Bericht B 22

über die Brikettierversuche mit Braunkohlen-Hypech (Abschlamm) von der Union Rheinische Braunkohlen-Kraftstoff AG. Wesseling, Benn, im Brikettierlaboratorium vom 18.-23.11.1942.

Durch die Brikettierungsversuche im Laboratorium sollte das Haftvermögen des von der Union Rheinische Braunkohlen-Kraftstoff-AG., Werk Wesseling, über die I.G.-Farben (Br. Bähr) in Ludwigshafen in Stücken angelieferte Braunkohlen-Hydrierpech ("Br.Hypech") aus abgeteppten Abschlamm festgestellt werden. Gleichzeitig wurden unter denselben Betriebsbedingungen mit normalem Teerpech als Bindemittel Briketts hergestellt, um eine Vergleichsmöglichkeit der Festigkeiten der Versuchsbriketts zu erhalten.

Die Versuchsapparatur ist im Bericht B 23 beschrieben.

Betriebsbedingungen.

Die Versuche wurden unter folgenden Betriebsbedingungen möglichst einheitlich durchgeführt:

Einsatzmenge des Brikettiergutes für eine Versuchsreihe	2200 g
Preßdruck der hydraulischen Presse	160 Atm.
Preßdauer (ohne Anlaufzeit der Presse)	5 s
Temperatur des überhitzten Dampfes (hinter dem Überhitzer)	140 - 150°
Knetwerkstemperatur am Thermometer	130 - 140°
Temperatur des Brikettiergemisches (beim Abziehen aus dem Knetwerk)	85 - 95°

Brikettierkohle und Bindemittel.

Als Brikettierkohle wurden zwei Kohlenarten verwandt, deren wichtigste brikettiertechnische Merkmale (flücht. Bestandt., Aschengehalt usw.) aus Zahlentafel 1 unt. a) und b) zu ersehen sind.

Erfahrungsgemäß besitzt die zum Brikettieren benutzte Eßkohle einen geringeren Bindemittelbedarf als die Magerkohle. Ein wesentlicher Körnungsunterschied zwischen beiden Kohlenarten besteht nicht, so daß hieraus kein unterschiedlicher Einfluß auf den Bindemittelbedarf entstehen kann.

Bindemittel war Hydrier - A b s c h l a m m , der im Laboratorium der I.G.-Farben Ludwigshafen (Br. Bähr) abgeteppt wor-

den war. Das Abschlamm-Br.Hypech ist stückig, hat einen Erweichungspunkt von 64,40° (Zahlentafel 2 unter a) und eine Mahlbarkeit (nach Brecho-Hedelmann) von 44,2 % (Korn unter 0,5 mm). Der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen beträgt 66,8 %. Nach der chem. Untersuchung hat das Abschlamm-Br.Hypech (Zahlentafel 2 unter b) den hohen Aschengehalt von 21,2 %. Davon entfallen auf reinen Schwefel 3 %. Art und Menge dieses Schwefels lassen darauf schliessen, daß bei der Brikettierung infolge der verhältnismäßig niedrigen Temperaturen im Knetwerk keine schwefelsauren Verbindungen (SO_2 oder SO_3) entstehen und deshalb Korrosionen, wie sie beim Rückstands-Br.Hypech als sehr nachteilig beobachtet wurden, jedenfalls nicht in dem Maße zu erwarten sind. Die Verbindungen $CaSO_3$, SiO_4 und Fe_2O_3 stören bei dem Brikettierungsvorgang selbst als Pechverzehrer, bei der Verbrennung als Aschenträger.

Mahlbarkeitsuntersuchung.

Zur Beurteilung der betriebsmäßigen Mahlbarkeit wurden im Laboratorium Zerkleinerungsversuche auf einer S c h e i b e n m ü h l e durchgeführt. Diese Scheibenmühle zerkleinert durch Abscheren. Von zwei senkrecht stehenden mit Mahlzähnen oder Furchen versehenen Scheiben wird die eine in schnelle Umdrehungen (n = 300) versetzt. Die Mahlscheiben nähern sich nur am äußeren Teil. Nahe der Mitte der feststehenden Scheibe wird das Gut eingetragen, am Scheibenumfang erfolgt das Austragen durch Ausschleudern. Die Zerkleinerung erfolgte ohne Schwierigkeiten auf die gewünschte Korngröße unter 0,5 mm (vergl. Zahlentafel 1 unter e).

Versuchsdurchführung.

Die im Brikettierungslaboratorium benutzten Bindemittelzusätze und die damit bei den Versuchsbriketts erreichten Druckfestigkeitswerte sind in der Zahlentafel 3 zusammengestellt. Die in dieser Zusammenstellung aufgeführten Druckfestigkeitszahlen sind gemittelte Werte aus den Festigkeitszahlen von zehn Einzelpreßlingen der Versuchsreihen.

Da bei alleinigen Br.Hypechzusätzen schon Festigkeiten erreicht wurden, die den Anforderungen verkaufsfähiger Briketts entsprachen, wurde darauf verzichtet, die Versuchsreihen mit Br. Hypech-Teerpech in bestimmten Verhältnissen durchzuführen.

3. In den Kurvenbildern 1, 2 und 3 sind die Festigkeitswerte in Abhängigkeit von dem Bindemittelaufwand graphisch dargestellt. Um einem Vergleich mit den entsprechenden Druckfestigkeitskurven bei Verwendung von 5, 6 und 7 % reinem Teerpech als Bindemittel zu ermöglichen, wurden die Kurven von solchen Versuchsproßlingen bei denselben Kohlenarten miteingezeichnet.

Die Versuchsergebnisse (Druckfestigkeits-Vergleichswerte):

a) Bei Eßkohle (Kurvenbild 1).

Die Druckfestigkeitskurve steigt bis zu einem Zusatz von 10 % Br.Hypech nahezu linear auf die optimale Festigkeit von 64,7 kg/cm² an und fällt bei einer weiteren Erhöhung des Bindemittels über 10 % ab, d.h. die Brikettfestigkeiten werden geringer. Die Kurve zeigt also einen Scheitelpunkt.

Die Ursache für die im Kurvenverlauf auftretenden Streuungswerte liegt vermutlich darin, daß die einzelnen Versuchsreihen nicht unter den genau gleichen Betriebsbedingungen durchgeführt werden konnten. Das gilt hauptsächlich für die Verweilzeit des Brikettiergutes im Knetwerk, die stark schwankte und für die damit zusammenhängende Wärme-Einwirkungsdauer, die, durch die Arbeitsweise beim Knetwerk selbst bedingt, bei den einzelnen Versuchsreihen verschieden war.

Das Haftvermögen des Br.Hypechs mit Eßkohle unterscheidet sich bei höheren Bindemittelzusätzen nicht wesentlich von dem Schleudorrückstand des Br.Hypechs (vergl. Bericht B 25). Bei beiden wird mit 9 - 10 % Bindemittelanteil die Festigkeit der Eßkohlenbriketts mit 5,5 % Teerpechgehalt erreicht.

b) Bei Magerkohle (Kurvenbild 2).

Wesentlich günstigere Brikettfestigkeiten werden bei Verwendung von Magerkohle erzielt. Die Festigkeitskurve verläuft unterhalb der Kurve der Teerpech-Briketts parallel zu dieser bis zu einem Bindemittelgehalt von 10 %. Es wird bei diesem Bindemittelzusatz die beachtliche Festigkeit von 71,5 kg/cm² erreicht. Bei einer weiteren Bindemittelerhöhung verflacht die Kurve, d.h. die Brikettfestigkeiten nehmen nur noch gering zu und fallen dann vermutlich ab.

Der Festigkeitsmittelwert bei 8 % Br.Hypech liegt auffallenderweise unterhalb des Kurvenverlaufs. Vermutlich ist

diese geringere Festigkeit auf die bereits erwähnte unterschiedliche Temperatur im Knetwerk zurückzuführen.

Bei 7 % Br.Hypechgehalt werden Festigkeiten erreicht, die nur wenig geringer als Brikettfestigkeiten mit 6 % normalem Teerpech sind. Um z.B. bei Magerkohle eine Festigkeit zu erhalten, die einem Teerpechzusatz von 7 % entspricht, werden 8,2 % Br.Hypech benötigt (also 17 % mehr an Bindemittelaufwand).

Das Kurvenbild 3 (eine Zusammenstellung der Kurvenbilder 1 und 2) zeigt das Verhalten des Bindemittels bei ES- und Magerkohle. Bis zu einem Bindemittelzusatz von 8 % werden mit ESkohle Festigkeiten erzielt, die nur wenig höher liegen als die der Magerkohlen-Briketts. Bei höheren Zusätzen als 8 % liegen die Festigkeitswerte mit ESkohle entgegen den bisherigen Erfahrungen u n t e r den Festigkeitswerten der Magerkohlen-Briketts. Die Ursache dieses unterschiedlichen Verhaltens des Br.Hypechs ist aus den Versuchsreihen selbst nicht zu erkennen.

e) <u>Magerkohlenbriketts aus Misch-Bindemitteln</u>
(Teerpech:Br.Hypech wie 1:1) Kurvenbild 2.

Die Versuchsreihen mit Magerkohle und einem im Verhältnis 1:1 zugegebenen Mischbindemittel (Teerpech + Br.Hypech) ergeben Druckfestigkeiten der Versuchsbriketts, die naturgemäß höher sind als die Festigkeitswerte mit Br.Hypech, aber geringer als die mit Teerpech. Durch die gleichzeitige Verwendung beider Bindemittel im Verhältnis 1:1 werden jedoch keine wesentlich höheren Brikettfestigkeiten als bei alleinigem Br-Hypechzusatz erreicht. Aus diesem Grunde wurde von einer weiteren Fortführung derartiger Mischbindemittel-Versuchsreihen abgesehen.

<u>Zusammenfassung.</u>

1. Die laboratoriumsmäßige Zerkleinerung des Br.Hypechs auf einer Scheibenmühle ergab keine Schwierigkeiten. Es ist deshalb auch zu erwarten, daß die betriebsmäßige Zerkleinerung in den Brikettfabriken möglich ist.

2. Das Haftvermögen des Br.Hypechs ist, abweichend von der Regel, bei Magerkohle günstiger als bei ESkohle. Bei 7 - 8 % Bindemittelzusatz sind Magerkohlen-Briketts herstellbar, die den Mindestfestigkeits-Anforderungen entsprechen. Um verkaufsfähige

Bikohlen-Briketts zu erhalten, ist ein Bindemittelzusatz von 8 - 9 % erforderlich.

3. Trotz des Gesamtschwefelgehaltes von 3 % wurden korrodierende Eigenschaften des Abschlamm-Br.Pypechs in keiner Versuchsreihe festgestellt (im Gegensatz zu den sehr störenden Erscheinungen beim Rückstands-Br.Pypech). Der Aschengehalt von 21,3 % (um mehr als die Hälfte niedriger als beim Rückstands-Br.Pypech) bedingt allerdings eine Erhöhung des Gesamt-Aschengehaltes der Briketts um rd. 1,6 - 1,8 %. Damit ist zugleich eine geringe Herabsetzung des Heizwertes verbunden.

Trotz dieser Nachteile erscheint das Br.Pypech infolge seines ausreichenden Haftvermögens als Bindemittel bei der Steinkohlen-Brikettierung durchaus brauchbar.

gez. Unterschrift

6.2.43

Zahlentafel 1

Angaben über Brikettierkohle und Pech.

a) **Kurzanalyse der Brikettierkohle.**

1. Eßkohle	mit	16,5 % flücht. Bestandt.
		9,8 % Asche
		2,0 % Feuchtigkeit
2. Magerkohle	mit	10,5 % flüchtige Bestandt.
		9,5 % Asche
		2,5 % Feuchtigkeit.

b) **Körnungen der Brikettierkohle.**

Körnung mm	Eßkohle %	Magerkohle %
über 5	4,7	0,8
5 - 3	16,0	15,4
3 - 1	36,0	33,2
1 - 0,5	17,0	21,2
0,5 - 0,3	6,8	7,3
0,3 - 0,1	10,0	11,5
unter 0,1	9,5	10,6

c) **Körnungen der Peche.**

Körnung mm	Br.Pech %	Körnung mm	Teerpech %
		über 1	0,62
1 - 0,5	35,0	1 - 0,5	29,49
0,5 - 0,3	16,4	0,5 - 0,3	23,36
0,3 - 0,12	26,9	0,3 - 0,2	12,36
0,12 - 0,09	14,4	0,2 - 0,1	16,69
unter 0,09	7,3	0,1 - 0,06	11,50

Tabelle 2

Brikettiertechnische Eigenschaften und Zusammensetzung des Br.Hypsochs.

a) **Brikettiertechnische Eigenschaften.**

Erweichungspunkt (nach KS)	64,4° (RWKS)
Mahlbarkeit unter 0,5 mm	44,2 %
Streckbarkeit (Duktilität)	65 cm
flücht. Bestandteile	66,84 %
Benzollösliches	71,43 %
Aschengehalt	21,40 %
Schwefel	3,01 %
Pyrit	2,54 %.

b) **Zusammensetzung des Br.Hypsochs, insbesondere seiner Aschenbestandteile.**

Wasser	0,11 %
FeS_2	4,76 %
$CaCO_3$	7,03 %
$CaSO_4$	1,06 %
Al_2O_3	2,52 %
SiO_2	0,95 %
Fe_2O_3	4,08 %
Na_2SO_4	0,87 %
Asche	21,40 %
flücht. Bestandteile	66,80 %
Erweichungspunkt (KS)	64,40 %
Benzollösliches organische Substanz	70,00 %

Die benzollösliche, organische Substanz enthielt:

Asche	0,1 %
flücht. Bestandteile	88,9 %
Gesamtschwefel	0,2 %
Kohlenstoff	90,4 %
Wasserstoff	6,2 %
Erweichungspunkt (KS)	31,3 °.

Zahlentafel 3

Ergebnisse der Druckfestigkeits-Untersuchung bei Br.Hypech- und bei Teerpech-Versuchsbriketts.

Bindemittel Anteil %	B r a u n k o h l e mit Teerpech Festigk. kg/cm²	B r a u n k o h l e mit Br.Hypech Festigkeit kg/cm²	H a r t k o h l e mit Teerpech Festigkeit kg/cm²	H a r t k o h l e mit Br.Hypech Festigkeit kg/cm²	H a r t k o h l e mit Br.Hypech Teerp.1:1 Festigkeit kg/cm²
4	55,9	25,5	30,8	19,9	29,2
5	60,4	27,9	41,8	29,0	-
6	67,4	41,6	49,0	37,5	37,9 (42)
7	-	46,9	-	46,3	-
8	80,0	57,4	63,8	47,5	37,2
9	-	-	-	61,8	
10	-	64,8	-	71,5	
11	-	-	-	-	
12	-	60,6	-	74,2	

[illegible]

25. Verarbeitung von Bühler Beer bei 150 atü. in 10 Ver.-Tl.
[illegible] verdünnter Beer bei 150 atü. in 8 [illegible] 10 l r. vom.

[illegible] Seite 450 - 471

Hochdruckversuche
Lu 558

8. 2. 1943. Hu/Pf.

456

Verarbeitung von Böhlener Teer bei 250 atm im 10 Ltr.-Ofen.

In einem kurzen Versuch wurde Topprückstand über 325° aus Böhlener Teer (P 1258 v. 12.11.38) bei 250 atm mit Grude-Molybdän-Kontakt hydriert. Der Rückstand enthielt 4,4 % Asphalt und nur 0,05 % Benzolfestes. Der Versuch, dessen Ergebnisse nachstehend aufgeführt sind, verlief störungsfrei.

Bilanz-Nr.	1	2
Kontakt a. Frischöl %	0,4	0,4
Frischöl : Abstreifer-schweröl	57 : 43	57 : 43
Frischöl : Abschlamm	1 : 0,5	1 : 0,5
Temperatur Vorheizer °C	476	461
" Ofen °C	476	480
Frischöldurchsatz	0,69	0,82
Gas cbm/kg Frischöl	3,0	3,1
Bi + Ml-Leistung neu	0,51	0,64
Vergasung a. Neuleistung + Verg. %	14,2	11,4
Asphaltabbau %	100	100

Der Teer ergab mit verhältnismäßig geringer Kontaktmenge eine ausgezeichnete Leistung und einen restlosen Abbau des Asphaltes. Die Steigerung der Ofentemperatur von 476 auf 480° führt zu einer Erhöhung der Leistung um 25 %, die Vergasung auf Neubildung + Vergasung wurde dadurch gesenkt. Mit 480° schien die oberste Grenze der Fahrbarkeit im 10 Ltr.-Ofen erreicht zu sein.

		10 Ltr.-Ofen	Böhlen
Kontakt	%	0,4	unter 0,2
Vorheizer	°C	469	448 - 458
Ofen	°C	478	476 - 488
Leistung		0,61	0,55
Vergasung	%	12,8	13 - 14

210 T

Zu der wesentlich höheren Leistung des 10 Ltr.-Ofens haben beigetragen die höhere Kontaktmenge, die höhere Vorheizertemperatur und das etwas höhere Abschneiden des Ölgewinns (in Böhlen wurde auf 315 - 325° destilliert). Möglicherweise waren die in Böhlen verarbeiteten Teere auch etwas schlechter als die hier geprüfte Probe.

Das Benzin - 200° lag mit dem Klopfwert 50,5 Res. in der Gegend der Erdölrohbenzine und weit unter dem der Benzine aus der Verarbeitung von Brüxer Teer (72), von denen es sich durch seinen geringen Gehalt an Naphthenen, Aromaten und Ungesättigten unterschied. Der Einfluß des Rohstoffes war auch am Mittelöl zu erkennen, das wasserstoffreicher war und nur 0,6 % Phenole enthielt, sowie an geringen spezifischen Gewicht der Abstreiferschweröl-fraktionen.

Einer überschlägigen Rechnung nach wurden in einem einmaligen Durchgang durch den Ofen rd. 40 % des gesamten eingehenden Paraffins zerstört.

Die Versuche wurden durchgeführt
von Dr. Krönig
gemeinsam mit Dr. v. Hartmann
Dr. Rank
Dr. Scheiner

gez. Hupfer
" Leonhardt

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg

Untersuchungen: Dr. Schiffmann
Dr. Meier
Dr. v. Füner
Dr. Lomme.

Versuchsverlauf.

Versuchsanordnung.

Normales 10 Ltr.-Ofensystem

s. Versuchsbericht v. 5. 2.43

Schlange 10 x 23 x 1200 H 8, 930 ccm Inhalt, Anfahrtag 20.6.39

Ofeninhalt: 7,8 Ltr.

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 29.8.39 - 5.9.39.

Versuchsbericht.

29.8.39 Im Anschluß an Versuche mit Mischungen des P 1235 mit Erdölen (P 1338 bezw. P 1393) wird umgestellt auf P 1238 allein. Einfüllmischung: P 1238 v. 12.11.38 get. - 325°. Frischöl : Abschlamm = 1 : 0,5, Frischöl : Abstreifer S'Öl = 57 : 43. Kontakt: 0,5 % 5475 1) Gh 12 30%ig im Abstreiferschweröl auf Teer zum Brei gegeben. Durchsatz 5,2 kg/h Frischöl. Gas 2,5 cbm je kg Frischöl, Druck 250 atm, Ofen- und Vorheizertemperatur maximal 25,0 mV 2). Abscheider 0,7 mV tiefer. Abschlammprozente 1-5. Demnach evtl. Durchsatz ändern. Rückstandsaufarbeitung: Abschlamm geschwelt, Schweröl mit Abstreifer zusammen destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Rückstand >325°.

30.8. Die Abschlammrückführung wird auf 1 : 0,4 zurückgenommen. Der Abschlamm fällt in gleichmäßiger Menge an, der Ofen schien danach sehr ruhig zu liegen.

Die Kontaktmenge wird auf 0,4 % vermindert.

Der Abschlamm hat ein sehr gutes Aussehen.

31.8. Die Abschlammrückführung wird wieder auf 1 : 0,5 vorgenommen.

Die Abschlammprozente liegen nun sehr unruhig. Das Fahren des dünnen Teeres erforderte eine reichlichere Abschlammrückführung, als das Fahren in Mischung mit Erdölen.

1.9. Bilanz 1

2.9. Der Frischöldurchsatz von 5,2 kg erscheint sehr niedrig. Um ihn erhöhen zu können, muß die Ofentemperatur vorgenommen werden. Sie wird erhöht auf 25,2 mV, obgleich damit die optimale Temperatur überschritten wird. Der Durchsatz kann infolge der Temperaturerhöhung auf 5,4 kg vorgenommen werden.

---

1) Grude-Molybdän.
2) Klemmentemperatur 40°.

3.9. Der Durchsatz wird stufenweise weiter auf 6,0 kg vorgenommen.

Die Abschlammprozente bleiben niedrig und die Farbe ist gut.

4.9. Der Durchsatz wird weiter auf 6,2 kg erhöht.

Die Abschlammprozente sind negativ.

5.9. <u>Bilanz 2</u>

Die Temperatur von 25,2 mV scheint für diesen Rohstoff die allerobberste Grenze zu sein, da sich der Ofen bei dieser Temperatur nur schwierig fahren lässt, während er bei 25,0 mV ruhig liegt.

Anschließend umgestellt auf neuen Versuch.

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 a **Bilanzen.**

Bilanz-Nr.	1	2
Tag 1939	1,9	5,9
Schicht	a b c	a b c
Frischöl	P 1239 gut. - 325	
Kontakt	v. 12.11.38	
% 5475 Gh. 12 30%ig	0,4	
Rückführung		
Frischöl : Abstreiferschweröl	57 : 43	
" : Abschlamm	1 : 0,5	
Bedingungen		
Druck atm	250	
Vorheizertemperatur °C	476	461
Ofentemperatur °C	476	480
Abscheidertemperatur °C	464	468
Durchsatz kg Frischöl/Ltr./h	0,69	0,82
Gas cbm/kg Frischöl	3,03	3,13
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	
Ergebnisse 1)		
Rohbilanz aus/ein %	100,1	99,7
Ausbeute auf R. Fr.-Öl + H_2-Verbrauch %	100,0	98,2
Prakt. Ölgewinn-(Bi + Mi) Leistung	0,54	0,68
" " " Neuleistung	0,51	0,64
" " auf R. Fr.-Öl %	80,3	83,8
darin Bi -200° %	24,6	21,2
Schweröleberschuß auf R. Fr.-Öl %	6,1	3,2
Vergasung auf prakt. Ölgew. + Verg. %	13,6	10,9
" " Neubildung " " %	14,2	11,4
Vergastes C auf C. V. Fr.-Öl %	12,9	10,4
davon als CO %	5,8	6,4
" " CO_2 %	0,2	1,1
Asphaltabbau %	100,0	100,0
Neuabschlamm auf Frischöl %	2,7	2,8
Wasserneubildung auf Frischöl %	2,7	2,9

1) gerechnet auf butanfreies Benzin.

Bilanzen

Tabelle 1 b Analysen des Anfalls.

Bilanz		1	2
Abstreifer + Schweröl			
Spez. Gewicht/20°		0,894	0,895
Wasser	%	0,4	0,6
- 200°	%	13,6	11,8
200 - 325°	%	35,6	39,4
Abschlamm			
Spez. Gewicht/50°		0,940	0,922
Festes	%	13,0	11,6
Asche im Festen	%	44,4	46,6
200 - 325°	%	16,1	19,5
α-Asphalt	%	0,5	0,2

Tabelle 2 Untersuchung des Frischöls zu Bilanz 2

Spez. Gewicht/50°		0,950
Gew. Engler 280-325	%	4,1
R	"	100,0
Vakuumkurve bei mm		17
178-225°	%	14,5
Spez. Gew./40	%	0,934
225 - 275	%	42,3
Spez. Gew./60°		0,911
275 - 325	%	67,0
Spez. Gew./90°		0,900
R	%	100,0
Benzolfestes	%	0,05
Asche i. G.	%	0,02
α-Asphalt		4,4
- 325°	%	4,1

Tabelle 3 **Benzinuntersuchung**
zu Bilanz 2

Benzin - 200° + Benzin + Butan
90 : 5 : 5

Spez. Gew./20°	0,750
Phenole %	1,5
A.P. °C	44,5
entphenolisiert	mit 5% Dr.-Lösung + Schwefel, 2 x 1% H_2SO_4 96%ig, dann NaOH, über NaOH destilliert
Raff. Verl. %	1,0
Wasch " %	1,0
Red. " %	5,1
Spez.Gew./20°	0,742
A.P. I °C	48,0
" Ia "	49,7
" II "	66,0
Dampfdruck	0,598
Cu-Streifen	corridiert
"-Schale	0,19 g Harz
Porz. Schale mg	2,4
Dr.-Test	negativ
H_2SO_4	2 - 3
ASTM 35-40	1,0
50	2,0
60	6,0
70	9,0
80	12,0
90	16,0
100	20,0
110	24,5
120	30,0
130	35,5
140	43,0
150	51,0
160	58,5
170	67,0
180	75,0
190	84,0
200	91,0
210	92,0
218	95,0
E	94,5

Fraktion 80-100°	
Spez.Gew./20°	0,681
A.P. °C	53,0
Fraktion 110-140°	
Spez.Gew./20°	0,724
A.P. °C	48,2
Fraktion 150-180°	
Spez.Gew./20°	0,768
A.P. °C	46,0
Fraktion 180-210°	
Spez. Gew./20°	0,786
A.P. °C	45,5
Zusammensetzung	
Paraffine %	71,0
Naphthene %	10,5
Aromaten %	15,5
unges.KW %	3,0
Klopfwert Res.	50,5

Tabelle 4 **Mittelöluntersuchung zu Bilanz 2**

Produkt >200° + Schweröl		98,6 : 1,4
Spez. Gew./20°		0,921
Mittelöl - 325°	%	39,0
Spez. Gew./20		0,889
A.P.	°C	41,0
Phenole	%	0,6
unges. KW	%	8,5
Gew. Engler 236-250°		14,7
275°		51,2
300°		79,7
325°		94,5
333°		97,5
R		100,0
Fraktion 240-240°		
Spez. Gew./20°		0,875
A.P.	°C	38,1
280-310°		
Spez. Gew./20°		0,897
A.P.	°C	44,1

Tabelle 5 **Schweröluntersuchung zu Bilanz 2**

Schweröl >325°		60,2 %
Spez. Gew./50°		0,925
Vakuumkurve bei mm		17
200-225°	%	40,7
Spez. Gew./40°		0,922
-275°	%	80,4
Spez. Gew./60°		0,912
-325°		97,7
Spez. Gew./90°		0,913
R	%	100,0

Tabelle 6 **Untersuchung der Abschlammöle**
zu Bilanz 2

Abschlammöl

Spez. Gew./50°		0,922
Gew.Engler		
195-325°	%	19,5
R	%	100,0

Mittelöl -325° (22,1%)

Spez. Gew./20°		0,885
Phenole	%	0,1
unges. KW	%	8,0
A.P.	°C	38,8

Gew. Engler

194-225°	7,6
250°	23,7
275°	51,0
300°	79,7
325°	95,1
332°	97,5
R	100,0

Fraktion 210-250°

Spez. Gew./20°		0,841
A.P.	°C	37,7

Fraktion 240-270°

Spez.Gew./20°		0,874
A.P.	°C	36,8

Fraktion 280-310°

Spez.Gew./20°		0,901
A.P.	°C	41,5

Schweröl >325° (77,9 %)

Vakuumkurve bei mm		17
192-225°	%	27,3
Spez.Gew./40°		0,928
225-275°	%	74,2
Spez. Gew./60°		0,924
275-325°	%	89,4
Spez.Gew./90°		0,929
R	%	100,0

Tabelle 7 **Benzinfraktionen.**

Benzin - 200° + Pentan + Butan (1221 : 62 : 67) raff.

Fraktion	I	II	III	IV	V
Temperatur	-79°	79-124°	124-154°	154-180°	> 180
Gew. %	20,0	19,9	20,1	19,8	20,1
Spez. Gew.	0,644/10	0,716/20	0,754/20	0,777/20	0,803/20
A.P. I °C	--	+ 50,0	+ 46,5	+ 46,8	+ 47,5
" II "	--	+ 62,5	+ 65,2	+ 68,0	+ 71,6
unges. KW %	--	4,0	4,0	3,0	5,5
Klopfwerte:					
Res.	80,0	54,5	43,0	39,5	20,5
Motor	78,0	52,5	45,5	38,0	30,0

Tabelle 8 . Elementaranalysen.

Produkt	Frisch-Öl P 1238	Benzin -200	Mittel-Öl 200-325°	S'Öl aus Abstreifer + Schwel-Öl >325°	S'Öl aus Abstreifer >325°	Abschlamm-Öl	Festes aus Abschlamm
Asche %							44,75
C "	84,36	85,15	87,45	88,27	88,47	88,13	49,91
H "	10,67	14,27	11,81	10,53	10,78	10,98	1,91
O "	3,36	0,38	0,37	0,08	0,38	0,85	0
N "	0,24	0,15	0,20	0,26	0,12	0,22	0,83
S fl. "							4,09
S ges."	1,36	0,048	0,17	0,46	0,25	0,24	9,87
H disp."	12,00	16,68	13,38	11,47	12,10	11,83	--

Tabelle 9

Elementar-Bilanz

zu Bilanz 2

	C g/h	H g/h	O g/h	N g/h	S g/h
Ein:					
Frischöl	5405	684	215	15,4	87,1
Kontakt	16	1	5	0,2	4,2
Eingangs-Gas	35	169	11	--	--
Gesamteingang	5456	854	231	15,6	91,3
Aus:					
Benzin	1150	193	5	2,1	0,7
Mittelöl	3055	412	13	3,7	5,9
Schweröl	442	39	3	0,6	3,5
Abschlammöl	140	17	1	0,4	0,4
Abschlammfestes	10	1	--	0,2	2,1
Abwasser	1	20	180	78	7,8
Gas im Prod. gelöst	50	10	--	--	--
Ofengas	444	122	27	--	34,7
Abstreifergas	152	37	2	0,5	34,2
Abschlammgas	12	3	--	0,3	2,0
Gesamtausgang	5456	854	231	15,6	91,3
% Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	100,6		95,0	131,5	99,4

Korrekturen:
C-Bilanz: Eingangsgasen
O- " : Abwasser
N- " : Ausgang H_2O und Mittelöl
S- " : Abstreifergas.

Tabelle 10 **Verteilung des als KW vergasten C** [1)]

zu Bilanz 2

als C 1 - KW	%	31,5
" C 2 - "	"	15,7
" C 3 - "	"	31,3
" C 4 - "	"	21,5
Ungesättigte von C_2	%	4,1
" " C_3	"	7,3
" " C_4	"	11,4
" " C_1-C_4	"	5,4

1) berechnet auf butanfreies Benzin

Tabelle 11 **Abwasseranalysen**

Bilanz	1	2
CO_2 g/kg	8,56	10,8
NH_3	--	51,5
H_2S	--	31,8
Cl	0,135	0,18

Tabelle 12

Organisch gebundener Schwefel im Abgasen

zu Bilanz 2

	mg S/m³
Ofengas	31,05
Abschlammgas	14,67
Produktgas	verunglückt

Tabelle 13

Abschlammschwelung

Bilanz-Nr.	Labor 2	Betrieb 1	Betrieb 2
Teer	84,3 %	80,0	75,0
Koks	11,7 %	16,0	22,0
H_2O	1,0 %	) 4,0	3,0
Gas und Verlust	3,0 %	)	
Schweröl a. Öl im Abschlamm	95,6	91,8	85,0

Tabelle 14

Paraffinbestimmungen zu Bilanz 2

Frischöl	18,2 %
Abstreifer + Schweröl	15,0 %
Abschlammöl	16,5 %

Tabelle 15

Siebanalyse vom Abschlamm zu Bilanz 2

Rückstand auf 4900er Sieb	%	0,9
" " 10000er "	%	1,8
" " 12000er "	%	0,9
" " 16900er "	%	1,8
Durchgang durch "	%	94,6
	%	100,0

26. Verbesserung von Erdölparaffingatschen durch hydrierende Raffination 7. Mitteilung über Paraffin-Raffination.

Improvement of crude paraffin by hydrogenating raffination. 7. report about paraffin raffination.

Transl. nos. 472 - 476

Hochdruckversuche
Lu 558

8. Februar 1943 Ps/Fu

Verbesserung von Erdölparaffingatschen durch hydrierende Raffination.

7. Mitteilung über Paraffin-Raffination.

Mit den uns übersandten 21 Paraffingatsch-Proben wurden bisher folgende Ergebnisse erhalten:

Nur bei einer Probe entspricht die Paraffinfraktion von 340 bis 500°, die in diesem Falle 95 % des Gesamtproduktes darstellt, nach den analytischen Daten bereits ohne hydrierende Raffination den Anforderungen für die Schmieröl-Synthese und zwar:

(1) Schwitzöl II von Trsebinia

Das Produkt hat dunkelrote Farbe und kann schon durch sehr milde Hydrierung ohne wesentliche Änderung seines Siedeverhaltens fast farblos erhalten werden.

Aus elf Proben wurden durch hydrierende Raffination farblose bis gelbe Produkte erhalten, deren zwischen 340 und 500° siedende Fraktionen nach spezifischem Gewicht und Anilinpunkt den Anforderungen für die Schmierölsynthese entsprechen. Durch Spaltung wurden bei der Hydrierung als Nebenprodukt zwischen 8 % und 39 % Mittelöl bis 340° neu gebildet. Fünf der im folgenden angeführten elf Proben (2, 3, 10, 11 und 12) enthielten nach der Hydrierung praktisch keine über 500° siedenden Anteile mehr. Bei den sechs anderen Proben (4, 5, 6, 7, 8 und 9) sind in dem über 340° siedenden Teil des Hydrierproduktes noch 11 bis 47 % Anteile, die über 500° sieden, enthalten. Zur vollständigen Aufspaltung dieser hochsiedenden Anteile wäre ihre Abtrennung aus dem Hydrieranfall und Rückführung in die Hydrierung erforderlich.

Für zwei der 11 Produkte genügten schon sehr milde Hydrierbedingungen.

(2) Paraffingatsch Idaweiche (Mittelölneubildung 25 %)

(3) Flugatsch Trsebinia (Mittelölneubildung 26 %)

Fünf weitere Produkte konnten bereits unter Bedingungen, wie sie etwa der T.T.-Hydrierung von Braunkohle entsprechen, ausreichend raffiniert werden:

(4) Paraffingatsch 1199 Rhenania Ossag (Mittelölneubildung 8 %)

(5) Paraffingatsch Nerag Hisburg (" " 15 %)

(6) Petrolatum Oelebshausen (" " 11 %)

(7) Rücklaufparaffin aus der Krackanlage der Nordd. Mineralölwerke, Pölitz (" " 10 %)

(8) Schweröl-Paraffingatsch Lützkendorf (" " 27 %)

U 1165

Für vier weitere Proben waren noch höhere Hydriertemperaturen zur Erzielung brauchbarer Produkte erforderlich:

(9)	Paraffingatsch 1196 Rhenania Ossag	(Mittelölneubildung	30 %)
(10)	Neutralölparaffingatsch Lützkendorf	(" "	39 %)
(11)	Paraffingatsch Wilhelmsburg	(" "	39 %)
(12)	Schwitzöl I Trzebinia	(" "	37 %)

Sieben Proben haben unter den bisher angewandten Versuchsbedingungen noch kein befriedigendes Versuchsergebnis geliefert:

(13) Minusgatsch Trzebinia

(14) Deutsches Petrolatum K, Kolin

(15) Paraffingatsch I Wilhelmsburg

(16) Gatsch I Pechelbronn

(17) Paraffingatsch Wedel

(18) Paraffingatsch Dollbergen

(19) Gatsch II Pechelbronn

Bei den Produkten 13 und 14 und vielleicht auch 15 und 16 dürfte es voraussichtlich durch Anwendung schärferer Hydrierbedingungen gelingen, noch brauchbare Ausgangsstoffe für die Schmierölsynthese herzustellen. Bei den Produkten 17, 18 und 19, die nur Paraffingehalte zwischen etwa 25 und 30 % aufweisen, ist es sehr fraglich, ob durch Hydrierung noch brauchbare Produkte zu gewinnen sein werden.

Die Anwendung verschärfter Hydrierbedingungen ist naturgemäß mit stärkerer Spaltung verbunden. Die Ausbeuten werden dementsprechend kleiner sein als bei Produkten, die unter milderen Bedingungen raffiniert werden können.

Zwei Proben wurden nur analytisch untersucht:

(20) Rücklaufparaffin NHW 2 Pölitz

Von diesem Produkt war die vorhandene Probe für Hydrierversuche nicht ausreichend. Auf Grund der analytischen Daten kann aber geschlossen werden, daß sich das Produkt mindestens ebensogut, wahrscheinlich etwas besser verarbeiten lassen dürfte als Probe (7).

(21) Gasöl NHW 3, Destillationsprodukt nach der Polymerisationsstufe in der Schmierölfabrik der Nordd. Mineralölwerke Pölitz.

Dieses Produkt enthält 75 % Mittelöl bis 340° mit spez. Gewicht 770/20°; es hat Anilinpunkt 83 und Stockpunkt -9°. Der Rückstand über 340° enthält nur wenig Paraffin, ist also zur Vermischung mit dem Einsatzprodukt der Krackanlage ungeeignet.

Aus den Untersuchungen ergibt sich, daß die Paraffingatsche umso leichter zu brauchbaren Ausgangsprodukten für die Schmierölsynthese hydriert werden können je höher ihr Gehalt an Paraffin ist und je mehr Anteile bereits im richtigen Siedebereich liegen. Produkte mit sehr viel über 500° siedenden Anteilen, wie z.B. die Proben 4 und 5 mit 90 bezw. 93 % über 500°, können zwar u.U. schon bei sehr milden Bedingungen soweit raffiniert werden, daß die Paraffinfraktionen 340 - 500° den Anforderungen entsprechen, man muß aber trotzdem wesentlich höhere Reaktionstemperaturen anwenden, um die erforderliche Spaltung zu gewährleisten.

Bei hochsiedenden Produkten mit viel über 500° siedenden Anteilen ist es nicht ohne große Verluste möglich, das Produkt vollständig in den richtigen Siedebereich hineinzuspalten. Der Hydrierprozeß wird deshalb zweckmäßig unter Rückführung der Anteile über 500° durchzuführen sein. Man wird deshalb den Hydrieranfall entweder einer Vakuumdestillation unterwerfen müssen oder man könnte, wie bei der Sumpfphasehydrierung, mit Heißabscheider arbeiten, wodurch zwar keine scharfe, aber wahrscheinlich eine ausreichende Trennung in Anteile unter und über 500° zu erzielen sein wird. Diese Fahrweise würde einen geringen Ausbeuteverlust mit sich bringen.

Aus Untersuchungen von Herrn Dr. Baumeister folgt übrigens, daß auch Produkte mit beträchtlichen Mengen über 500° siedenden Anteile für die Schmierölsynthese gut geeignet sein können, wenn sie ausreichend hydriert sind. Eine Abtrennung der Anteile über 500° und Rückführung in die Hydrierung wäre demnach möglicherweise unnötig.

Störend für die hydrierende Raffination wirken sich asphaltartige Stoffe in den Paraffingatschen aus. Der Paraffingatsch Dollbergen (18) z.B., der bei der Vakuumdestillation einen pechartigen Rückstand hinterläßt, ließ sich nur mit stark verringertem Durchsatz soweit raffinieren, daß ein gelbes Hydrierprodukt erhalten wurde, während bei allen anderen Gatschen bei wesentlich höherem Durchsatz leicht farblose oder schwach gelbliche Produkte zu erhalten waren.

Für die Verarbeitung stark asphalthaltiger Paraffingatsche erscheint deshalb eine vorangehende Entasphaltierung oder Vakuumdestillation erforderlich.

Produkte mit relativ niedrigem Paraffingehalt, wie z.B. die Proben 15 bis 19, aus denen durch Hydrierung brauchbare Produkte schwerer oder garnicht zu gewinnen sind, dürften in Mischung mit sehr guten Produkten, wie z.B. den Proben 1 bis 5, noch verwendbar sein.

Eine wesentliche Verbesserung wäre in allen Fällen durch Mischung der hydrierten Erdölgatsche mit Paraffingatschen aus der Fischersynthese oder durch gemeinsame hydrierende Verarbeitung der Erdölparaffingatsche mit Extrahartwachsen der Fischer-Synthese zu erzielen.

In anliegender Tabelle sind die wichtigsten Versuchsergebnisse zusammengestellt:

Die angegebenen Destillationsprozente beziehen sich auf Atmosphärendruck. Sie sind durch Umrechnung aus den bei der Vakuumdestillation bei 5 mm festgestellten Werten erhalten.

Das spezifische Gewicht wurde bei 70°C bestimmt, der Paraffingehalt der Fraktion 340 - 500° nach Holde.

Die in der Tabelle angegebenen Ausbeutewerte sind wie folgt angegeben:

$$\text{Spalt-Ausbeute} = \frac{\%\ \text{über } 340^{\circ}\ \text{im Anfall}}{\%\ \text{über } 340^{\circ}\ \text{im Originalprodukt}} \times 100$$

Gesamt-Ausbeute = % über 340° im Anfall.

Die in der Tabelle in Klammern angeführten Werte sind geschätzt und bedürfen noch einer Bestätigung bezw. Korrektur nach Abschluß der Untersuchungen. Zu den übrigen Zahlen ist zu bemerken, daß bei einzelnen Produkten, wie noch in Gang befindliche Versuche andeuten, eine spätere Korrektur in Richtung besserer Qualitäten und höherer Ausbeuten möglich sein dürfte.

Die Hydrierversuche sind in 200 cm^3 Öfen bei 250 atü mit Durchsatz 0,8 kg/Liter Kat/Stunde ausgeführt.

Als Katalysator wurde in allen Fällen der Kontakt 7846 W verwendet. Kontakt 5058 erwies sich als weniger geeignet.

Mit jedem einzelnen Produkt wurden mehrere Versuche bei verschiedenen Hydriertemperaturen ausgeführt, um die optimalen Arbeitsbedingungen zu ermitteln.

Zur Beurteilung ihrer Eignung für die Schmierölsynthese wurden die hydrierten Proben im Vakuum bei 5 mm in Fraktionen zerlegt und von jeder Fraktion Anilinpunkt, Schmelzpunkt und spez. Gewicht bestimmt. Diese Daten wurden jeweils mit festliegenden Anforderungen an Ausgangsprodukte für die Schmierölsynthese verglichen.

Dieses Verfahren führt erfahrungsgemäß zu einer Beurteilung, die gut mit der Beurteilung auf Grund laboratoriumsmäßiger Krack- und Polymerisations-Versuche übereinstimmt. Diese letztere Prüfung erfordert einen großen Material-, Zeit- und Arbeits-Aufwand. Die Weitergabe hydrierter Proben an Herrn Dr. Baumeister wurde deshalb auf eine geringe Anzahl beschränkt.

Herr Dr. Baumeister hat von uns von folgenden Produkten hydrierte Proben erhalten und nach den Ergebnissen seiner Krack- und Polymerisations-Versuche beurteilt:

	Urteil:
a) Petrolatum Oslebshausen (6)	geeignet
b) Schwerölparaffin Lützkendorf (8)	Untersuchung noch nicht abgeschlossen
c) Paraffingatsch 1199 Rhenania Ossag (9)	
d) Neutralölparaffingatsch Lützkendorf (10)	geeignet
e) Petrolatum Kolin (14)	ungeeignet
f) Paraffingatsch Wedel (17)	ungeeignet

Bei den Proben e) und f) dürfte eine stärkere Aufhydrierung möglicherweise ebenfalls zu geeigneten Produkten führen.

Diese Beurteilung durch Herrn Dr. Baumeister stimmt mit unseren analytischen Befunden überein.

Nr.		Bezeichnung	% bis 340°	% 340°-500°	% über 500°	Fraktion % Spez. Gew. b. 70°	A.
1551 II	1	Trzebinia, Schwitzöl II	5	94	1	0,778	1
1558	2	Idaweiche, Paraffingatsch	7	92	1	0,788	1
1551 III	3	Trzebinia, Plusgatsch	1	95	4	0,780	1
1544	4	Rhenania Ossag, 1199	0	10	90	0,808	1
1557	5	Nerag, Hisburg, Paraffingatsch	0	7	93	0,825	1
1538	6	Oslebshausen, Petrolatum	0	29	71	0,812	1
1560	7	N.M.W. Pölitz, Rücklaufparaffin	2	81	17	0,785	1
1556	8	Lütskendorf, Schwerölparaffin	0	27	73	0,815	1
1545	9	Rhenania Ossag, 1196	0	70	30	0,795	1
1528	10	Lütskendorf, Neutralölparaffin	0	78	22	0,838	1
1554 II	11	Wilhelmsburg, Paraffingatsch II	2	88	10	0,815	9
1551 I	12	Trebinia, Schwitzöl I	11	75	14	0,803	9
1551 IV	13	Trzebinia, Minusgatsch	14	76	10	0,821	9
1552	14	Kolin, Petrolatum	0	24	76	0,825	11
1554 I	15	Wilhelmsburg, Paraffingatsch I	0	28	72	0,830	-
1550 I	16	Pechelbronn, Gatsch I	23	69	8	0,824	9
1539	17	Wedel, Paraffingatsch	26	74	0	0,818	9
1116	18	Dollbergen, Paraffingatsch	4	56	40	0,841	9
1550 II	19	Pechelbronn, Gatsch II	2	55	43	0,864	9
	20	N.M.W. 2, Pölitz, Rücklaufparaffin	0	66	34	0,777	12
	21	N.M.W. 3, Pölitz, Gasöl	75	25	0	0,815	9

[illegible]	[illegible]	[illegible]r	Fraktion 340 - 500°				Hydriertes Produkt über 340° siedend					
							Ausbeute		davon bis 500°C			
			Spez.Gew. b.70°	A.P.	Sm P	% Paraff.	Spalt	Gesamt	%	Spez.Gew.	A.P.	Sm P.
5	94	1	0,778	116	42	88	100	95	99	0,778	116	42
[illegible]	[illegible]	1	0,788	111	45	73	(75)	(70)	(99)	(0,785)	(115)	(48)
1	[illegible]	4	0,780	107	37	70	74	73	99	0,779	112	45
[illegible]	10	90	0,808	125	59	90	92	92	83	0,792	119	51
0	7	93	0,825	130	57	86	(85)	(85)	(75)	(0,784)	(118)	(50)
[illegible]	29	71	0,812	115	51	62	89	89	53	0,798	118	51
[illegible]	81	17	0,785	111	48	65	90	88	89	0,782	115	47
0	27	73	0,815	115	38	48	73	73	71	0,783	117	46
[illegible]	70	30	0,795	115	51	78	70	70	76	0,787	113	45
[illegible]	78	22	0,838	102	49	41	61	61	100	0,779	116	48
2	88	10	0,815	98	38	45	(62)	(61)	100	(0,776)	(112)	(41)
1	75	14	0,803	98	32	45	(63)	(56)	100	(0,774)	(109)	(34)
4	75	10	0,821	99	33	41	81	70	98	0,792	108	36
0	24	76	0,825	115	52	47	76	76	55	0,791	105	34
0	28	72	0,830	-	-	(36)	71	71	93	0,804	114	45
3	[redacted]		0,824	94	37	36	57	44	100	0,783	109	40
5			0,818	90	35	(27)	68	50	100	0,778	103	39
4			0,841	94	48	30	60	58	100	0,803	99	39
2			0,864	95	48	(30)	74	73	71	0,813	107	43
0	66	34	0,777	120	58	79	-	-	-	-	-	-
5	25	0	0,815	98	-	wenig	-	-	-	-	-	-

[redacted]

27. Taetigkeitsbericht [illegible]ezember 1942/Januar 1943.
a) Kontaktprüfung für den [illegible]eisserdebetrieb Lu.
b) Kontaktprüfung [illegible] für den [illegible]eisserdebetrieb [illegible]ölitz.
c) Neue Benzinierungskontakte.
d) Neue [illegible]romatisierungskontakte für 250 atü.
e) Mäßige [illegible]romatisierung bei [illegible] atü.
f) Vorhydrierung.
g) Benzinierung von [illegible] 1251/17346/8754-C-Mittelöl.
h) Benzinierung von [illegible] 1522 (Rohraffinatsch Lützendorf) 6434 (600 atü) B-Mittelöl.
i) Verarbeitung von spanischem (Puertollano) Schiefermittelöl.
k) Versuche zur Verbesserung von Paraffinen.
l) Spaltung von teerhaltigem Abreifschwerol.
m) Entmethylierung von Xylol.
n) Versuche in Drehautoklaven.

Report on activities from December 1942-January 1943.
a) Examination of catalyst for the terra alba process, Ludwigshafen.
b) Examination of catalyst for the terra alba process, Böhlitz.
c) New catalysts for production of synthetic benzene.
d) New contacts for aromatisation at 250 at.
e) Controlled aromatisation at 600 at.
f) Preliminary hydrogenation.
g) Benzination of [illegible] 1251/17346/8754-C-middle oil.
h) Benzination of [illegible] 1522 (crude paraffin Luetzendorf) 6434 (600 at) B-middle oil.
i) Working up of Spanish (Puertollano) shale middle oil.
k) Experiments aiming at the improvement of paraffins.
l) Splitting of bituminous stripper heavy oil vacuum distillate over fixed bed catalysts at 600 at.
m) Demethylation of xylol.
n) Experiments in the rotary autoclave.

Frame Nos. 477 - 486

Hochdruckversuche
Ln 550

5. 2. 1943. Tro/Bf.

477

Tätigkeitsbericht Dezember 1942 / Januar 1943.

1. Kontaktprüfungen für den Weißerdebetrieb Ln.
2. Kontaktprüfungen für den Weißerdebetrieb Pölitz.
3. Neue Benzinierungskontakte.
4. Neue Aromatisierungskontakte für 250 atü.
5. Milde Aromatisierung bei 600 atü.
6. Vorhydrierung.
7. Benzinierung von P 1251/7846/8754-O-Mittelöl.
8. Benzinierung von P 1522 (Paraffingatsch Lützkendorf) / 6434 (600 atü) B-Mittelöl.
9. Verarbeitung von spanischem (Puertollano) Schieferrmittelöl.
10. Versuche zur Verbesserung von Paraffinen.
11. Spaltung von Steinkohle-Abstreiferschweröl-Vakuumdestillat über festangeordneten Kontakt bei 600 atü.
12. Entmethylierung von Xylol.
13. Versuche in Drehautoklaven.
14. Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Gemeinsam mit

Dr. Kohn
" v. Füner
" Fürst (Urlaub)
" Meier
" Schiffmann
" Willmann.

gez. Peters
" Profimow
" Günther
" Grassl
" Massée
" Heilmann

21069

478

1. Kontaktprüfungen für den Weißerdebetrieb Lm.

a) 6434. Neue hergestellte 3 mm T-Pillen zeigten eine sehr gute Spaltaktivität.

b) 5058. Die Fässer 1623-1791 wurden in 4 Chargen zu je ca. 40 Faß als Vorhydrierungskontakt für Steinkohleverflüssigung geprüft. Bei 19,5 MV bis 20,0 MV gaben sie ein B-Mittelöl mit Anilinpunkt 47-51 und hatten demnach eine sehr gute Hydrieraktivität.

c) 8376. Die Produktion Faß 1366 bis 1630 wurde in 6 Chargen geprüft.

Faß	1366-1389	1390-1429	1430-1469	1470-1509	1510-1550	1551-1630
A.P.	47	50	48	45	46	47
Beurteilung	gut	sehr gut	sehr gut	genügend	gut	gut

2. Kontaktprüfungen für den Weißerdebetrieb Pölitz.

a) 6434.

Faß	471-500	501-540	541-580	581-640
Charge		WPö 65	WPö 65	WPö 72
Spaltaktivität	60	70	55	62

Die geprüften Chargen sind damit durchweg als sehr gut zu bezeichnen. Das erzeugte Benzin war hinsichtlich Siedekurve und Qualität normal.

b) 5058. Die geprüfte Charge WPö 59 + 66 Faß 121-180 war hinsichtlich Hydrieraktivität einwandfrei. Bei 19,5 MV wurde eine B-Mittelöl mit AP. 49 erhalten.

c) 8375. Es wurden die Partien W Pö 68 Faß 1-20 und W Pö 69-70 Faß 21-60 unter den üblichen Bedingungen geprüft. Die untersuchten Kontaktchargen waren hinsichtlich der Hydrieraktivität ebenso gut (A.F. vom B-Mittelöl 47) wie die 8376-Produktion Ln.

3. Neue Benzinierungskontakte.

Um das Bild über die Spaltwirkung verschiedener Trägersubstanzen beim Hydrieren einerseits und Kracken andererseits zu vervollständigen, wurden folgende Katalysatoren auf ihre Eignung für die Benzinierbarkeit geprüft.

a) Ein auf Kat. 8688-Träger - 90 Teile aktive Tonerde, 10 HF Terrana - hergestellter 6434 (= Kat. 8792) spaltete erst bei 22,5 MV mit derselben Leistung wie der gewöhnliche 6434 bei 19,5 MV.

b) In einer weiteren Versuchsreihe wurde von Dr. v. Füner Kat. 6434 aus synthetischer Terrana mit verschiedenem Säurewert (ccm 0,1 n NaOH / 100 ccm Träger) statt aus natürlicher Terrana hergestellt. Alle drei Kontakte benötigten zur befriedigenden Spaltung wesentlich höhere Temperaturen als 6434. Die besten Ergebnisse lieferte der Katalysator 8970 (Säurewert 435).

Säurewert	Kat.	Temp. MV	150° Bi Kons. %	Spaltaktivität	Bemerkungen
397	8962	22	22	9	klingt ab
435	8970	21,5	55	27	kein Abklingen
447	8971	22	50	22	schwaches Abklingen

c) 6434 hergestellt aus unbehandelter Terrana mit aufgetränktem SiO_2-Gel (von Dr. Free) als Träger (= Kat. 8997 klingt auch bei 22,0 MV ab.

d) Titansäuregel - I als Träger für 6434 gibt einen Katalysator (= Kat. 9004), der ebenfalls erst bei viel höherer Temperatur spaltet als 6434.

e) Ähnlich Kat. 8797 - Terrana + 20 FeF_3 - wurde ein Kontakt aus synthetischer Terrana (6792) mit 20 FeF_3 hergestellt (= Kat. 8996), der jedoch nicht so aktiv ist wie der Katalysator 8797.

f) Ein nochmaliger Versuch zur Spaltung gut vorhydrierten Steinkohleverflüssigungsmittelöls über den Terrana -FeF_3 Kontakt (8797) wurde nach 48 Tagen abgeschlossen.

Bei 18,5 MV wurden sehr befriedigende Ergebnisse erzielt.

4. Neue Aromatisierungskontakte für 250 atü.

Es wurden Kontakte vom Typ 8688 mit verschieden hergestellten Trägern untersucht. Synthetisches Aluminiumsilikat (6752) statt natürlicher HF behandelter Terrana (6109) im Träger bringt keine Vorteile mit sich. Die Aromatenkonzentration im Benzin erleidet eine Abnahme von 2-3 Einheiten bei gleichbleibender Benzinkonzentration im Anfall. Ein Auffüllen von Kieselsäure wie bei der Herstellung von synthetischem Aluminiumsilikat auf aktive Tonerde statt Zumischen der Terrana HF gibt einen gut spaltenden Kontakt, jedoch ist die Aromatenkonzentration niedriger als bei Kontakt 8688. Die Versuche werden in dieser Richtung noch fortgesetzt.

Bei der Untersuchung des Sumpfbensineinflusses bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit einem Kontakt vom Typ 8688 wurde folgendes festgestellt:

a) eine Abnahme der Aromatenkonzentration im Benzin bei gleichzeitiger Abnahme der Benzinoktanzahl;

b) ein Ansteigen der Gesamtbensinleistung und der Vergasung bezogen auf die Benzinneuleistung;

c) eine Abnahme der Gesamtvergasung (V/V + Bi); die Vergasung auf Einspritzung (V/E) zeigte nur eine Abnahme von 11 % auf 7 %.

Die erhaltenen Benzine waren testgerecht.

Der Aromatisierungsversuch von Braunkohleverflüssigungsmittelöl Leuna wurde abgeschlossen. Das bei der Aromatisierung von P 1251/7846-B-Mittelöl erhaltene C-Mittelöl wurde über 6434 benziniert.

5. Milde Aromatisierung bei 600 atü.

Der im letzten Tätigkeitsbericht erwähnte Dauerversuch mit Kontakt 7501 wurde nach einer Betriebszeit von 3 Monaten abgestellt. Der Kontakt zeigte zum Schluß eine Leistungsabnahme von ca. 15 %. Ob diese Abnahme auf das Fahren von ungeschwefeltem Produkt zurückzuführen ist, wird in einem neuen Dauerversuch geprüft. Auf jeden Fall ist der Aromatenanstieg und B-Mittelöl-AP-Abfall eine unmittelbare Folge des Fortlassens der Schwefelung wie die jeweilige Umstellung auf geschwefeltes bezw. ungeschwefeltes Produkt gezeigt haben.- Bei der Prüfung, ob Wassereinspritzung für den Kat. 7421 schädlich ist oder nicht wurde ein Versuch mit Kat. 7421 mit Wassereinspritzung vor dem Ofen durchgeführt. Innerhalb der Versuchsperiode von 11 Tagen wurde keine schädliche Folge dieser Maßnahme festgestellt. Bei nachfolgender Umstellung auf wasserfreie Einspritzung wurden die gleichen Ergebnisse erhalten wie vor der Zugabe von Wasser. Zur Zeit ist ein Parallelversuch zur Kammer 805 mit Kat. 7421 mit S-Bi + Mo Schalen angefahren worden.

6. Vorhydrierung.

Anschließend an einen Dauerversuch mit Kat. 8376 mit ungeschwefeltem Steinkohleverflüssigungsmittelöl wurde ungeschwefeltes S Bi + Mi Leuna gefahren. Bei 250 atü Gesamtdruck und von 20,5 auf 18,5 abfallender Temperatur im Ofen, Durchsatz 0,8 und 3 cbm Gas/kg Öl wurde ein B-Mittelöl mit A.P. 58 bei sehr guter Phenol- und N-Raffination erhalten. Das B-Produkt ist ausgezeichnet benzinierbar. In einer weiteren Versuchsperiode wurde bei 1,0 MV tieferer Ofentemperatur gefahren. Das aus diesem Cyclus erhaltene B-Mittelöl mit A.P. 54 läßt sich jedoch erst bei 20,5 MV über 6434 benzinieren. Zur Zeit wird der Versuch bei erhöhtem Durchsatz von 1,2 fortgesetzt. Der A.P. vom B-Mittelöl beträgt 48.

In einem anderen Versuch wurde das Einspritzprodukt von Rheinbraun über 8376 bei 250 atü Gesamtdruck und 21,5 MV, bei Durchsatz 0,8 und Gas x 3, vorhydriert. Bei diesen Bedingungen wurde ein B-Mittelöl mit A.P. ca. 48 erhalten. Die Benzinierbarkeit dieses Produktes ist noch nicht geprüft worden.

7. Benzinierung von P 1251/7846/8754-C-Mittelöl.

Das bei der Aromatisierung von P 1251/7846 B-Mittelöl über Kat. 8754 erhaltene C-Mittelöl wurde über 6434 benziniert. Die Benzinierbarkeit von diesem sehr gut raffinierten Produkt war auffallenderweise schlecht. Bei 22,0 MV wurden 41% 150°-Benzin bei einer hohen Vergasung von 30,0 % erhalten. Das Benzin ist aromatenreicher als ein 6434-Benzin aus P 1251/7846 B-Mittelöl und besitzt daher auch bessere Klopfeigenschaften.

8. Benzinierung von P 1522 (Paraffingatsch Lützkendorf/6434-600 atü B-Produkt.

Paraffingatsch Lützkendorf (P 1522) wurde bei 600 atü über 6434 spaltend raffiniert. Das B-Produkt aus dieser Fahrweise ließ sich bei 17,0 MV über 6434 gut benzinieren. Bei einer Vergasung von 22,8 % (Gesamt C_4 = 52 %, Iso C_4 = 77 %) wurden 40 % sehr paraffinreiches (84 % Paraffin) Benzin bis 150° erhalten. OZ. Mot. 63,8 Mot. 0,12 Pb 87. Die Vergasung bezogen auf 170°-Benzin betrug 13,8 %. Die 170°-Benzinkonzentration im Abstreifer betrug 59 %, OZ. Mot. 54, Mot. 0,12 Pb 80,5.

9. Verarbeitung von spanischem (Puertollano) - Schiefermittelöl.

a) Vorhydrierung über Kontakt 8376.

Bei Durchsatz 0,8 und 21,0 MV wurde ein gut raffiniertes, fast benzinfreies Mittelöl mit dem hohen Anilinpunkt 74 erhalten.

b) Benzinierung über Kat. 6434.

Das B-Mittelöl ist für die Benzinierung ungeeignet. Das nach a) vorhydrierte Mittelöl ließ sich der Basenzahl 17 entsprechend bei 1,0 MV höherer Temperatur als vorhydrierte Stein- oder Braunkohleprodukte gut benzinieren. Mit der niedrigen Vergasung von 14,7 % wurde ein Benzin mit S.P. 150 und 56 % bis 100° erhalten, das O.Z. Mot. nur 66, aber sehr gute Bleiempfindlichkeit (O.Z. Mot. 0,12 Pb - 90,5) aufwies.

c) Das bei der TTH-Hydrierung aus Puertollano - Schieferöl von Dr. Donath erhaltene TTH-Mittelöl mit A.P. 69 ließ sich ohne Raffination nur schlecht benzinieren. Nach Raffination mit Schwefelsäure wurde bei 20,5 MV über 6434 ein siedegerechtes Fliegerbenzin mit einer Leistung von 0,7 erhalten. Nähere Untersuchung ist noch nicht abgeschlossen.

10. Versuche zur Verbesserung von Paraffinen.

a) Erdölparaffingatsch.

Die Versuche zur Verbesserung von Paraffinen mit Kontakt 8376 bei 250 at wurden fortgesetzt. Es wurden bisher insgesamt 21 Gatschproben verschiedener Herkunft untersucht.

Die Eignung der Produkte für die Schmieröl-Synthese ist -unabhängig von deren Siedekurve- von der Differenz zwischen den spez. Gewichten und Anilinpunkten der im richtigen Siedebereich liegenden Fraktion der Einspritzprodukte und den Idealwerten abhängig.

P 1551, Schwitzöl II Trzebinia, liegt trotz der dunklen Farbe schon ohne hydrierende Raffination mit 95 % Ausbeute in den Schmierölbändern. Pluszgatsch ergibt bereits bei 18,5 MV mit 72 % im richtigen Siedebereich liegend gute Produkte, während Schwitzöl I und Minusgatsch höhere Raffinationstemperaturen erfordern.

P 1560, Rücklaufparaffin Pölitz, liefert bei 22,5 MV mit 80 % Ausbeute gute Produkte. Bei der gleichen Temperatur wird P 1544, Paraffingatsch Rhenania Ossag (1199) mit 78 % zu einer im spez. Gewicht und A.P. den Erfordernissen der Krackung entsprechenden Fraktion hydriert; dagegen erfordert P 1545 (1196) des gleichen Werkes eine Raffinationstemperatur von 23,5 MV, um mit ungefähr 53 % Ausbeute in geradem Durchgang geeignetes Produkt zu erhalten.

P 1550, Gatsch I und II Pechelbronn ergeben noch bei 23,5 MV mangelhafte Werte für spez. Gew. und Anilinpunkt bei sehr hoher Spaltung zu Mittelöl (>50 %). Aber auch P 1554/I, Paraffingatsch Wilhelmsburg, bringt bei 22,5 MV noch kein den Anforderungen genügendes Produkt.

P 1116 der Deutschen Gasolin Dollbergen läßt sich selbst bei hohen Temperaturen nicht in den gewünschten Bereich raffinieren. Der Durchsatz mußte hier sogar auf 0,4 gegenüber 0,8 bei dem anderen Gatschproben zurückgenommen werden, um ein helles Produkt zu erzielen.

Ein Neutralölgatsch aus Lütskendorf vom 5.12.42 ergab ähnliche Resultate wie der vom 1.7.42.

Von den Versuchen mit P 1554/II Wilhelmsburg, P 1556 Schwerölgatsch Lütskendorf und P 1557 Misburg liegen die analytischen Untersuchungen noch nicht vollständig vor.

b) Braunkohlenparaffin.

Mit TTH-Paraffin Zeitz, P 1524, wurden Parallelversuche zur Kammer 501 gefahren und das gewünschte spez. Gewicht 0,772 leicht erreicht. Selbst Erhöhung des Durchsatzes von 0,8 auf 1,2, 1,5, 2,0 und 3,0 sowie gleichzeitige Verminderung der Gasmenge von 3 auf 2, 1, 0,66 und 0,4 hatte bei entsprechender geringer Temperaturerhöhung keinen Einfluß auf die Güte des erhaltenen Produktes.

Mit TTH-Abstreifer-Rückstand aus Zeitz wurden Raffinationsversuche unter Änderung von Temperatur, Durchsatz und Gasmenge unternommen. Die jeweils anfallenden Produkte wurden Dr.Eisenhut zu Entparaffinierungsversuchen übergeben. Ergebnisse liegen noch nicht vor.

c) Synthesepraffine.

P 1533, Hartwachsrückstand der Fischeranlage Schaffgotsch wurde mit Kontakt 8376 und Kontakt 5058 untersucht. Es verhält sich mit Kontakt 8376 ähnlich dem bereits früher untersuchten Extrahartwachs, P 1546, der Gewerkschaft „Viktor" in Rauxel, wobei allerdings der im richtigen Bereich der Schmierölbänder bezw. des Oxydationsbandes liegende Anteil bei dem Produkt aus Schaffgotsch geringer ist. Kontakt 5058 spaltet auch hier zu stark zu Mittelöl.

Raffinationsversuche mit dem Vakuum-Rückstand über 460°C/760 mm und in Verdünnung mit B-Mittelöl (260-330°C siedend) sind noch im Gange.

d) Kontaktversuche.

Nachdem sich unter den untersuchten 12 Kontakten verschiedener Typen kein Katalysator fand, der dem 8376 wesentlich überlegen ist, wurden die Kontaktversuche vorläufig zurückgestellt.

Zur vollständigen Auswertung der Versuchsergebnisse fehlen noch einige analytische Untersuchungen.

11) Spaltung von Steinkohle-Abstreiferschweröl-Vakuumdestillat über festangeordneten Kontakt bei 600 atm.

Frühere Versuche gaben bei Durchsatz 0,8 ein Dieselöl mit Cetanzahl 45 und Stockpunkt -66°. Die neuen Versuche hatten den Zweck, die Cetanzahl zu verbessern. Bei 0,6 Durchsatz wurden 72 % Dieselöl mit Anilinpunkt + 61,5, Cetanzahl 56 und Stockpunkt -66° erhalten. Weitere Durchsatzverminderung auf 0,4 brachte keine bessere Hydrierung mehr, lediglich die Spaltung stieg unwesentlich an. Durchsatzerhöhung auf 1,0 und 1,2 verursachte Verringerung der Spaltung, aber nur geringen Rückgang in der Hydrierung. Der Stockpunkt scheint vom Durchsatz in diesen Grenzen nur wenig abhängig zu sein, doch sind Andeutungen vorhanden, daß bei hohem Durchsatz etwas besser wird. Weitere Dieselöluntersuchungen stehen noch aus.

12) Entmethylierung von Xylol.

Um die Beständigkeit der 3 strukturisomeren Xylole zu prüfen, wurden o-, m- und p-Xylol im Drehautoklav 2 Stunden lang ohne Katalysator auf 25 mV geheizt bei einem Anfangswasserstoffdruck von 100 atm. Dabei wurde festgestellt, daß das o-Xylol am labilsten, die p-Verbindung am stabilsten ist.

Bei der Verarbeitung eines technischen Xylolgemisches wurden Toluolausbeuten bis zu 27 % bei einer Selektivität von 92 erhalten. Die Toluolausbeute scheint abhängig zu sein von dem Verhältnis Xylol - Wasserstoff, die Selektivität von Wasserstoff-Anfangsdruck. Diese Versuche werden fortgesetzt.

Verwendet man $AlCl_3$ als Katalysator, so erhält man bei normalem Druck bei Siedetemperatur gute Ausbeuten an Toluol, arbeitet man dagegen unter höheren Drucken (100 atm Anfangsdruck), so sinkt die Toluolausbeute fast auf 0, während die Benzolausbeute leicht ansteigt.

13) Versuche im Drehautoklaven.

Orientierende Hydrierversuche bei 350° und 500 atm Druck mit Hansaextrakt (Sulfitablauge) von Zellstoff - Waldhof mit 20,8 % Lignin zeigten, daß, um Verkohlung zu vermeiden, eine bestimmte Konzentration von Hansaextrakt nicht überschritten werden darf und auch andererseits eine gewisse Menge an Alkali notwendig ist. Bei einem Versuch mit 43 % Hansaextrakt und nur 5,8 % Ätznatron (Rest Wasser) traten feste Ansätze auf und die Ausbeute an Neutralöl auf Lignin war nur 5,4 %, während bei Anwendung der doppelten Ätznatronmenge unter gleichen Bedingungen homogenes Produkt und 68 % Neutralöl erhalten wurde. An Phenolen wurden durchschnittlich 2-5 % auf Lignin erhalten.

Auf Veranlassung des Reichsamtes erhielten wir eine Probe Reichsasphalt von Dollbergen und 1 Faß Säureharzbitumen von der Firma Pape & Co., Hamburg, die auf ihre Hydrierbarkeit geprüft wurden. Die Produkte weisen nach der Analyse keine großen Unterschiede auf und verhielten sich auch beim Hydrierversuch ähnlich. Es wurden ca. 90 % Öl mit etwa 50 % bis 325° siedenden Anteilen bei 8-9% Vergasung erhalten und der Asphalt wurde zu 88 bis 90% abgebaut. Hoher Druck wirkt sich, abgesehen von der Möglichkeit von Durchsatzerhöhung, vor allem in starker Verminderung der bei niederem Druck deutlich in Erscheinung tretenden Festneubildung günstig aus. Nach diesen Hydrierergebnissen erscheint die Verarbeitung dieser beiden Produkte gemeinsam mit Erdölrückständen oder für sich allein in einer Hydrieranlage gut möglich.

Eine von Rheinbraun übersandte Probe Bayermasse gab bei Hydrierversuchen gegenüber der in Lu verwendeten Masse nur geringe Unterschiede, die innerhalb der Versuchs- und Bestimmungsfehlergrenzen liegen dürften.

14. Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Zeichen	Datum	Titel
20 8671/Gth	1.12.42	6434-Prüfung für die Weißerdebetrieb Lu u. Pölitz
20 8761/Gth	4.12.42	Prüfung regenerierter 6434-Kontakte
20 9001/Gth	8.12.42	Über die Wirkung von W, Ni, Co und Fe als aktive Komponente auf Tonerde-Vorhydrierungskontakte
20 9211/Gth	28.12.42	Spaltung von Erdöl-B-Mittelölen über Kontakt 6434
20 9371/Tro	28.12.42	Über den Einfluß von Durchsatz bei der 250 atü-Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit Tonerde-Terrana-Kontakt
20940 1/Tro	28.12.42	Über den Einfluß von Druck bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit Terrana-Kontakt
20 9431/Gr	29.12.42	Hydrierversuche mit Kohleproben von Grube Andreas II und III der Hermann Göringwerke im Drehautokleven
20 9561/Gth	6. 1.43	8376-Kontaktprüfung für die Weißerdefabrik
20 9581/Gth	8. 1.43	Über den Einfluß des Stickstoffgehalts von Ölen auf ihre Bensinierbarkeit
21 0101/Gr-Ps	14.1.43	Versuche zur spaltenden Hydrierung von Brüxer Teer (P 1397) bei 250 atm über festangeordneten Kontakt 8376
21 0061/Ps,Ms	19.1.43	Derzeitiger Stand der Paraffinversuche (6. Mitteilung über Paraffinraffination)
21 0241/Gr	22.1.43	Prüfung einer von Wesseling eingegangenen Bayermasse im Drehautokleven
21 0251/Gr	22.1.43	Orientierende Hydrierversuche mit Hansaextrakt von Zellstoff-Waldhof

Besprechung über die Möglichkeit des Ersatzes des Kobaltkontaktes bei der Fischersynthese durch Eisenkontakt.

Conference about the possibility of replacing the cobalt catalyst used in Fischer's synthesis by an iron catalyst.

Frames Nos. 487 - 489

Hochdruckversuche
Lu 558

3. Februar 1943 Ps/Ki

487

Besprechung über die Möglichkeit des Ersatzes des Kobaltkontaktes bei der Fischersynthese durch Eisenkontakt.

Vorgang: Brief des Reichsamts (Dr. Altpeter) vom 16.1.1943

Lu 558 am 3. Februar 1943

Anwesend:

Dr. Wenzel	Leuna
Dr. Duftschmidt	Oppau
Dr. A.Scheuermann	Oppau
Dr. Pier	zeitweise
Frl.Dr. Höring	
Dr. Michael	
Dr. Peters	

Der Ersatz von Kobaltkontakten durch Eisen erscheint nach dem gegenwärtigen Stand nur für die Drucksynthese durchführbar, weil bei der drucklosen Synthese mit Eisenkontakten zu kleine Leistungen und Ausbeuten erhalten werden.

Nach Kenntnis der Anwesenden arbeiten die meisten Fischeranlagen drucklos mit Ausnahme der Anlagen von Hoesch und Schaffgotsch, die nur unter Druck arbeiten und der Ruhr-Chemie-Anlage in Holten, die nur Hälfte mit Druck arbeitet.

Ein Eisenkatalysator, der unter den Bedingungen des Fischer-Ruhr-Chemie Verfahrens dem Kobaltkontakt vergleichbar arbeitet, ist uns nicht bekannt.

Alle Eisenkontakte, die bei der I.G. entwickelt wurden, und ähnliche Produkte liefern wie der Kobaltkontakt, arbeiten bei Temperaturen oberhalb 220°, also oberhalb der Maximaltemperatur, die bei Kobaltkontakten zulässig ist.

Nach unseren Informationen dürfte diese Temperatur von 220° auch die für die jetzigen technischen Drucksynthese-Öfen zulässige Maximaltemperatur sein. Diese Öfen sollen angeblich für 15 atü Gas-seitig und 25 atü Dampf-seitig gebaut sein.

Von den bei der I.G. entwickelten Kontakten würde nur der in Leuna (Dr. Wenzel) entwickelte Synolkontakt, ein Eisenschmelzkontakt, der mit CO-reichem Gas zwischen 185 und 210° arbeitet, für die jetzigen Öfen anwendbar sein. Allerdings liefert er ganz andersartige Produkte, in der Hauptsache Sauerstoff-haltige Verbindungen und nur etwa 15 % einer Paraffinfraktion von 325 - 500°, die aber ebenfalls Sauerstoffverbindungen enthält. Nach Angabe von Dr. Wenzel arbeitet der Kontakt bei 15 - 25 at und es werden in 4 Stufen aus dem Ein Reingas 150 g flüssige Produkte mit 40 bis 60 % Alkoholen

21068

erhalten. Die Leistung wurde mit 0,35 kg/Liter/Tag angegeben. Der Kontakt ist in einer 750 Liter Apparatur erprobt.

Dieser Kontakt liefert, wie alle Eisenkontakte molmäßig mehr CO_2 als H_2O. Bei den jetzigen Synthese-Anlagen, die mit Kobalt arbeiten, wird fast nur Wasser als Nebenprodukt erhalten; es wäre also bei Umstellung auf Fe-Kontakte eine zusätzliche CO_2-Wäsche erforderlich.

Über Fe-Kontakte, die oberhalb 220° arbeiten, ist in der I.G. an 3 Stellen gearbeitet worden:

1.) Bei Dr. Winkler hat nach Angabe von Dr. Duftschmidt früher Dr. Linckh Eisenschmelzkontakte hergestellt, die ohne Druck bei 230 - 240° untersucht worden sind und 80 g flüssige Produkte/m³ geliefert haben sollen. Nähere Angaben konnte Dr. Duftschmidt nicht machen.

2.) Im Ammonlabor hat Dr. Scheuermann mit Fe-Cu-Fällungskontakten bei 12 atü und 230° (220° minimal) in einer Stufe 77 g flüssiges Produkt/m³ erhalten, wovon 78 % festes Paraffin oberhalb 325° waren. Die Leistung bei diesen Kleinversuchen betrug 0,45 kg/Liter/Tag.

3.) Bei den Hochdruckversuchen hat Dr. Michael mit einem modifizierten Fe-Sinterkontakt im 5 l Ofen bei 20 atü und 250°C 0,5 kg/Liter/Tag Leistung an flüssigen und festen Produkten mit 50 - 60 % Paraffin über 350° erhalten. Der Gasumsatz ist in einer Stufe 70 %. Bei 230° und wesentlich geringerer Leistung wäre der Kontakt noch anwendbar.

Da Franz Fischer und auch die Ruhr-Chemie, wie uns bekannt ist, schon seit vielen Jahren intensiv auf dem Gebiet der Eisenkontakte arbeiten, ist anzunehmen, daß auch sie über Eisenkontakte mit ähnlichen Eigenschaften verfügen.

Im Jahre 1938 wurde von der Ruhrchemie anläßlich des damaligen Erfahrungsaustausches über Eisenkatalysatoren folgendes gesagt:x)

"Eisenkatalysatoren arbeiten bei Temperaturen von 210 bis 240° und die Reaktion verläuft im wesentlichen mit Kohlendioxyd als Nebenprodukt. Eisenkatalysatoren sind zwar in ihrer Aktivität weitgehend gesteigert worden, sie sind aber für die technische Durchführung der Kohlenwasserstoffsynthese verlassen worden, weil die Kobaltkatalysatoren wesentlich aktiver sind und weil Eisenkatalysatoren einen größeren Kohlenstoff-Verbrauch haben."

x) Aus Besprechungsbericht über das Fischer-Tropsch Ruhrchemie-Verfahren, 24.Okt. - 30.Nov. 1938.

Aus den damaligen Angaben der Ruhrchemie[x)] sind in folgender Tabelle einige Zahlen für typische Eisen-Kobalt- und Nickelkatalysatoren zusammengestellt, wie sie im großtechnischen Betrieb erhalten wurden:

	Eisen	Nickel	Kobalt	
atü	0	0	0	7
Reaktions-Temp. °C	210-240	190-210	185-198	180-200
Synthesegas CO/H_2	2 : 1	1 : 2	1 : 2	1 : 2
% bis 200°	80	71	61,5	42
% bis 325°	98	95	88,5	72
Olefine bis 200°	42	15	35	18
g fl. Prod./Nm^3	90-95	95-100	120	145
g C_3C_4/Nm^3	24	18	12	7-8
g CH_3/Nm^3	42	42	32	25-27
g CO_2/Nm^3	viel	4	3	2

gez. Michael
gez. Peters

x) Aus Besprechungsbericht über das Fischer-Tropsch Ruhrchemie-Verfahren. 24.Okt. - 30.Nov. 1938.

[illegible]

29. Versuche im Laboratorium und im Betrieb zur Erhoehung der Ausbeute an Schwelöl bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückstaenden.
Experiments carried out both in the laboratory and in the works aiming at increasing the yield in coal tar during the low temperature carbonization of bituminous residues. 12.5.1942. Dr. Horn/Dr. Hinz.

Frame Nos. 490 - 501

HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

STETTIN-PÖLITZ

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unsere Zeichen	
			BZ/Bg	2.2.1943 AB

490

Betrifft: Erfahrungsaustausch / Schwelerei.

In der Anlage übersenden wir Ihnen im Rahmen des Erfahrungsaustausches einen Bericht unserer Herren Dr. Horn und Dr. Hinz über

"Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung der Ausbeute an Schweröl bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückständen."

Heil Hitler!

HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

1 Anlage

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft, Stettin-Pölitz

Einschreiben!

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Abt. Hochdruckversuche

Ludwigshafen a. Rh.
Friesenheimerstr. 38

Fernruf Sammel-Nr. 3 21 Berlin SW 11 Hydrier Pölitz | Fernschreiber Berlin 422 Hydrier Pölitz | GESCHÄFTSZEIT 8–17 Sonnab. 8–12 | POSTSCHECK Stettin 206

9 000 100/9044 22/0204

Abschrift / Pu

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Stettin-Pölitz, den 14.12.42. Abg
BR/Ha.

Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung der Ausbeute an Schweröl bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückständen
vom 12.5.1942
Dr. Horn/Dr. Hins

In allgemeinen tritt bei der Schwelung im Kugelofen bei 550°C ein Verlust von 10 - 15 % bei dem Pechabschlamm und von 20 - 30 % bei dem Schleuderrückstand aus schlesischer Kohle ein, wobei der Verlust auf das wasser- und feststoffreie eingebrachte Öl bezogen wird. Den Anlaß zu den folgenden Untersuchungen gab die an sich bekannte Tatsache, daß durch verschiedene Zusätze - die aufgrund anderer Beobachtungen den Einsatzprodukten beigegeben worden waren - die Ausbeute an Schwelprodukt herabgesetzt wurde. Diese Erscheinung führte zu der Überlegung, daß mit Wahrscheinlichkeit auch die Ausbeute erhöht werden kann, wenn geeignete Stoffe hinzugefügt werden, welche entweder die stets auftretende zusätzliche Verkokung eines Teiles des eingebrachten Öles oder die Vergasung herabmindern.

Für die Versuche wurde als Ausgangsmaterial zuerst Pechabschlamm, der bei der Hydrierung von Steinkohlenteerpech entsteht, und später Schleuderrückstand verwandt, wie er beim Schleudern des Kohleabschlammes der Hydrierung anfällt.

A. Versuche mit Pechabschlamm

Die Arbeit wurde bei uns im Laboratorium so aufgenommen, daß mit der Fischer-Schwelretorte ein Pechabschlamm verschwelt wurde, der ebenso auch im Betrieb verarbeitet wurde. Dieses Produkt ergab unter Zugabe von überhitztem Wasserdampf im Laboratorium folgende Ausbeutebilanz:

72,5 % Öl 3,8 % Vergasung 23,7 % zusätzl. Verkokung.

Zur Erhöhung der Ausbeute begannen wir mit Alkali- und Erdalkalihydroxyden als Katalysatoren und konnten dabei klar feststellen, daß eine Ausbeutevermindernng eintritt, wie z.B.:

mit Ca(OH)$_2$	65,2 % Öl	5,8 % Vergasung	29,0 % Verkokung
" Atznatron	60,2 % Öl	3,6 % "	36,2 % "

Ebenfalls zeigte sich, daß Oxyde von Kupfer, Molybdän, Uran, Wolfram, Chrom, Nickel u.a. keine Effekte bewirkten, eine Beobachtung, die auch beim Schwelen von Schleuderrückstand mit den angeführten Zusätzen gemacht wurde. Metalle wie Kupfer, Chrom, Aluminium und Metallegierungen, von denen das Raney-Nickel (s.Angew.Chemie 1941,S.229) besonders geeignet erschien, waren hier fehl am Plats.

Aus dem Gedanken heraus, daß etwa durch Polymerisation der leichten Anteile mehr Ölbildung auftritt bezw. dies durch Dehydrierung und Spaltung hoher asphaltartiger Moleküle erreicht werden könnte, wurden Versuche mit Schwefel, Selen und Tellur begonnen, da diese Stoffe vielfach als Katalysatoren für die oben genannten Reaktionen angewendet werden. Hierbei zeigte es sich, daß eine geringe Erhöhung der Ausbeute an Schweröl aus Pechabschlamm eintritt, und zwar mit Tellur um 2 - 2,5 %, mit Selen (rot) um 1 - 2 %, mit Schwefel um 0,5-1 %. Selbstverständlich läßt sich sagen, daß derartige Unterschiede innerhalb der Versuchsfehler liegen können, zumal sich ergab, daß die Ausbeute im Betrieb viel höher lag als die des Laboratoriums:

im Laboratorium 72,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Dieser Unterschied erklärt sich daraus, daß unsere Produkte im Laboratorium um 5°C pro Minute bis auf 520°C erhitzt und dann während einer Viertelstunde ausgeschwelt wurden, während im Betrieb das Produkt die volle Temperatur viel schneller erreicht. Um diesen Fehler auszumerzen und dem großtechnischen Prozeß nähersukommen, haben wir die Fischer-Retorte derart umgeändert, daß der Abschlamm bezw. der Rückstand tropfenweise in die bereits auf Schwelteperatur gebrachte Retorte eingeführt werden kann. Hierbei ergab sich nun, daß die Ausbeuten von Betrieb und Labor praktisch gleich hoch waren:

im Laboratorium 85,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Bei Zusätzen von Schwefel, Selen (rot) oder Tellur erreichte man auch mit der abgeänderten Apparatur die Erhöhung von 0,5 - 1 % bezw. 1 - 2 % bezw. 2 - 2,5 %.

Wenn auch die Erhöhung der Ausbeute bei der Verschwelung von Pechabschlamm nicht bedeutend ist, so ist doch hier - wie auch später bei der Schleuderrückstand-Verschwelung - ein anderer Effekt eingetreten: Die Siedeanalyse des ohne Kontakt behandelten Abschlamms im Vergleich zu der mit Kontakt behandelten Probe zeigt eine Verschiebung

Ebenfalls zeigte sich, daß Oxyde von Kupfer, Molybdän, Uran, Wolfram, Chrom, Nickel u.a. keine Effekte bewirkten, eine Beobachtung, die auch beim Schwelen von Schleuderrückstand mit den angeführten Zusätzen gemacht wurde. Metalle wie Kupfer, Chrom, Aluminium und Metallegierungen, von denen das Raney-Nickel (s.Angew.Chemie 1941,S.229) besonders geeignet erschien, waren hier fehl am Platz.

Aus dem Gedanken heraus, daß etwa durch Polymerisation der leichten Anteile mehr Ölbildung auftritt bezw. dies durch Dehydrierung und Spaltung hoher asphaltartiger Moleküle erreicht werden könnte, wurden Versuche mit Schwefel, Selen und Tellur begonnen, da diese Stoffe vielfach als Katalysatoren für die eben genannten Reaktionen angewendet werden. Hierbei zeigte es sich, daß eine geringe Erhöhung der Ausbeute an Schweröl aus Pechabschlamm eintritt, und zwar mit Tellur um 2 - 2,5 %, mit Selen (rot) um 1 - 2 %, mit Schwefel um 0,5-1 %. Selbstverständlich läßt sich sagen, daß derartige Unterschiede innerhalb der Versuchsfehler liegen können, zumal sich ergab, daß die Ausbeute im Betrieb viel höher lag als die des Laboratoriums:

im Laboratorium 72,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Dieser Unterschied erklärt sich daraus, daß unsere Produkte im Laboratorium um 5°C pro Minute bis auf 520°C erhitzt und dann während einer Viertelstunde ausgeschwelt wurden, während im Betrieb das Produkt die volle Temperatur viel schneller erreicht. Um diesen Fehler auszumerzen und dem großtechnischen Prozeß nähersukommen, haben wir die Fischer-Retorte derart umgeändert, daß der Abschlamm bezw. der Rückstand tropfenweise in die bereits auf Schweltemperatur gebrachte Retorte eingeführt werden kann. Hierbei ergab sich nun, daß die Ausbeuten von Betrieb und Labor praktisch gleich hoch waren:

im Laboratorium 85,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Bei Zusätzen von Schwefel, Selen (rot) oder Tellur erreichte man auch mit der abgeänderten Apparatur die Erhöhung von 0,5 - 1 % bezw. 1 - 2 % bezw. 2 - 2,5 %.

Wenn auch die Erhöhung der Ausbeute bei der Verschwelung von Pechabschlamm nicht bedeutend ist, so ist doch hier - wie auch später bei der Schleuderrückstand-Verschwelung - ein anderer Effekt eingetreten: Die Siedeanalyse des ohne Kontakt behandelten Abschlamms im Vergleich zu der mit Kontakt behandelten Probe zeigt eine Verschiebung

zugunsten der Mittelölfraktion bis 300°C, dann jedoch wird beim Pechabschlamm das mit Kontakt behandelte Produkt schwerer (siehe Tabelle 1).

D. Versuche mit Schleuderrückstand

Nach diesen ersten Versuchen mit Pechabschlamm wurde dann als wichtigeres Problem nur noch Schleuderrückstand der Kohlehydrierung geschwelt, und zwar ebenfalls mit der abgeänderten Fischer-Retorte und mit überhitztem Wasserdampf. Die Dauer der Schwelung wurde bei 110 g Einwage auf 75 Minuten gehalten und anschliessend 10 Minuten nachgeschwelt. Eine Versuchsserie über den Einfluß der Schweltemperatur ergab, daß die optimale Ausbeute bei 530°C erzielt wird, d.h. bei der gleichen Temperatur, bei der in der Großanlage gearbeitet wird (siehe Tabelle 2).
Die Untersuchungen wurden an vier Proben durchgeführt, die mit I, II, III und IV bezeichnet und an den genannten Tagen dem Betrieb entnommen worden sind:

I	am 24. 6.41	Analyse:	40,5 %	Festes,	Spez. Gew.	1,340
II	am 13. 7.41		39,5 %	"	" "	1,350
III	am 23.10.41		41,5 %	"	" "	1,334
IV	am 25.11.41		33,0 %	"	" "	1,243

Die Erfahrungen, die bei der Schwelung von Pechabschlamm hinsichtlich der Kontaktzusätze gemacht wurden, zeigten sich auch bei dem Schleuderrückstand I: Alkali oder Erdalkalihydroxyde, Metalloxyde, Metalle und Schwermetallsalze brachten in keiner Form einen Erfolg. Deshalb wurde bei den Rückständen II und III vorwiegend mit Schwefel und weiteren Beimengungen hierzu gearbeitet.

Die bei der Verschwelung von Pechabschlamm unter Zusatz von Schwefel auftretende geringe Erhöhung der Ausbeute ergab sich auch hier, sogar in weit größeren Maße, wie die Gegenüberstellung der Ausbeuten mit und ohne Schwefelzusatz bei der Verschwelung der Proben I, II und III zeigt (siehe Tabelle 3). Der Rückstand IV wurde nicht für diese Schwefelversuche verwandt, sondern mit anderen Zusätzen geschwelt und ist später beschrieben. Zur Frage des Prozentsatzes der Schwefelbeimengung fanden wir, daß bei 1,2 % Zusatz die höchste Grenze erreicht und eine weitere Zugabe zwar ohne Schaden, jedoch nutzlos ist.

Bleibt man unter 1,2%, so fällt die Ausbeute wieder. (siehe Tabelle 4).

Noch während der Bearbeitung der Rückstände im Laboratorium ist bereits Anfang Juli 1941 in der Betriebsschwelerei Kontakt zugegeben worden. Es bestätigte sich auch hier das Resultat des Laboratoriums, daß die Ausbeute im Monat Juni 1941 im Mittel 71,5 % Öl ergab, während im Juli 1941 79,5 % im Mittel erreicht wurden. Wie oben bereits erwähnt, ist beim Schwelen des Pechabschlammes die Beobachtung gemacht worden, daß bei Zusatz von Schwefel der Gehalt an Mittelöl steigt, jedoch über 300°C das Öl mit Schwefelzusatz schwerer wird. Bei dem Schwelöl aus Schleuderrückstand liegt der Fall ähnlich, nur steigt hier die gesamte Menge des mit Schwefel behandelten Produktes bis 360°, wie die Siedeanalyse zeigt (Tabelle 5).
Tabelle 6 gibt die im Betrieb erzielten Ergebnisse wieder.

Der bei den Laborversuchen höher liegende Siedebeginn hat seinen Grund darin, daß bei diesen Versuchen das Nachkühleröl nicht getrennt behandelt worden ist, während das bei den Betriebsproben geschehen ist. Die Nachkühleröl-Siedeanalysen zeigen bei Schwefelzusatz bei den Fraktionen von 280 - 360°C mehr Anteile als die entsprechenden ohne Schwefel (siehe Tabelle 7).
In den Fraktionen unter 280° waren Schwankungen zu verzeichnen. Häufig trat dort allerdings der Fall ein, daß ohne Zusatz mehr leichte Teile vorhanden waren, was jedoch gerade bei dem Nachkühleröl auf unsere anfänglichen Kondensationsschwierigkeiten zurückzuführen ist, da die noch leichteren Anteile bei der Kontaktbehandlung nicht restlos in den flüssigen Zustand gebracht werden konnten. Neuerdings liegen die Verhältnisse hier ebenso wie im Laboratorium (siehe Tabelle 8).

Es trat mitunter die zunächst unerklärliche Erscheinung auf, daß trotz des Kontaktes die Ausbeute in der Großanlage fiel, während dies bei Überprüfung des gleichen Produktes im Laboratorium nicht der Fall war. Wir nahmen zunächst an, daß der Schwefel bei Zugabe zum Rückstand evtl. bereits in irgendeiner Form zur Reaktion gebracht wird und bei Eintritt in den Schwelofen nicht mehr oder nicht mehr in der genügenden Menge vorhanden ist. Zur Kontrolle wurde Schleuderrückstand mit Schwefel bei verschiedenen Temperaturen untersucht. Dabei ergab sich, daß Temperaturen von 70 - 90°C eine kaum merkbare Bildung von H_2S erbrachten, bei 110° zeigten sich Spuren bei Behand-

lung bis zu 8 Stunden; jedoch bei 130° und 150°, den Temperaturen also, die im Betrieb vorliegen, ließ sich eine größere Abnahme des Schwefelgehaltes feststellen, und zwar von 4,0 % auf 0,8 % bei 8-stündiger Einwirkung und 150°C. Die Versuche sind gravimetrisch quantitativ ausgeführt, wobei stündlich der gebildete Schwefelwasserstoff als PbS erfaßt und dieses nach Überführung in $PbSO_4$ gewogen wurde. Die Tabelle 9 gibt den Schwefelgehalt nach den angegebenen Versuchsstunden wieder. Es gehen demnach nach 8 Stunden bei 130° rund 90 % und bei 150° rund 80 % des Schwefels in Schwefelwasserstoff über.

Diese Versuche erzwangen eine Untersuchung in der Richtung, daß statt Schwefel Schwefelwasserstoff dem Rückstand zugesetzt wurde mit dem Ergebnis, daß Schwefelwasserstoff eher etwas besser wirkt als Schwefel:

Rückstand II:	mit Schwefel	81,5 % Öl	+ 3,0 % / - 4,5 %
	" Schwefelwasserstoff	82,6 % Öl	+ / - 0,4 %.

Das oben erwähnte Fallen der Schwelausbeute im Großbetrieb lag also nicht an der Zersetzung des Schwefels, sondern es tritt - wie wir heute wissen - stets eine Abnahme ein, wenn die Öfen aus Produktmangel oder Reparaturgründen in den Kreislauf genommen und somit wiederholt an- und abgestellt werden müssen.

Aus diesen Versuchen im Laboratorium sowie im Betrieb zeigt sich, daß bei Zugabe von Schwefel - wie auch Selen und Tellur - eine Erhöhung der Clausbeute erreicht wird, <u>wenn mit überhitztem Dampf gearbeitet wird</u>, und daß die Bildung von H_2S im Vorratsbehälter nicht schadet. Der Chemismus der Reaktion mag sogar auf Bildung von H_2S beruhen, der evtl. wiederum bei der Schweltemperatur in Spaltprodukte überführt wird. Für die Betriebsschwelerei war es aus fahrtechnischen Gründen erwünscht, dem Rückstand noch Soda und Sulfigran zuzusetzen. Laborversuche mit Soda zeigten jedoch, daß Verminderung der Ausbeute eintritt. So ergab der Rückstand II ohne jeden Zusatz 74,5 % Öl, mit Soda (bis 1 %) nur 72,0 %.
Der Fall liegt dagegen anders, wenn man einen T e i l des Schwefels durch Soda ersetzt. Durch ein richtiges Verhältnis beider kann man die negative Wirkung der Soda so leiten, daß mindestens die gleiche, ja teils höhere Ausbeute als mit reinem Schwefel eintritt.

Tabelle 10 gibt ein Bild der Verhältnisse und zeigt, daß mit 0,15 - 0,3 % Soda und 0,9 - 1,2 % Schwefel, bezogen auf Schleuderrückstand, mindestens das gleiche Resultat erreicht wird wie bei der Schwelung ohne Soda und nur mit Schwefel.

Nach diesen Untersuchungen folgten jene mit Zusatz von Sulfigran zum Rückstand, wobei sich herausstellte, daß bei Anwendung geringer Mengen eine Erhöhung der Ausbeute eintritt, bei größeren Mengen (über 1,3 %) weder eine Erhöhung noch eine Verminderung. Mengen von 0,3 - 0,9 % Sulfigran ergaben die gleichen Ausbeuten wie mit Schwefelzusatz allein, bei 1,3 % und mehr erreichte man die Zahlen der kontaktlosen Schwelung. Es ist demnach für den Schwelbetrieb eine Sulfigranzugabe ohne weiteres möglich, zumal mitunter - wie bei Rückstand II - bei gleichzeitiger Anwesenheit von Schwefel die Ausbeute noch mehr ansteigt als mit Schwefel allein. Man erhält bei 0,3 - 0,6 % Sulfigran und 0,9 % Schwefel, bezogen auf den Rückstand, eine Ausbeute von 83,0 - 84,5 % im Gegensatz zu 81,5 % mit Schwefel allein.

Etwas andere liegen allerdings die Verhältnisse bei unserem Rückstand III. Hier beträgt die Ausbeute ohne Schwefel bereits 82,8 %, mit Schwefel 90,2 %, mit Schwefel + Sulfigran dagegen nur 86,5 %, d.h. 4 % mehr als ohne jeden Kontakt, aber 4 % weniger als mit Schwefel allein.

Abschliessend ist eine Kombination von Schwefel, Soda und Sulfigran untersucht worden, die zeigte, daß bei nicht zu großem Überschuß an Soda und Sulfigran die mit Schwefel allein erhaltenen Ausbeuten erreicht werden. Dies wurde auch in der Großanlage geprüft, indem dort zeitweilig ein Ofen ohne Kontakt gefahren wurde. Wir erhielten folgende Werte:

vom 16.-19.1.42.	76,5 %	Ölausbeute	bei	kontaktfreier	Schwelung
" 12.-15.1.42.	87,9 %	"	"	Kontaktzugabe	
" 20.-22.1.42.	86,5 %	"	"	"	.

Die Zusammensetzung des Kontaktes war:

0,27 % Soda)
0,30 % Sulfigran) bezogen auf den Rückstand.
0,30 % Schwefel

Somit ist auch hier wiederum bewiesen, daß Labor und Betrieb übereinstimmen und neben der gewünschten Zugabe von Soda und Sulfigran die Wirkung des Schwefels erhalten bleibt.

9. Zusammenfassung

Aus den sämtlichen Versuchsreihen und den Erfahrungen des Betriebes konnte mit Sicherheit festgestellt werden, daß bei u n s e r e m Schleuderrückstand durch Schwefelzugabe und überhitzten Wasserdampf stets eine Erhöhung der Ausbeute um 5 - 10 % eintritt, und zwar besonders glatt, wenn - wie die letzten Erfahrungen gezeigt haben - der Schwefel zusammen mit Soda und Sulfigran in Form eines 20 - 25%igen Breies zugesetzt wird.

Anlage I

Tabelle 1 (Vergl. S.3)

Siedeanalyse des Schweröls aus Fischabschlamm	ohne Kontakt	mit Kontakt
bis 250°	1,8 %	3,2 %
251 " 300°	2,5 %	7,6 %
301 " 345°	26,1 %	24,8 %
346 " 360°	48,9 %	36,8 %
über 360°	51,1 %	63,2 %

Tabelle 2 (Vergl. S.3)

Schweltemperaturen	450°	470°	490°	510°	530°	540°
Ölausbeute	60,8 %	67,1 %	69,5 %	73,9 %	75,0 %	73,1 %
zusätzl. Verkokung	34,8 %	28,3 %	24,8 %	17,6 %	18,5 %	18,4 %
Vergasung	4,4 %	4,6 %	5,7 %	8,5 %	6,5 %	8,5 %

Tabelle 3 (Vergl. S.3)

Gegenüberstellung der Ausbeuten bei der Schwelung von Schleuderrückstd. mit und ohne Zusatz von Schwefel.

Probe	Ausbeute ohne Schwefel				Ausbeute mit Schwefel			
	% Öl	% zus. Verkokg.	% Vergasung	Abweichung	% Öl	% zus. Verkokg.	% Vergasung	Abweichung
I	74,9	19,0	6,1	+ - 0,1	83,0	8,7	8,3	+ - 1,5
II	74,5	11,4	14,1	+ 2,6 - 1,7	81,5	15,4	3,1	+ 3,0 - 4,5
III	82,8	11,8	5,4	+ 1,2 - 1,2	90,2	6,6	3,2	+ 1,5 - 1,2

Tabelle 4 (Vergl. S.4)

Untersuchungen auf die zweckmäßigste Schwefelmenge.

Rückstand	ohne Zusatz	mit Zusatz	
II	74,5 % Öl	0,3 % S	79,0 % Öl
		0,6 " "	79,0 " "
		0,9 " "	81,2 " "
		1,2 " "	84,5 " "
		4,0 " "	85,0 " "
III	82,8 % Öl	0,5 % S	89,9 % Öl
		1,2 " "	90,95% "

Tabelle 5 (Vergl. S.4)

Siedeanalyse des Schwelöls aus Schleuderrückstand (Laborversuche).

	ohne Zusatz	mit Schwefelzusatz
bis 170°	0,5 %	3,0 %
" 200°	5,0 %	11,5 %
" 250°	10,2 %	20,5 %
" 325°	19,0 %	34,5 %
" 360°	51,5 %	70,5 %
über 360°	48,5 %	29,5 %
Spez.Gew./50°	1,052	1,045
Viskosität/50°	5,09°E	3,37°E

Tabelle 6 (Vergl. S.4)

Siedeanalyse des Schwelöls aus Schleuderrückstand (Betrieb).

	Ohne Zusatz (Juni 1941)		mit S'Zusatz (Juli 1941)	
	Probe v.12.6.	Probe 19.6.	Probe v.25.7.	Probe 31.7.
Siedebeginn	328°	314°	305°	326°
bis 320°	0,0 %	1,0 %	2,0 %	1,0 %
" 340°	1,5 %	2,5 %	7,5 %	3,0 %
" 360°	12,5 %	13,5 %	28,5 %	22,3 %
Spez.Gew./50°	1,060	1,069	1,059	1,062

Anlage III

Tabelle 7 (Vergl. S. 4)

Nachkühleröl-Siedeanalysen (Teil)

	ohne Zusatz		mit Schwefelzusatz	
	Probe vom 12.6.41	Probe vom 19.6.41	Probe vom 25.7.41	Probe vom 31.7.41
280° - 330°	18,5 %	16,5 %	26,3 %	29,0 %
331° - 360°	12,0 %	11,5 %	30,0 %	30,5 %
-360° gesamt	30,5 %	28,0 %	56,3 %	59,5 %

Tabelle 8 (Vergl. S. 4)

Nachkühleröl-Siedeanalysen.

	ohne Zusatz		mit Schwefelzusatz	
	Probe vom 12.6.41	Probe vom 19.6.41	Probe vom 8.3.42	Probe vom 14.3.42
Siedebeginn	205°	184°	169°	222°
bis 250°	34,8 %	33,5 %	59,5 %	15,0 %
" 280°	52,5 %	48,5 %	69,0 %	55,0 %
" 300°	58,0 %	56,0 %	72,0 %	72,0 %
" 325°	68,0 %	65,0 %	76,0 %	88,0 %
" 340°	73,0 %	67,5 %	80,0 %	94,0 %
" 360°	82,0 %	76,0 %	86,0 %	98,0 %

Tabelle 9 (Vergl. S. 5)

Feststellung des Schwefelgehaltes im Schleuderrückstand nach mehreren Versuchsstunden.

	Versuch bei 110°	Versuch bei 130°
Beginn	4,0 % S	4,0 % S
nach 1 Stunde	3,69 %	3,34 %
" 2 Stunden	3,41 %	2,79 %
" 3 "	3,15 %	2,33 %
" 4 "	2,91 %	1,95 %
" 5 "	2,69 %	1,63 %
" 6 "	2,48 %	1,26 %
" 7 "	2,29 %	1,05 %
" 8 "	2,01 %	0,80 %

Anlage IV

Tabelle 10 (Vergl. S. 6)

Gegenüberstellung der Ausbeute-Ergebnisse bei Schwefelzusatz bezw. Schwefel + Soda-Zusatz

	ohne Zusätze			mit Schwefelzus.			mit S + Soda-Zus.		
	Öl %	zus. Verkok. %	Vergasung %	Öl %	zus. Verkok. %	Vergasung %	Öl %	zus. Verkok. %	Vergasung %
Rückstand II	74,5	11,4	14,1	81,5	15,4	3,1			
mit:									
% S + % Soda									
1,2 + 1,8							78,9	12,9	8,2
0,9 + 1,35							81,8	13,4	4,8
1,0 + 1,0							78,4	14,6	7,0
0,6 + 1,0							78,5	16,2	5,3
0,2 + 1,0							78,3	15,6	6,4
0,6 + 0,9							81,5	15,0	3,5
0,6 + 0,5							82,4	14,7	2,9
0,3 + 0,5							82,0	14,8	3,2
0,9 + 0,3							84,6	7,1	8,3
0,6 + 0,3							84,0	5,5	10,5
Rückstand III	82,0	11,8	5,4	90,2	6,6	3,2			
mit:									
% S + % Soda									
1,0 + 0,3							90,5	5,8	3,7
0,8 + 0,2							90,6	2,7	6,7
3,0 + 0,15							85,2	10,1	4,7
2,5 + 0,15							86,3	9,2	4,5
1,8 + 0,15							89,8	7,1	3,1
1,5 + 0,15							90,6	7,2	2,2
1,2 + 0,15							92,7	5,8	1,5
0,6 + 0,15							91,3	6,5	2,2
0,4 + 0,15							91,6	7,7	0,7
0,25 + 0,1							88,3	8,4	3,3
0,15+ 0,1							88,5	7,3	4,2

[illegible] PAGE

30. Denaturierung von DNS-Rückstand.
Denization of DNS-residue.

Pra[illegible]ds. 502 - 506

Hochdruckversuche
Lu 558

1. Februar 1943 Og/Fu

542

Benzinierung von DHD-Rückstand

Ka 501 vom 11.4. - 7.5.1942.

Zusammenfassung:

Rückstände aus dem DHD-Abstreifer, über 165° siedend, redestilliert auf Endpunkt ca. 300°, wurden nach Vorhydrierung bezw. direkt über 6434 in Benzin übergeführt, das wieder in die DHD-Anlage eingesetzt wurde. Im ersten Falle wurde der Rückstand (Anilinpunkt - 48° C) über Kontakt 8176 bei Temperaturen von 333 - 343°C, bei Drucken von 180 - 270 atm, und einem Durchsatz von ca. 0,9 kg/Ltr Kat. und Stunde auf einen Anilinpunkt von + 8 bis + 10° aufhydriert, das - 170° siedende Benzin aus dem Abstreiferanfall abdestilliert und das b-Mittelöl mit Anilinpunkt von ca. + 9°C über Kontakt 6434 unter einem H_2-Partialdruck von 240 atm, bei 392 - 400°C und Durchsatz 1,36 kg/ Ltr Kat. und Stunde benziniert. Die Benzinleistung in der zweiten Stufe betrug dabei bis zu 0,82 kg/Ltr. Kat. und Stunde, die Leistung für beide Stufen betrug bis zu 0,48 bei einer Vergasung von 9 - 11 %. Im zweiten Falle wurde der Rückstand in Mischung mit Rückführmittelöl direkt über Kontakt 6434 bei einer mittleren Ofentemperatur bis zu 403°C in Benzin - 170° umgewandelt. Bei einem Produktdurchsatz von 0,75 kg/Ltr. Kat. und Stunde wurde eine Benzinleistung von 0,48 erreicht.

Die Benzine aus einstufiger bezw. zweistufiger Verarbeitung unterscheiden sich in der Hauptsache in folgenden Punkten (vgl. Tab.VIII):

1) Das bei einstufiger Benzinierung erhaltene Benzin enthält mehr Niedrigsiedende.

2) Der Aromatengehalt beträgt 29 % gegen 34 % bei Benzin aus zweistufiger Verarbeitung.

3) Bei etwa gleicher Grundoktanzahl (O.Z. 74 - 75 M-M) ist die Bleiempfindlichkeit des Einstufen-Benzins höher.

Die Überladekurve liegt zwischen B_4 und CV_2b und läuft parallel der B_4-Kurve.

Beide Benzine sind ihrer Zusammensetzung nach für DHD sehr gut geeignet.

Unter Mitarbeit von:

Dr. Süßenguth
Dr. Löcker
Dr. Hirschberger / Lajus
Dr. Dehn

ges. Sieg
ges. Simon

Versuchsbericht.

Bei der Destillation des DHD-Abstreifers aus rumänischem Benzin war ein über 165°C siedender Rückstand in einer Menge von ca. 1,5 - 2 % des Abstreifers angefallen. Dieser Rückstand wurde in der Kombinationskammer 501, bestehend aus Vorhydrierungs-, Benzinierungsofen, gemeinsamen Abstreifer, je 2 Regeneratoren und einem elektrischen Vorheizer benziniert. Das erhaltene Benzin, < 170° siedend, wurde als Ausgangsprodukt in die DHD-Anlage zurückgegeben.

In den Vorhydrierungsofen waren 760 Ltr. = 680 kg Kontakt 8376 in Gestalt von 10 mm Pillen, in 6 Feldern unterteilt, eingebaut. Das letzte Feld des Ofens war mit 115 Ltr. frischem Kontakt 8376 gefüllt, während die übrigen Felder bereits früher gebrauchten Kontakt aus dem Vorhydrierungsversuch von Steinkohlenmitteldlen enthielten. Der Benzinierungsofen enthielt 740 Ltr. = 556 kg Kontakt 6434, ebenfalls als 10 mm Pillen und in 6 Feldern eingefüllt. Dieser Kontakt war bei früheren Versuchen schon eingesetzt.

Gas und Produktdämpfe wurden bei beiden Öfen von oben nach unten geführt.

Die Verarbeitung wurde in 2 Versuchsperioden in verschiedener Weise vorgenommen. In der ersten Versuchsperiode (11.4.-29.4.42) wurde das auf einen Endpunkt von ~ 300°C destillierte Einspritzprodukt mit einem Anilinpunkt von - 48°C über Kontakt 8376 zu einem Abstreiferprodukt mit Anilinpunkt von + 8 - + 10°C aufhydriert. Die Abtrennung des über 300° siedenden Anteils des DHD-Rückstandes wurde lediglich zur Gewinnung eines Weichmachermittels für besondere Zwecke vorgenommen. Nach destillativem Abtrennen des bis 170° siedenden Benzins aus dem Vorhydrierungsabstreifer wurde das verbleibende Mittelöl über Kontakt 6434 restlos benziniert. Während in der Anfahrperiode des Vorhydrierungsofens der Eingangsdruck des Kreislaufgases auf ca. 190 Atmosphären und die mittlere Ofentemperatur auf ca. 340 - 343°C (17,0 - 17,2 MV bei 40° Klemmentemperatur) eingestellt war, wurde mit der Aufnahme der Einspritzung des Benzinierungsofens der Gesamtdruck auf 270 Atmosphären vorgefahren und die mittlere Ofentemperatur auf ca. 333 - 340°C (16,6 - 17,0 MV) gesenkt. Der Wasserstoffpartialdruck betrug durchweg 89 - 90 %. In der Vorhydrierung wurde bei einem mittleren Frischöldurchsatz von ca. 0,9 kg/Ltr. Kat. und Stunde eine mittlere Leistung an 170er Benzin von 0,37 erreicht. Das Produkt-Ofengasverhältnis war auf 1:2,9 durchschnittlich eingestellt, die Kaltgasmenge betrug im Mittel 1,8 m³ pro 1 kg Einspritzung. Das Benzin mit einem Siedebeginn von ca. 80°C hatte im Mittel etwa 35 % Aromaten, die sich nach der SO_2-Extraktion des Benzins in 0,6 % Benzol, 2,4 % Toluol, 16,6 % Xylol und 75,6 % höhere Aromaten aufteilten. Der Klopfwert des Benzins aus der Periode des dem 6434 angepaßten Druckes betrug 71 O.Z. nach der Motormethode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl etwa 80 O.Z. Das anfallende b-Mittelöl wies im Mittel einen Anilinpunkt von + 9°C auf. Die Betriebsbedingungen des 8376-Ofens der einzelnen Tage und teilweise die Betriebsergebnisse sind aus Kurvenblatt I und aus den Tabellen I und II a-e zu ersehen.

Die Benzinierung des Gemisches von b + c-Mittelöl über Kontakt 6434 wurde bei einer mittleren Ofentemperatur von 392 - 400°C (20 - 20,5 HV) durchgeführt. Bei einem Durchsatz bis zu 1,36 kg/Ltr. Kat und Stunde betrug die Benzinleistung bis zu 0,82. Das Benzin mit einem Aromatengehalt von ca. 30 %, einem Siedebeginn von ca. 50° und einem Gehalt von ca. 24 % Benzin - 100°C ergab die Oktanzahlen 85,5 nach der Research-Methode, 75,5 nach der Motor-Methode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl 88 nach der Motor-Methode. Bei der Zerlegung mit SO_2 wurde dies Benzin in 33,5 % Extrakt und 61 % Restbenzin zerlegt. Dieser Extrakt war zusammengesetzt aus: 3,4 % Benzol, 13 % Toluol, 29,4 % Xylol und 48,4 % höheren Aromaten. Betriebsbedingungen und -ergebnisse sind in den Tabellen III und IV a-c aufgeführt.

Der Gesamtabstreifer enthielt im Mittel 46 % Benzin - 170° siedend. Dies Benzin enthielt ca. 29 - 32 % Aromaten, die mittels der SO_2-Extraktion sich in 2,8 % Benzol, 7,6 % Toluol, 23,4 % Xylol und 59,6 % höhere Aromaten zerlegen ließen. Die Klopfwerte betrugen 86 OZ. nach der Research-Methode, 75 OZ. nach der Motor-Methode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl 86-89 OZ. nach der Motor-Methode.

Die Produkt-Untersuchungen sind in den Tabellen Va-d enthalten.

Der Gesamtverlust aus Vergasung und Destillationsverlust betrug über die gesamte Periode etwa 10 %, bezogen auf das Einspritzprodukt. Die Zusammensetzung der Vergasung enthält die Tabelle VI.

In der zweiten Versuchsperiode (1. - 7.5.42) wurde der DHD-Rückstand unter Rückführung des b-Mittelöls im Verhältnis 1:1 über Kontakt 6434 auf Grund von Kleinapparaturversuchen (Dr. Peters/Dr. Günther) in Benzin übergeführt. Bei einem mittleren Durchsatz von 0,75 kg Einspritzung pro Ltr. Kat und Stunde und einer mittleren Ofentemperatur bis zu 403°C (20,7 HV) wurde eine Benzinleistung von 0,48 erreicht. Das Produkt-Gasverhältnis betrug hierbei 1:3,5 und die Kaltgasmenge schwankte zwischen 0,1 und 0,3 m^3 je 1 kg Einspritzung.

Das bis 170° siedende Benzin , mit einem Aromatengehalt von ca. 31% im Mittel, hatte bei Dampfdruck 0,6 die Klopfwerte 75 nach der Motor-Methode. Das b-Mittelöl wurde auf einen zwischen -4 bis -10°C betragenden Anilinpunkt aufhydriert.

Die Betriebsergebnisse dieser Versuchsperiode sind aus Tabelle VII ersichtlich.

Der Schwefelgehalt sämtlicher Einspritzprodukte wurde auf einen Gehalt von 0,3 % S eingestellt. Dies wurde durch Überleiten des Produktes über festen Schwefel erreicht.

Ein Vergleich der in den verschiedenen Stufen bezw. Betriebsperioden angefallenen Benzine enthält Tabelle VIII. Danach unterscheiden sich die durch zweistufige und einstufige Verarbeitung gewonnenen Benzine dadurch, daß bei einstufiger Benzinierung (geringer Durchsatz bei 6434) weitgehendere Spaltung zu Niedrigsiedenden eintritt und weiterhin mehr Paraffine auf Kosten der Aromaten gebildet sind. Im Klopfverhalten drückt sich dies bei etwa gleicher O.Z. in einer erhöhten Bleiempfindlichkeit aus. Das in einstufiger Benzinierung erhaltene Benzin wurde in seinem Überladeverhalten untersucht und mit B_4 einerseits und OV_2b andererseits verglichen (siehe Kurvenblatt II). Danach liegt das Benzin zwischen beiden Vergleichstoffen, im Gesamtverlauf parallel zu B_4 also flacher als OV_2b. Die Untersuchungsdaten dieses Benzins sind in Tabelle IX zusammengefaßt.

Versuchsverlauf.

9.4.42 Kammer nach Auffüllung mit Frischgas auf 200 Atmosphären mit einem Gasdurchgang von 2000 m²/h je Ofen hochgeheizt. Temperaturerhöhung bis 12 MV stündlich 1 MV, über 12 MV stündlich ½ MV -, Ofen I auf 17,5 MV und Ofen II auf 15 MV.

11.4.42 Ofen I bei 17,5 MV mit Einspritzung. Einspritzprodukt: DHD-Rückstand > 165°, wird bei 15°C durch Überleiten über elementaren Schwefel geschwefelt, Durchsatz auf 0,8 kg/Ltr. Kat und Stunde gesteigert. 20 Ltr. Wasser/h vor Regenerator II eingespritzt.

Wegen des hohen Abstreifer-Anilinpunktes von + 18 bis + 22°C wird Durchsatz auf 0,92 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.

12.4.42 Weil die Temperaturlage des Vorhydrierungsofens sehr unruhig ist, wird dem DHD-Rückstand 10% b-Produkt aus dem anfallenden Abstreifer zugesetzt.

13.4.42 Wegen des noch zu hohen Abstreiferanilinpunktes von + 15°C bis + 21°C wird die mittlere Ofentemperatur von 17,6 MV auf 17,2 MV gesenkt. Die getroffenen Maßnahmen zur Senkung des Abstreifer-A.P. reichen nicht aus, deshalb wird noch der Eingangsdruck auf 182 Atmosphären gesenkt. Abstreifer-A.P. stellt sich jetzt zwischen + 5 bis + 10°C ein.

14.4.42 Wegen zu starker Schwefelung des Einspritzproduktes wird nur noch die Hälfte über den Schwefelturm geleitet.

Aus technischen Gründen wird der Eingangsdruck von 182 auf 190 Atmosphären erhöht.

15.4.42 Mittlere Temperatur von Ofen I auf 17,0 MV erniedrigt, Einspritzung von Ofen II bei mittlerer Temperatur von 17 MV mit b-Produkt angefahren, Temperatur auf 19 MV vorgefahren und Eingangsdruck mit Rücksicht auf Kat. 6434 auf 220 Atm erhöht.

16.4.42 Temperatur von Ofen I auf 16,9 MV gesenkt und Temperatur von Ofen II auf 20 MV erhöht.

17.4.42 Eingangsdruck auf 270 Atmosphären erhöht, Temperatur von Ofen I auf 16,6 MV erniedrigt, Durchsatz Ofen II auf 1 kg/Ltr. Kat und Stunde eingestellt.

20.4.42 Einspritzung von Ofen II auf Durchsatz 1,10 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.

22.4.42 Wegen zu schwacher Aufhydrierung des Abstreiferproduktes von Ofen I wird Durchsatz auf 0,86 kg/Ltr. Kat und Stunde reduziert, die mittlere Ofentemperatur wird auf 16,9 MV vorgefahren und 2/3 des Einspritzproduktes werden über den Schwefelturm gefahren.

Bei Ofen II wird Einspritzung auf Durchsatz 1,15 kg/Ltr. Kat. und Stunde und Temperatur auf 20,1 MV vorgefahren.

23.4.42 Die mittlere Temperatur des Ofens I auf 17,1 MV und die von Ofen II auf 20,3 MV erhöht.

25.4.42 Einspritzung Ofen I wegen Produktverbrauchs abgestellt und Temperatur des Ofens auf 15 MV zurückgefahren. Einspritzung Ofen II auf Durchsatz 1,21 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.

26.4.42 Kreislaufgasmenge Ofen I auf 1500 m^3/h zurückgefahren und die von Ofen II auf 2200 m^3/h erhöht, Einspritzung auf Durchsatz 1,28 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.

27.4.42 Temperatur des Ofens II auf 20,5 MV und Einspritzung auf Durchsatz 1,35 kg/Ltr. Kat und Stunde erhöht.

29.4.42 Einspritzung Ofen II wegen Produktverbrauchs abgestellt und die Temperatur des Ofens zurückgefahren.

1.5.42 Temperatur Ofen II auf 19 MV vorgefahren, Einspritzung : DHD-Rückstand (nicht destilliert) + b-Mittelöl aus DHD-Rückstand und Kat. 7019 b-Mittelöl, a : b = 1 : 1. 30 Ltr. Wasser vor Regenerator II eingefahren.

2.5.42 10^{08}-10^{50} Stromausfall infolge Störung in der elektrischen Zentrale Op, Kompressor abgestellt, infolge zu niedrigen Frischgasdrucks infolge Störung am Nullgas in der Wasserstoffreinigung in Op wird die Einspritzung 13,45 h abgestellt.

16^{35} Nach Wiederherstellung des Frischgasdruckes von 230 Atm wird Kompressor, Wasser- und Einspritzpumpe wieder angefahren, Druck auf 270 Atmosphären vorgefahren, Einspritzung auf Durchsatz 0,81 und mittlere Ofentemperatur auf 20,5 MV erhöht.

3.5.42 Mittlere Ofentemperatur auf 20,7 MV erhöht,

14^{00} Wegen Undichtwerden des Deckels von Ofen II wird der Druck zunächst auf 200 Atm zurückgenommen, infolge Entzündung des ausströmenden Gases wird der Druck durch zusätzliche Entspannung auf 180 Atm gesenkt, wobei die Flamme erlischt, 16,15 h Einspritzung und Wasserpumpe abgestellt, Ofen wird trocken und kalt gefahren und entspannt.

4.5.42 Ofen am oberen Deckel nachgezogen, wieder unter Druck gesetzt und hochgeheizt.

5.5.42 9^{00} Ofen wieder mit Einspritzung, Druck auf 270 Atm, Ofentemperatur 20,7 MV, Einspritzung 0,8 kg Durchsatz.

7.5.42 21^{00} Einspritzung wegen Produktverbrauchs abgestellt, Druck und Temperatur zurückgefahren, Kammer entspannt.

Der Vorhydrierungskontakt wurde nicht ausgebaut und später zur Raffination von Zeitzer TTH-Paraffin weiter verwendet. Der 6434-Kontakt hatte normale Festigkeit.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebn

April 1942	11.	12.	13.	14.	15.	
Gesamtdruck: Atm	200	200	182	190	190	
H_2-Partialdruck: Atm	178	=	162	169	=	
Mittlere Temp. MV	17^7	17^6	17^2	17^2	17^0	
Durchsatz: kg/Ltr. Kat u. h	0,73	0,92	0,92	0,93	0,92	0
Ofengas: m^3/kg u. h	3,58	2,86	2,85	2,84	2,85	2
Kaltgas: m^3/kg u. h	1,04	1,52	1,87	1,78	1,30	1
Frischgas: m^3/kg u. h	0,67	0,65	0,61	0,53		
Einspritzung: Spez. Gew./15°C	0,912	0,909	0,909	0,915	0,915	0
A.P. °C	-47,8	-41,8	-44,0	-47,4	-46,0	-
S.B. °C	130	106	113	148	150	1
- 170° %		14,5		6,0	10,5	
- 180°	33	36	34	24,0	29,0	
- 250°	95	94	94	93,0	94,0	
E.P. °C / %	280/98,2	270/98	275/98	279/98	277/98	275
Abstreiferprodukt Spez.Gew./15°C	0,848	0,852	0,860	0,862	-	
A.P. I	+25,3	+17,7	+ 9,7	+ 7,5	-	
A.P. II	+58,8	+48,2	+48,2	+47,9	-	
% Aromaten	36	33	40,5	42	-	
% Bi - 170°	46,1	44	36,5	39	-	
Bi-Leistung	0,30	0,41	0,34	0,37	-	
Benzin: Spez.Gew./15°C	0,821	0,823	0,824	0,829		
A.P. I	+28,1	+22,7	+17,3	+13,8		
A.P. II	+50,2	+50,7	+51,0	+50,8		
% Aromaten	27,1	39,0	36,0	39,0		
S.B. °C	127	116	100	120		
% - 130°	0,2	1,5	3,0	1,5		
% - 160°	64,0	64,0	70,0	63,5		
E.P. / °C	180/98	182/98	178/98	179/98		
h-Mittelöl: Spez.Gew./15°C	0,870	0,875	0,880	0,882		
A.P. I	+23,5	+14,4	+ 5,5	+ 3,8		
S.B. °C	179	179	172	181		
% - 200°	57	63	74	61,5		
% - 250°	93,5	95	96,5	94		
E.P. °C / %	274/98,5	265/98,5	258/98,5	258/98		

[redacted]

507

…gen und Betriebsergebnisse des Vorhydrierungsofens

Tabelle I

13.	14.	15.	16.	17.	18.	19.	20.	21.	22.	23.	24.	25.
182	190	190	220	270	-	-	-	-	-	-	-	270
162	169	-	197	240								
17^{2}	17^{2}	17^{0}	16^{9}	16^{6}	16^{6}	16^{6}	16^{7}	16^{7}	16^{9}	17^{1}	17^{1}	17^{1}
0,92	0,93	0,92	0,93	0,92	0,92	0,92	0,92	0,92	0,86	0,86	0,86	0,83
2,85	2,84	2,85	2,84	2,87	2,83	2,85	2,87	2,85	3,02	3,07	3,05	3,16
1,87	1,78	1,30	1,98	2,08	1,99	1,81	1,61	1,80	1,79	1,60	1,41	1,63
0,61	0,53											
0,909	0,915	0,915	0,913	0,916	0,918	0,920	0,920	0,922	0,922	0,924	0,921	0,918
-44,0	-47,4	-46,0	-48,6	-48,4	-48,0	-47,8	-47,6	-48,0	-48,2	-45,6	-38,6	-32,4
	148	150	148	147	147	124	146	144	146	111	120	132
	6,0	10,5	7,5	7,0	7,5	8,0	5,5	12	5,5	8	18	13
34	24,0	29,0	27,0	24,0	25,0	27,0	19,0	24	19	23	30	27
94	93,0	94,0	93,0	92,0	92,0	91,5	90,0	91,0	89,5	91	88	89
275/98	279/98	277/98	275/98,5	283/98	288/98	290/98,5	294/98	290/98,5	299/98	293/98	304/98	327/98,2
[redacted]		-	-	-	-	-	-	0,870	-	0,867	0,862	-
		-	-	-	-	-	-	- 3,0	-		+ 7,8	-
		-	-	-	-	-	-	+45,0	-		+47,3	-
		-	-	-	-	-	-	53,5	-		41	-
36,5	39	-	-	-	-	-	-	29,4	-	22,0	31,5	-
0,34	0,37	-	-	-	-	-	-		-			-
0,824	0,829							0,834			0,826	
[illegible]	+13,8							+ 3,5			+17,7	
[illegible]	+50,8							+50,2			+49,4	
[illegible]	39,0							47,5			34,5	
100	120							73			83	
3,0	1,5							6,0			15,0	
70,0	63,5							66,0			80,0	
178/98	179/98							180/98			178/98,9	
0,880	0,882							0,896			0,890	
+ 5,5	+ 3,8							-11,6			+ 2,3	
172	181							181			182	
74	61,5							51			43	
96,5	94							92			90	
258/98,5	258/98							283/98,5			293/98,5	

[redacted]

Tabelle IIa

Untersuchungen des Einspritzproduktes vom Vorhydrierungsofen Ka 501.

Datum	21.4.42	24.4.42
Spez.Geg./15°	0,922	0,921
A.P. I °C	-48,0	-38,6
Jodzahl	19,3	
Heizwert	9689	9685
Verbr.-Wärme	10180	10201
Siedeanalyse		
S.P. °C	144	120
- 130° %	0,5	1,5
160 %	1,5	7,0
170 %	17,0	18,0
180 %	24,0	30,0
200 %	62,5	59,0
225 %	83,5	79,0
250 %	91,0	88,0
275 %	96,0	94,0
300 %	-	97,0
E.P. °C/ %	290/98,5	304/98
RH	1,4	1,8
Verl.	0,1	0,2
Elementaranalyse		
C %	90,31	89,63
H %	9,10	9,55
O %	0,37	0,60
N %	0,027	0,05
S %	0,18	0,16
Cl %	< 0,01	< 0,01

Fraktion-Zerlegung der Probe vom 21.4.42

	Gew.%	Spez.Gew./15°	A.P.I
-160°	5,5	0,843	- 21,4 ber.
160-180	32,8	0,880	- 44,4 "
180-200	24,5	0,907	- 50,4 "
200-225	14,0	0,953	- 53,0 "
225-250	11,0	0,988	- 53,0 "
250-275	6,7	1,002	- 53,6 "
> 275	5,2	1,042	
Verl.	0,3		

Fraktion-Zerlegung der Probe vom 24.4.42

125-160	12,0	0,838	- 5,9 ber.
160-180	26,2	0,878	- 29,5 "
180-200	21,8	0,910	- 47,7 "
200-225	16,2	0,955	- 50,5 "
225-250	11,4	0,982	- 53,9 "
> 250	12,2	1,030	
Verl.	0,2		

Tabelle IIb

Untersuchungen des Abstreiferproduktes vom Vorhydrierungsofen Ha 591

Datum	21.4.42	24.4.42
Spez.Gew./15°	0,870	0,862
A.P. I	- 3,0ber.	+ 7,8
A.P. II	+45,0	+47,3
Aromaten %	53,5	41,0
Jodzahl	8,7	
Heizwert cal.	9998	10065
Verbr.-Wärme "	10621	10712
Siedeanalyse		
S.B. °C	95	66
- 80°	-	1,0
- 100°	-	2,0
- 125°	2,5	3,0
- 150°	4,0	12,0
- 160°	5,5	22,5
- 170°	15,0	33,0
- 180°	36,0	48,0
- 200°	72,0	74,0
- 225°	88,0	87,5
- 250°	96,0	94,0
- 275°		
E.P. °C / %	272/98,0	264/98,0
Rü	1,0	1,4
Verl.	1,0	0,6
2 kg Zerlegung		
- 170° stab.	29,4	31,5
>170°	67,0	66,0
Verl.	3,6	2,5
Elementaranalyse		
C %	88,42	87,88
H "	11,55	11,96
O "	0,00	0,02
N "	<0,01	<0,01
S "	0,028	0,12
Cl "	<0,01	<0,01

Tabelle IIc

Untersuchungen des Abstreiferproduktes vom Vorhydrierungsofen Ka 501

Fraktions-Zerlegungen

Abstreifer-Produkt vom 21.4.1942

Fraktionen	Gew.%	Spez.Gew./15°	A.P.I	A.P.II	Aromaten
94-120	2,7	0,686	+ 40,3	-	-
120-140	1,1	0,798	+ 16,8	-	-
140-160	9,5	0,822	+ 9,7	+ 50,7	42,5
160-180	27,9	0,857	- 6,8 ber.	+ 48,4	50,5
180-200	28,7	0,889	- 12,0 "	+ 44,5	ca. 61,0
200-220	16,7	0,905	- 14,4 "	+ 45,8	" 62,5
220-240	8,1	0,920	- 10,4 "	+ 50,3	" 63,5
> 240	5,0	0,950	+ 4,6 "	-	
Verlust	0,3				

Abstreifer-Produkt vom 24.4.42

- 75°	1,7	0,725	+ 46,7	-	-
75-100	1,4	0,758	+ 35,7	-	-
100-120	1,7	0,775	+ 29,4	-	-
120-140	3,6	0,795	+ 25,5	+ 48,5	26,5
140-160	6,6	0,812	+ 21,7	+ 51,0	32,5
160-180	31,2	0,848	+ 7,5	+ 49,1	43,0
180-200	22,1	0,878	- 3,1	+ 44,0	48,0
200-225	15,6	0,902	- 5,9 ber.	+ 46,0	57,0
225-250	7,7	0,918	- 2,1 "	+ 51,5	57,5
> 250	8,2	0,940	+ 28,8	-	-
Verlust	0,2				

Untersuchungen des Vorhydrierungsbenzins und des b-Mittelöls 170° aus HMD-Rückstand 165°

	Benzin - 170°			b-Mittelöl 170°	
Datum:	21.4.42	24.4.42		21.4.42	24.4.42
Spez.Gew./15°	0,834	0,826	Spez.Gew./15°	0,896	0,890
A.P. I	+ 3,5	+17,7	A.P. I	-11,6 bor.	+ 2,5
A.P. II	+50,2	+49,4	Jodzahl		
Cu-Streifen	gut	angegriffen	Heizwert cal.	9957	9972
			Verbr.wärme cal	10557	10597
Doktortest	negativ	negativ			
Dampfdruck	0,055	0,046			
Klopfwerte					
OZ-Research	90,0	-			
" Motor	75,0	71,0			
" " +0,12%Pb	84,5	-			
Jodzahl	7,5				
Heizwerte cal.	10082	10126			
Verbr.wärme "	10726	10813			
Siedeanalyse			**Siedeanalyse**		
A.S.T.M.			100 cm³ Engler		
S.B. °C	73	83	S.B.	181	182
- 80 %	0,5	-	- 200°	51	43,0
90	1,0	1,0	225	82	79,0
100	2,0	2,0	250	92	90,0
110	2,5	3,5	275	97	96,0
120	3,0	6,0	E.P. °C/%	283/98,5	293/98,5
130	6,0	15,0	Rü	1,4	1,4
140	11,0	28,0	Verl.	0,1	0,1
150	28,0	46,5			
160	66,0	80,0	**Elementar-analyse:**		
170	91,5	95,0	C %	88,80	88,40
E.P. °C/%	180/98	178/98,9	H	11,12	11,58
Rü	1,4	1,0	O	0,05	0,00
Verlust	0,6	0,1	N	0,01	0,01
			S	0,01	0,01
			Cl	0,01	0,01
Zusammensetzung					
Paraffine	23,0	21			
Naphthene	29,0	44			
Aromaten	47,5	34,5			
Ungesättigte	0,5	0,5			
Elementaranalyse					
C %	87,97	87,22			
H "	11,93	12,76			
O "	0,07	0,00			
N "	0,01	0,01			
S "	0,01	0,024			
Cl "	0,01	0,01			

Restbensinuntersuchung des 8376-Benzins
vom 24.4.1942

Produkt	Gesamtprodukt	Restbensin Raffinat	Extrakt
Gew.%		65,0	33,0
Spez.Gew./15°	0,826	0,793	0,876
A.P. I °C	+ 17,7	+ 48,3	- 53,6
A.P. II "	+ 49,4	+ 50,6	
A.S.T.M. Kurve			
S.B. °C	83	81	
- 90	1,0	0,5	
- 100	2,0	2,0	
- 110	3,5	4,5	
- 120	6,0	10,5	
- 130	15,0	20,0	
- 140	28,0	32,5	
- 150	46,5	52,5	
- 160	80,0	82,0	
- 170	95,0	94,5	
E.P. °C / %	178/98	177/98,6	
Rückstand	1,0	1,1	
Verlust	1,0	0,3	
Zusammensetzung			
Paraffine	22,0	31,0	
Naphthene	43,0	66,0	
Aromaten	34,5	3,0	
Ungesättigte	0,5	-	
Klopfwerte OZ			
Motor		60,8	
" + 0,12 Pb		78,5	

Betriebsbedingungen und Betriebsergebn

April 1942	15.	16.	17.	18.	19.	20.
Gesamtdruck	190	220	270	=	=	=
H_2-Partialdruck	169	197	240	=	=	=
Mittlere Temp. HV	-19	20	20	20	20	2
Durchsatz: kg/Ltr. Kat. und h	0,84	0,96	1,01	1,02	1,08	1,
Ofengas: m^3/kg und h	3,21	2,40	2,28	2,25	2,13	2,
Kaltgas: m^3/kg und h		0,03	0,43	0,50	0,68	0,
Frischgas: m^3/kg und h						
Einspritzung: Spez.Gew./15°C	0,865	0,876	0,874	0,875	0,871	0,8
A.P. I °C	+18	+ 8,9	+10,1	+10,7	+ 3,6	+ 7
S.B. °C	167	170	170	172	168	167
- 200° %	74	74	72	71	70	75
- 225°	91	91	91	90,5	89	90
E.P. °C / %	244/98	247/98	244/98	258/98,5	262/98	243/
Abtreiferprod. Spez.Gew./15°C			0,795	0,806		0,8
A.P. I						
A.P. II						
% Aromaten						
S.B. °C			37	40		39
- 100° %			17,5	14,0		13,
- 150° %			40,0	36,0		37,
- 170° %			58,5	55,0		57,
- 200° %			85	88,0		85,
E.P. °C / %			233/91	227/94		233/
Benzin: Spez.Gew./15°C						
A.P. I °C						
A.P. II °C						
Aromaten %						
S.B. °C						
- 70° %						
- 100°						
- 170°						
E.P. °C / %						
Mittelöl: Spez.Gew./15°C						
A.P. I						
S.B. °C						
- 240°C %						
- 225°C %						
E.P. °C / %						

Tabelle III

ingungen und Betriebsergebnisse des Glasinierungsofens

17.	18.	19.	20.	21.	22.	23.	24.	25.	26.	27.	28.	29.
270	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
240	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
20	20	20	20	20	20^1	20^3	20^3	20^3	20^3	20^5	20^5	20^5
1,01	1,02	1,08	1,02	1,07	1,09	1,13	1,14	1,20	1,25	1,35	1,36	1,28
2,28	2,25	2,13	2,25	2,19	2,10	2,03	2,01	1,91	2,37	2,21	2,18	2,34
0,43	0,50	0,68	0,75	0,50	0,26	0,26	0,34	0,19	0,17	0,13	0,25	0,29
									0,46	0,51	0,44	0,48
0,874	0,875	0,871	0,874	0,877	0,879	0,880	0,880	0,881	0,882	0,882	0,876	0,875
+10,1	+10,7	+ 3,6	+ 7,5	+ 4,1	+ 2,8	+ 2,1	+ 2,7	+ 5,7	+ 2,2	+ 1,5	+ 3,3	+ 4,7
170	178	168	167	169	168	168	171	+170	173	164	167	166
[illegible]	[illegible]	70	75	73,5	69	68	69	57	63	70	74	75
[illegible]	[illegible]	89	90	90	96	89	90	84	87	89	93	93,5
[illegible]	[illegible]	252/98	243/98	249/98	264/98	265/98	256/98	294/98,5	277/98	260/98	236/98	236/98,5
0,7[illegible]	[illegible]		0,801	0,808		0,804	0,811		0,812	0,807	0,800	0,795
				+18,6			+15,7		+17,1	+17,1	+18,1	+19,3
				+50,3			+50,0		+50,2	+50,6	+51,1	+52,2
				34			37,0		35,5	36	35,5	35,5
37	40		39	43		42	37		38	36	39	28
17,5	14,0		13,5	15		13,5	13		11	14	14,5	19
40,0	36,0		37,0	36		37	37		31	36	33,5	41
58,5	55,0		57,5	56		58	54		48	57	53	57
89	88,0		85,0	91		88	85		83,5	85	81,5	87
231/91	227/94		233/92	235/94		225/94	235/94		235/93	229/93,5	229/90	228/93
				0,790			0,786		0,767	0,773	0,786	0,763
				+21,8			+21,7		+26,7	+25,2	+22,8	+27,2
				+51,3			+51,4		+52,1	+52,4	+51,9	+52,8
				32,5			32,5		28,5	30	32	28,5
				50			54		29	32	32	29
				3,5			6,0		13	12	4,5	15
				23,0			25,5		29	29	24	31,5
				95,0			95,5		90	93	93,5	94
				175/97			179/98,5		176/95	176/95,5	180/98	174/96
				0,874			0,878		0,874	0,876	0,872	0,870
				+ 5,7			+ 5,0		+ 6,9	+ 5,1	+ 6,3	+ 6,1
				180			177		177	179	174	179
				67,0			67		64	64	67	68
				91,5			91		91	91	91	93
				253/98,5			256/98		254	256/98	256/98	247/98

Untersuchungen des Einspritzproduktes vom Benzinierungsofen Ka 301

(b-Mittelöl aus DHD-Rückstand 165°C)

Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez.Gew./15°	0,877	0,880	0,870
A.P. I °C } % Aromaten	+ 4,1	+ 2,7	+ 5,5) 46,5 %
A.P. II " }	-	-	+50,9)
Jodzahl	7,3		3,5
Heizwert cal.	9988	10023	10006
Verbr.wärme cal.	10615	10659	10637
Siedeanalyse			
S.B. °C	169	171	172
- 170° %	0,5	-	-
- 180° %	24,5	12,0	11,0
- 200° %	73,5	69,0	72,0
- 225° %	90,0	90,0	94,0
- 250° %	-	97,0	-
E.P. °C / %	249/98,0	256/98,0	229/98,0
RÜ %	1,8	1,9	1,3
Verl. %	0,2	0,1	0,7
Elementaranalyse			
C %	88,10	88,02	88,44
H %	11,62	11,77	11,69
O %	0,09	0,00	0,00
N %	< 0,01	Spuren	< 0,01
S %	0,17	0,25	0,16
Cl %	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Fraktions-Zerlegungen:

Probe vom 21.4.1942

Fraktionen	Gew.%	Spez. Gew. + 15	A.P. I	A.P. II	Aromaten
155 - 180°	27,5	0,853	+ 4,2	+ 49,7	46,5
180 - 200°	45,6	0,871	- 3,0 ber.	+ 46,9	54,5
200 - 225°	15,1	0,898	- 4,6 "	+ 48,1	57,5

- 150°	24	12	11,0
- 200°	[illegible]	69	72,0
- 225°	[illegible]	90,0	94,0
250°	[illegible]	97,0	-
S.P. °C	[illegible]	256/98,0	229/98,0
RG %		1,9	1,3
Verl. %		0,1	0,7
Elementaranalyse			
C %	88,10	88,02	88,44
H %	11,62	11,77	11,69
O %	0,09	0,00	0,00
N %	< 0,01	Spuren	< 0,01
S %	0,17	0,25	0,16
Cl %	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Fraktions-Zerlegungen:

Probe vom 21.4.1942

Fraktionen	Gew.%	Spez. Gew. + 15	A.P. I	A.P. II	Aromaten
155 - 180°	27,5	0,853	+ 4,2	+ 49,7	46,5
180 - 200°	45,6	0,871	- 3,0 ber.	+ 46,9	54,5
200 - 225°	15,1	0,898	- 4,6 "	+ 48,1	57,5
225 - 245°	6,5	0,915	- 0,4 "	+ 51,6	55,0
> 245	5,5	0,935	-		
Verlust	0,0	-	-		

Probe vom 24.4.1942

125 - 180°	29,0	0,853	+ 3,0	+ 52,0	49,5
180 - 200°	42,3	0,872	- 0,7	+ 49,7	50,5
200 - 225°	16,5	0,898	- 4,7 ber.	+ 46,7	56,5
225 - 248°	5,8	0,913	- 0,7 "	+ 49,2	56,0
> 248°	6,2	0,934	+17,1	-	
Verlust					

Probe vom 28.4.1942

168 - 180°	28,3	0,852	+ 8,8	+ 51,7	44,5
180 - 200°	49,1	0,868	+ 6,4	+ 50,6	45,5
200 - 225°	15,5	0,895	+ 1,1	+ 52,9	51,5
> 225°	6,8	0,925	- 3,6 ber.	-	
Verlust	0,3				

514

Tabelle IV b

Untersuchungen des Abstreiferproduktes vom Benzinierungsofen

Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez.Gew. / 15°	0,800	0,811	0,800
A.P. I	+ 18,6	+ 15,7	+ 18,1
A.P. II	+ 50,5	+ 50,0	+ 51,1
Aromaten %	34,0	37,0	35,5
Jodzahl	6,5		5,2
Heizwert cal.	10 191	10 137	10 095
Verbrennungswärme cal.	10 808	10 799	10 769
Siedeanalyse			
S.B. °C	43	37	39
- 50° %	2,0	1,0	1,5
70°	6,0	5,0	5,0
100°	15,0	13,0	14,5
125°	22,5	22,0	22,0
150°	36,0	37,0	33,5
160°	44,0	44,0	42,0
170°	56,0	54,0	53,0
180°	68,0	68,0	64,0
200°	91,0	85,0	85,5
220°	92,0	91,5	89,5
E.P. °C / %	233/94,0	231/94,0	229/90,0
Rü	1,0	1,5	1,0
Verl.	4,8	4,7	9,0
Verlauf des Abstr.			
- 170° Ostb.	55,2	50,3	54,1
170°	38,0	42,8	37,8
Verlust	6,8	6,9	8,1
Elementaranalyse			
[illegible]	87,[illegible]	87,90	87,97
[illegible]	12,[illegible]	12,24	12,[illegible]
[illegible]	0,[illegible]	0,00	0,[illegible]
[illegible]	0,[illegible]7	0,01	0,[illegible]
[illegible]	0,[illegible]2	0,10	0,[illegible]4
Gl [illegible]	0,01	0,01	0,[illegible]

Positionen [illegible] des Abtreibungspunktes von Bomben [illegible]

Abtreibungsmittel vom 8.4.1942

Positionen	Geo.Ø	Spez.Geo. + 15°	A.P. 2	A.P.22	Aerotech
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Volumen	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Abtreibungsmittel vom 14.4.1942

Positionen	Geo.Ø	Spez.Geo. + 15°	A.P. 2	A.P.22	Aerotech
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Volumen	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Abtreibungsmittel vom 16.4.1942

Positionen	Geo.Ø	Spez.Geo. + 15°	A.P. 2	A.P.22	Aerotech
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Volumen	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Tabelle XX 4

Eigenschaften der Benzine und der Mittelöle aus dem Abstreiferprodukt der Raffinierung.

Benzin - 170°			
Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez.Gew./15°	0,790	0,786	0,786
A.P. I	+ 22,0	+ 21,7	+ 22,0
A.P. II	+ 51,5	+ 51,4	+ 51,8
Gr.Steifen	gut	gut	gut
Schwefel	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Harzgehalt	0,[illegible]	0,[illegible]	0,[illegible]
Jodzahl	1,0		2,5
Heizwert cal.	10 251	10 187	10 169
Verbr.ohne cal.	10 [illegible]	10 867	10 [illegible]
Oktanzahlen:			
Research	85,5	85,5	85,5
Motor	75,0	75,5	75,0
+ 0,12 % Pb	87,5	88,0	87,5
Siedeanalyse			
A.S.T.M.			
A.P. °C	50	54	52
60°	1,5	1,5	1,0
70°	3,5	6,0	6,5
80°	8,5	13,0	9,0
90°	14,5	18,0	16,0
100°	23,0	25,5	24,0
110°	31,0	34,0	31,0
120°	39,0	43,0	40,0
130°	48,0	51,0	48,0
140°	57,0	62,5	58,0
150°	67,0	79,0	70,0
160°	88,0	88,0	82,5
170°	95,0	95,5	93,5
E.P. °C / %	173/97,0	175/98,5	180/98,0
Rückstand	1,3	1,2	1,2
Verl.	1,7	0,3	0,8
Destillationsverlauf			
Destillat	95,5	96,0	94,5

Mittelöl > 170°			
Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez.Gew./15°	0,874	0,870	0,872
A.P. I	+ 5,7	+ 5,0	+ 6,3
Jodzahl	7,5		3,2
Heizwert cal.	10 [illegible]	10 [illegible]	10 [illegible]
Verbrennungswärme cal.	10 [illegible]	10 664	10 [illegible]
Siedeanalyse			
100 cm³ Engler			
S.P. °C	180	177	174
- 180°		2,0	3,0
200	67,0	67,0	71,0
225	91,5	91,0	94,0
250	97,5	96,0	
E.P. °C / %	253/98,5	256/98,0	241/98,8
Rückstand	1,2	1,6	1,0
Verl.	0,3	0,4	0,2
Elementaranalyse			
C %	[illegible]	88,[illegible]	87,[illegible]
H %	11,66	11,[illegible]	11,[illegible]
O %	[illegible]	[illegible]	0,[illegible]
N %	< 0,01	< 0,01	< 0,01
S %	< 0,01	0,04	< 0,01
Cl %	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Datum	21.[illegible]	24.4.	42
Spez.Gew./15°	[illegible]	0,786	0,786
A.P. I	[illegible]	+ 21,7	+ 22,0
A.P. II	[illegible]	+ 51,4	+ 51,0
Geruchlos	[illegible]	gut	gut
Inhibitor	[illegible]	negativ	negativ
Jodzahl	0,[illegible]	0,157	0,152
Jodwert	2,0		2,5
Heizwert cal.	10 [illegible]	10 187	10 169
Verbr.wärme cal.	10 9[illegible]	10 657	10 [illegible]
Destillation:			
Anfang	85,5	85,5	85,5
Ende	75,0	75,5	75,0
" + 0,12 % Pb	87,5	88,0	87,5
Siedeanalyse			
A.S.T.M.			
S.P. °C	50	54	52
- 100°	1,5	1,5	1,0
- 125°	7,5	6,0	4,5
- 150°	8,5	19,0	9,0
- 175°	15,5	15,0	16,0
- 200°	21,0	21,5	21,0
- 225°	31,0	34,0	31,0
- 250°	39,0	43,0	40,0
- 275°	48,0	51,0	48,0
- 300°	57,0	62,5	58,0
- 325°	67,0	75,0	70,0
- 350°	85,2	88,0	82,5
- 375°	95,0	96,5	93,5
E.P. °C / %	175/97,0	175/98,5	180/92,0
Rückstand	1,3	1,2	1,0
Verl.	1,7	0,3	0,8
Destillationsrückstand			
Benzine	25,5	26,0	24,5
Leichtöle	41,5	41,0	43,0
Ammoniak	32,5	32,5	32,0
Ungesättigte	0,5	0,5	0,5
Elementaranalyse			
C %	86,92	87,32	86,87
H %	12,80	12,60	13,16
O %	0,15	0,05	0,09
N %	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Cl %	< 0,01	< 0,01	< 0,01
S %	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Datum		8.4.42	28.4.42
Spez.Gew./15°		0,878	0,872
A.P. I		+ 5,0	+ 6,1
Jodzahl			1,2
Heizwert cal.		10 [illegible]	10 [illegible]
Verbrennungswärme cal.		10 [illegible]	10 [illegible]
Siedeanalyse			
100 cm³ Engler			
S.P. °C	180	177	174
- 100°		2,0	3,0
200	67,0	67,0	71,0
225	91,5	91,0	90,0
250	97,5	97,0	
E.P. °C / %	[illegible]/98,5	[illegible]/98,0	[illegible]/98,0
Rückstand	1,2	1,6	1,0
Verl.	0,3	0,4	0,2
Elementaranalyse			
C %	87,12	88,68	87,97
H %	11,66	11,86	11,99
O %	0,19	0,00	0,07
N %	< 0,01	< 0,01	< 0,01
S %	< 0,01	0,04	< 0,01
Cl %	< 0,01	< 0,01	< 0,01

577

Tabelle IV e

[illegible]

518

vom [illegible]

Produkt:	Gesamtprodukt	[illegible]	Extrakt
Gew.%		61,0	33,9
Spez.Gew. / 15°C	0,766	0,738	0,874
A.P. I	+ 21,7	+ 10,8	- 20,2
A.P. II	+ 31,0	+ 18,0	
[illegible]			[illegible]
S.B. °C	54	53	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
E.P. °C / %	175/20,0	176/15,0	
[illegible]	1,0	1,0	
[illegible]	0,5	0,2	
[illegible]			
[illegible]	24,0	33,0	
[illegible]	41,5	65,0	
[illegible]	32,9	1,8	
[illegible]	0,5	0,5	
[illegible] O.Z.			
[illegible]		60,0	
" + 0,12 % [illegible]		66,0	

[illegible]

[illegible]

519

Datum	11.4.42	26.4.42
Spez. Gew. / 15°	0,810	0,806
A.P. I	+ 10,4	+ 9,8
A.P. II	+ 40,9	+ 40,8
[illegible] %	40,0	40,0
[illegible]	0,9	
[illegible] cal.	10 183	10 [illegible]
[illegible] cal.	10 790	10 [illegible]
[illegible]		
100 cm³ Engler		
S.B. °C	48	62
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
" [illegible]	[illegible]	[illegible]
E.P. °C / %	194/94,0	201/96,0
[illegible]	1,2	1,0
[illegible]	4,8	2,8
[illegible]		
[illegible] 110° [illegible]	41,6	40,9
[illegible] 210°	91,6	90,0
Verlust	6,0	0,9
[illegible]		
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

52[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible] 14.7	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible] 17.2 [illegible]	[illegible]	[illegible]

Untersuchung des Benzin und Mittelöles aus Ge Generatorteer

Benzin			Mittelöl		
Daten	22.4.42	24.4.42	Daten	22.4.42	24.4.42
Spez.Gew./15°	0,738	0,756	Spez.Gew./15°	0,894	0,890
A.P. I	+ 27,7	+ 25,2	A.P. I	- 1,5 bzw.	- 4,3 bzw.
A.P. II	+ 30,0	+ 30,7	Jodzahl		
Cu-Streifen	gut	ungenügend	Heizwert cal.	10 688	9 931
Reinheit	negativ	negativ	Verb.-Wärme cal.	10 616	10 323
Naphthenb.	0,189	0,179			
Jodzahl	6,2				
Destillate					
90 - Punkt	97,0	95,0			
"	[illegible]	76,0			
" Rest + 0,12 Pb	95,0	95,0			
Heizwert cal.	10 278	10 150			
Verb.-Wärme cal.	10 [illegible]	10 [illegible]			
Siedeanalyse					
A.S.T.M.			**Siedeanalyse**		
S.P. °C	92	96	100 cm³ Engler		
1 " "	1,0		S.P. °C	177	178
2 " "	1,0	1,0	1 "	2,5	2,0
5 " "	7,0	7,0	2 "	60,0	57,5
10 " "	11,0	11,0	5 "	65,0	65,0
20 " "	15,5	15,5	10 "	96,0	92,5
30 " "	17,0	17,0	20 "	95,0	57,5
40 " "	19,0	19,0	S.E. °C / %	[illegible]/98	290/98
50 " "	47,0	49,0	Destillat	1,3	1,8
60 " "	65,0	60,0	Verlust	0,2	0,2
70 " "	88,0	79,0			
80 " "	94,0	97,0			
S.E. °C / %	[illegible]/98	[illegible]/98	**Destillationsanalyse**		
Destillat	1,2	1,3	0 %	88,42	8,27
Verlust	0,8	0,6	1 "	12,41	14,56

[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]	23.4.42	24.4.42	[redacted]	23.4.42	24.4.42
[redacted]	0,758	0,756	[redacted]	0,834	0,832
[redacted]	+ 27,2	+ 19,2	[redacted]	- 1,8 bar.	- 4,3 bar.
[redacted]	+ 75,8	+ 75,7	[redacted]		
[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	10 682	9 905
[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	10 616	10 325
[redacted]	0,158	0,173			
[redacted]	6,2				
[redacted]					
[redacted]	67,5	65,0			
[redacted]	72,0	74,0			
[redacted]	65,0	65,0			
[redacted]	10 218	10 150			
[redacted]	10 920	10 844			
[redacted]			[redacted]		
[redacted]			100 cm³ Engler		
[redacted]	92	96	[redacted]	177	179
[redacted]	1,5		- 100	2,5	2,0
[redacted]	7,5	7,0	[redacted]	65,0	67,5
[redacted]	11,0	11,0	[redacted]	65,0	66,0
[redacted]	14,5	14,5	[redacted]	94,0	96,5
[redacted]	65,0	65,0	[redacted]	95,0	97,5
[redacted]	77,0	77,0	250		
[redacted]	85,0	85,0	275	175/90	[redacted]
[redacted]	95,0	95,0	[redacted]	1,3	1,6
[redacted]			[redacted]	0,2	0,2
[redacted]	178/90	177/90	[redacted]		
[redacted]	1,2	1,3	[redacted]		
[redacted]	0,8	0,8	[redacted]		
[redacted]			[redacted]		
[redacted]	27,0	23,5	[redacted]	88,49	88,37
[redacted]	45,0	43,5	[redacted]	11,41	11,32
[redacted]	26,5	33,5	[redacted]	0,07	0,09
[redacted]	0,5	0,5	[redacted]	< 0,01	< 0,01
[redacted]			[redacted]	< 0,01	0,014
[redacted]			[redacted]	< 0,01	< 0,01
[redacted]	27,00	27,00			
[redacted]	13,00	12,00			
[redacted]	0,00	0,00			
[redacted]	0,05	0,05			
[redacted]	< 0,01	< 0,01			
[redacted]	< 0,01	< 0,01			

521

		[redacted]	[redacted]		[redacted]	[redacted]
[redacted]	[redacted]	0,758	0,[redacted]	[redacted]/15°	0,[redacted]	0,[redacted]
		+ 27,7	+ 18,8	[redacted]	- 1,8 kcr.	- 4,3 [redacted]
		+ 30,8	+ 30,7	[redacted]		
[redacted]		gut	ungenügend	[redacted] mi.	10 [redacted]	9 [redacted]
[redacted]		negativ	negativ	Würz.-ähnl. mi.	10 [redacted]	10 [redacted]
[redacted]		0,[redacted]	0,179			
[redacted]		6,2				
[redacted]						
[redacted]		87,0	85,0			
[redacted]		72,0	74,0			
[redacted]		85,0	85,0			
[redacted] mi.		10 [redacted]	10 [redacted]			
[redacted] mi.		10 [redacted]	10 [redacted]			
[redacted]				[redacted]		
[redacted]				100 cm³ Bier		
[redacted]		98	96	[redacted]	177	178
[redacted]		1,0	1,0	[redacted]	2,0	2,0
[redacted]		3,0	3,0	[redacted]	68,0	67,3
[redacted]		7,0	7,0	[redacted]	85,0	85,0
[redacted]		11,0	11,0	[redacted]	96,0	96,0
[redacted]		16,0	16,0	[redacted]	98,0	97,3
[redacted]		25,0	25,0	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]		32,0	32,0	[redacted]	1,9	1,8
[redacted]		47,0	47,0	[redacted]	0,2	0,2
[redacted]		62,0	62,0	[redacted]		
[redacted]		77,0	77,0	[redacted]		
[redacted]		87,0	87,0	[redacted]		
[redacted]		98,0	98,0	[redacted]		
[redacted]		178/98	177/98	[redacted]		
[redacted]		1,2	1,3	[redacted]		
[redacted]		0,8	0,8	[redacted]		
[redacted]				[redacted]		
[redacted]				[redacted]		
[redacted]		27,0	28,0	[redacted]		
[redacted]		16,0	16,0	[redacted]		
[redacted]		16,5	16,5	[redacted]		
[redacted]		0,5	0,5	[redacted]		
[redacted]				[redacted]		
[redacted]		[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]		[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]		[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]		[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
[redacted]		[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

522

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Gew. %		64,0	[illegible]
Spez. Gew./15°C	0,730	0,757	[illegible]
[illegible]	+ 19,8	+ 40,7	[illegible]
[illegible]	+ 50,7	+ 53,9	
[illegible]			[illegible]
[illegible]	56	58	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]			Verluste [illegible]
[illegible]	175/98,0	176/97,5	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]		[illegible]	

	Ist-Wert	Soll-Wert
C_2H_4	0,01	0,02
C_3H_6	0,3	0,2
C_3H_8	0,4	0,4
CO	3,6	1,2
CO_2	0,3	3,6
O_2	19,3	20,9
C_4 C_{10} (ges.)	18,0	20,0
C_4 C_{10} ges	19,3	41,2
davon (ges.) C_4	12,0	61,0 % von Gesamt C_4
Mittelwert 0 Gas Vergleichsg.		2,02

[illegible]

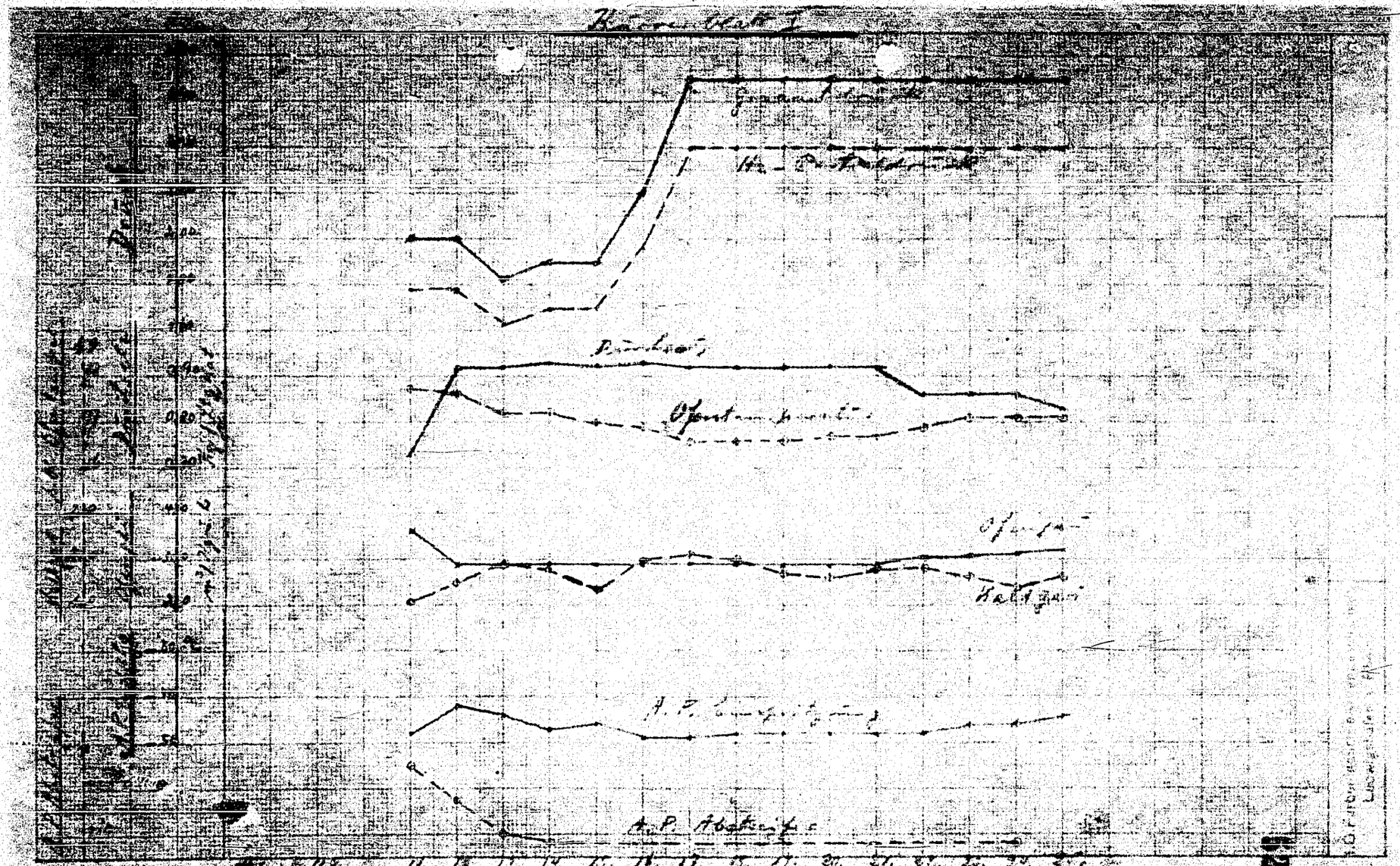
[illegible]	2.	3.	5.	6.	7.
[illegible]	270	-	-	-	-
[illegible]	19	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	0.63	0.68	0.75	0.85	0.75
[illegible]	4.20	3.90	3.60	3.25	3.60
[illegible]	0.[illegible]	0.10	0.07	0.30	0.10
[illegible]	0.[illegible]	0.33	0.80	0.84	0.80
[illegible]	0.916	0.916	0.900	0.906	[illegible]
A.P. I °C	- [illegible]	- [illegible]	- 12.2	- 14	- 6.8
[illegible]	[illegible]	151	169	[illegible]	172
[illegible]	44	44	46	60	55
[illegible]	[illegible]	65	76	76.5	85
[illegible]	312/98.5	307/99	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]					
[illegible]	0.[illegible]	0.[illegible]	0.[illegible]	0.[illegible]	0.799
A.P. I	+ 4.5	+ 9.6	+ 7.7	+ 13.9	+ 16.5
A.P. II	+ 50.5	+ 50.7	+ 51.0	+ 51.6	+ 52.5
[illegible]	45	41	45.5	39.5	38.5
[illegible]	57	54	61	60	57
[illegible]	17	18	18	19	18.5
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	45	[illegible]
[illegible]	41.6	58.3	48	60	61.4
[illegible]	74	77	76.5	78	79
[illegible]	265/93	[illegible]	255/96.5	[illegible]	265/92
[illegible]	0.775	[illegible]	0.776	[illegible]	[illegible]
[illegible]	+ [illegible]	+ [illegible]	+ 21.9	+ 25	+ 25.9
[illegible]	+ [illegible]	+ [illegible]	+ [illegible]	+ 52.7	+ [illegible]

[illegible]	- 1 14 46 75 312/95.5	[illegible]	- 1 46 75 [illegible]/96	14 [illegible] 46 75.5 [illegible]/97	- 0.[illegible] 172 [illegible]
[illegible] Spec. Grav./15 °C	0.695	0.[illegible]	0.695	0.[illegible]	0.739
A.P. I	+ 4.5	+ [illegible]	+ 7.7	+ 13.9	+ 16.5
A.P. II	+ 50.5	+ 50.7	+ 51.0	+ 51.4	+ 52.5
Aromatics %	46	42	40.5	33.5	38.5
E.B. °C	37	[illegible]	41	40	35
- 100 °C %	13	18	[illegible]	13	16.9
- 150 °C %	29.5	38.5	[illegible]	45	40.5
- 175 °C %	42.6	58.3	60	60	61.4
- 200 °C %	74	77	75.5	75	79
E.P. °C / %	285/95	[illegible]/98	275/94.5	[illegible]/93.5	245/93
Benzine Spec. Grav./15 °C	0.775	0.788	0.776	0.760	0.758
A.P. I °C	+ 20.3	+ 27.8	+ 21.9	+ 25	+ 26.9
A.P. II	+ 51.7	+ 50.7	+ 51.0	+ 52.7	+ 55
Aromatics %	31.5	29	35	30.8	29
E.B. °C	32	30	33	32	35
- 100 °C	12.5	15	12	16.5	27.5
- 150 °C	31	54	[illegible]	27	56
- 170 °C	75	51	[illegible]	80.5	87.5
E.P. °C / %	174/98	172/95.5	180/98	170/95.5	177/98.5
Distillate					
Spec. Grav.	0.[illegible]	0.[illegible]	0.[illegible]	0.[illegible]	
A.P. I	- 6.6	- 9.9		- 4.1	
E.B. °C	177	188	174	184	182
- 250 °C	49.5	37.0	45.8	46.0	43.8
- 285 °C	82.8	78.8	80.8	82.0	84.0
E.P. °C / %	204/98	289/98.5	285/98	280/98.5	288/98.5

Tabelle [illegible]

Benzinuntersuchungen
(im Betrieb stabilisiert).

	I.Stufe [illegible]-Benzin ([illegible])	II.Stufe 6434-Benzin	Mischung [illegible] 6434-Benzin	6434-Benzin [illegible]
Spez.Gew./15°	0,825	0,765	0,746	0,776
A.P. I	27,9	21,7	19,0	28,2
A.P. II	49,4	51,4	50,1	52,8
[illegible]				
S.B. °C	69	94	96	62
[illegible]	–	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
E.P. °C	170/98	172/98,9	177/98	178/97
Rückstand	1,3	1,2	1,3	1,1
Verlust	1,0	0,9	0,8	1,9
[illegible]				
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	0,3	0,3	0,5	0
[illegible]				
[illegible]	71	70	74	73
" + 0,12 % Pb	–	87,0	86,0	85,0
[illegible]				
[illegible]	66,0	68,0	67,4	–
				[illegible]



Betriebsbedingungen der Vergasung in A.P. der Zusatz- u. Abtreibeperiode

Tabelle [illegible]

[illegible]

[illegible] 526

Spez. Gew. / 15°	0,776
A.P. [illegible]	+ [illegible]
A.P. [illegible]	+ [illegible]
Cu-Streifen	gut
Cu-Schale	1,0 mg
Doktortest	negativ
Ungesättigte	keine
Jodzahl	9,0
Bromzahl	0,0
Brechungsvermögen 20°	1,4370
Dampfdruck	0,[illegible]
Klopfwerte:	
Research	[illegible]
+ 0,12 Pb	[illegible]
Motor	[illegible]
+ 0,12 Pb	[illegible]
Zusammensetzung:	
Paraffine	[illegible]
Naphthene	[illegible]
Aromaten	[illegible]
Ungesättigte	[illegible]

Siedeanalyse: [illegible]		
Siedebeginn	45°	
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
= [illegible]	[illegible]	[illegible]
E.P. [illegible]	[illegible]	[illegible]
Rückstand	[illegible]	
Verlust	[illegible]	

TITLE PAGE

31. Siebanalyse von Kohle und Kohlebrei.
Sieving analysis of coal and coal paste.

Frame Nos. 527 - 528

Abt.Ausg. 19.3.43 Empfangsvermerke 1.Okt.43
[illegible] 9./[illegible] 20./[illegible]

Betreff: [illegible]

(31) [illegible]

Soll [illegible]

Anlage: 1.O.[illegible] Abteilungsleiter

Geschäftsführer [illegible]

Geschäftsführer

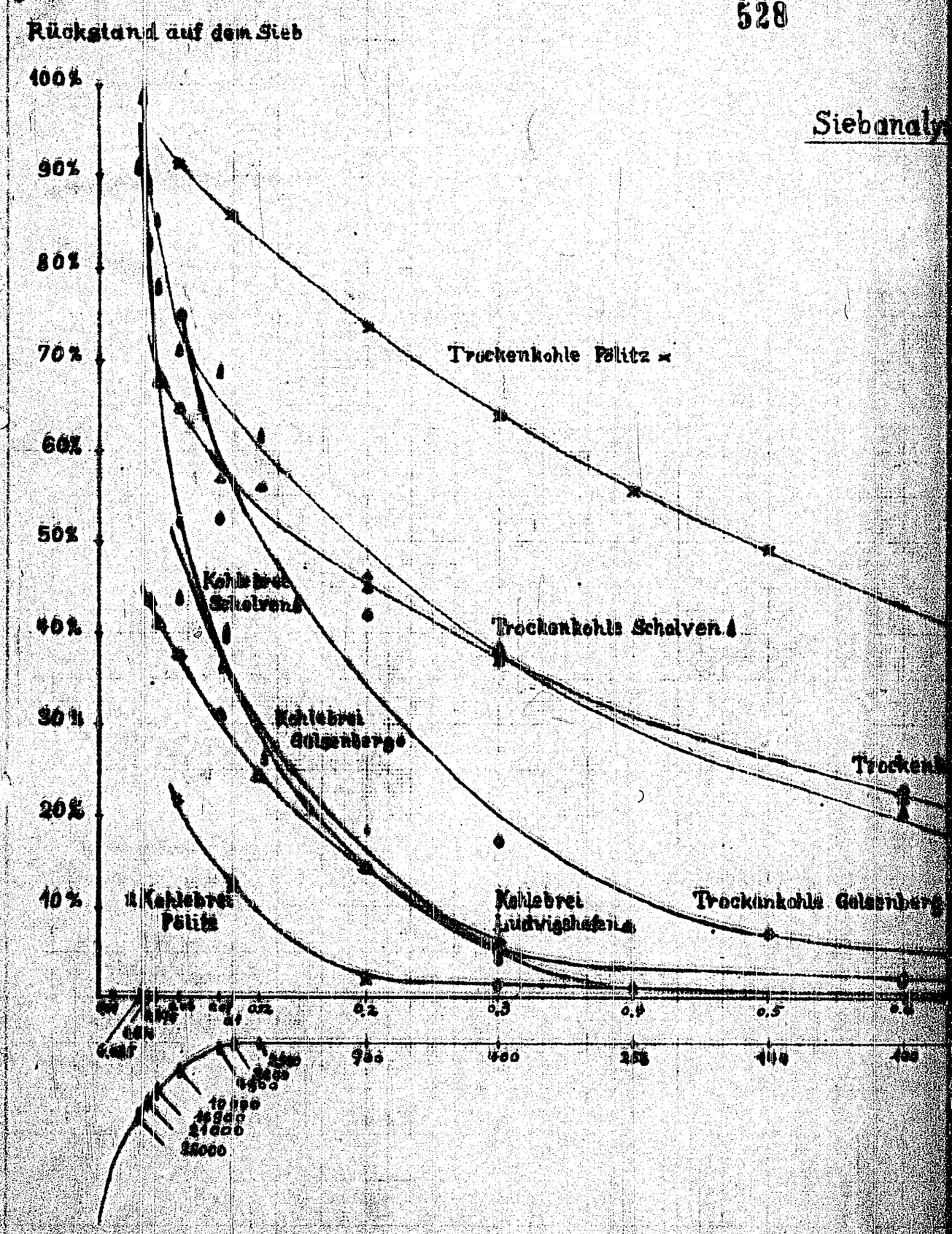
Postfach 19

89911

TITLE PAGE

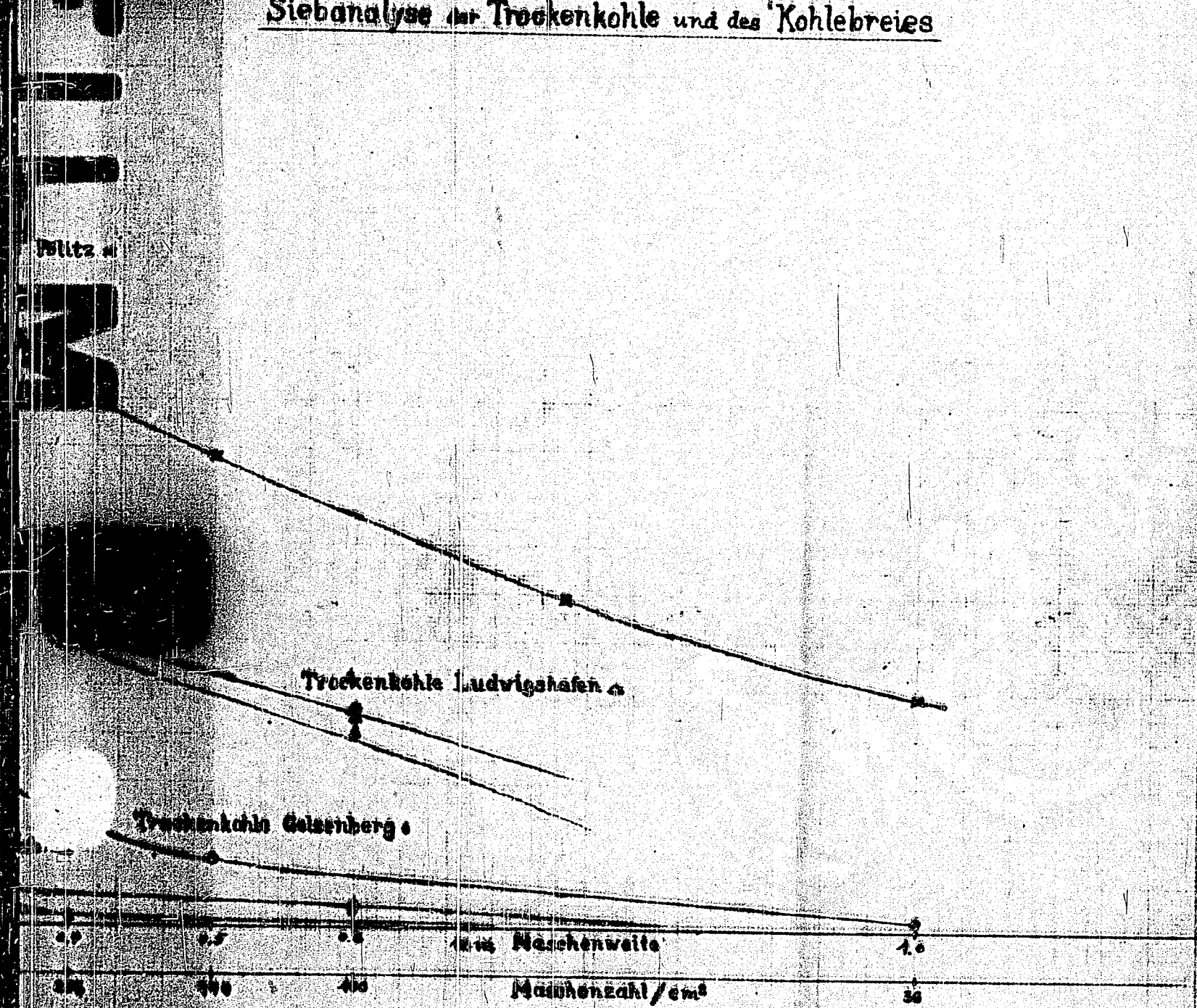
32. Anfahren von neuen Gasphasekontakten.
The starting of new gas- hase catalysts.

Frame Nos. 529 - 530


Rückstand auf dem Sieb
100%
90%
80%
70%
60%
50%
40%
30%
20%
10%
Siebanaly
Trockenkohle Pölitz
Kohlebrei Schelven
Trockenkohle Schelven
Kohlebrei Gelsenberg
Trockenk
Kohlebrei Pölitz
Kohlebrei Ludwigshafen
Trockenkohle Gelsenberg
0,2
0,3
0,5
400
10 000
16 000
21 000
25000

5-28

Siebanalyse der Trockenkohle und des Kohlebreies



1.Febr.43

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

529

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

DRAHTWORT Anilinfabrik Ludwigshafenrhein
FERNSPRECHER 6499
GESCHÄFTSZEIT 8–17 und Samstags 8–13 Uhr
BESUCHE 9–12 Uhr, außer Montags u. Samstags

Ihre Zeichen | Ihre Nachricht vom | Unsere Nachricht vom | Unsere Zeichen

LUDWIGSHAFEN A. RH. [illegible] 1.Februar 1943.[illegible]
[illegible]

Betreff [illegible]
[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

Auf Grund dieser Erfahrungen [illegible] für das Anbohren von [illegible] folgende [illegible]

1) [illegible] (beim Anbohren mit einem [illegible] ([illegible] oder [illegible]) unter [illegible] von Schwefel,

2) [illegible] bzw. Beseitigung der Spannungs-

-2-

5101-3467-20M-4111 9096011B
P 0267

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

530

Unsere Zeichen	Tag	Blatt
P/Ku 990.	1.8.49.	2

[illegible] der Rauchgefahren bei der Verarbeitung von [illegible] Sulfonpulver bei, [illegible] verdampfbaren Produkten durch Anhaften mit leicht verdampfbaren Öl[illegible].

Hall Rätiger!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

i.V. [illegible]

TITLE PAGE

33. Entparaffinierung Zeitz.
Deparaffination Zeitz.

Frame Nos. 531 - 532

Raffinierung Salta.

Auf Paraffingewinnung gerichtet, läuft die Anlage augenblicklich mit etwa 55 % ihrer Soll-Leistung. Als wahrscheinliche Ursachen für diese Minderleistung können angesehen werden:

1) Die Filterhilfe, die im Anschluss der Paraffindestillation verteilt und im Kreislauf geführt werden soll, wird bei der Destillation zum Teil zerstört. Infolgedessen verläuft der Prozess mit einiger Filterhilfe, die vorgeschlagen. Diesem ungünstigen Verhältnis von Filterhilfe macht es lebendig, das Verdünnungsverhältnis zu erhöhen; ist aber es ratsam, als ursprünglich vorgesehen, um auf gleichen Paraffinqualität zu kommen wie mit Filterhilfe. Das Verhältnis beträgt jetzt in der 1. Stufe 4,5 bis 5:1 gegenüber der Planung von 3:1. In der zweiten Stufe ist es mit 6:1, um Paraffin vergleichbar gleich geblieben. Prozentisch bedeutet die Erhöhung der Verdünnung in der 1. Stufe auf 4,5 bis 5:1 unter der wahrscheinlichen Annahme, dass die Filtrationsgeschwindigkeiten der 3:1 und 5:1-Lösung sich nur unwesentlich unterscheiden, eine auf Öl bezogene Reduzierung der Leistung von 100 auf 66 %.

Die von Seite gemachten Angaben, dass ein Eingang von stets frischer Filterhilfe im Gegensatz zur rückgeführten keine Erhöhung der Leistung, sondern nur dann bessere Paraffinqualität liefert, ist gleichbedeutend damit, dass auf gleiche Paraffinqualität bezogen ein kostenintensiveres Fahren und damit eine höhere Leistung möglich ist.

2) Ein weiteres Abweichen von der Planung liegt darin, dass die Filter keine Vorrichtung besitzen, den Kuchen mit Dampf zu drücken. Das projektierte Fahrzeug sieht in der 1. Stufe ein Verdünnungsverhältnis von 3:1 vor, außerdem eine Vorabpressung von 1 Vol.-Teil. Diese Vorabpressung verringert aber das zur Filtration notwendige Teil der Oberfläche für die eigentliche Lösung nicht, da sie auf das in Kuchen befindliche Öl aufgegeben wird. Durch diese Fahrweise wird also eine Verdünnung 4:1 erreicht, obwohl für die Filterleistung nur mit 3:1 gerechnet werden brauchte unter der Annahme der gemachten Voraussetzung, dass die Filtrationsgeschwindigkeiten der 3:1 und 4:1-Lösung die gleichen sind.

Anders formuliert: Die Fahrweise 3:1 und ein Teil Vorabpressung ist der Fahrweise 4:1 überlegen, als sie bei gleicher Paraffinqualität, die eine Funktion des Verdünnungsverhältnisses ist, mit höherer Leistung arbeitet. Diese Fahrweise ist in Salta noch nicht geprüft.

3) Punkt 1 äußerte sich Herr Dr. Wille dahingehend, dass die Paraffindestillation in den nächsten Tagen zeitweilig durchgeführt würde, so dass Hoffnung besteht, dass der wirksame Anteil des Paraflow erhalten bleibt.

3) Punkt 2 wird die Erprobung ebenfalls in den nächsten Tagen, wenn je ein Filter der 1. und 2. Stufe mit Spritzrohren für die Preßluftzufuhr versehen ist, den Versuch machen, ob unmittelbare Herstellung einer Vergleichsprobe Paraffinqualität bringt, bezw. auf gleiche Paraffinqualität bezogen, ein kostenintensiveres Fahren der ersten Stufe gestattet, was gleichbedeutend mit einer Leistungssteigerung wäre.

Zu der Frage, wie weit die in Lutzkendorf gewonnenen Erkenntnisse für die Anlage Zeitz von Nutzen sein können, ist zu sagen:

Die Bepflanzung der Filtertrommel und Drosselung des Nachfiltergebläses zum Zwecke einer möglichst geringen Verdampfung der Propan-Öl-Lösung auf dem Tuch, hat es in Lutzkendorf möglich gemacht, bei Nachstandzeit die Spitzenleistung über Tage konstant zu halten, wohingegen durch diese Maßnahmen innerhalb Stunden ein erheblicher Leistungsabfall festgestellt war. Von einem solchen Leistungsabfall bei offenem Nachfilter und ohne Berieselung ist in Zeitz nicht festzustellen, es dauert vielmehr 2-3 Wochen bis die Filter gereinigt werden müssen. Man kann sagen, daß die Filtrationsverhältnisse in Zeitz derart sind, daß ein Austrocknen des Tuches und damit ein schneller Abfallen der Leistung nicht eintreten. Bedingt ist dies wahrscheinlich durch die Dicke des Kuchens und den geringen Differenzdruck bei der Filtration, der nicht ausreicht, um genügende Mengen Gas durch den Kuchen und das Tuch zu blasen, was ein Austrocknen und Leistungsabfall zur Folge hätte. Erfolgsversprechende Maßnahmen, die einer Verdampfung auf dem Tuch entgegenarbeiten, in Zeitz keine Verbesserung bringen, solange die derzeitigen Filtrationsbedingungen beibehalten werden.

Die seit einiger Zeit in Zeitz im Betrieb befindlichen Propantrocknung mit Kochsalz - Calciumchlorid hat keine Verbesserung der Leistung gebracht.

Ein Gegensatz zur Lützkendorfer Fahrweise besteht darin, daß die Filter in Zeitz mit einem Differenzdruck von 0,07 - 0,08 atü gefahren werden, während in Lützkendorf 0,2 - 0,25 atü angewandt werden. In Lützkendorf bringt eine Erhöhung des Druckes von 0,08 auf 0,25 eine wesentliche Leistungssteigerung. Nach Angaben des Betriebsleiters der Kaugerätefabrik Zeitz bringt eine Erhöhung des Differenzdruckes auf 0,2 - 0,3 atü nach anfänglicher Steigerung eine Verschlechterung der Leistung durch unter den Rost, der mit 0,07 atü erreicht wurde. In Zeitz besteht die Ansicht, daß bei den höheren Drucken die Pressung des Paraffins in das Tuch erfolgt, was die schlechte Leistung zur Folge hat. Diese Ansicht ist nicht ganz einleuchtend, da der Anschlußdruck mit 1,5 atü erfolgt, so daß die Paraffinteilchen wieder aus dem Tuch herausgeblasen werden müßten. Wahrscheinlicher ist, daß durch den höheren Differenzdruck ein zusätzlicher Saug durch den in Gestern befindlichen Teil des Filterkuchens erfolgt und der Effekt des Trocknens und Verdampfens auf dem Tuch und damit abfallende Leistung eintritt. Nach dieser Vorstellung müßten die in Lützkendorf gemachten Erfahrungen plötzlich enden, wenn der Hauptfilterat mit 0,2 - 0,25 filtriert wird und durch Drosseln des Nachfilterats und Herbeiführen eines Trockenwerdens des Tuches vermieden wird. Auch diese Fahrweise soll in den nächsten Tagen in Zeitz versucht werden.

Vielleicht wäre es zweckmäßig, auch die Frage nochmal zu prüfen, ob es gleich ist, ohne Paraffin der 1. Stufe anzuhängen oder zur Nachwäsche. In Zeitz wird angezeichnet, während in unserer Versuchsanlage angelöst wurde.

gez. Stängs

TITLE PAGE

34. Über das Benzolfeste in Brikettier-und Bindemitteln.

The benzol-insoluble in briquetting and binding agents.

Frame Nos. 533 - 536

533

[illegible]　　　　　　　　1.[illegible] 1943. [illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible] 1:1.

[illegible]

[illegible]

---

1) [illegible]

534

Es wurde deshalb von uns neben Benzol und [illegible] ([illegible]) [illegible] noch [illegible] bzw. [illegible][1]) hinzugenommen.

Damit wurde in folgende Stoffgruppen unterteilt:

[illegible] bzw. [illegible] (entparaffiniert) = Paraffine
[illegible], aber [illegible] bzw. [illegible] = Weichasphalt
[illegible], aber [illegible] = Hartasphalt
Benzol- und [illegible] = Öl.

Die [illegible] Arbeit enthält [illegible] Analysenergebnisse an [illegible], [illegible] und [illegible][2]). Die ermittelten Stoffgruppen wurden nach [illegible] isoliert und durch ihren Schmelzpunkt charakterisiert.

Bei der Untersuchung der 4 Originalasphaltproben ([illegible]) [illegible] ... jedoch [illegible] ... dargestellt.

Das [illegible] Erdbitumen [illegible] (getoppter Abschluss) enthält [illegible][3]) etwa

[illegible] % Asche
[illegible] % Paraffine
11 % Weichasphalt
[illegible] % Hartasphalt
[illegible] % Öl.

Das [illegible] Bindemittel [illegible][4]) besteht aus

0,1 % Asche
[illegible] % Weichasphalt
[illegible] % Hartasphalt
[illegible] % Öl.

Zum Vergleich dazu ein [illegible]:

[illegible] % Asche
[illegible] % Paraffine
4 % Weichasphalt[5])
[illegible] % Hartasphalt
[illegible] % Öl.

---

[1]) Beide Lösungsmittel geben praktisch das gleiche Ergebnis.
[2]) Die Proben wurden teilweise von Dr. [illegible] zur Verfügung gestellt.
[3]) [illegible] geschätzt.
[4]) [illegible] in Abschluss filtriert, Filtrat getoppt.
[5]) geschätzt.

535

[illegible] fällt [illegible] mit [illegible] und [illegible] ab.

Bei den beiden [illegible] (1.) und [illegible] (Nr. 2.) [illegible]

Die [illegible] Fälle bieten ein [illegible]

[illegible]

[illegible] 47,9° beim [illegible] Abschluss festgestellt.

[illegible]

Aus diesen Darstellungen geht hervor, dass bei einer [illegible] verlangt wird.

ges. Rank

[illegible] mit Dr.[illegible].

[redacted]

Produkt	Abschl. von	Abschl. bis	Abschl. lung	Abschl. Ende	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]	[redacted]
Analysen													
% Benzolfraktion	22,0	23,0	17,0	20,0	29,8	7,3	94,7	21,8	24,3	0,5	61,5	13,0	[redacted]
% Mittelölfraktion	17,0	22,0	14,9	20,0						1,2	7,0	-	[redacted]
% Petrolin-Fraktion	12,0	22,0	14,9	20,0		0,3				-	-	0,3	-
% Asche i.Benzolfraktion	23,3	49	78	35,0	28,5	4	32,2	21,6	37,8	1,0	1,0	2,0	0,0
% [redacted] i.Öl	21,6	13,6	12,6	11,1	33,1	36,4	21,3	25,7	40,2	26,3	41,1	25,8	[redacted]
% [redacted] in Öl	1,6	3,8	6,3	6,3									
[redacted]													
% Asche	6,6	12,2	13,2	11,0	8,5	0,3	28,6	4,7	9,2	0,1	0,6	0,4	0,0
% [redacted]	10,4	9,8	1,7	9,0	21,3	0	26,1	17,1	18,1	1,1	6,8	0,1	[redacted]
% Benzolasphalt	11,0	3,0	2,1	0		7,2				8,3	34,3	12,3	4,0
% [redacted]	15,6	10,2	10,5	8,9	24,6	33,6	9,7	30,1	32,4	[redacted]	15,8	[redacted]	[redacted]
% Öl	56,4	64,8	72,3	71,1	45,8	52,9	35,6	48,1	40,3	66,7	22,7	64,8	40,8
[redacted]													
Gesamtpreßkuchen	90°				80°	82°	85°	74°	89°	65°	100°	90°	75°
Benzolasphalt	47,5°									[redacted]	[redacted]		[redacted]
[redacted]-Asphalt	102°	127°	127°	ca.103° 1)						[redacted]	>200°	>250°	[redacted]
Öl										49°	85°		

1) Benzin- u.Heizölfahrweise.
2) geschätzt.

[redacted]

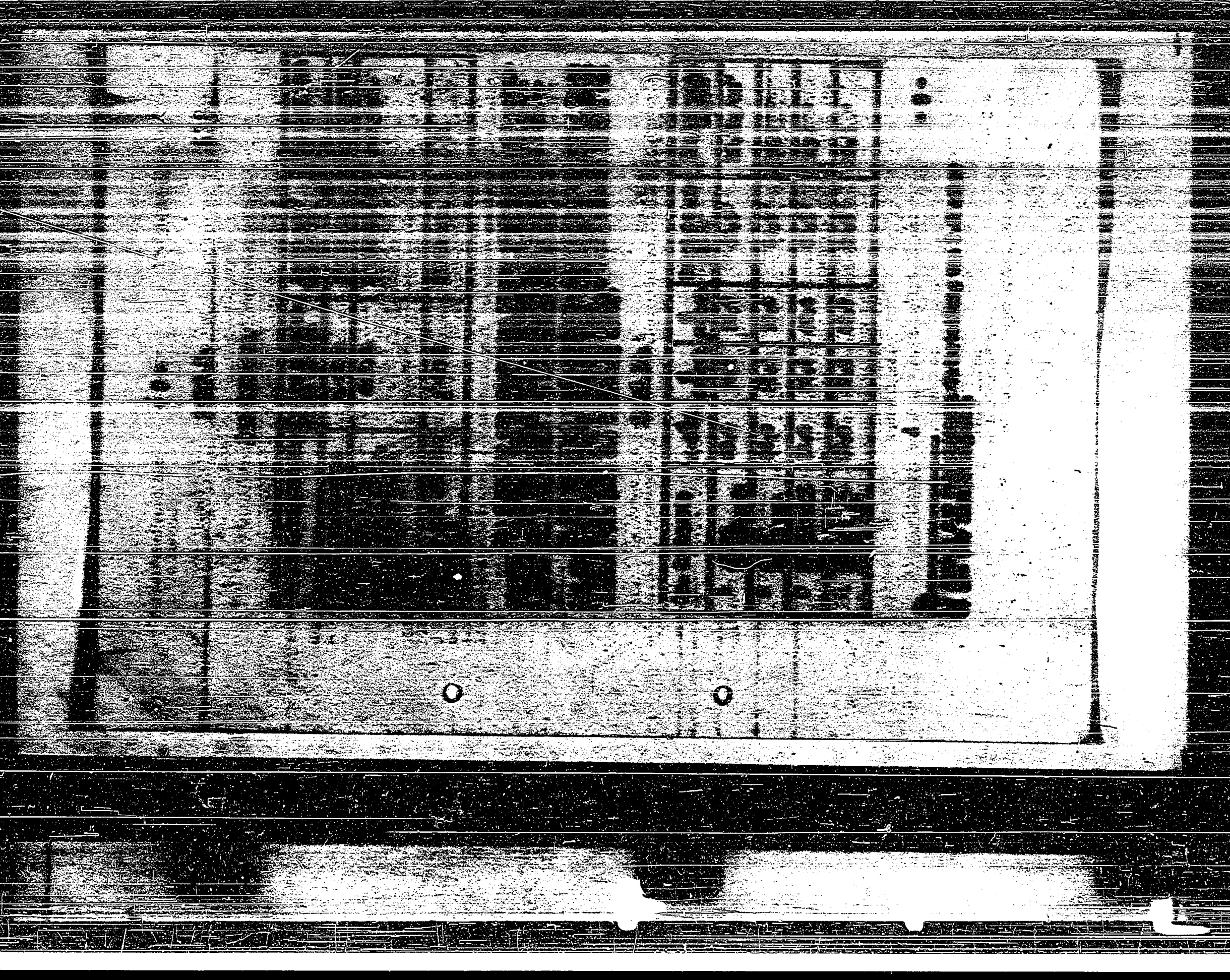
[redacted]

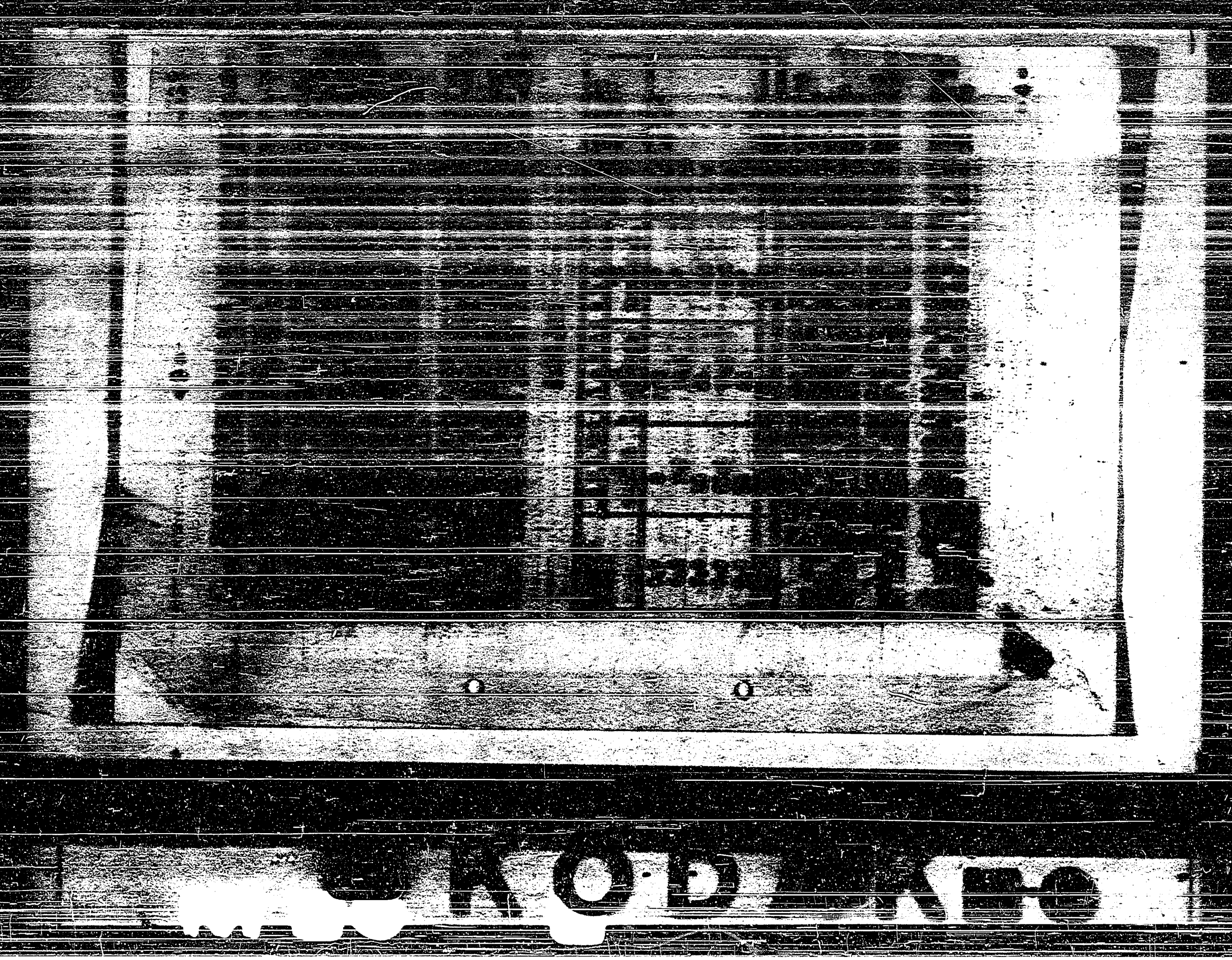
2. [redacted] and [redacted] and [redacted] and their [redacted]

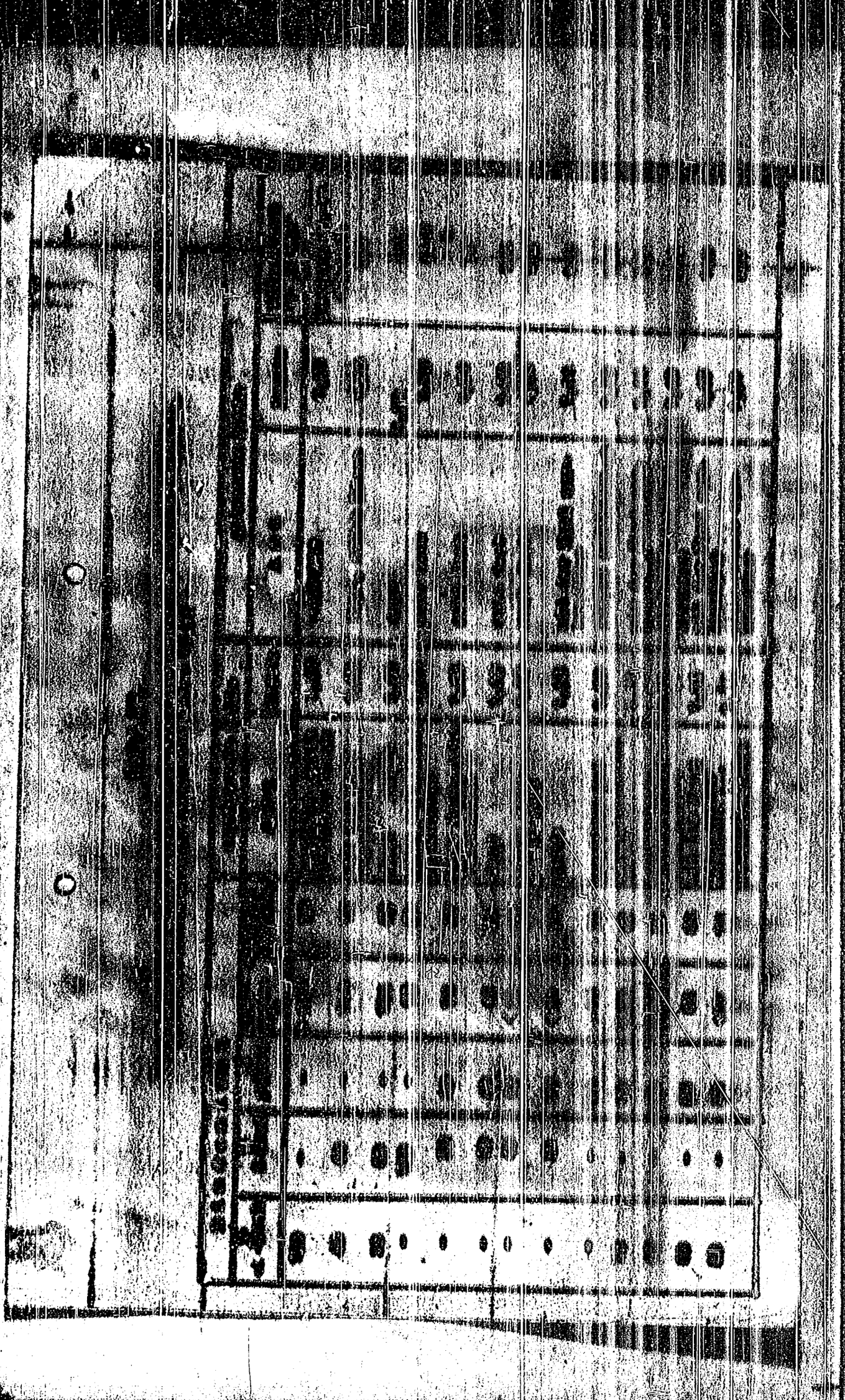
Para Nos. 137 - 141

15/10 - 15 - 3

2.10 Bi







[illegible]

[illegible]

[illegible]

54

(2)

27039

[redacted]

[redacted]

[redacted]

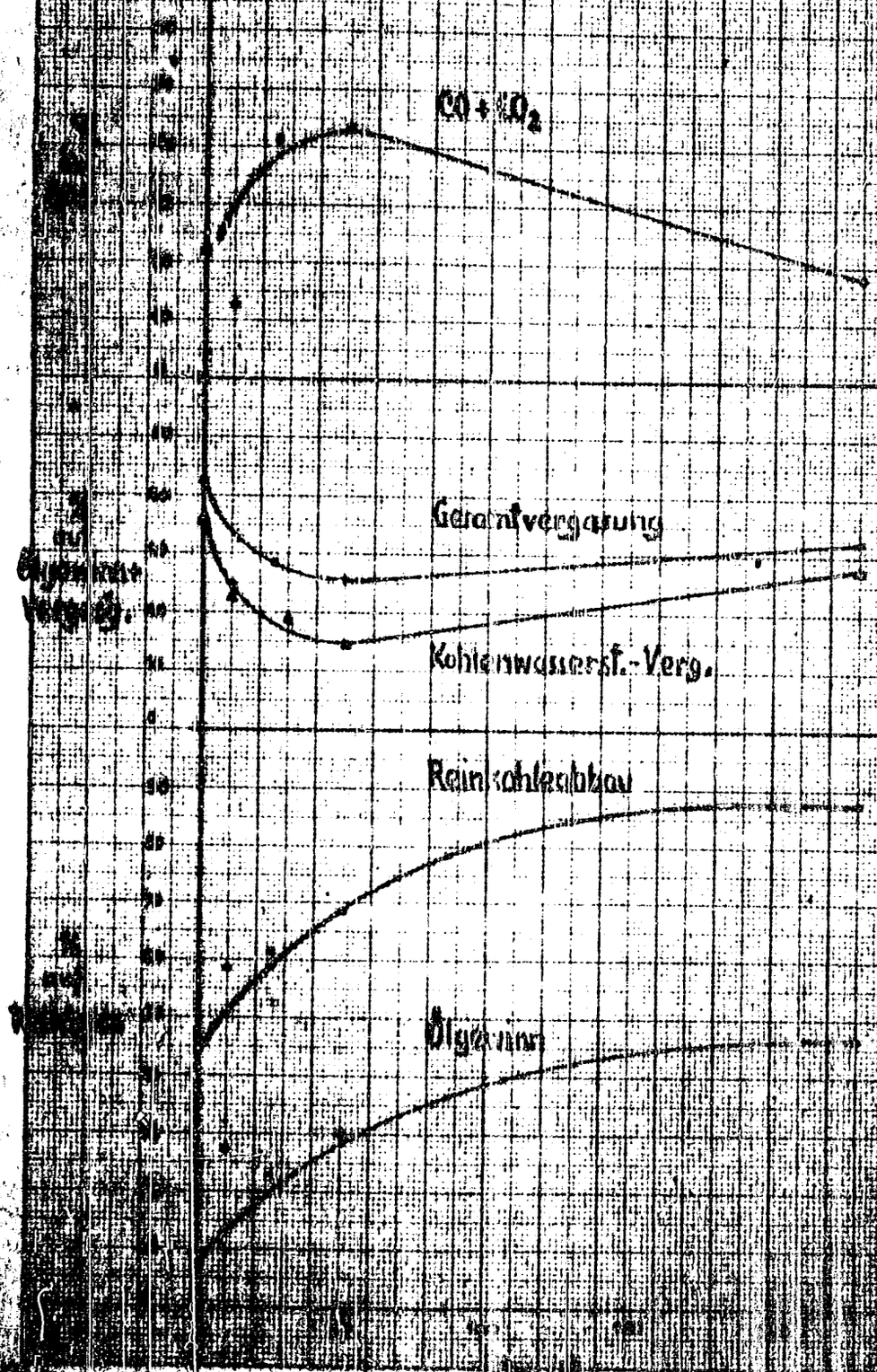
[redacted]

546

Druckhydrierung von Braunkohle.

(Kl. Rhein.-Werk.)

Druckabhängigkeit bei 25 mV (475°C)



Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

[illegible]

2. [illegible]

[illegible]

Patent Nr. 150 - 566

No. 2. [illegible] [illegible]
[illegible] [illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]	18			[illegible]
[illegible]	18	28	[illegible]	[illegible]
[illegible]				
[illegible] 1	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
" 2	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
" 3	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]				
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]				
[illegible]	4,7	4,7	4,9	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	-	[illegible]
[illegible]	[illegible]	77	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]		
Eingang Ausgang		
Ofen 1	[illegible] [illegible]	[illegible] [illegible]
" [illegible]	[illegible] [illegible]	[illegible] [illegible]
" [illegible]	[illegible] [illegible]	[illegible] [illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

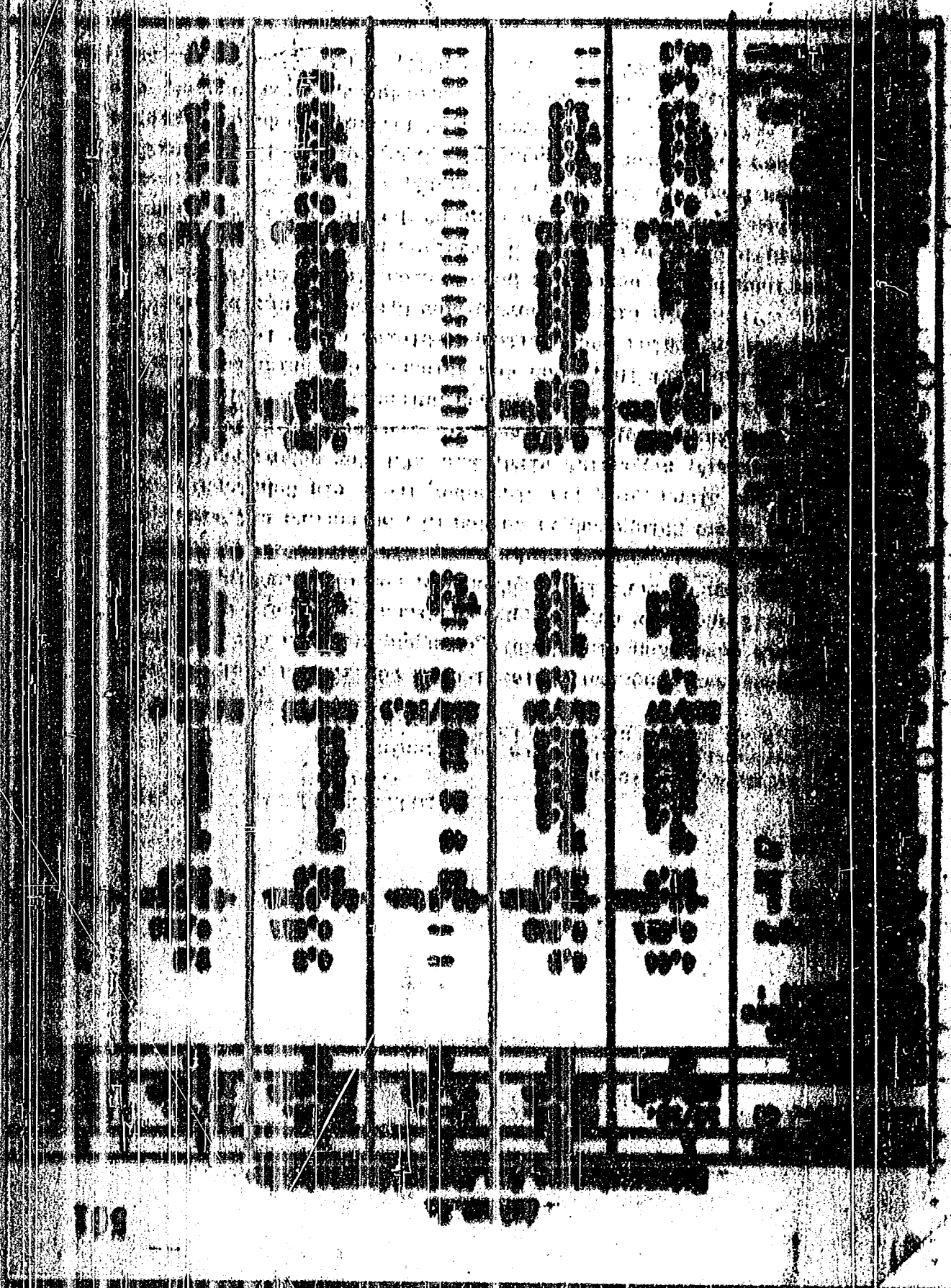
[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	0,4	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	10,8	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]		
[illegible]	0,2	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	10	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[redacted]

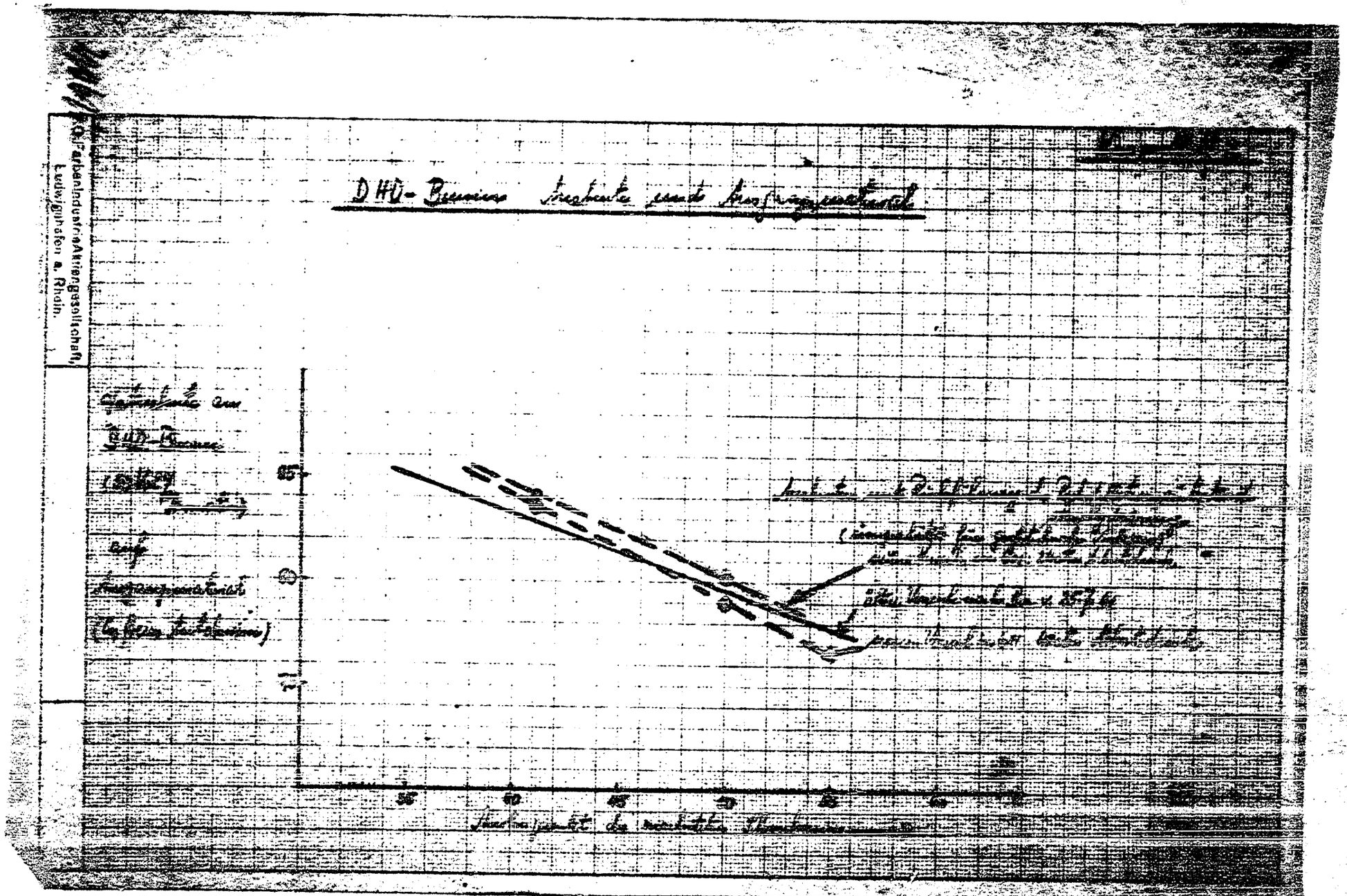


[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]


DHU-Benzin Treibstoff aus Kraftgasanlage
Gemische aus DHU-Benzin
Reine Kraftgasanlage
(Gelbes Treibstoffe)
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.
35
30
25
20
15
10
5
0

TITLE PAGE

4. Hydrierversuche im Autoklaven mit Säureharzbitumen von Pape & Co. und mit einem Weichasphalt von Dellbrücken.

   Hydrogenation tests in the autoclave with acid resin bitumen from Pape & Co. and with a soft asphalt from Dellbrücken.

   Tekno Nos. 567 - 571.

[redacted] [redacted]

[redacted]

[illegible] [redacted] [illegible]

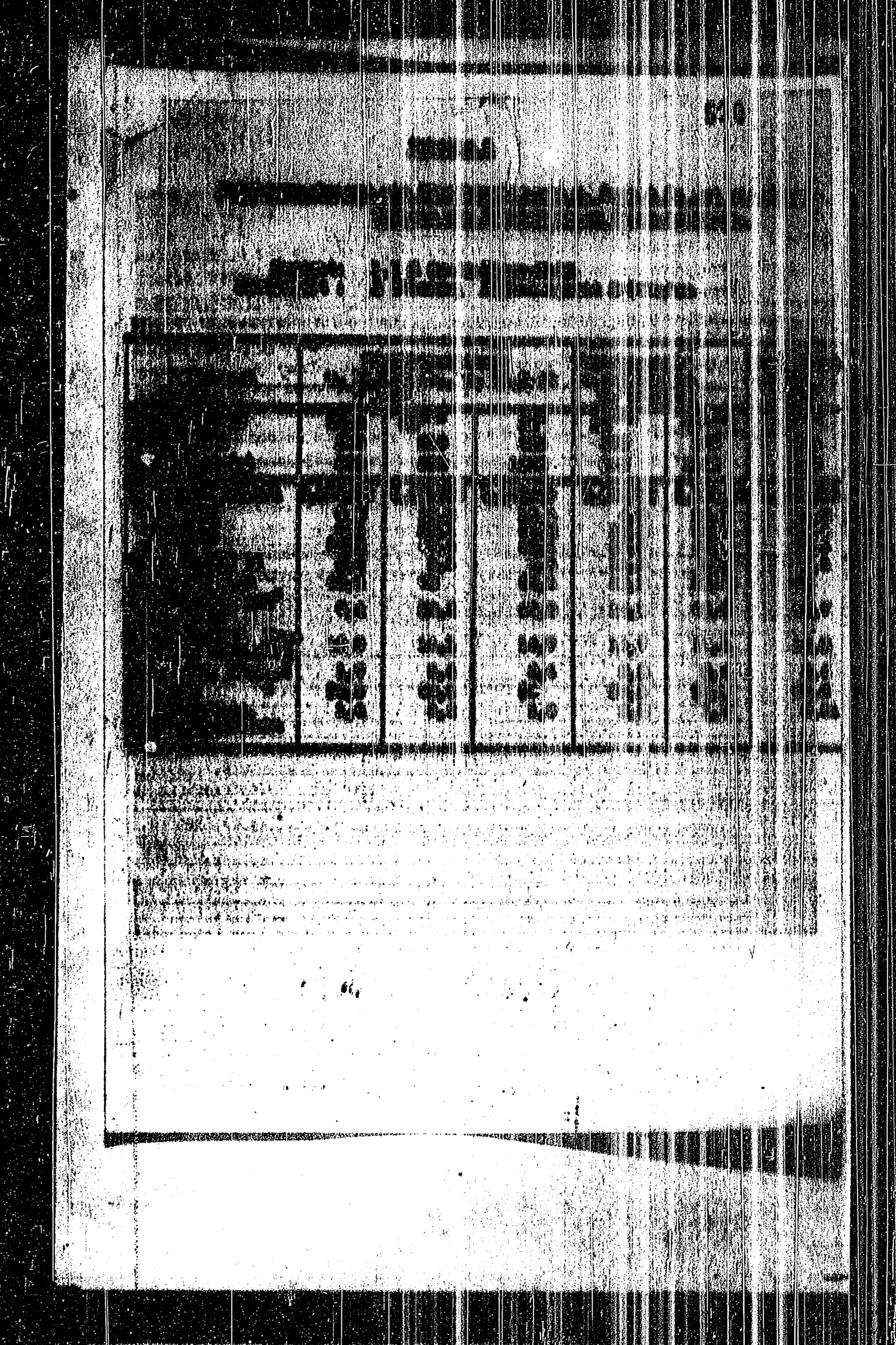
[redacted]

[illegible] [redacted] [illegible]

[redacted] [illegible]

[illegible]

[redacted]



TITLE PAGE

5. Angenäherte Berechnung der Wärmeübergangszahl eines Vorwärmers.

Approximated calculation of the heat transfer number of a preheater.

Trans Nos. 572 - 576

572 8x

(5)

210461

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

(Dr. v. [illegible])

SIEGLAIN

6. Elektro-Verbraucher.
Electric pre-number.

Patent Nr. 577 - 503

FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

[illegible]

8974/19

[illegible]

[illegible]

[illegible] 570

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

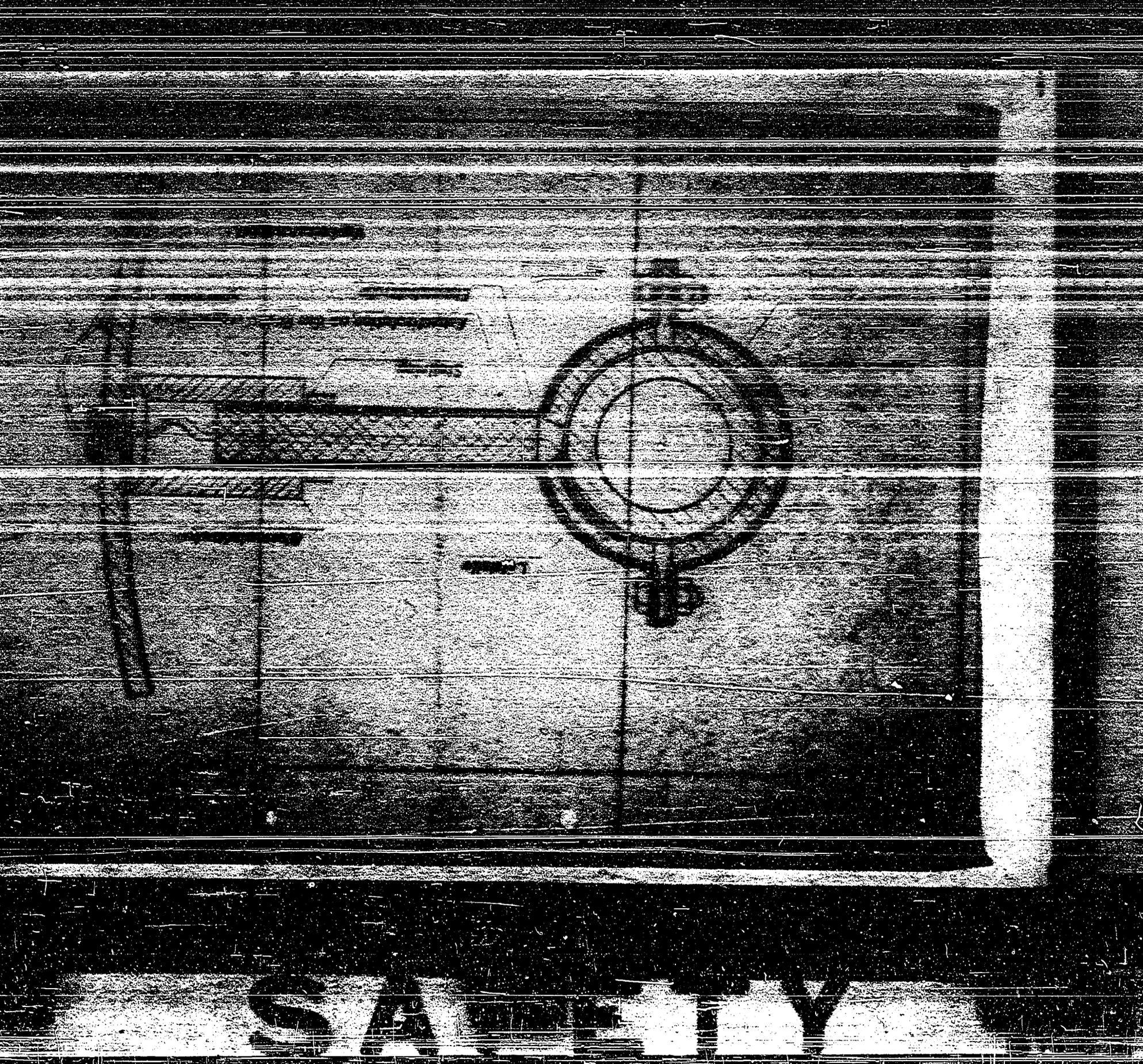
[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]


SAFETY

[illegible]

7. Orientierende Hydrierungsversuche mit Hanse-Extrakt (F 1592 v. 16.11.42) von Hellmuth Waldhof.

Orientating hydrogenation tests with Hanse extract (F 15[illegible] from the 16.11.42.) from Hellmuth Waldhof.

Frame Nos. 481 - 58[illegible]

581

①

[illegible]

[redacted]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

ITEM 1. PAGE

6. Alkali/mesoho dod Ofmaugfma dof Kohl:t-
wasserstoffverbindungen aus Erdöl Verfahren/Ver-
Mittelbelichtung.
Alkali washing of the furnace soot and
of the hydrocarbon synthesis for the
purpose of improving the formation of
middle oil.

Frame Nos. 584 - 586

210231

[illegible]

9. Untersuchungen über das Dimensional und Massenverhältnis.
Zweite Gestalt der Theilig [illegible]
in die Kugelschale [illegible] Seil.

Fasc. Nos. 587 - 607

19.I.43

387

Original der Abschrift dieses Berichtes siehe in Mappe Bindemittel.

(9)

zusammen mit Schreiben der Aluminiumwerk G.m.b.H. Bitterfeld vom 19. Januar 1943

500

[illegible]

10x

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

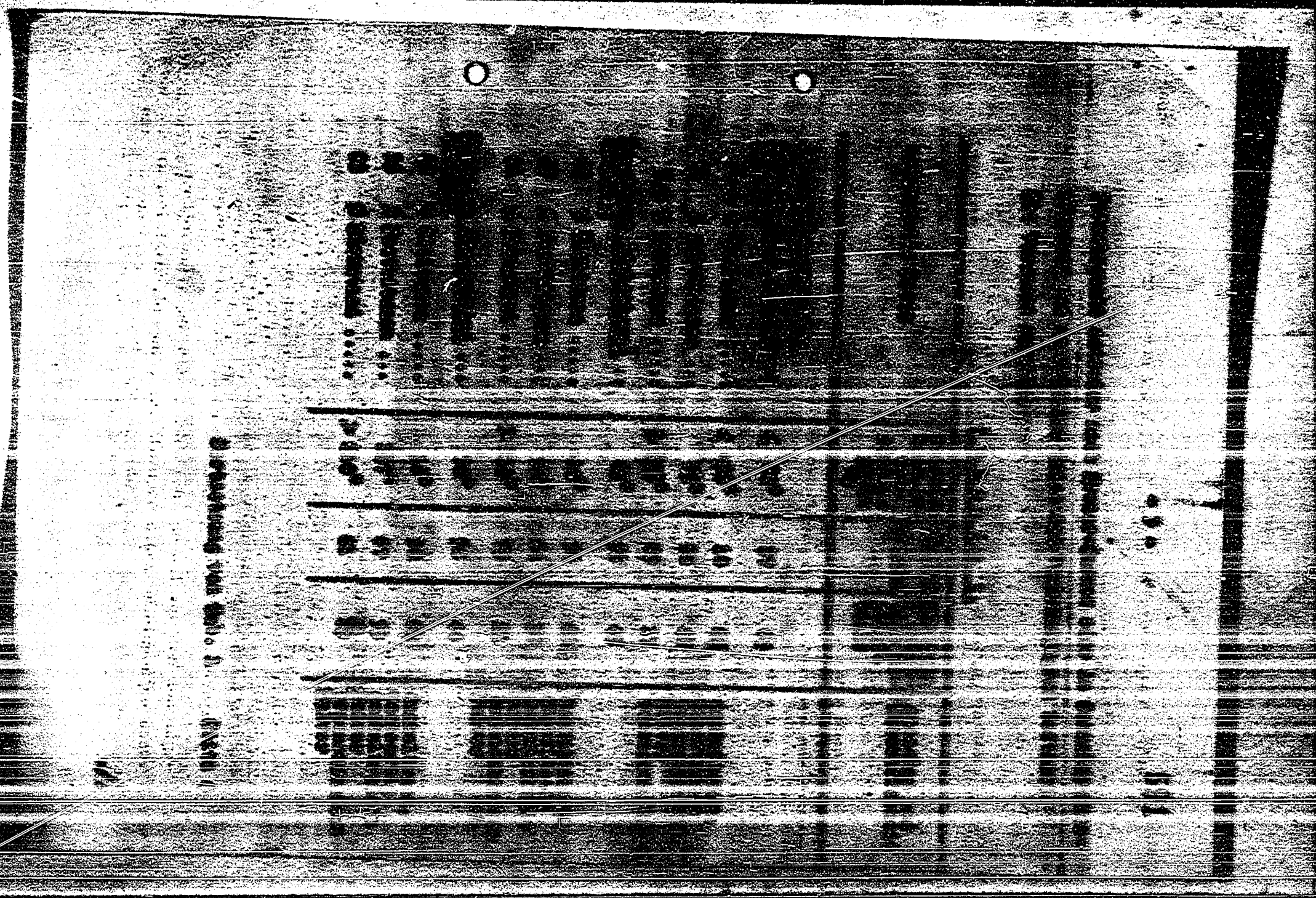
[illegible]

[illegible]

[illegible] [illegible]

[illegible]

U.S. MAIL



[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

---

1) S. Anm. 1, Seite 1.

2) [illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Wie die Versuche zeigen, [illegible] 10 %.

In den folgenden [illegible] Zustand gemessen.

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

Der Bitumen kommt weder für die [illegible] noch für die [illegible] Kohle irgendwelchen Bindevermögen zu, da es sich auch von Kohlen seines Gehaltes zu entraten beginnt.

Die drei Extraktgruppen der verschiedenen Steinkohlenprodukte sind in Bezug auf ihre Eignung als Bindemittel untereinander praktisch identisch.

Die in Tabelle 9 und Figur 8 wiedergegebenen Versuchsergebnisse zeigen weiterhin folgendes:
Das Bitumen wirkt im Gemisch mit Pechbitumen auf dieses lösend, im Gemisch mit Kohlenstaub auf diesen nur mindestens erweichend; während jedoch ein Zusatz von Pechbitumen zum Bitumen die Eigenschaften der mit diesem Bindemittel hergestellten Kohlen verbessert, verschlechtert der Zusatz von Kohlenstaub zum Bitumen die entsprechenden Eigenschaften. Das Pechbitumen verträgt bis zu etwa 20 % eines Zusatzes sowohl zu Bitumen wie zu Kohlenstaub ohne bedeutende ungünstige Beeinflussung der Eigenschaften der damit hergestellten Kohlen. Der Zusatz von Bitumen zum Pechbitumen wirkt sich, anders wie der Zusatz von Kohlenstaub zum Pechbitumen, sogar günstig aus, indem er den Erweichungspunkt des Pechbitumens erniedrigt.

Da die drei Extraktgruppen der verschiedenen Steinkohlenprodukte untereinander identisch sind, gilt der in Figur 8 wiedergegebene Verlauf der Eigenschaften verschieden zusammengemischter Bindemittel und der damit hergestellten Kohlen schematisch auch dann, wenn die Bindemittel nicht nur aus Weichpecheextrakten, sondern willkürlich aus den Extrakten der verschiedenen Steinkohlenprodukte zusammenge-

./.

sicht werden. Die folgenden in gleicher Weise ausgeführten Versuche stellen einige Beispiele hierfür dar.

Tabelle 5

Vers. Nr.	15 % Bindemittel, bestehend aus:	Eigenschaften des Bindemittels: Erweichungspunkt	Eigenschaften des Bindemittels: % Bindemittel	Eigenschaften der [illegible]: Verarbeitbarkeit	Eigenschaften der [illegible]: %	Eigenschaften der gebrannten Kohle: Verarbeitbarkeit	Eigenschaften der gebrannten Kohle: Dichte	Eigenschaften der gebrannten Kohle: [illegible]
5	(90 % Teer - Bestbitumen (10 % Hartpech-Bitumen	64°	56 %	sehr fest	1,64	sehr fest	1,51	89
6	(80 % Hartpech-Bestbitumen (20 % [illegible]	79°	64 %	sehr fest	1,64	sehr fest	1,53	88
8	(95 % Teer-Bestbitumen (5 % Hartpech-Rückstand	78°	68 %	sehr fest	1,63	sehr fest	1,52	93
7	(50 % Hartpech-Bitumen (50 % Weichpech-Rückstand	62°	61 %	sehr fest	1,51	sehr fest, aber leichte Bildung	1,48	121

Schließlich haben wir noch einige Kohlen von Durchmesser 70 mm mit entsprechenden Bindemittelgehalten in der Blockpresse bei 500 atm hergestellt und in Gräbnitzer Ringöfen brennen lassen. Die Versuche ergaben:

Tabelle 6

Vers. Nr.	15 % Bindemittel bestehend aus:		Dichte der gebrannten Kohlen	Dichte der gebrannten Kohlen	Prozentigen [illegible] der gebrannten Kohlen
27	85 % Hartpech-Bestbitumen	15 % Teer-Bitumen	1,53	1,53	30,4
28	80 % Weichpech-Bestbitumen	20 % Weichpech-Bitumen	1,51	1,51	22,9
29	80 % Teer-Bestbitumen	20 % Hartpech-Bitumen	1,49	1,48	19,9
30a	60 % Weichpech-Rückstand	40 % Weichpech-Bitumen	1,48	1,44	17,1
30b	50 % Weichpech-Rückstand	50 % Weichpech-Bitumen	1,53	1,50	25,3

1) Nach Dr. Bauer, Bericht vom 7.3.33.

Die in den Tabellen 5 und 6 wiedergegebenen Versuche bestätigen die obigen Angaben. Auffallend ist, daß die im Griesheimer Ringofen gebrannten unter Verwendung von Pechbitumen hergestellten Kohlen (Vers. 87-89, Tab. 6) im gebrannten Zustand die gleiche Dichte haben wie in grünem. Es tritt also offenbar bei diesen Kohlen während des Brennens im Ringofen die dem Gewichtsverlust gerade entgegenwirkende Schwindung ein. Der elektrische Widerstand der im Ringofen gebrannten Kohlen entspricht dem der entsprechenden kleinen in Silitstäbchen gebrannten Versuchskohlen, bei denen Schwindung, wenn überhaupt, so doch nur in geringen innerhalb der Versuchsfehler liegenden Werte auftrat.

Alle Versuchskohlen wurden nun in der oberen Lage des Bitterfelder Graphitofens graphitiert.[1] Die Graphitierung fiel bei allen Kohlen schlecht aus, sodaß nur qualitativ vergleichende Angaben möglich sind. Durch 1080 stick sagen, daß nur die mit 19 % Pechbitumen als Bindemittel hergestellten Kohlen den in gleicher Weise mit 20 % Steinkohlenteerpech hergestellten Kohlen nach dem Graphitieren in Bezug auf Aussehen und Festigkeit gleichen. Auch hier verringert das Bitumen bis zu ca. 20 % einen Bestandteil an Gitterbitumen wie an Bindemittel. Die mit Gitterbitumen und Bindemittel und Graphitieren beider hergestellten Kohlen waren durchweg schlecht. Im Falle Fall hatte sich durch das Graphitieren der Widerstand der Kohlen wesentlich verbessert. Es ist offenbar noch nicht möglich, durch in so kleinem Maßstab und insbesondere da der Blockpresse hergestellte Versuchskohlen die Verhältnisse der

1) Vgl. Dr. Bauer, Berichte vom 7.9.33.

./.

Praxis soweit nachzuahmen, daß vergleichende Aussagen über die Eigenschaften der Kohlen durch den ganzen Fabrikationsprozeß hindurch zulässig sind. Möglich ist allein der Vergleich zwischen den mit Pechbitumen und Bindemittel Grimsheim hergestellten Versuchskohlen untereinander, und da sind die Pechbitumenkohlen, wie bereits gesagt, nach den Gesichtspunkten den mit Grimsheimer Bindemittel hergestellten zumindest gleich.

Wir haben schließlich noch einige Versuchskohlen mit Grafitpulver (Fachnamen des Mittelfelder Gesteinsofens) als Matterzusatzmittel und Pechbitumen als Bindemittel hergestellt. Diese Kohlen wiesen nach dem Brennen bei sehr guter Festigkeit eine Dichte von im Mittel 1,62 auf. Beim Brennen vergrößerten die Kohlen, anstatt zu schrumpfen, ihr Volumen, was vielleicht an der sehr großen Feinheit des verwendeten Grafitpulvers (Gesamtverdrung i.Mittel 10 µ) liegen kann. Obwohl daher die erreichten Dichtewerte von i. Mittel 1,33 zu klein sind, wiesen die so erhaltenen Grafitkohlen eine genügende Festigkeit auf. Der Widerstand der Kohlen betrug um 100 Ohm.

./.

Zusammenfassung.

Durch Extraktion mit Benzol und Äthylalkohol Benzin lassen sich Teere und Peche in drei verschiedene Körpergruppen zerlegen:

1.) Benzin- und Benzol-löslichen Ölbitumen
2.) Benzolunlöslichen Festbitumen
3.) Unlöslichen Rückstand.

Diese Trennung wird für verschiedene Steinkohlen-, Zwischenprodukte- und Endprodukte durchgeführt. (Tabelle 1, 2, 3 und 4). Die drei untersuchten Steinkohlenprodukte - Teer, Weichpech und Hartpech aus Grimsbeim - unterscheiden sich nur in ihrem Gehalt an Festbitumen, vornehmlich dagegen im Gehalt an Rückstand und Ölbitumen. Die Hauptunterschiede zwischen den Teer und den Pechen liegen innerhalb der verschiedenen Körpergruppen in deren Molekülgröße. Von besonderem Interesse ist der große Unterschied beim Vorkommen der verschiedenen Körpergruppen. (S. 1 - 7).

Es wird die Eignung der verschiedenen Extraktionsgruppen der Steinkohlenprodukte als Bindemittel bei der Brikettfabrikation im Laboratoriumsmaßstab unter Verwendung einer Blockpresse untersucht. Die Versuche (Tabelle 8, S. 8, Tab. 3 hinter Seite 9, Tab. 4 hinter Seite 10 und Fig. 1 hinter S. 8 und Fig. 2 hinter Tab. 3) zeigen, daß das Festbitumen der eigentliche und praktisch alleinige Träger der Bindemittelfestigkeit ist. Die optimale Bindemittelmenge, die beim Ostenheimer Bindemittel bei 20 % liegt, liegt beim Festbitumen bei nur 15 %. Das Festbitumen verträgt bis zu etwa 50 % einen Zusatz von Ölbitumen ohne beträchtliche ungünstige Beeinflussung der

./.

Eigenschaften der damit hergestellten Kohlen, der Übergang von Bitumen zum Pechbitumen wirkt sich sogar günstig aus, indem er den Schmelzpunkt des Pechbitumens erniedrigt. (s. S. 13)

Soweit sich diese Untersuchung - über die bloße Erweiterung unserer Kenntnis von den Eigenschaften und dem Verhalten des Bindemittels hinaus - praktisch auswirken lassen wird, müssen weitere Versuche ergeben. Für diese Versuchen müßte versucht einmal ein Vergleich zwischen mit Pechbitumen und Bindemittel Grossheim unter Anwendung [illegible] hältnissen hergestellten Kohlen durchgeführt werden. Es bleibt zur Erniedrigung des Schmelzpunktes zunächst ohne Bedeutung, ob der Zusatz von Bitumen zum Pechbitumen notwendig ist, wäre vielleicht durch [illegible] geklärt werden, wie hoch der Schmelzpunkt des neuen Bindemittels liegen darf, um noch unter den in Grossheim gegebenen Verhältnissen mit der Strangpresse genügend dichte Kohlen erhalten zu können, und ob sich dadurch fabrikatorische Vereinfachungen, z.B. beim Mischen oder Brennen, ergeben würden. Es wäre dann zu prüfen, wie man unter Umgehung der unerwünschten Extraktion, beispielsweise durch Abblasen dieses Teeres in Vakuum, zu einem möglichst viel Pechbitumen haltigen Bindemittel kommen kann. Schließlich wäre noch zu erwägen, inwieweit sich auch ohne neue Bindemittel auf Basis des Pechbitumens für spezielle Zwecke - z.B. Graphittiegel oder -Stäbe, Dynamobürsten, Bürstenkohlen, usw. - gegebenenfalls unter Verwendung einer kleinen Blockpresse eignen würden.

gez. Senftleben

Bitterfeld, den 7. August 1933.
Dr.Sn./Ko.

ITEM 1 PAGE

10. Gewöhnlicher Zinkspat der Veranschaulichungssammlung.
Zinkspat auf Blende mit Schwarzer Zinkblende.

Prüfnr. 608

THIS PAGE

11. Neue Herstellung von Toluol aus Benzol.
A new preparation of toluol from benzene.

Frame Nos. 609 - 611

[redacted]

[redacted]

609

(11) [redacted]

611

[redacted]

[illegible]

1. [illegible] temperature in the [illegible] method.
2. [illegible]
[illegible] by telephone in a [illegible]
Von Hamlin, G. Fosdick.

Trans. Ice, 638 - 649

612

[illegible] können sich nach folgenden Oxidationsmitteln

1. Fällung von Tonerdehydrat aus Eisen,
2. [illegible]
3. [illegible]
4. [illegible]
5. [illegible]
6. [illegible]
7. [illegible]
8. [illegible]
9. [illegible]
10. [illegible]

[illegible]

nach Anwendung geeigneter angabe sich folgendes Bild:

(Abb. [illegible] - 65 g [illegible]/Ltr.)

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Zu 4. Die Prüfung der [illegible] Herstellungen von Nr. 1900 und Nr. 1910 ergab folgendes Bild:

Kontakt	Schütt-gewicht	Aktivität	Spaltung	[illegible]
[illegible]				
[illegible]	[illegible]	ca. [illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]				
[illegible]	[illegible]	ca. [illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	ca. [illegible]	ca. [illegible]	[illegible]

Danach ist Nr. 1900 [illegible] 1641-1678 in Aktivität und Spaltung [illegible] in die Festigkeit [illegible]. [illegible] stehen die Nummern 579-624 und 608-[illegible] in [illegible] bedeutend nach, Spaltung und [illegible] sind unbefriedigend.

Zu 5. Die bereits früher [illegible] Aktivitätsprüfungen [illegible] [illegible] in [illegible] Ofen [illegible] und in [illegible]

Kontakt	[illegible]	Schütt-gewicht	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	110	0,80	-	[illegible]	10

Die Kontakte besitzen nach Prüfung im Ofen 400 ausgezeichnete Aktivität bei geringer Spaltung.

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]