Die Haltbarkeit der Siebbespannung betrug im Mittel 10 Monate.

Durch die Auswirkungen eines am 9. Juni in der Nähe ausgebrochenen Bunkerbrandes war der Betrieb stark gefährdet. Es wurde eine Reihe von Maßnahmen getroffen, um Wiederholungen, vor allem aber die Gefährdung von Arbeitern auszuschließen.

Arbeiten für 1940:

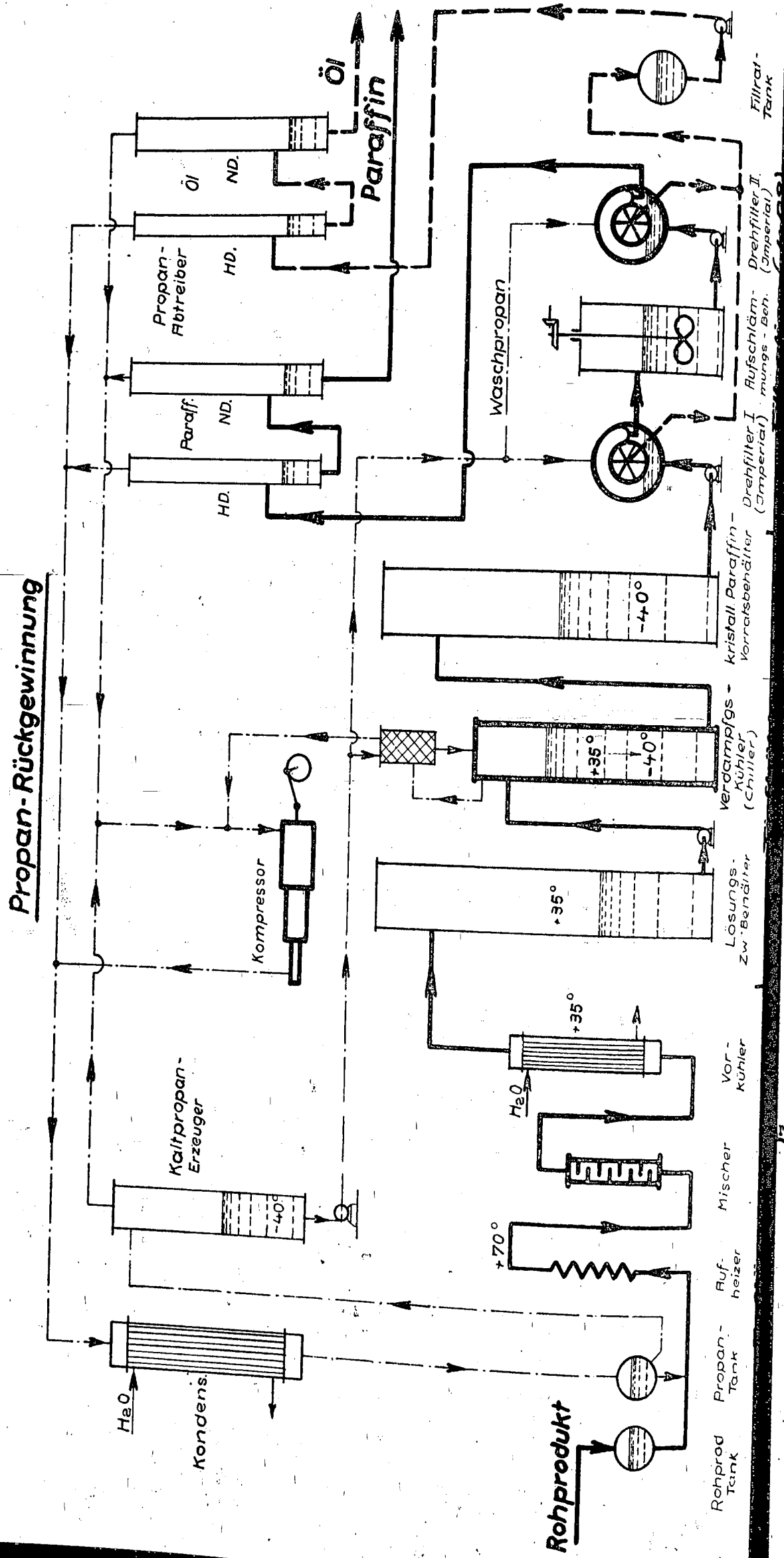
- 1.) Einbau einer Zentralschaltung für die Kohleförderung.
- 2.) Einbau einer neuartigen Konzentragarnitur ohne Stauscheiben in einer Mühle.
- 3.) Versuche zur elektromagnetischen Enteisung der Trockenkohle hinter den Dosierwaagen.

Projekte für 1940 betreff Ausbau und Weiterentwicklung der Niederdruckbetriebe

- 1.) Projekt für einen 11. Ofenblock in der Rückständeraufarbeitung.
- 2.) Verlegung der Kaustifizierung von der Kesselspeisewasserreinigung in die Hydrierung.
- 3.) Anlage für die Gewinnung von Phenolen aus Teermittelöl nach dem Natronlauge-Verfahren.
- 4.) Anlage für die Gewinnung von Phenolen aus Phenolstarkwasser mit Schwerbenzin als Ersatz für das teure Triverfahren.

# Hydrierung - Versuchsbetriebe.

## T.T.H. - Rückstands - Entparaffinierung mit Propan.



Technische Versuche

Betrieb: Dr. Höhn  
Dr. Deiters  
Dr. Bemann

Reparaturen: DI. Fußhüller  
DI. Einsel

Entparaffinierung von T.T.H.-Abstreifer

1) Entparaffinierung mit Dichloräthan (Dr. Höhn)

Arbeiten in 1939:

Die Versuchsanlage zur Entparaffinierung des T.T.H.-Abstreifer-Rückstandes war bis Anfang April 1939 in Betrieb. Es konnten in der Stunde etwa 600 kg T.T.H.-Rückstand verarbeitet werden. Der Zweck der Anlage war, durch ein einfaches Verfahren größere Mengen der T.T.H.-Produkte: Paraffin, Diesel- und Schmieröl herzustellen und deren Verwendbarkeit durch Abgabe an Verbraucher festzustellen.

Über die verarbeiteten Probemengen sind in keinem Falle Beanstandungen erfolgt.

Die im vorigen Jahr noch nicht einwandfrei arbeitende Schmieröldestillation von Heckmann hat durch Einbau mehrerer Böden gute Schnitte zwischen Dieselöl II, Spindel- und Schmieröl ergeben.

2) Entparaffinierung mit Propan (Dr. Höhn/Dr. Deiters)

a) Kleinversuche

Arbeiten in 1939:

Die im kleintechnischen Maßstab vorgenommenen Propanentparaffinierungsversuche zur Herstellung eines oxydationsreifen Paraffins aus dem T.T.H.-Abstreifer-Rückstand ergaben, daß folgende Bedingungen eingehalten werden müssen, um ein für die Fettsäuregewinnung brauchbares Paraffin zu erhalten:

- 1) Die Zugabe an Filterhilfe zur Verbesserung der Paraffinqualität und Filterleistung soll 0,5 % bez. auf T.T.H.-Rückstand betragen.
- 2) Es muß in 2 Stufen gearbeitet werden zur weitgehenden Entfernung der dem Paraffin anhaftenden Ölteile.
- 3) Das zweimal mit Propan vorbehandelte Paraffin ist durch Destillation in einen Paraffinvorlauf 0 - 10 %, zur Abtrennung der niedrigsiedenden Anteile, in die Hauptfraktion 40 - 95 %, die das Fertigparaffin darstellt, und in einen Rückstand 95 - 100 %, welcher die Filterhilfe enthält und dem Ausgangsmaterial wieder zugemischt wird, zu zerlegen.
- 4) Durch die Paraffin-Destillation reichern sich im Rückstand Stoffe an, die Filterhilfe ersetzen und eine Ergänzung der Parafloverluste überflüssig machen. Für die Entparaffinierung Zeit betragen die hierdurch erzielten Ersparnisse 80 Jato Paraflo = RM 240 000,-.
- 5) Nachraffination mit Tonsil und Aluminiumchlorid.

Arbeiten für 1940:

Versuche zur Herstellung eines oxydationsreifen Paraffins unter Umgehung der Aluminiumchlorid- und Tonsilraffination.

Versuche zur Aufarbeitung des österreichischen Erdöls.

Feststellung der Ursachen für die Regenerator- und Kontaktverschmutzung beim T.T.H.-Verfahren.

Versuche, Propan durch propylenhaltiges Propan der Fischersynthese zu ersetzen.



## b) Großversuch

Bei der Entscheidung über die Wahl des Entparaffinierungsmittels gaben folgende Vorteile bei Anwendung von Propan den Ausschlag:

- hydriereigenes Produkt,
- Verminderung der Kälteverluste durch Entspannungskühlung,
- Überlegene Filtrationsgeschwindigkeit.

Der Propanentparaffinierungsprozeß gliedert sich in drei Stufen:

### 1) Auflösung (kontinuierlich)

Der T.T.H.-Rückstand (+Filterhilfe) wird mit flüssigem Propan nach Erwärmung auf  $65^{\circ}$  intensiv vermischt. Die so hergestellte Lösung wird mit Wasser auf  $+ 36^{\circ}$  vorgekühlt und im sogenannten Warmlösungsbehälter gesammelt.

### 2) Paraffinausfällung (diskontinuierlich)

Die Lösung wird chargenweise im Chiller durch direkte Propanverdampfung auf  $- 40^{\circ}$  abgekühlt und in dem Filtereinspritzbehälter gestapelt. Beim Kühlprozeß wird der Propanabgang durch flüssiges Propan ergänzt, das in einem besonderen Behälter durch Eigenverdampfung vorgekühlt wird. Für Temperaturengleichung zwischen dem abgehenden Gas und der zulaufenden Flüssigkeit sorgt ein über dem Chiller angebrachter Wärmeaustauscher.

### 3) Filtration (kontinuierlich)

Aus dem kalten Gemisch wird in einem Drehfilter das Paraffin abgetrennt und mit kaltem Flüssigpropan gewaschen. Hierauf wird das Paraffin nochmals in Propan aufgeschlämmt und zur Entfernung von Ölresten ein zweites Mal filtriert. Paraffin und Filtrat werden in Abtreibern vom Propan befreit und gelangen zur Weiterverarbeitung in die Destillation und Raffination.

Das aus sämtlichen Teilen der Anlage abgehende Propangas wird komprimiert und gelangt über den Propantank in den Prozeß zurück.

Die für die Entparaffinierung von 1,5 Stute Rückstand erbaute Anlage konnte Anfang Juni in Betrieb genommen werden und erreichte seither in mehreren Versuchsperioden annähernd die erwarteten Durchsätze und Produkteigenschaften.

Die dabei gesammelten Erfahrungen, welche für die Anlage in Zeitz ausgewertet wurden, sind im folgenden kurz zusammengefaßt:

Grundbedingung für den einwandfreien Ablauf des Prozesses ist die genaueste Einhaltung der vorgeschriebenen Temperaturen und Drucke, insbesondere während der Filtration.

Bei der Herstellung und Behandlung der Lösung ist die Bildung kristallisationsstörender Keime zu verhindern; diese kann verursacht werden durch Feuchtigkeitsgehalt des Propans, unvollkommene Auflösung oder lokale Abschreckung.

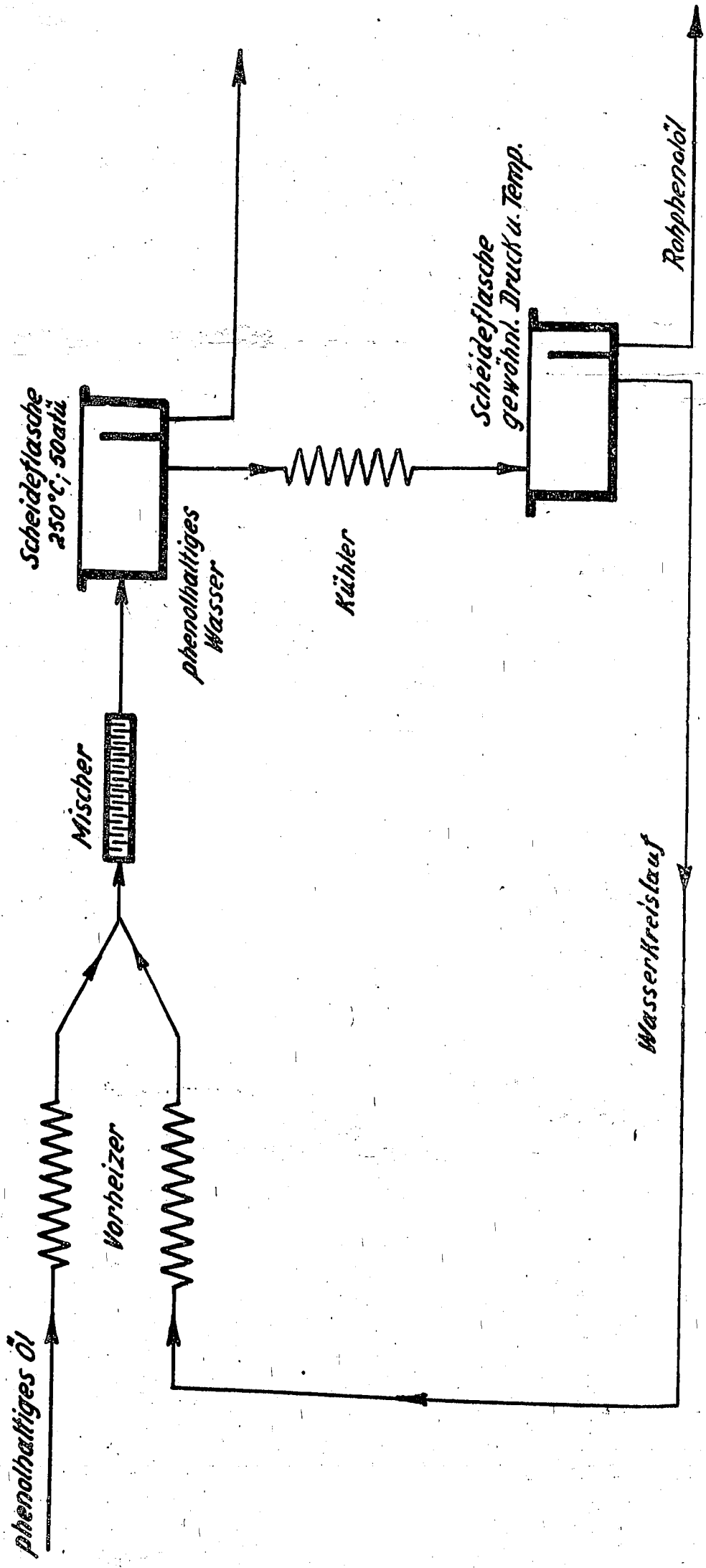
Die suspendierten Paraffinkristalle sind vor mechanischer Zerstörung zu schützen; ein derartiges Zerschlagen erfolgte z.B. beim Fördern durch eine mehrstufige Kreiselpumpe.

Da das ausgefällte Paraffin zum Absitzen neigt, ist im Vorratsturm und im Filter für dauernde Bewegung zu sorgen.

Die Arbeitsweise der Standmessungen und Regler mußte den besonderen Anforderungen des Verfahrens angepaßt werden.

Da die Ausführung des Propan-Entparaffinierungs-Verfahrens in der Großversuchsanlage wegen der beträchtlichen Schwierigkeiten bisher nur in kurzfristigen Fahrperioden möglich war, sollen die Versuche mit dem Ziel fortgesetzt werden, die Anlage soweit zu verbessern, daß sie ununterbrochen und ohne Störungen betrieben werden kann.

# Phenolgewinnung nach dem Heißwasserverfahren.



Gewinnu  
 Fu  
 Phenola  
 strukti  
 schon z  
 legt, e  
 noch fe  
 gastes  
 hier mi  
 Schwier  
 kolonne  
 sekamme  
 Schmied

Na  
 einande  
 onen, w  
 lokale  
 in der  
 onen au  
 zu sein  
 Au  
 rialprü  
 Teil au

## Phenolge

1) Nach  
 De  
 100° un  
 wascher  
 traktion  
 bei Verv  
 telöl vo  
 entsprac  
 Gas-Inha  
 doch hat  
 nolausbe  
 Eine wei  
 figen Ge  
 tion mög

Die  
 Bedingun  
 fraktion  
 lauge-Ge  
 Nachteil  
 ten und  
 Die Vers  
 gewinnun

2) Nach  
 Das  
 50 Atm.D  
 Öl herau  
 lung als  
 Wasser k  
 lation d  
 von Neut  
 werden d  
 stillati

## Gewinnung von Ammoniak aus Phenolwasser (Dr. Bemann)

Für eine Großanlage zur Gewinnung von Ammoniak und Schwefelwasserstoff aus den Phenolstarkwässern der Hydrierung durch Abtreiben mit direktem Dampf waren die Konstruktions- und Kalkulationsunterlagen auf Grund von Versuchen in Leuna und in Hülse schon zu Beginn des Jahres von der Versuchsgruppe Dr. Bähr im wesentlichen festgelegt, ebenso war die Werkstofffrage zum großen Teil schon geklärt. Es blieb nur noch festzustellen, aus welchem Material der Wärmeaustauscher für frisches und entgastes Phenolwasser herzustellen ist. Nach Beobachtungen an der Hülser Anlage war hier mit erheblichen Korrosionsschwierigkeiten zu rechnen. Um zu prüfen, ob diese Schwierigkeiten auch beim Leunaer Phenolwasser zu erwarten sind, wurde die Versuchskolonie in Me 820 im Anfang Juli noch einmal mit Abstreifer-Wasser der 5058-Gasphasenkammern in Betrieb genommen und 3 parallel geschaltete Wärmeaustauschrohre aus Schmiedeeisen, Gußeisen und Chromstahl eingebaut.

Nach rund 1200 Betriebsstunden wurde der Versuch abgebrochen und die Rohre auseinander geschnitten. Das Chromstahl- und das Gußeisenrohr waren frei von Korrosionen, während das schmiedeeiserne Rohr auf der Seite des entgasten Wassers starke lokale Anfrassungen zeigte. Es sei bemerkt, daß im Gegensatz hierzu Chromstähle in der Hülser Anlage schon nach kurzer Betriebszeit außerordentlich starke Korrosionen aufgewiesen hatten. Das Leunaer Wasser scheint demnach viel weniger aggressiv zu sein.

Auf Grund des Ausbaubefundes wurde in Übereinstimmung mit den Herren der Materialprüfung festgestellt, daß für die Leunaer Anlage der Wärmeaustauscher im heißen Teil aus Chromstahl und im kälteren Teil aus Schmiedeeisen herzustellen ist.

## Phenolgewinnung aus den Hydrierungsölen (Dr. Bemann)

### 1) Nach dem Sulfidlaugeverfahren

Der Anfang 1938 begonnene Großversuch, Mittelöl mit Natriumsulfidlauge bei 100° unter H<sub>2</sub>S-Entwicklung zu extrahieren, wurde fortgesetzt. An Stelle des Rührwaschers wurde eine höhere, mit Raschigringen und Misch-Schnecken ausgerüstete Extraktionskolonne aufgestellt. Diese Kolonne kam im April 1939 in Betrieb und ergab bei Verwendung von Kohleabstreifer-Mittelöl eine Ausbeute von 40 - 50 % der im Mittelöl vorhandenen, brauchbaren Phenole, was dem Ergebnis der früheren Kleinversuche entsprach. Es wurde weiter versucht, die Ausbeute durch Umwälzen des Dampf- und Gas-Inhaltes der Kolonne mittels einer Dampfstrahldüse noch höher zu treiben, jedoch hatte diese Maßnahme nicht den gewünschten Erfolg. Die bisher erzielte Phenolausbeute dürfte das in einer Extraktionsstufe erreichbare Maximum darstellen. Eine weitere Ausbeutesteigerung ist wahrscheinlich durch Einführung eines mehrstufigen Gegenstromverfahrens sowie bei Verwendung einer phenolreicheren Mittelölfraction möglich.

Die Auswertung der Versuchsunterlagen ergab, daß selbst unter den günstigsten Bedingungen (mehrstufiger Gegenstrom, Verwendung einer phenolreicheren Mittelölfraction) das Sulfidlauge-Verfahren bestenfalls die Wirtschaftlichkeit des Natronlauge-Gegenstromverfahrens erreichen kann. Diesem gegenüber weist es jedoch den Nachteil wesentlich höherer Anlagekosten, nicht unerheblicher Materialschwierigkeiten und des Arbeitens mit dem gefährlichen Schwefelwasserstoff auf.

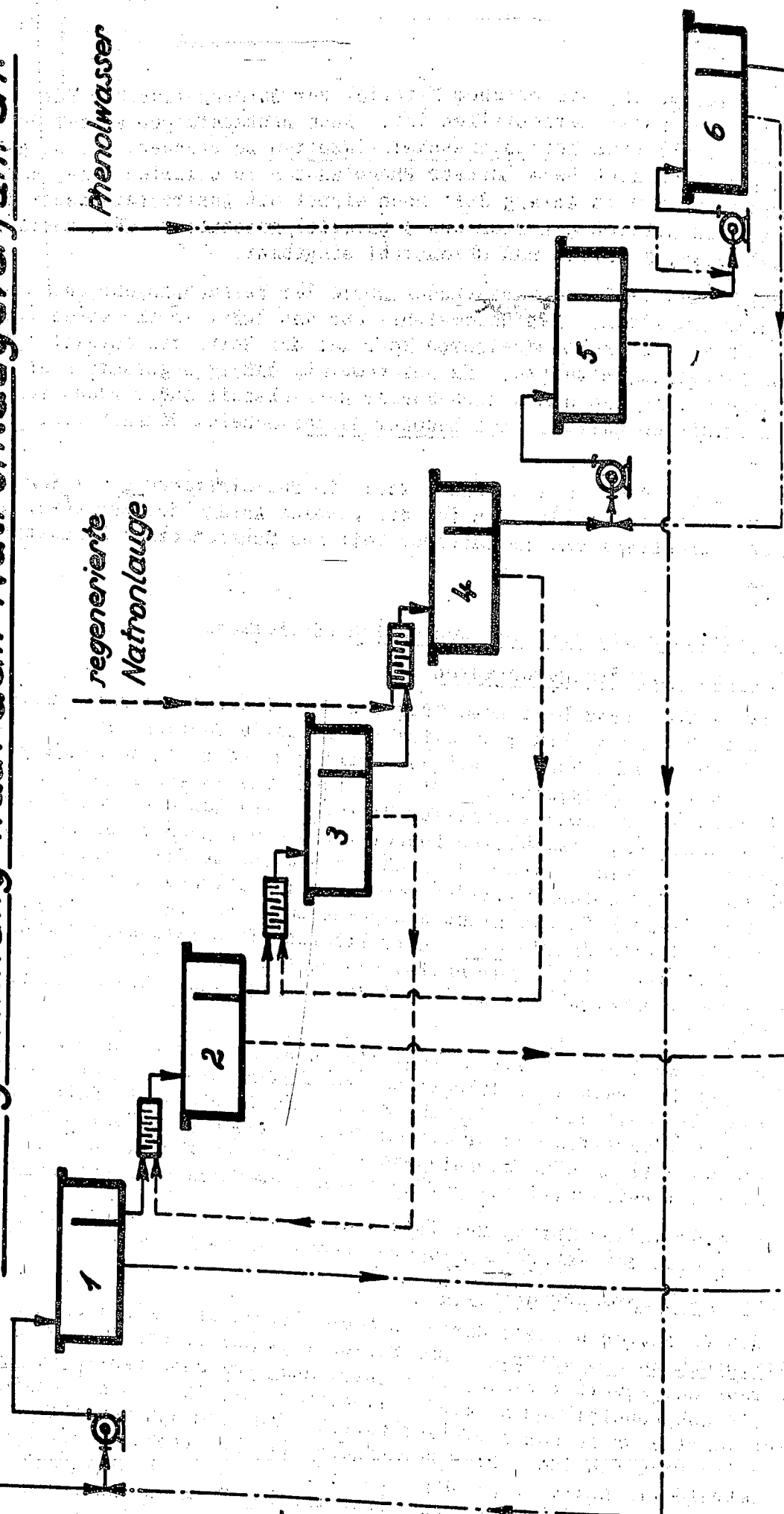
Die Versuche wurden Anfang Mai 1939 abgebrochen und die Apparatur für die Phenolgewinnung nach dem Natronlauge-Gegenstromverfahren benutzt.

### 2) Nach dem Heißwasserverfahren

Das Verfahren besteht darin, phenolhaltiges Öl mit Wasser bei etwa 250° und 50 Atm. Druck zu extrahieren. Das Wasser löst bei dieser Temperatur Phenole aus dem Öl heraus und scheidet diese, nach Abtrennung vom entphenolierten Öl, durch Abkühlung als Rohphenolöl zum größten Teil wieder aus. Das noch schwach phenolhaltige Wasser kehrt dann in den Kreislauf zurück. Aus dem Rohphenolöl wird durch Destillation die Fraktion 180 - 210° herausgeschnitten, welche dann zwecks Entfernung von Neutralöl in Natronlauge umgelöst wird. Durch Karbonisierung der Phenolatlauge werden die Phenole in praktisch neutralölfreier Form abgeschieden und durch Redestillation wasserfrei erhalten.

# Phenolgewinnung nach dem Natronlaugeverfahren.

A-Mittelöl



Phenolwasser

regenerierte  
Natronlauge

Im stündlich Rohpheno

Die trieb un phenolöl Öl Frakt von Phen to geste

Die Anfang a

Die genden e ausbeute diesen g verfahren Die Vera

### 3) Nach

Das Natronl ge mit Karbona zurück.

Im aus phe wonnen für das de. In wickelt pro t P tronlau daß es den zu

Wi in Me 9 In den in den Abwasse Mische H<sub>2</sub>S) m und Öl bei Wa

D Abstre durchg weitge vom Öl

A D sieden

A den Ph sole, in Mit

Im September kam eine im Bau 803 X errichtete Extraktionsanlage für einen stündlichen Durchsatz von 9 m<sup>3</sup> Kohleabstreifer-Mittelöl in Betrieb. Das erzeugte Rohphenolöl wurde an anderer Stelle aufgearbeitet.

Die Extraktionsanlage war ohne längere Unterbrechungen bis Ende Juni in Betrieb und hat insgesamt rund 36 000 t Mittelöl durchgesetzt, wobei 2 466 t Rohphenolöl erhalten wurden. Laut Analysenrechnung waren darin rund 500 t Reinphenolöl Fraktion 180 - 210° enthalten. Durch Ausfahren der Anlage konnte die Erzeugung von Phenolöl 180 - 210° von ursprünglich projektierten 75 Moto auf maximal 150 Moto gesteigert werden.

Die Extraktionsanlage war verhältnismäßig einfach zu fahren und arbeitete von Anfang an ohne nennenswerte Störungen.

Die Einführung einer mehrstufigen Gegenstromextraktion an Stelle des vorliegenden einstufigen Verfahrens hätte voraussichtlich eine Verdoppelung der Phenol- ausbeute ohne wesentlichen Dampfverbrauch gebracht. Dennoch ergab eine auf diesen günstigen Annahmen beruhende Wirtschaftlichkeitsprüfung, daß das Heißwasser- verfahren wesentlich teurer als das Sulfid- oder das Natronlaugeverfahren arbeitet. Die Versuche wurden deshalb Ende Juni eingestellt.

### 3) Nach dem Natronlaugeverfahren

Das Verfahren besteht darin, aus phenolhaltigen Ölen die Phenole mit 10 %iger Natronlauge bei gewöhnlicher Temperatur zu extrahieren, die gebildete Phenolat- lauge mit CO<sub>2</sub> zu begasen, wobei sich die gelösten Phenole abscheiden. Die anfallende Karbonatlauge wird mit Kalk kaustifiziert und kehrt dann in den Extraktionsprozeß zurück.

Im Jahre 1937 vorgenommene Großversuche hatten gezeigt, daß auf diesem Wege aus phenolhaltigen Hydrierungsprodukten ansehnliche Mengen wertvoller Phenole ge- wonnen werden können. Die Großversuche wurden dann abgebrochen, da die Apparatur für das damals günstiger beurteilte Sulfidlaugeverfahren von Dr. Bähr benötigt wur- de. Inzwischen wurde das Natronlaugeverfahren im Laboratoriumsmaßstab weiter ent- wickelt und gefunden, daß der für die Wirtschaftlichkeit maßgebende Laugebedarf pro t Phenol wesentlich herabgesetzt werden kann, wenn man die Extraktion mit Na- tronlauge im Gegenstrom vornimmt. Das Verfahren erschien nun so aussichtsreich, daß es durch einen neuen Großversuch nachgeprüft werden sollte. Die Apparate wur- den zu diesem Zweck umgebaut.

Wie aus nebenstehender Skizze zu ersehen ist, besteht die Extraktionsapparatur in Me 906 X im wesentlichen aus 6 Mischern und den dazugehörigen Scheideflaschen. In den Mischern 2, 3 und 4 wird Lauge und Öl in 3 Stufen im Gegenstrom extrahiert; in den Mischern 5 und 6 wird das entphenolierte Öl mit Wasser (z.B. phenolhaltige Abwasser) im Gegenstrom in 2 Stufen zur Entfernung von NaOH-Resten gewaschen. Im Mischer 1 wird das zu entphenolierende Öl zwecks Bindung darin gelöster Gase (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S) mit dem schwach alkalischen Waschwasser behandelt. - Als Mischer für Lauge und Öl dienen mit Schikanenblechen versehene, sogenannte Orifice-Mischer, während bei Wasser und Öl die Mischung durch eine Schleuderpumpe bewirkt wird.

Die Anlage wurde Ende Mai mit einem stündlichen Durchsatz von 4-6m<sup>3</sup> Kohleofen- Abstreifer-Mittelöl in Betrieb genommen und bestätigte in einer bis Anfang August durchgeführten Versuchsreihe die günstigen Ergebnisse der Laboratoriumsversuche weitgehend. Die angewandte Menge an 10 %iger Natronlauge betrug im Mittel 15 Gew. % vom Öldurchsatz.

An Ausbeute wurde 5,4 % Rohphenolöl erhalten.

Durch das Natronlaugegegenstromverfahren werden die wertvolleren von 180-210° siedenden Phenole selektiv aus dem zu entphenolierenden Öl herausgelöst.

Auf das eingesetzte Mittelöl bezogen, betrug die Ausbeute an niedrig siedenden Phenolen 3 Gew.%. Die Fraktion enthielt 30 - 40 % Kurbolsäure, 50 - 60 % Kre- sole, etwa 10 % Xylenole und weniger als 1 % Neutralöl. Der Laugebedarf betrug im Mittel 6 t 10 %ige Natronlauge pro t Phenolölfraktion 180 - 210°.

Das entphenolierte Öl war nach Waschung mit 5 - 10 % Phenolwasser völlig laugefrei. Nach eingehender Prüfung war gegen seine Eignung als Gasphaseeinspritzprodukt nichts einzuwenden.

Nach Abschluß der Großversuche wurde die Versuchsanlage zur Anpassung an den steigenden Phenolbedarf für eine Leistung von 400 Moto Phenolöl (Fraktion 180 - 210°) ausgebaut und Ende August angefahren.

Seit Anfang November wurde bis auf weiteres an Stelle von normalem Mittelöl ein durch fraktionierte Kondensation gewonnenes leichteres Produkt, das etwa 40 % des Gesamtmittelöls ausmacht, verarbeitet, mit dem Vorteil, daß man mit geringerem Laugeaufwand ein an wertvollen Phenolen besonders reiches Rohphenolöl erhält. Die separate Verarbeitung des leichten Kondensates kommt jedoch nur solange in Betracht, als nicht die gesamten im Mittelöl enthaltenen brauchbaren Phenole zur Extraktion herangezogen werden müssen.

Das in Me 288 aus der Phenolatlaug durch Karbonisierung abgeschiedene Rohphenolöl muß durch nochmalige Nachkarbonisierung von den Laugeresten weitgehend befreit werden und kann dann ohne Schwierigkeiten in diskontinuierlich arbeitenden Vakuumblasen fraktioniert werden.

#### Phenolöldestillation (Dr. Bemmann/Dr. Schrader bis 2.11.)

Zur Beschaffung von Kalkulationsunterlagen sollte ein dem in der neuen Destillationsanlage Me 950 anfallenden Produkt entsprechender Phenolölrückstand schon vor Inbetriebnahme der neuen Destillationsanlage hergestellt werden. Zu diesem Zwecke wurde eine bereits bestehende Versuchs-pipe-still-Anlage entsprechend umgebaut und ab September zur Zerlegung von Rohphenolöl, welches aus der Extraktionsanlage Me 906 X stammte, benutzt.

Die Destillationsversuche sind z.Zt. noch im Gange, da in der aus gewöhnlichem Eisen bestehenden Apparatur starke Korrosionserscheinungen aufgetreten sind. Die Korrosionen traten u.a. an Stellen auf, an welchen sie nach den früheren Untersuchungen der Materialprüfung nicht zu erwarten waren. Auf Grund der neuen Befunde konnten an der im Bau befindlichen Großanlage noch rechtzeitig einige Materialänderungen vorgenommen werden.

Ferner soll in der Versuchsdestillationsanlage festgestellt werden, ob es möglich ist, in einer Seitenkolonne aus einem Phenol-Kresol-Dampfgemisch technisch reine Karbolsäure herauszuschneiden. Wenn dieser Versuch günstig ausfällt, soll auch die Großanlage eine Seitenkolonne zur Karbolsäuregewinnung bekommen.

Labor Me 885Betrieb: Dr. UferReparaturen: DI. EinselArbeiten in 1939:

Neben den laufenden Betriebsanalysen wurde folgendes untersucht:

- 1) Untersuchung der Aufarbeitungsmöglichkeiten von Schlamm aus der T.T.H.-Schmieröl-Raffination ergab als günstigste Aufarbeitungsmöglichkeit die Schwelung der Rückstände nach ihrer Neutralisation mit Calciumhydroxyd mit einer Rückgewinnungsmöglichkeit des eingebrachten Öles bis zu 90 %.
- 2) Durch geringste Zusätze von Oppanol verschiedener Molekulargröße (unter 1 Gew.%) konnte der Viscositätsindex von T.T.H.-Schmieröl erheblich verbessert werden. Die Hitzebeständigkeit erwies sich jedoch als durchaus ungenügend. Der mit Oppanol verbesserte Viscositätsindex erweist sich jedoch bei dauernder Beanspruchung des Öls durch höhere Temperatur als nicht genügend stabil.
- 3) Siedegerechte Zerlegung von Paraffin aus T.T.H.-Abstreifer im Vacuum mittels einer Wittworth-Kolonne zur Gewinnung von Berechnungsunterlagen für eine großtechnische Paraffindestillation.
- 4) Vergleichende Untersuchungen über die Beeinflussbarkeit von Stockpunkt und Kalt-Filtrationsfähigkeit von T.T.H.-Dieselölen durch Paraflow und POV (Polyvinylöleat). In beiden Fällen ergab sich eine Verwendbarkeit zur Stockpunkterniedrigung, die bei POV günstiger war als bei Paraflow. Die Verbesserung der Kalt-Filtrationsfähigkeit im Brennstofffilter des Dieselmotors blieb jedoch erheblich hinter den bei der Stockpunkterniedrigung erreichten Kältegraden zurück.
- 5) Versuche zur Prüfung der Verwendbarkeit von PVO als Eichmittel für Viscosimeter zur Messung sehr hoher Viscositäten. PVO erwies sich sowohl in reinem Zustand wie in seinen Mischungen mit Paraffinöl bezüglich der eingestellten Viscositätsgrade als konstant, so daß es wegen seiner sehr hohen Zähigkeit und seiner vollkommenen Durchsichtigkeit auch in Mischung mit Paraffinöl als Eichflüssigkeit für Viskosimeter geeignet ist.
- 6) Prüfung der Mischbarkeit von T.T.H.-Dieselöl mit handelsüblichen Dieselölen. T.T.H.-Dieselöl zeigt sich mit den meisten handelsüblichen Dieselölen in jedem Verhältnis mischbar.
- 7) Vergleichende Untersuchungen der Stabilität von T.T.H.-Dieselölen gegenüber derjenigen von Handelsölen mittels Kogasinzusatz. Die T.T.H.-Dieselöle zeigen in gleicher Weise wie handelsübliche Dieselöle keine asphaltartigen Ausscheidungen.
- 8) Untersuchung eines durch Imprägnierung mit Eisensulfat hergestellten Hydrierungskontaktes auf Vollständigkeit der Bindung der aufgegebenen Kontaktmengen, sowie Klärung der Frage, ob Gefahr einer korrosiven Einwirkung des Kontaktes durch Entstehung freier Säure besteht. Der Alkaligehalt des Winklergrude-Elektrofilter-Staubes erwies sich in jedem Fall als ausreichend, um bei der vorgesehenen Kontaktbeladung die Bildung von freier Säure zu verhindern. Ebenso genügte der Mineralsalzgehalt des Grudestaubes zur vollständigen Bindung des Eisengehaltes der zur Imprägnierung verwendeten Kontaktmenge, so daß durch Wasserauszug nach der Imprägnierung dem Kontakt kein Eisen mehr entzogen werden kann.

Arbeiten für 1940:

- 1) Zwecks Einsparung von dem knapp gewordenen Jod sollen neue Untersuchungsmethoden für Phenol (bisher Koppe - Schaar) und H<sub>2</sub>S gefunden werden.
- 2) Ausdehnung der Versuche über die Beeinflussbarkeit von Stockpunkt und Kaltfiltrationsfähigkeit durch Paraflow und P.V.O. auf Handelsdieselöle.