

Der Tonurde-Molybdänkontakt lässt sich demnach in der Sumpfbasse nicht verwenden, da er im Vorheizer zum Abstellen

Da zunächst erwartet worden war, dass wieder wie am 15.7.40 nur eine lokale Verzerrung der Schmelze vorliegt, die durch eine örtliche Überhitzung entstanden sei, wurde das Luftbad ausgebaut genommen. In letzteren Gehäusen lag sehr viel verflüssigtes Calciummaterial. In letzteren Gehäusen lag sehr viel verflüssigtes Calciummaterial. In letzteren Gehäusen lag sehr viel verflüssigtes Calciummaterial. In letzteren Gehäusen lag sehr viel verflüssigtes Calciummaterial.

Während auch in vorliegenden Falle an der Durchführung der Dreischaltung eindeutig der Kontakt die Schuld trug, so werden doch vorzuziehender die Höchsttemperaturgrenzen für die B-, I- und M-Elemente des Luftbades auf 21,5 mV (bisher 25 mV, B und I 25 mV), für S₂ auf 23 mV (bisher 24 mV) herabgesetzt.

Der Ofen enthält ein neues Luftbad und eine neue Heizschlange. In Modellversuchen hatte sich eine neue Rührerart, die anstelle der bisher verwendeten Ringscheiben Siebscheiben mit 2 mm Bohrungen aufweist, als für die Gasverteilung erheblich vorteilhafter gezeigt. Sie sollte zunächst im Ofenversuch geprüft werden. Die Umdrehungszahl des Rührers wurde auf 52/Min. erhöht, da nach Modellversuchen nach die Wirkung der Siebscheiben erst in der Höhe von 60 U/Min. richtig zur Geltung kommt.

16.8.40 Ofen drucklos angeheizt.

17.8.40 Ofen unter 600 mm, 1000 lbr. Nullgas über Deck. Bei 19 mV mit Einlauf P 1376 von 4,6 40 + Abtreiberstromer 1:1 + 15 + 7509 B + 1,0 + 6709. Durchsatz 4 kg/Std.

Durch die Änderungen des Anfahrens sollte der Rührer geschont werden.

Spülung der Förderrohre während des Anfahrens mit 100 g/Std. Abtreiberstromeröl.

Die Schmelze sollte gegen das Zuziehen infolge der hohen Kontaktkonzentration gesichert werden.

Bei 18 mV umgestellt auf P 1376 + 5 + 7509 + 1,1 + 6709.

18.8.40 Bei 22,5 mV umgestellt auf P 1376 + Abschleim 1:1 + 0,5 + 0,75 + 7509 B + 11 + 6709.

Damit wurde dieselbe Mischung gefahren wie vor dem 11.8.40. Frischluftdurchsatz 6,0 g/Std., alles übrige wie vor dem Abstellen. Der Ofen ging hoch zur 28 mV.

1) Das Element H₂ arbeitet vorher mit etwas höher als S₂.

Ausgeschildlich führte die jetzt höhere Temperaturempfindlichkeit des oberen Overtells von dem neuen Rührer her, der in der Höhe des Ofenausgangs eine Palastionzone schuf.

An Motorpumpe 1 (Ofen unten) 200 atm Überdruck, der durch Spülen mit der Handpumpe durchgerissen wurde.

Möglicherweise besteht ein Zusammenhang dieser Störung mit dem Hochgehen des Ofens.

- 19.8.40 E_g von Ofen hoch auf 27 mV.
Vermutlich ist die gegen früher gesteigerte Temperaturempfindlichkeit im oberen Teil des Ofens eine Auswirkung des neuen Rührers.
- 20.8.40 E_g von Ofen hoch auf 26 mV.
- 21.8.40 Standstörung und Kotsen des Abscheiders, wurde durch Entschlammern des Abscheiders auf Gas und durch verstärktes Spülen von Förderschnecks und Druckausgleich beseitigt.
Ursache der Störung war zu starke Eindickung des Abschlammers da teilweise kein Neuabschlamm anfiel.
- 22.8.40 Zwischen Schlangeneingang und Ofenkopf wurde ein Kolbendifferenzmanometer angeschlossen.
Es sollte die Möglichkeit geschaffen werden, ein allmähliches Zugehen der Schlinge an Anzeichen der Druckdifferenz zu erkennen. Zunächst wurde als von gelegentlichen Störungen bis zu 0,5 atm abgelesen zu unter 0,1 atm gemessen.
- 23.8.40 Abschlampprozentur auf 5-10.
Die bisherigen Grenzen 2 - 7 % konnten nur unter demnächst Gefahr des Hochgehens des Ofens eingehalten werden. Anhanden sollte ein Ansteigen des Festgehaltes auf mehr als 30 % vorgebeugt werden.
Mehrfach überschritt das Ofensystem E_g die 25 mV-Grenze, wobei der Unterchied zu E_g bis zu 1 mV ausmachte.
Die Druckdifferenz von 0,1 atm verschwand, die Ringenswange schrieb normal und gleichzeitig ging die Temperaturempfindlichkeit S₁/M₁ von 1,6 auf 1,3 mV vorübergehend zurück. Wahrscheinlich hatte sich in der Schlinge eine kleine Kugel gelöst. Der Grund hierfür ist nicht erkennbar.
- 24.8.40 ab Bilanz Nr. 7
- 27.8.40 Kat. 6709 zurück auf 1,0 %.
Es soll nochmals versucht werden, mit weniger Neutralisationskontakt auszukommen, da das Abwasser nur noch Spuren Cl enthält.
Differenzmanometer abgehängt.
Die Erleichterung vom Schlangeneingang her war durch Teer verstopft.

29.8.40

ab Bilanz Nr. 8

Der Ringscheibenrührer hatte den Ofen oben in derartig unruhige Temperaturlage gebracht, daß es notwendig wurde, die Ofentemperatur zurückzunehmen.

30.8.40

Ofen ging hoch auf 50 MV.

Das Produkt zeigte wieder Anzeichen von Chlorkorrosion.

Es ist also notwendig, mindestens 1,1 % S₂O₉ zuzugeben.

31.8.40

Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferaschewöl 1:1 und kaligefahren, da der Versuch beendet werden sollte.

1.9.40

Ofen 3 mal abgeschlamm, ging gut. Die Mengen waren unzureichend, der Abschlamm enthielt viel Asche 1).

	I	II	III
Ofen	6 980	6 900	7 050
Abstreifer	1 740	1 020	1 800

2.9.40

Der Ausbau ergab, daß die Bohrungen der Siebscheiben sich größtenteils zugesetzt hatten. Auf einzelnen Scheiben hatte sich Kontakt in bis zu 10 cm hohen lockeren Schichten abgesetzt. Der Ringscheibenrührer ist also für die Dampfphase unbrauchbar.

Die Dreischlange wurde ausgebaut und zu 875 cm gegen 1000 cm beim Einbau gelitert.

1)

	% Feuchte	% Asche i. F.	% S-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	8,7	42,3	12,2
Kaltfehröl	6,3	8,7	10,4

Versuchsprotokolle

I. Mit Graub-Titan-Kontakt

1.) Mit Durchsatz 0.61.

Bilanz 1 und 2.

Bei der verhältnismäßig niedrigen Temperatur von 473° mit 1 % Kontakt wurde die Leistung 0,51 bei 10,4 % Vorgasung erhalten. Der Asphaltabbau erreichte hier wie in allen übrigen Bilanz ausgenommen Nr. 7 und 8, mit über 99% ausgesetzte Werte. Diesen Ergebnissen nach erschien eine Steigerung des Durchsatzes möglich.

2.) Mit Durchsatz 0.735.

Bilanz 3.

Durch den Übergang zu höherem Durchsatz und bei etwas höherer Temperatur (475°) stieg die Leistung, wie zu erwarten, auf 0,51. Die Vorgasung und der Asphaltabbau blieben gleich. Der Anfall von Benzol schied nahm auf 6,8 % von Frischöl zu.

Bilanz 4.

Eine weitere Temperatursteigerung auf 474° erbrachte eine geringfügige Erhöhung der Leistung auf 5,62. Anfall der Leuchtgasgewinnung auf 6,75 und vermutlich keine wesentliche Änderung der Vorgasung. Die Oligostoffe in % von Frischöl stieg von 63,4 auf 65,1. Eigenartigerweise wurde trotz steigender Reaktionstemperatur der Anteil des Schweröls an Oligostoffen etwas höher gefunden.

Vergleich der Eigenschaften des Anfalls.

Die Erhöhung von Durchsatz und Temperatur (Bilanz 4 gegen 2) läßt schwache Öle entstehen. Die Benzine weisen einen höheren Anilinpunkt II auf, d.h. das Restbenzin ist paraffinisch. Die Fraktion -135° zeigt einen höheren Klopffwert. Der Elementaranalyse nach waren alle Öle - 325° reicher an Sauerstoff und H-Armer, während die Schweröle kaum Unterschiede hatten. Die KZ-Vorgasung enthielt mehr Methan und Ungekohlte, dafür weniger Buten. Der für Bilanz Nr. 2 bestimmte Gehalt der Abgabe an Leuchtgas erscheint fragwürdig, zumal die Werte der Bilanz durch die Bilanz 4 bestätigt werden, sodass über den Einfluss der Versuchsbedingungen auf die Leuchtgas-Gewinnung Schlüsse nicht zu ziehen sind.

- 1) Der Wert der Bilanz 4 mit 9,9 % ist verglichen mit den Buchwerten zu niedrig. Die Entwicklung der Geschichtsdifferenz bestätigt dies.

Bilanz 5.

Die Kontaktauflage wurde auf 0,75 % vom Frischsl. herabgesetzt und gleichzeitig die Temperatur auf 476° erhöht, was den Abschleppverlust noch etwas sinken ließ. Die Leistung stieg hierdurch noch ein wenig (auf 0,63) und die Vergasung erhöhte sich auf 10,7 %, während die Spaltung (Anteile -323° im Oligomer) noch etwas abnahm.

II. Mit Tonerde-Molybdän-Kontakt.

Bilanz 6.

Der in der Gasphase erprobte Tonerde-Molybdän-Kontakt 7560 sollte in der Dampfphase geprüft werden. Die ausgehende Menge (0,4 %) enthielt ungefähr soviel Molybdän, wie 1,7 des üblichen Grunde-Molybdän-Kontaktes 5475. Obwohl nur bei 476° gearbeitet wurde, zeigte sich deutlich die überlegene Hydrieraktivität des Molybdäns. Die Leistung stieg auf 0,64, die Oligomere auf 37,4 vom Frischsl., die Vergasung lag mit 8,0 % besonders niedrig, ebenso wie der Anfall an Benzolabfall mit 3,6 %. Leider ergab sich der rein anorganische Kontakt dadurch als unbrauchbar für die Dampfphasehydrierung des Tereps, daß er sich an Vorheizer absetzte. Auch im Abscheider wurden Verkrustungen gefunden, die hauptsächlich aus Kontakt bestanden.

III. Mit Siebscheibenrührer.

Bilanzen 7 und 8.

Ein Ofenrührer, der anstelle der üblichen Ringscheiben Siebscheiben besitzt, hatte den normalen Rührer in Modellversuchen bei Umdrehungszahlen in der Höhe von 60 durch bedeutend bessere Gasverteilung übertrifft. Bei seiner Verwendung in Hydrierversuchen wurden in jeder Hinsicht ungünstige Resultate erhalten. Wie die außerordentliche Temperaturempfindlichkeit des Ofens im oberen Teil bereits während des Versuchs vermuten ließ, verstopften sich die Rührungen der Siebscheiben und auf den Scheiben setzte sich der Kontakt in bis zu 10 cm dicken Schichten ab. Diese Rührerform ist also für den 10-ltr.-Ofen nicht verwendbar.

Besondere Beobachtungen.

A. Chemisch.

Der mit 0,6 % außerordentlich hohem Chlorgehalt des Tereps wick. Mo. zwar hydriermäßig sicher günstig aus, verlangt aber andererseits die Zugabe der großen Menge von 1,1 % Na₂S.

Den nicht allzu hohen Feststoffnachschuß schließen, bedeutet das organische Chlorblei des Tereps zum großen Teil aus Flugstaub.

Über das Verhalten des Leistens bei der Aufheizung ist folgendes zu bemerken:

Das Zuggewicht der Breischlinge bei 1140-50 ist zur den Kontakt zurückzuführen. Die Volumenszunahme der Schlangen, die am 18.7. und 2.9.40 ausgehaut wurden, lagen mit 2,1 % bzw. 1,9 % nach 14 Tagen an sich nicht anormal. Allerdings war die erste Schlinge lokal verengt, und überdies war die Verengungsdauer von rd. 2 Wochen für eine einigermaßen zuverlässige Beurteilung der Schlangenverkrüftung zu kurz. Auch liegt die Temperaturdifferenz S_4/M_1 während 13 Tagen (18.9.-30.9.) um 0,9 mV, also ziemlich rasch. Es ist somit mit einer gewissen Temperaturempfindlichkeit des Seeres entsprechend seiner Entstehungsart zu rechnen. Insofern ist anzunehmen, daß er sich unter geeigneten Bedingungen wie ausreichender Strömungsgeschwindigkeit und Vermeidung von Überhitzungen im Vorheiser störungsfrei verarbeiten lassen wird. Der verhältnismäßig hohe Sauerstoffgehalt des Leistesens wird vermutlich die Ansprüche des Seeres auch bei nicht zu hohen Aufheiztemperaturen ermöglichen.

Das aus dem Leisten gewonnene Schweföl entspricht weder in der Viskosität noch im Stockpunkt mit + 15° außerordentlich hoch liegt, den Anforderungen an ein typisches Heizöl. Die Verdunstung mit sehr viel Mittelöl (40:60) ändert zwar die Viskosität in der gewünschten Weise, genügt jedoch nicht, den Stockpunkt unter 0° heruntersudrücken, wobei die Entparaffinierung aus dem, das rd. 2,5 % Paraffin enthält, erforderlich erscheint.

N. Apparativ.

Für die Stofflösungen der Präparation haben sich bei diesen Versuchen nur Weichpackungen bewährt, während Metallpackungen besonders bei hoher Seneizung der Pumpenkörper und der Zylinderköpfe mit Mitteldruckdampf anstelle von Niederdruckdampf verpackte Weichpackungen haben sich bis heute insbesondere für das Pumpen von Seeren als vorteilhafteste Packungsart erwiesen.

Tabellenverzeichnis.

Tabella 1	Bilanzier
" 2	Eigenschaften des Frischöls
" 3	Untersuchungen des Leichtbensins
" 4	" " Schwerbensins
" 5	" " Mittelsöls
" 6	" " Schweröls
" 7	Keisöluntersuchungen
" 8	Elementaranalysen und Heizwerte vom Anfall
" 9	Elementarbilanzen
" 10	Paraffingehalte
" 11	Verteilung des als KW vergastem O
" 12	iso-Butangehalte
" 13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	Im Abwasser gelöste Stoffe
" 15	Phenolzerlegung
" 16	Asphaltzerlegung
" 17	Schwel ausbeuten
" 18	Schwelgasanalyse.

Tabelle 1

221

Bilanz

Vom Fahren von P 1376 von G.C. 10 auf Notwendigarschmelz
bei 600 atm Druck:

Bilanz-Gr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Ofen	411	411	411	411	411	411	411	411
Tag 1940	10.7.	14.7.	24.7.	28.7.	2.8.	9.8.	24.8.	29.8.
Schicht	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b
Betriebsstunden	249	345	129	225	345	515	175	299
Kontakte koll. im Schmelz								
% auf Frischbl. 7509 R Ch 12 ¹⁾	1,0	1,0	1,0	1,0	0,75	—	0,75	0,75
7360 2) ²⁾	—	—	—	—	—	0,4	—	—
6709 3) ³⁾	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,1	1,0
Rückführung: Frischbl:Abschlamm	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Fahrbedingungen:								
Temp. °C								
Schlange	426	425	451	460	429	454	434	435
Ofen	471	471	473	474	475	474	471	473
Abstreifer	460	458	461	471	461	459	459	464
Durchsatz:								
kg Frischbl./l Ofenvol./Std.	0,61	0,61	0,735	0,732	0,740	0,734	0,735	0,737
Gas ohn/kg Frischbl	2,09	2,35	2,32	2,43	2,40	2,35	2,41	2,39
Umdrehungszahl des Ofenrührers Min.	38	38	38	38	38	38	52	38
Art des Ofenrührers	mit Ringschrauben						mit Stabstreifen	

- 1) Chrom-Nickel-Titan
- 2) Tonerde-Molybdän
- 3) Na₂S, Sulfid

Tabelle 16
 Bilanzien (Fortsetzung)

200

Zusammenfassung:

Bilanz-Gr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Schmelztemp. aus/ein %	99,1	98,5	98,4	98,9	99,1	99,5	99,0	99,0
Ausbeute geschmelzt. auf wasser- und saureis-freies Frischblei + H ₂ -Verbrauch %	98,1	97,0	97,1	97,7	98,0	99,9	98,0	98,1
prakt. Oligewinn (Bi + H ₂ + S ⁰¹)-Leistung Mg/ltr.-Of.Vol./Std.	0,507	0,508	0,610	0,623	0,627	0,639	0,617	0,625
prakt. Oligewinn auf Reinfischblei %	87,4	84,2	87,4	85,2	87,1	87,7	84,2	87,6
Sauerstoff -125° %	7,9	8,0	6,4	6,8	6,5	5,2	6,4	5,2
" " 175-200° %	7,2	6,3	5,6	5,3	4,7	4,1	4,4	6,2
Mittelwert 200-225° %	44,6	48,7	50,8	49,0	48,2	48,9	43,5	42,0
Sauerstoff -her 225° %	40,3	37,0	37,2	38,9	40,8	42,6	45,7	46,2
Sauerstoff im Gesamt-gewinn -200° %	15,6	14,0	12,3	10,0	11,6	12,5	15,5	12,1
Vergasung auf pr.-Oligew. + Verg. %	10,4	10,3	10,3	9,9	10,7	8,6	10,4	11,5
Vergasung C auf C des Frischbleis %	20,9	9,9	9,8	9,6	10,3	8,5	10,1	11,2
davon als CO ₂ %	2,7		1,5	1,3	0,7	1,7	1,3	0,8
" " CO %	4,7	8,8	4,6	5,4	9,8	4,3	7,6	7,2
Asphaltabzug %	99,5	99,6	99,4	99,2	99,4	99,9	98,7	98,7
Abbau des org. Festen %	74,3	72,0	77,6	62,1	40,0	10,3	48,5	31,0
Beaufschlagung auf Frischblei %	7,1	6,3	8,3	6,75	5,8	3,6	3,6	6,3
Schwefel auf Reinfischblei %	5,3	4,6	3,9	4,3	3,8	2,1	7,0	0,7
Wassermengebildung auf Frischblei %	6,1	5,2	4,3	4,0	3,6	5,1	4,2	3,9
Ausbeute aus/ein %	38,4	39,5	53,0	38,8	36,9	26,2	39,0	45,0

1) Die Abstreifmenge wurde entsprechend korrigiert.

Tabelle 1 b

Bilanzen (Fortsetzung)

Analysen des Anfalls

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Abstreifer + Schmelzbl								
Spez. Gewicht/20°	0,964	0,953	0,977	0,978	0,954/300	0,974	0,986	0,985
darin % - 200°	11,6	11,1	9,5	9,9	8,9	8,3	8,3	9,1
" % 200-325°	42,0	45,6	47,5	45,7	45,3	41,8	42,2	40,0
Abschlamm								
Spez. Gewicht/20°	1,024	1,026	1,038	1,048	1,068	1,029	1,072	1,066
% Festes	18,3	23,4	22,1	24,9	29,2	32,0	18,5	23,3
% Asche im Festen	43,4	47,0	45,2	52,3	53,9	51,5	59,5	58,7
As. Öl: % - 325°	25,3	25,9	24,4	20,9	18,8	27,1	19,0	21,9
" " % a-Aphtalt	1,7	1,7	2,0	3,2	3,0	0,5	3,5	5,8
Abschlammnote	160	150	160	140	190	190	190	170

Eigenschaften des Frischöls

P. 1578 v. 6.6.40

Spez. Gewicht	1,088/100°
Wasser	0,3 %
Pastes	1,8 % (Tetrafin-Kresol 60:20) 1,2 % (Benzol + Alkohol 80:20)
Asche	0,5 % im Ganzen (Überw. in Fe)
Asphalt	20,5 % im Ganzen (
Paraffin	1,6 % im Ganzen (Holze) (Erst.-Punkt + 33,50°)
Na ₂ O	0,18 %
NH ₃	0,017 %
K ₂ - Sa	+ 50,50

Gew. Engler 198 - 325°	5,3 %
- 350°	11,6 %

Bei 345° setzte leichtes Kracken ein

Vakuumkurve 1) : (27 mm)

128 - 225°	2,3 %	spez. Gew. 1,088/60°
- 275°	17,1 %	" " 1,052/90°
- 325°	50,7 %	
R	98,6 %	

Elementaranalyse: (nassfrei) :

C	83,19 %
H	7,39 %
O	8,20 %
N	0,98 %
S	0,23 %
H asph.	7,39 %
Ol gesamt	0,61 %
Ol wasser- löslich	0,27 %

Asphaltzerlegung s. Tabelle 15.

1.) Von Anfang bis Ende der Destillation bildeten sich gelbe Dämpfe.

Tabelle 3.
 Untersuchungen des Leichtbensins - 135°.

30 Bilanz-Nr.	2	4	8
Densin a. Abstreifer -135° Pentan	251 : 84	204 : 61	185 : 68
Rehbenzin: spez. Gew./20°	0,718	0,720	0,726
Anilinpunkt °C	+ 43,5	+ 40,5	+ 38
Zhenole %	1,0	1,4	1,2
Raffination:	Entphenoliert mit 1x10% H ₂ SO ₄ (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- CaSO ₄ redest.	Entphenoliert mit 1x10% H ₂ SO ₄ (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- CaSO ₄ redest.	Entphenolier mit 1x10% H ₂ SO ₄ (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- CaSO ₄ redest.
Raffinationsverlust Vol. %	0,5	1,0	0,7
Destillationsverlust Gew. %	8,7	12,0	8,7
Raffinat			
Farbe	hell	hell	hell
spez. Gew./20°	0,712	0,714	0,718
Anilinpunkt I °C	43,8	42,0	40,5
" II °C	45,0	43,6	41,4
" III °C	54,0	54,5	53,5
Jodzahl	24,2	47,6 ?	
Cu-Streifen	schwache An- lauffarben	gut	Anlauffarben
Cu-Schale ng	3	Anlauffarben	
Dokortest	negativ	negativ	negativ
H ₂ SO ₄ -Test	< 2	< 2	< 2
ASTM-Siedekurve:			
40-50°	2,5	2,5	2,5
-60°	8,0	9,0	5,0
-70°	25,0	25,0	17,0
-80°	43,5	39,5	38,0
-90°	63,5	59,0	59,0
-100°	78,5	75,0	75,5
-110°	89,0	86,0	85,5
-120°	94,5	93,0	91,0
-130°	96,5	96,0	94,5
-135°		97,0	95,5
Ende °C / Rückstand %	138/98,0	142/98,0	140/97,0
Fraktion 80-100°: spez. Gew./20°	99,5	99,5	98,5
" " : Anilinpunkt °C	0,719	0,718	0,720
Fraktion 110-140°: spez. Gew./20°	41,5	39,5	38,5
" " : Anilinpunkt °C	0,750	0,750	0,751
" " : Anilinpunkt °C	38,6	36,8	34,2
Gasanzsetzung:			
Paraffine %	42	39,0	37
Naphthene %	4	44,0	48
Aromaten %	8,5	22,0	
Unbestimmte %	45,5	7,0 ?	
Klopferu: M.M. + 0,12% Pb	67,5	72,0 ?	

Tabelle 4.

Distillationen des Schwerbenzins 175-200°.

Nr. Bilanz-Nr.	2	4	8
Benzin n. Abstr. 175-200°			
Rohbenzin, Spez.Gew./20°	0,855	0,863	0,869
" Anilinpunkt °C	+ 24,5	+ 21,0	+ 17,2
" Phenole %	24,8	21,5	28,1
Raffination	Entphenoliert, 1 x mit 10% H ₂ SO ₄ (10%ig) ref. 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über CaSO ₄ red.	Entphenoliert, 1 x mit 10% H ₂ SO ₄ (10%ig) ref. 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über CaSO ₄ red.	
Raffinationsverlust Vol. %	0,8	1,0	
Redestillationsverlust Gew. %	14,0	8,5	
Raffinat:			
Farbe	hellgelbstichig		
Spez.Gew./20°	0,804	0,804	
Anilinpunkt I °C	+ 28,4	+ 25,5	
" II °C	29,4	28,2	
" III °C	61,0	67,8	
Jodzahl	26,8		
in Seifen	schwache Anlauf- farben		
Sektortest	schw. positiv		
ASTM-Siedekurve:			
140°	6,0	2,5	
150°	25,5	18,5	
160°	46,0	41,5	
170°	64,0	64,5	
180°	79,0	80,5	
190°	88,0	89,5	
200°	92,5	94,0	
210°	95,5	96,0	
Endpunkt °C / Wickstand	218 / 98,0 99,5	217 / 97,5 99,5	
Fraktion 150-180° Spez.Gew./ " 20°	0,804	0,802	
" Anilinpunkt °C	+ 27	+ 24,2	
Zusammensetzung:			
Paraffine %	47	48	
Naphthene %	20	12	
Aromaten %	23,5	36	
andrigte %	1,3	4	
Motor-Meth.	56,8	56,5	

Tabella 5.

Untersuchungen des Mittelbls.

Nr. Bilanz-Str.	2	4	5
Abstreifer +200° + Schwelö	95,3 : 4,7	94,1 : 5,1	93,3 : 6,7
davon Mittelbl - 325°:	48,6 %	49,0 %	43,2 %
Spez. Gew./20°	0,954	0,950	0,968
Phenole	13,7 %	13,4 %	11,2 %
AGN-Biidekurve			
Siedebeginn °C	209	208	215
- 225° %	7,0	6,6	-
- 250° %	31,4	40,2	23,0
- 275° %	55,4	61,7	54,3
- 300° %	76,1	82,1	78,9
- 325° %	90,1	94,8	92,4
- 350° %	98,1	99,8	98,4
+ Rückstand	99,9	99,8	99,9
Mittelbl entphenolirt:			
Spez. Gew. / 20°	0,932	0,936	0,959
Anilinpunkt ber. 2°	- 5,0°	- 5,0°	- 17,0°
Ungesättigte Kohlenwasserstoffe	9 %	10,0 %	10,5 %
Fraktion 210-230: Spez. Gew./20°	0,885	0,903	-
" " " : Anilinp. ber.	+ 1	- 7,0	-
Fraktion 240-270°: Spez. Gew./20°	0,920	0,922	0,930
" " " : Anilinp. ber.	- 20	- 1,0°	- 36,0°
Fraktion 280-310°: Spez. Gew./20°	0,947	0,952	0,960
" " " : Anilinp. ber.	- 30	- 5,0°	- 18,0°

Tabella 5.

Tabelle 5.

Untersuchung von dem Schwarzöl.

Bilanz-Nr.	2	4	8
Schwarzöl 325° im Abstreifer			
+ Schwarzöl: %	51,3	50,8	56,6
Spez. Gew./50°	1,028	1,036	1,042
Vakuumkurve mm	20	22	21
- 225°: Gew.-%	28,3	25,7	21,9
Spez. Gew./40°	1,000	1,012	1,017
Aussehen	rotgelb flüssig	rotgelb flüssig	rotgelb flüssig
- 275°: Gew.-%	80,6	77,0	81,6
Spez. Gew./60°	1,020	1,030	1,036
Aussehen	gelb dick- flüssig	gelb dick- flüssig	gelb dick- flüssig
- 325°: Gew.-%	94,3	93,6	95,7
Spez. Gew./90°	1,044	1,042	1,058
Aussehen	dunkelgelb, fest	dunkelgelb, fest	gelb, fest
+ Rückstand: Gew.-%	99,8	99,8	99,9
Aussehen	dunkelbraun	schwarzbraun	schwarzbraun

Klebstoffuntersuchungen.

Zu Bilanz-Nr.	2	3	4	5	6
Schweröl über 325° aus Abstreifer - Schweröl hergestellt von		techn. Dest.	Labor	techn. Dest.	Labor
spez. Gewicht/20°		1,049	1,057	1,061	1,063
Stoßpunkt °C		+ 19	+ 14	+ 11	+ 19
Flammpunkt "		175	184	182	184
Brennpunkt "		---	233	223	232
Kokstest %		0,54	0,7	---	0,43
s-Asphalt %		1,5	2,8	---	1,8
Asche i. Gausen "		---	0,06	---	0,006
Satzfrei bei 0°		nein			
Viskosität °C/50°		7,5	15,4	13,8	20,7
°C/80°		2,2	2,8	2,6	3,1
Schweröl + Mittelöl hergestellt von	techn. Dest.	techn. Dest.	Labor		Labor
Mischungsverhältnis	66,5:33,5	68:32 1)	60:40		53,5:46,5
spez. Gewicht/20°	1,011	1,022	1,035		1,021
Stoßpunkt °C	+ 22	- 15	+ 2		+ 2
Flammpunkt "	---	---	120		115
Brennpunkt "	---	---	135		135
Kokstest %	---	---	0,46		0,21
s-Asphalt %	---	---	1,6		0,6
Asche i. Gausen %	---	---	0,02		0,004
Satzfrei bei 0°	nein	ja	nein		nein
Viskosität °C/20°	12,5	12,3	12,4		12,4
°C/50°	2,2	2,3	2,3		2,2

1) schweres Mittelöl = 76 % des Originalmittelöls.

2) Über Klebeigenschaften des rohen und des antiparaffinisierten Mittelöls
s. Zusammenstellung 19 6471 Sm v. 8-12-41, Untersuchung von Abstreifer-
mittelöl und - Schweröl als Klebstoffkomponenten*.

Tabelle 6

Klassenhäufigkeiten und Häufigkeiten von Anfall.

Zellen-Nr.	Benzin = 1550		Benzin 155/200		Mittelöl		Schweröl		Mittelöl + Schweröl 40:60	Schweröl + Schweröl	4
	2	4	2	4	2	4	2	4			
% O	85,27	85,45	84,95	84,60	86,87	86,45	88,50	88,40	87,12	93,70	90,30
% H	14,70	14,40	11,40	11,41	10,01	9,75	8,44	8,46	9,03	2,43	1,87
% S	0	0	3,21	3,62	2,63	3,04	2,36	2,34	3,02	1,57	3,75
% N	0,15	0,21	0,33	0,31	0,44	0,70	0,58	0,71	0,69	1,90	0,92
% B flucht.	---	---	---	---	---	---	---	---	---	0,30	0,16
% S Gesamt	0,05	0,04	0,032	0,03	0,047	0,05	0,12	0,09	0,094	1,192	6,82
% CI	0,003	0,01	0,005	0,01	0,013	0,019	0,049	0,044	---	2,272	2,07
V. Relwert Cel.	---	---	---	---	---	---	---	---	9159	---	---

1) Wasser- und anhydrot.

Tabelle 9.

241

Elektroenergiebilanz

zu Bilanz Nr. 2.

4/304.

	O	H	O	H	S	GI
Krisenöl	4222,2	379,0	390,0	54,0	23,9	31,1
Kontakt 7509 B	---	---	---	---	3,7	---
Kontakt 6709	---	---	---	---	10,6	---
Ringzuggas (H gerechnet)	22,5	235,5	8,2	---	---	---
Gesamtzufluss	4244,7	594,5	398,7	54,0	27,9	31,1
Brennöl - 135° + Gasbrennöl	286,0	49	0	0,5	0,1	---
Schweröl 135-200°	225,0	39	9,0	0,9	0,1	---
Mittelöl	1762,5	202,4	53,4	8,6	1,0	1,0
Schweröl	1359	129,5	36,7	9,2	1,8	0,8
Abwasser	3,3	40,4	272,8	31,1	14,7	9,5
in Wasser aus der Kl.- Abstreifer	0,5	0,5	0,6	1,6	0,7	---
Gas im Produkt gelöst	20,5	4,5	---	---	---	---
Ofengas	39	100	15,3	---	---	---
Abstreifergas	11,6	32	2,0	0,4	3,2	---
Abschleimgas	17	4,0	1,7	0,5	---	---
Schmelzrückstand	60	1,5	1,1	1,2	6,3	19,8
Schmelzwasser	---	0,4	3,2	---	---	---
Schmelzgas	2,3	0,7	---	---	---	---
Gesamtaufluss	4244,7	594,5	398,7	54,0	27,9	31,1
% Aus/Ein der unkorrigier- ten Bilanz	102,2	---	83,9	93,2	62,3	40,2

Scholle 9a.
 Elementarbilanz
 zu Bilanz Nr. 4
 g/Stk.

	C	H	O	N	S	Cl
Frischöl	4933,4	443,0	655,5	63,0	16,1	36,3
Kontakt 7509 B					4,2	
Kontakt 6709					19,5	
Eingangsgas (I gerechnet)	27,6	220,1	15,2			
Gesamteingang	4961,0	663,1	670,7	63,0	39,8	36,3
Benzin 135° + Gasbenzin	235,0	49,7		0,7	0,1	0,03
Schwerbenzin 135-200°	226,0	30,4	9,7	0,8	0,2	0,03
Mittelöl	1227,9	240,2	74,8	17,2	1,3	0,9
Schweröl	1750,0	165,5	45,9	14,0	1,7	0,9
Abwasser	3,1	64,8	30,3	27,2	21,6	1,0
in Kessel aus den kleinen Abstreifer	0,5	0,5	0,6	1,5	0,7	
Gas in Produkt gelöst	17,3	3,7				
Ofengas	371,7	97,9	15,9			
Abstreifergas	102,8	22,9	6,1	0,6	2,6	
Abzweigergas	19,6	4,7	0,4	0,2		
Schmelzrückstand	65,4	1,4	2,7	0,7	11,7	33,8
Schmelzwasser		0,5	4,3			
Schmelzgas	1,7	0,9				
Gesamtausgang	4961,0	663,1	669,7	63,0	39,8	36,3
± Aus/In der unkorrigier- ten Bilanz	100,8		76,7	84,6	66,7	37,0

Anhang zu den Tabellen 2.

Die Elementarbilanzen wurden wie folgt korrigiert:

Da Fehler nicht zu erkennen waren, wurde die C-Bilanz durch prozentual gleichzeitige Änderung der Eingangsposten abgestimmt.

Die O-Bilanz wurde wie üblich durch Erhöhung der Abwasser- ausbeute berichtigt.

Die H-Bilanz wurde durch Änderung des NH_3 im Abwasser nur stimmen gebracht.

Die S-Bilanzen stimmen mit rd. 65 % nicht besonders gut. Es wurde die Annahme gemacht, daß der im Ausgang fehlende Schwefel je zur Hälfte dem S im Schwefelrückstand und dem H_2S im Abwasser zuzuschlagen ist.

Die Cl-Bilanzen sind nicht zuverlässig, da sie nur zu 40 % aufgehen. Der Cl-Gehalt der Cl₂ ist hinreichend genau bestimmt, da das Abwasser durch Analysen der Nachbartage bestätigt. Deshalb wurde angenommen, daß das fehlende Cl als H_2OCl zu dem Schwefelrückstand gegangen ist. Diese Vermutung ist allerdings nicht bestätigt.

Spätere Versuche ¹⁾ unter Verwendung von Chlor als Kontakt haben es sehr wahrscheinlich gemacht, daß der größte Teil des Cl als schwerkondensierbarer HCl - bzw. NH_3 -Cl-Nebel mit dem Oien- gas fortgetragen wird.

1) Zusammenstellung 20 2891 Lu v. B. 5.42 (P. 1416 ge. auf S'Cl).

Paraffinbilanz (Kohle)

zu Bilanz Nr. 2

	% Paraffin im Öl
Frischöl	1,6
Produkt + Schwefel 1)	1,1
Abschlamm	1,5

Eine vollständige Paraffinbilanz kann nicht aufgestellt werden. Einer überschlägigen Rechnung nach wurden rd. 50 % des Paraffins vom Frischöl durch die kombinierte Verarbeitung im Hochdruck und im Abschlamm-Schmelofen verestert.

Tabelle 11

Verteilung des als KV verzinsten O

Bilanz-Nr.		2	4	8
als O ₁	%	27,6	33,8	35,5
" O ₂	%	19,2	20,6	19,5
" O ₃	%	21,5	24,3	24,6
" O ₄	%	31,8	21,3	22,4
		100,0	100,0	100,0

davon ungesättigte Kohlenwasserstoffe:

Bilanz-Nr.		2	4	8
v. O ₂	%	5,3 ?	3,0	4,0
O ₃	%	2,1	5,2	4,9
O ₄	%	2,7	8,5	9,6
v. O ₁ - O ₄	%	2,3	3,7	4,1

1) in Anfallverhältnis gemischt.

Tabelle 12.

245

iso-Butengehalte

Bilanz-Nr.		2	4	8
vom C ₄ im Ofengas	%	23,6 ?	14,3	—
" Produktgas	%	23,3 ?	14,2	14,4
" Abschlaggas	%	29,4 ?	3,9	—
" Abstreifer gelöst		9,4	8,0	13,4
vom gesamten C ₄	%	25,8 ?	13,7	14,0 1)

1) geschätzt.

Tabelle 13.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen.

mg S/ohn

zu Bilanz-Nr.	1	5	8
im Ofengas		11	11
" Produktgas		8,27	18,05
" Abschlaggas		7,13	11,12

1) nicht

Tabelle 14.

246

Tabelle 14.

246

In Abwasser gelöste Stoffe

g/kg

Tag 1940 und Schicht	Bilanz- Nr.	Cl	CO ₂	NH ₃	H ₂ S	Phenole	4-6709 u. Frisch Cl
3.7. a	---	0,594	---	---	---	---	0,25
5.7. a	---	2,5	---	---	---	---	"
6.7. a	---	0,64	---	---	---	---	0,3
9.7. a	---	14,7	---	---	---	---	"
10.7. a	1	17,1	---	---	---	---	"
ab	1	25,3	33,1	---	---	---	"
12.7. a	---	29,7	---	---	---	---	0,5
13.7. a	---	24,0	---	---	---	---	"
14.7. ab	2	28,1	35,6	32,7	28,5	5,5	"
22.7. o	---	14,2	---	---	---	---	"
24.7. ab	3	18,5	47,3	---	---	---	"
26.7. o	---	3,7	---	---	---	---	0,8
28.7. ab	4	3,0	35,6	61,6	48,5	10,3	"
29.7. a	---	4,7	---	---	---	---	"
30.7. a	---	2,1	---	---	---	---	0,9
31.7. a	---	2,5	---	---	---	---	"
2.8. a	5	2,8	---	---	---	---	1,0
ab	5	0,13	37,5	---	---	---	"
3.8. a	---	0,33	---	---	---	---	"
8.8. b	---	1,26	---	---	---	---	"
9.8. ab	6	3,92	37,6	---	---	---	"
19.8. a	---	0,2	---	---	---	---	1,1
20.8. b	---	Spuren	---	---	---	---	"
24.8. ab	7	0,027	47,1	47,9	32,9	---	"
29.8. ab	8	0,013	34,0	41,3	34,8	4,8	1,0
In Wasser aus dem kleinen Abstreifer gelöste Stoffe.							
15.7. ab	2	Spuren	3,08	9,86	3,91	0,5	---
29.8. ab	8	0,049	6,38	9,35	2,05	---	---

Der Gehalt des Abwassers an organischen Säuren wurde bei Bilanz Nr. 2 zu 0,55 g/kg, bei Bilanz Nr. 4 zu 3,5 g/kg bestimmt.

Tabelle 15

247

Phenolanalyse

Tabelle 15

Phenolverlegung

zu Bilanz Nr. 8

Rehphenole 150-250° redestilliert im Abstreifer	5,4 %
davon Karbolsäure	20,5 %
o - Kresol	5,7 %
p + m - Kresol	27,1 %
Xylencole	23,5 %
höhere Xylencole	13,8 %

Tabelle 16

Asphaltzerlegung

P 1376 v. November 1940 (2. Bestand.)

Ol	52,8 %
Ölharz	35,4 %
Asphaltharz	2,2 %
Hartasphalt + Carbone 1)	9,4 %
Verlust	0,3 %
	<hr/> 100,0 %

1) direkt bestimmt.

Tabelle 17.

Schwefelaußen.

Tabelle 17.

Schwelaubente.

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
in Abschluss % Öl	81,7	76,6	77,9	75,1	70,8	68,0	81,5	75,7
s-Asphalt, Feststoffe	1,13	1,18	1,14	1,10	1,14	1,9,2	1,6,5	1,5,2
Schwelaubente	Be- trieb	Be- trieb	Be- trieb	Be- trieb	Labor ²⁾	Be- trieb	Be- trieb	Be- trieb
% Koks	22,0	23,7	29,2	29,4	26,3	33,3	38,1	24,1
% Öl	75,0	71,9	68,7	65,9	71,4	61,7	59,5	72,7
% Wasser) 3,0	4,5	2,1	4,7	1,1	5,0	2,4	3,2
% Verlust-Gas								
Ltr. Schwelgas/ kg	---	---	---	---	20,7	---	---	---
% Aushaute % Öl des Schwel- gutes	91,7	93,7	88,2	87,7	95,0	87,1	87,5	89,5

Tabelle 18.

Schwelgasanalyse
zu Bilanz Nr. 4

Mittel aus 2 Bestimmungen mit der Fischerretorte.

H ₂	%	75,3
CO ₂ , H ₂ S, NH ₃	%	0
CO	%	0,6
N ₂	%	24,1
mittleres C		1,59

1) Kleiner Kugelofen.

2) Fischerretorte, Einwage 100 g, Anheisszeit 1 Std., 1/2 Std. auf 550°
gehalten unter Durchleiten von N₂. Mittel aus 2 Bestimmungen.

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 11. 1942

Handwritten notes:
1. HAWA...
26. 11. 1942
No. 110
F...
B...

Untersuchung von Schwelprodukten aus Steinkohlen.

Op 105 (Generator-Vers. Dr. Winkler) schickte uns kleine Proben Benzin und Teer aus Falkenbergkohle und Teer aus Merlenbachkohle. Im Mess. dazu vom 30.3.42 (81923) wurde uns mitgeteilt, daß für Interessenten ca. 1,5 to Benzin und 10 to Teer vorhanden seien.

I. Benzinuntersuchung

Bezeichnung Eingang: Menge ca.	Benzin aus Falkenberg-Kohle 31.3.1942 5 Ltr.		
	Originalprobe: (100%)	Originalfraktion (86%) vom Benzin bis 200° mit Lauge gewaschen	
spez. Gewicht	0,856	0,846	0,807
A.P. °C	+ 9,3	+ 8,2	I 9,2 Ia 15,6 II 68,2
Jodzahl	94,4	-	-
Phenolgehalt %	-	19,8	0
ASTM Beg. °C	73	80	84
% - 80°C	1,0	-	-
% - 90°C	2,2	-	-
% - 100°C	3,2	3,5	3,0
% - 110°C	5,3	-	6,0
% - 120°C	8,2	-	11,9
% - 150°C	32,2	39,0	48,0
% - 160°C	41,0	-	60,0
% - 170°C	54,8	-	71,9
% - 180°C	68,0	-	83,7
% - 180°C	78,0	-	88,3
% - 200°C	86,5	95,0	93,7
% - 210°C	90,8	98,2	97,5
% - 230°C	95,0	-	-
% - 238°C	97,0	-	-
% Rückstand	98,5	99,4	99,7
Paraffine %	-	-	39,0
Naphthene %	-	-	2,5
Aromaten %	-	-	43,5
Ungee. KW. %	-	-	16,0
O. Z. Res.	-	-	80,3
% C	84,10	-	-
% H	11,04	-	-
% O	4,29	-	-
% N	0,09	-	-
% S	0,48	-	-
g/100 g	13,13	-	-

Fraktionen: A.P.
110-140° 0,782 20°
150-180° 0,815 9,0°
180-210° 0,829 21,6°

Merlenbach-teer	1,031	0,933	1,120
	52,0	7,2	14
	15,1	32,0	9,6
	50,6		35,6
	75,0		56,0
	88,7		43,9
	96,3		
			1,050
			1,047
			1,079

II. Untersuchung der Teere.

Bestandtheil:	aus Falkenberg-Kohle	aus Merlenbachkohle	(Vorteilung)	Falkenberg-Teer	Merlenbach-Teer
Eingang	30,3,42	30,3,42			
Menge ca.	5 Ltr.	5 Ltr.			
Wassergehalt %	6,0	5,0	vom Mittelöl:		
Benzolunlösliches %	3,1	7,5	spez. Gewicht b. 20°C	1,033	1,031
Asche i. Ganzen %	0,7	0,8	Phenolgehalt %	49,4	52,0
g-Asphaltgehalt %	9,7	9,6	% - 225°C	9,7	15,1
Paraffin n. Holde %	1,2	0,6	% - 250°C	49,3	50,6
Viskosität b. 50°C °P	8,1		% - 275°C	71,9	75,0
Stoßpunkt °C	+ 22	+ 13	% - 325°C	86,9	88,7
spez. Gewicht b. 50°C	1,061	1,073	vom entphenolirten Mittelöl:		
Siedekurve, Beg. °C	213 (entwässert)	212	spez. Gewicht	0,925	0,933
% - 225°C	4,1	4,5	A-P	+ 13,3	7,2
% - 250°C	19,5	19,4	Ungesättigte % ca	29,0	32,0
% - 275°C	31,3	30,9	von Fraktion:	A.P.	A.P.
% - 300°C	43,0	41,0	240-270°C	0,918	0,924
% - 325°C	52,3	48,3	280-310°C	0,930	0,939
% - 350°C	63,0	58,1	vom Schweröl:		
SH/100EC	80,13	81,10	spez. Gewicht b. 100°C	1,083	1,120
Chlorgehalt %	7,98	7,95	Vak.-Kurve b. mm Hg	14	14
Mit Zolung zerlegt	11,02	10,06	% - 225°C	12,9	9,6
in % Mittelöl - 325°C	0,56	0,33	% - 275°C	49,2	35,6
% Schweröl > 325°C	9,95	9,8	% - 325°C	70,8	56,0
	0,25	0,36	% Rückstand	23,1	43,9
	52,2	47,6	spez. Gewicht v. Fraktion		
	47,7	52,3	- 225°C	1,023/40°C	1,030
			- 275°C	1,036/80°C	1,047
			- 325°C	1,065/100°C	1,079

325°C X - 350°C X C X H X O X N X S GH/100 Chlor-schmelze Mit Kolonne zerlegt in 4 Mittelöl - 325°C 4 Schweröl N 325°C	52,3 63,0 80,13 7,98 14,02 0,56 0,51 9,95 0,25 52,2 47,7	44,7 59,1 81,10 7,95 10,06 1,76 0,53 9,6 0,36 47,6 52,3	240-270°C 280-310°C vom Schmelz spez.-Gewicht Vak.-Inhalt X - 225°C X - 275°C X - 325°C X Rückstand spez.-Gewicht v. Fraktion 225°C 275°C	0,918 0,930 1,083 14 12,9 49,2 70,8 29,1 1,023/40° 1,056/80° 1,065/100°	2 379 1,120 14 9,6 35,6 56,0 43,9 1,030 1,047 1,079
---	--	---	--	---	---

Beide Teere sind reich an benzolunlöslichen Anteilen und an "Phenolen" im Mittelöl. Das Schweröl des Teers aus der Merlenbachkohle liegt im spez. Gewicht erheblich höher als das Falkenberg-Schweröl. Die Vakuumkurve entspricht diesem Befund.

Beide Teere bilden nach mehrstündigen Erwärmen auf ca 60°C 3 Schichten: Paraffin, Wasser und Teer. Vielleicht läßt sich auf diese Weise die Hauptmenge des Paraffins abtrennen, so daß die nach Hydrierung anfallenden Produkte (Heizöl usw.) günstigeren Stockpunkte erhalten.

gez. Schiffmann

TITLE PAGE

4. Verarbeitung eines Steinkohlenteer-
gemisches für Flitz bei 600 atm auf
Schwerölüberschuss im 10 Ltr.-Ofen.
Working of a bituminous coal tar
mixture for Flitz at 600 atm for
an excess in heavy oil in the
10 ltr. furnace.

Frame Nos. 251 - 283

Hochdruckversuche
Ia 558.

4

19. Mai 1942. 251

J. Kuntz +
W. N. N.
Frei
St. N.
R.

Versuchsbericht.

Verarbeitung eines Steinkohlenteeremisches
für P814a

bei 600 atm auf Schwerflüßbergmasse
in 10 Liter-Ofen

(Ofen 11 vom 17.1. - 9.3.1941)

G. v. Hartmann und H. Hupfer.

Gemisch 1:1:1 ausKattowitzer Kokeriteerpech (P 1408 v. 4.12.39)Kattowitzer Generatorerpech Bismarckhütte (P 1404 v. 14.11.39)Hibernia-Anreiböl von Rütgers (P 1214) getempert -325°bei 600 atm auf Schwerölbüberschuss gefahrt.Zusammenfassung

Da Pölitz beabsichtigte, ein Gemisch aus Kokeriteerpech, Steinkohlegeneratorerpech und Teerölrückstand zu verarbeiten, und da die Verwendung molybdänfreien Kontaktes gewünscht wurde, wurde mit Dr. Schmidt (Pölitz) ein Vorversuch im 10 ltr.-Ofen verabredet. Dabei wurde angenommen, dass die hier greifbaren Rohstoffe den in Pölitz lagernden in ihren Eigenschaften im wesentlichen gleichkommen würden. Das Mischungsverhältnis wurde abweichend von den der Pölitz zur Verfügung stehenden Mengen so festgelegt, dass die Verarbeitbarkeit der Mischung gewährleistet schien. Insbesondere liess ihr hoher Anteil an dem verhältnismässig gutartigen Generatorerpech einen leichten Abbau des Asphalts erwarten. Ihre wichtigsten Eigenschaften sind nachstehend aufgeführt.

spez. Gewicht/100°	1,100
Benzolfestes	12,0
s-Asphalt im Öl	17,9
-325°	12,2
disp. H	6,0

Erwartungsgemäss liess sich das Gemisch im geraden Durchgang störungsfrei mit dem Eisen-Titan-Kontakt verarbeiten und ergab bereits bei sehr niedrigen Temperaturen befriedigende Resultate. Die wichtigsten Werte und zum Vergleich die bei der Hydrierung von zwei früher gefahrenen Hochtemperaturteerölrückständen mit dem gleichen Kontakt erhaltenen Ergebnisse sind nachstehend aufgeführt.

	Pölitz-Gemisch	P 1416	P 1094
Ofentemperatur °C	473	476	480
Leistung	0,50	0,47	0,58
Vergasung	11,2	14,4	13,7
Asphaltabbau	95,9	95,3	97,9
Festesabbau	83,0	77,8	87,2
Schmelzung des Abchlammes	nicht ganz ausreichend	ausreichend	ausreichend
		Klumpenbildung	

Die Schwelmaabenteu genigten nicht ganz, doch ist anzunehmen, dass eine geringe Temperaturerhöhung völlig befriedigende Schwelmaergebnisse mit sich gebracht und ausserdem eine Steigerung des Durchsatzes und damit der Leistung erlaubt hätte. Dabei wäre noch eine Verbesserung des Fest- und Asphaltabbaus neben einer gewissen Erhöhung der Vergasung zu erwarten gewesen.

Aus dem leichten Betrieb würden leichteste Ole erhalten als aus den Vergleichsversuchen, die im Zusammenhang der Vergasung war bei allen Steinkohlenbecken praktisch die gleiche.

Um die Vorteile höherer Temperaturen auszunutzen zu können und dabei die Ofentemperatur einwandfrei zu beherrschen, wurde anschliessend ein Teil des Schweröls zurückgeführt.

Der erwartete Erfolg trat auch ein; der Ofen lag selbst bei 450°C noch ruhig und bei nicht zu hoher Schwelmaabdruckführung (20:20) wurde der Abbau des Asphalts soweit verbessert, dass die Abschlammerschmelze einwandfrei verlief. Auch der Festabbaubau hob sich ein wenig.

Die nähere Betrachtung zeigt indessen, dass die Schwelmaabdruckführung chemisch nachteilig wirkt.

Der Durchsatz musste bei der Rückführung 80 : 20 von 0,6 auf 0,5 vermindert werden, wodurch sich die Leistung entsprechend senkte. Dies kann mit der weit längeren bekannten schlechteren Spaltbarkeit des Rückführschweröls erklärt werden.

Ausserdem aber wurde mit Rückführung 70 : 30 trotz gegenüber dem Fahren in geradem Durchgang niedrigeren Durchsatz und wesentlich höherer Temperatur ein schlechterer Abbau des organischen Festen und ein nur wenig höherer Asphaltabbaubestand festgestellt und auch bei geringerer Rückführung (80 : 20) entspricht die geringe Verbesserung der Abbauzahlen keineswegs der Temperaturerhöhung um nahezu 10° (s. analoges Diagramm). Das zurückgeführte Abtreiferschweröl hemmt also die Hydrierung der hochmolekularen Substanzen. Da überdies die angefallenen Ole weniger weit hydriert waren als die, die ohne Rückführung gewonnen wurden, ist ein besonders rasches Abklingen der Kontaktwirkung - vielleicht als Folge einer Adsorption ausgeflockter Asphaltbestandteile - für möglich zu halten. Es ist danach eine noch offene Frage, ob der Schwelmaabdruckführung oder einer entsprechenden verminderten Abschlammabdruckführung, die gleichfalls das Einhalten höherer Ofentemperaturen erlauben würde, aber andererseits mehr Festes und Asphalt in den Ofen bringt, der Vorzug zu geben ist.

Vielleicht hat die Schwelmaabdruckführung auch die Verstopfung des Vorholzers, die am Schluss der Verarbeitungsreihe eintritt, begünstigt. Die übrigen Störungen, die bei der Verarbeitung eines asphaltreichen Teeres mit Benzol und Mittelöl (s. d. h. mit höherer Rückführung) beobachtet wurden, stellten sich hier dagegen nicht ein.

1) P. 109; Zusammenstellung 202251 vom 7.4.1942.

Die Vergasung erwies sich in diesen Versuchen als weitgehend von der Temperatur abhängig, während Einflüsse der Durchsatzverminderung und der Schwermetallführung nicht zu bemerken waren. Mit Rückführung wurde der Butananteil der KLV-Vergasung etwas kleiner gefunden.

Der in Leuna entwickelte alkalisierte Eisen-Gründ-Kontakt 8009 scheint der graphischen Extrapolation nach im Abbau des Festen und des Asphalts etwas aktiver zu sein als der Eisen-Titan-Kontakt. Bei gleichem Abschlammanfall konnte die Temperatur etwas gesenkt werden, was der Vergasung zugute kam. Der in In. hergestellte alkalisierte Eisenkontakt 7685 stand dem 8009 an Wirksamkeit ein wenig nach.

Die von Welheim hervorgehobene günstige Wirkung des Schwefelwasserstoffs liess sich bestätigen. Mit 7685 und 7 bzw. H_2S -Zeildruck in Eingangsgas wurde ein besserer Asphalt- und Feststoff und eine stärkere Spaltung erzielt als mit 8009 ohne H_2S . Die Vergasung wird möglicherweise durch H_2S etwas erhöht.

gez. Kupfer.

Die Versuche wurden angeführt von

Dr. v. Hartmann,
gemeinsam mit
Dr. Kupfer,
Dr. v. Haffling.

Bestandesaufarbeitung: Dr. Glog.

Untersuchungen: Dr. Schiffmann
" Neiss
" Scheiner
" Lemm
" Rischberger.

Versuchsordnung

Normaler 10 ltr. Ofen¹⁾

Freischlange gelitert zu 975 com, Anfahrtag 17.1.41.

Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 8,15 ltr.

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

H₂-Apparatur ab 4.3.1941.

Das Nullgas wird durch eine im Wasserbad liegende Schlange auf konstante Temperatur vorgewärmt und tritt unten in den Sättiger ein. Als Sättiger dient eine Hochdruckflasche, Inhalt 5000 com, im Wasserbad hängend, mit Standschaugläsern. Hier belad sich das Nullgas mit CS₂ verlässt den Sättiger oben durch eine Gasleitung und geht durch eine Vorheisschlange, 6 x 14 x 5000, die in elektrisch beheizten Luftbad steht, in den Kontaktofen unten. Der Kontaktofen, 34 x 70 x 1500, N 10, Inhalt rd. 1,35 ltr., ist mit Kontakt 5058 gefüllt und wird durch elektrische Heizung auf 18 mV Innentemperatur gehalten. Das Gasgemisch verlässt den Kontaktofen oben durch einen Linsenanschluss und geht über einen Luftkühler und einen kleinen Abstreifer zum Ofen.

Ofen 411 vom 17.1. - 9.3.41.

Versuchsverlauf

17.1.41 Ofen angeheizt, unter 600 atm, 8 000 ltr. Nullgas über Dsch entspannt.

18.1.41 Mit Einlauf: P 1214 (Hibernia-Ansichtsöl von Rütgers) getoppt 1,6 325° + 5 % Kontakt 7509 b Ch 12 (Grade-Eisen-Titan) 30 %ig kolloidal in P 1214 get.

Der Teppichstand des P 1214 wird IG I-Teerölrückstand, der nicht vorrätig war, weitgehend entsprochen. Zunächst wurde der Ofen mit dem verhältnismäßig reinen Öl vollgestellt, um ihn bei den noch tiefen Anfahrtemperaturen sauber zu halten, und es wurde viel Kontakt zugegeben, um im Ofen rasch auf die endgültige Kontaktkonzentration zu kommen.

Zu 18 mV umgestellt auf die Frischblmischung: P 1408 v. 4.12.39 (Kattowitzer Steinkohlenteerpech) + P 1406 Original v. 14.11.39 (Kattowitzer Generatorsteer Bismarckhütte) + P 1214 get. bis 325° (1 : 1 : 1)
+ 2 % Kontakt 7509 b Ch 12, + 0,2 % Kontakt 6709 (Na₂S₂O₈ Sulfigran) beide Kontakte 30 %ig bzw. 50 %ig kolloidal in P 1214 get.
Frischbls Abschlepprückführung 1 : 0,5.

Es sollte zunächst versucht werden, den Ofen auch mit dieser geringen Rückführung in ruhiger Temperaturlage zu halten.

Frischblmischsatz 1,0 kg/Std., Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischbl.
Die Temperatur war so zu fahren, dass 7 - 12 % Abschleppm. bezogen

1) vgl. z.B. Zusammenstellung 198131 v. 2.1.42
(K 1180 auf B1 + M1)

auf den Frischbleingang anfielen. Hierbei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,0 mV¹⁾, Ofen 25,0 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer.

Aufarbeitung: Neuschlamm geschwelt, Schwelbl. zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzol -200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.

- 21.1. Erhebliche Standstörungen am Abscheider, die durch verstärktes Spülen der Förderschnecke und des Druckausgleichs beseitigt wurden.

Das Frischöl spaltete infolge der anfänglich hohen Kontaktkonzentration besser als vorausgesehen war, sodass der Ofen bereits bei nicht ganz ausgefahrener Temperatur recht unruhig lag. Die Abschlammpromente kamen hierdurch an die untere Grenze, was wieder zur Folge hatte, dass der Fei. Gehalt des Abschlamms auf über 40 % stieg. Dies hat zu den Standstörungen und vielleicht auch zu einer Schädigung der Förderschnecke geführt.

Abschlammpromente vor auf 20 - 25.

Hierdurch sollten weitere Standstörungen vermieden und der Abscheider gereinigt werden.

- 22.1. Während einer Reparatur an MP 1 (Ofen unten) wurde in die Ofenab-schlammlleitung mit der HP Frischöl + Abstreiferschweröl (1:1) eingedrückt. Dabei hatte die Leitung zum Ofen unten kurze Zeit 60-80 atm Überdruck. Kurze Zeit darnach triess der Ofenführer, um Geräusch nach zu urteilen, unten auf, ohne stehen zu bleiben. Nach einer Stunde lief er wieder ruhig.

Vielleicht ist Break von vorhergehenden Versuch, Scholvener Kohle (K 1101) auf Benzol und Mittelöl zu fahren, von der Leitung abgelöst und in den Ofen gespült und dort vom Rührer zerklüftet worden.

Auf dem Einfüllsieb fand sich etwas Break, der sich den Analysen nach (38,0 % Fei. sowie im Benzolresten) und unter dem Mikroskop (Koks) als Kontakt erwies. Es wurde daraufhin vermutet, dass die schlechte Mahlung des Kontaktes die Ursache der häufigen Kohlbreispumpenstörungen sei. Die Siebanalyse (s. Tabelle) bestätigte diese Annahme jedoch nicht.

- 23.1. 100 atm Überdruck an MP 1, die Abstreiferschweröl in den Ofen unten spülte, wurde durch Spülen mit der HP durchgeblasen.

Es lässt sich auf Grund späterer Erfahrungen jetzt vermuten, dass das Abstreiferschweröl Asphaltfällungen verursachte, die die Störung veranlasst haben.

- 25.1.
ab

Bilanz Nr. 1

Während der Analysenzeit, wie fast an allen Tagen, mehrfache Aus-fallen der Kohlbreispumpen, die durch Spülen wieder in Ordnung ge-bracht wurden.

1) Klammertemperatur 40°

27.1. Kontaktbrot mit eigenem Abstreiferschweröl.

28.1. ab Bilanz Nr. 2.

Anschließend mit Rückführung von Abstreiferschweröl 70 : 30.
Ofenhöhentemperatur vor auf 25,4 mV.

Die Rückführung von Schweröl sollte das Fahren bei höherer Temperatur ermöglichen, wodurch ein besserer Abbau des Teufens und des Asphalts erzielt werden sollte.

Abschlammprozente zurück auf 15-20.

Es wurde erwartet, dass sich der Abschlammfall mit der Erhöhung der Temperatur vermindert.

29.1. Temperatur der Pumpenkörper der Kohleabzimpfen zurück auf 1 mV.
Vorher waren sie mit Dampf beheizt worden.

Hier von wurde ein besseres Arbeiten der Breipressen erwartet, was tatsächlich in der Folge eintrat.

30.1. Frischöldurchsatz zurück auf 4,5, dann auf 4,2 kg/Std.

Die Schwerölrückführung hatte einen zu hohen Anfall an Abschlamm bewirkt.

31.1. Durchsatz zurück auf 40 kg Frischöl/Std.

Damit war die für Pöhlitz vorgesehene untere Grenze erreicht.

Ofenhöhentemperatur vor auf 25,6 mV.

Seit dem Anfahren hatte sich der Ofen stetig verschlechtert. Der Abschlamm, der anfangs grün war, hatte nun die Note 25-30 und liess sich nicht mehr verschmelzen. Parallel damit ging ein Rückgang des Aschegehalts im Abschlammfesten, was auf ungenügenden Festeabbau von nur etwa 70 % schliessen liess.

Als Erklärung für diese Verschlechterung wurde vermutet, dass die anfängliche Kontaktkonzentration im Ofen in diesem Falle besonders hoch war, da sich der Kontakt aus dem verhältnismässig dünnen P 1214 besonders stark absetzen musste. Im Laufe der Zeit ist nun der Kontakt bis zur Erreichung des Lastgleichgewichtes durch das Frischöl herausgespült worden.

Es sollte jetzt versucht werden, das Frischöl bei niedrigem Durchsatz und hoher Temperatur zu verarbeiten.

3.2. ab Bilanz Nr. 3.

6.2. Schwerölrückführung zurück auf 50:20.

Es wurde versucht, hierdurch den Abschlammfall, der mit 25 - 30 % zu hoch lag, zu senken.

8.2. ab Bilanz Nr. 4.

12.2. Ofen umgestellt auf P 1214 getoppt und kalt gefahren.

Zur Vorbereitung eines neuen Kontaktversuches Ofen 2 x übergeschlamm, ging gut.

Abschlamm-Menge	I	II
Ofen	7530	8450
Abscheider	1590	1450

Den Mengen nach war der Ofen als besser anzusehen. 1)

Druck wieder erhöht auf 500 atm.
Bei 12 mV mit Einlauf: Frischblmischung + 5,0 % Kontakt 7685
(Grude-Eisen alkalisiert, in Ia hergestellt) Kolloidal 30 % in
Abstreiferschwärzli.
Bei 19 mV Kontakt 7685 zurück auf 2,0 % + 0,2 % 6709.
Frischbldurchsatz 5,0 kg/Std.

- 13.3. Frischbldurchsatz zurück auf 4,0 kg/Std., Rückführung und Bedingungen wie vor dem Abstellen.
- 14.2. Die Bodenheizung am Abscheider wurde defekt. Da dies indessen zur Folge hatte, dass das Element B₂ auf 23 mV abfiel und da die anderen Badelemente gehalten werden konnten, bestand kein Bedenken dagegen, der Versuch weiter zu fahren.
- 15.2. Kursseitig Druckanstieg auf 700 atm infolge Defektes der Membran.
- 16.2. Mit Kontakt 8009 (Grude-Eisen alkalisiert, in Ke hergestellt) anstelle des Kontaktes 7685.
Es sollte möglichst rasch der Original-Keune-Kontakt geprüft werden.
- 19.2. Vorübergehend Druckanstieg auf 650 atm infolge eines Defektes der Membran.
- 23.2. ab
Bilanz Nr. 5.
Anschließend ging der Ofen 2 x auf 26 mV hoch, das erste Mal verursacht durch eine Störung des Thermostatens.
Es konnte angenommen werden, dass der Ofen hierdurch nicht geschädigt wurde.
- 24.2. Der Ofen verschlechtert sich ständig im Festes- und Asphaltabbau.
- 25.2. Gleichzeitiger Ausfall beider Breipressen, durch Spülen beheben.
Es wurde vermutet, dass keine Schädigung der Schlange eingetreten sei.
- 27.2. ab
Bilanz Nr. 6.
- 28.2. Mit Kontakt 7685 anstelle des 8009.
Mit Kontakt 8009 waren zuletzt schlechtere Werte erhalten worden als anfänglich mit dem selbst hergestellten 7685. Der Unterschied sollte noch einmal kontrolliert werden.

2)

	% Festes	% Asche i. F.	% s-Asphalt in Öl
Ofenabschlamm I	11,9	70,9	5,2

- 1.3. 50 atm Überdruck an MP 1 (Ofen unten), wurde durch Spülen mit der Handpumpe behoben. Dabei trat kurzzeitig eine Druckdifferenz von 40 atm zwischen Schlange und Ofen auf. Letztere wurde wohl durch den in der Ofenabschlammlleitung abgesetzten und nun in den Ofen gespülten Druck verursacht.
- 4.3. Bilanz Nr. 7.
ab Während der Bilanz entstand durch Pumpenstörungen ein Pumpenverlust von rd. 3 kg. Anschliessend mit 3-5 atm Partialdruck H_2S . Das Frischgas wurde durch einen Sättiger mit P 471 (Schwefelkohlenstoff) beladen und dann bei 18 mV durch einen 5058-Ofen (WS_2) geleitet, wodurch das CS_2 zu $CH_4 + H_2S$ umgewandelt wurde (s. Skizze). Ein hoher H_2S -Partialdruck soll nach Dr. Winkler von besonders günstigem Einfluss auf die Verarbeitung von Teer- und Pechen aus Steinkohle sein.
- 7.3. Bilanz Nr. 8.
ab Während der Analysenzeit trat infolge zweier Störungen ein Pumpenverlust von insgesamt rd. 2,5 kg auf. Um 1.30 fiel der Druck im Ofen, während beide Breipumpen Überdruck hatten. Die Sicherheitsventile an beiden Pumpen versagten, sodass der Pumpendruck auf 1050 atm anstieg. Trotzdem riss die Verstopfung, die in der Breischlange zu suchen war, nicht durch. Es wurde alles ausgeschaltet und versucht, mit der HP die Schlange vom Teereingang her freizudrücken, was keinen Erfolg brachte, obwohl gleichzeitig an der Ofenabschlammlleitung kräftig entspannt wurde. Der Ofen wurde daraufhin mit der MP 1 (Ofen unten) drucklos kaltgefahren.
- 8.3. Um den Ofen abschlarmer zu können, wurde Gas durch den Zugang um die Breischlange gefahren. Beim Abschlammlverstopfen sich die Ventile 3 und 4, die ausgewechselt wurden. Der Ofen wurde dann unter H_2 gestellt. Zunächst wurde ohne Erfolg versucht, die Breischlange durch Zurückentspannen frei zu bekommen, dann der Ofen kräftig mit H_2 durchgeblasen.
- 9.3. Nachdem der Übergang zwischen Schlange und Ofen gelöst und mehrmals erfolglos versucht worden war, die Schlange durchzudrücken, wurde die Schlange ausgewechselt. Dann wurde zur Reinigung des Ofens angeheizt, der Ofen unter 230 atm gesetzt und mit P 1214 get. vollgestellt. 2 x leergeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II
Ofen	8 300	9 880
Abscheider	1 050	1 050

Den Mengen nach war der Ofen sauber.

Die ausgebaute Schlange war am Ein- und Ausgang völlig sauber. Die Störung war daher auf eine nur teilweise Verstopfung zurückzuführen, die wahrscheinlich durch eine oder mehrere der während der ganzen Versuchszeit so häufigen Pumpenstörungen begünstigt worden ist. Die Schlange wurde von beiden Seiten mit Gas geleitet, am Eingang zu 175 ccm, am Ausgang zu 260 ccm. Sie hatte daher rd. 55 % ihres An-

fangsvolumens verloren, was aber zur Hauptsache darauf zurückzuführen ist, dass sie nicht mehr gespült werden konnte.

Die Versuchsreihe wurde als abgeschlossen betrachtet, zumal das Teergemisch beschleunigt auf Benzin und Mittelöl verarbeitet werden sollte.

Versuchsergebnisse.

I. M. § ad -Eisen-Titan.

Die wichtigsten Daten dieser Versuchsreihe, bei der 2,0 % Kontakt 750, und 0,2 % Na₂S verwendet wurden, sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt. Es wurde hier und bei allen folgenden Versuchen mit Abschlarvrückführung 1:0,3 gefahren.

Durchsatz	0,60	0,60	0,49	0,49
Ofentemperatur °C	473	471	483	482
Schwerölrückführung	0	0	70:30	80:20
Leistung	0,50	0,49	0,39	0,40
Schweröl im Ölge- winn	46,0	44,3	10,8	22,1
Vergasung	11,2	9,2	14,7	16,6
Asphaltabbau	95,9	94,5	96,5	97,4
Festeabbau	83,0	82,5	80,4	83,9
Schwelausbeute	77,4	79,2	82,2	89,3
Bilanz Nr.	1	2	3	4

a) In geradem Durchgang (Bilanz 1-2)

Zunächst wurde in üblicher Weise ohne Rückführung von Schweröl gearbeitet. Hierbei wurden, wie dies bei den günstigen Eigenschaften der Frischblmischung von vornherein zu erwarten war, selbst bei den niedrigen Temperaturen von 471-473° recht befriedigende Ergebnisse erzielt. Nur die Schwelausbeuten waren nicht ganz ausreichend. Eine geringe Erhöhung der Reaktionstemperatur hätte wahrscheinlich genügt, diesen Mangel zu beheben und vielleicht sogar ausserdem noch eine gewisse Steigerung des Durchsatzes erlaubt. Die Senkung der Temperatur um 2° führt erwartungsgemäss zu einer Verminderung der Vergasung, sowie des Feste- und Asphaltabbaues, während die Spaltung hiervon anscheinend nicht beeinflusst wurde.

In Vergleich zum Anfall aus den Teerglockständen aus P 1094¹⁾ (Ruhrteer „Auguste-Viktoria“) und P 1416²⁾ (Ruhrteergemisch) wurden

1) Zusammenstellung 202401 vom 24.4.42.

2) " " 202391 vom 8.5.42.

aus dem leichteren und asphaltärmeren Rohstoff leichtere und wasserstoffreichere Öle erhalten. Das Schweröl hatte einen höheren Siedepunkt als das aus P 1094 bei höheren Temperaturen gewonnene. Gegenüber P 1416 bestand hierin kein Unterschied. Bezüglich der Viskosität lag das Schweröl in der Mitte zwischen beiden Vergleichsölen. Die Zusammensetzung der Kohlenwasserstoff-Vergasung und der Iso-Butangehalt waren praktisch in allen Fällen gleich.

b) Mit Schwerölrückführung (Bilanz 3)

Anschließend wurde mit Rückführung von Abstraherschweröl (zusätzlich in Verhältnis 70:30) gefahren, um eine ruhige Lage des Ofens auch bei den höheren Temperaturen zu gewährleisten, die zur Erzielung eines besseren Abbaus von Asphalt und von organischen Festen angewendet werden sollten. Die beobachtete Wirkung trat auch ein, als sich der Ofen noch bei 485° gut beherrschen ließ. Dagegen enttäuschten die Resultate (Bilanz 3), da der Asphaltabbau nicht in dem erwarteten Maße zunahm und der Festeabbau sich sogar empfindlich verschlechterte, obwohl der Durchsatz von 0,5 auf 0,5 vermindert werden mußte, um bei ausgeführter Temperatur den Nachschlaumanfall in erträglichen Grenzen zu halten. Es zeigt sich damit deutlich die chemisch ungünstige Auswirkung der Schwerölrückführung auf den Abbau der hochmolekularen Stoffe, der allerdings doch soweit durch die Temperaturerhöhung um rd. 10° verbessert wurde, dass die Schwelung ausreichend ging. Der Schwerölanteil im Ölgehalt war auf 11 % gesunken; die Vergasung ist mit 35 % wohl noch etwas zu niedrig bestimmt.

Herabsetzung der Schwerölrückführung auf 80 : 20 (Bilanz 4) brachte eine Verbesserung des Asphalt- und Festeabbaus trotz um 1° niedrigerer Ofentemperatur. Der Schwerölanteil im Ölgehalt nahm, wie vorauszusagen, zu.

Die hierbei erhaltenen Öle waren etwas schwerer und niedriger im Anilinpunkt als die bei tieferer Temperatur und höheren Durchsatz ohne Schwerölrückführung gewonnenen Produkte. Der Phenolgehalt der Fraktionen -329° war niedriger. Der Butananteil der KW-Vergasung und dessen Iso-Butangehalt waren kleiner geworden.

II. Mit Grude-Eisen alkaliisiert.

Unter gleichbleibenden Bedingungen wurde der in Leuna entwickelte alkaliisierte Grude-Eisenkontakt (800a) geprüft und mit einem ähnlichen in Ia hergestellten Kontakt (768b) in einem kürzeren Versuch verglichen. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuchsreihe sind nachstehend aufgeführt.

Kontakt Ofentemperatur	8009 479	8009 477	7685 479
Leistung	0,40	0,40	0,38
Vergasung	15,6	14,0	16,0
Festeabbau	82,2	79,5	81,2
Asphaltabbau	97,2	96,0	96,9
Schwelausbaute	84,4	92,8	80,2
Bilanz Nr.	5	6	7

a) Mit Kontakt 8009 (Bilanz 5-6).

Eine gewisse Überlegenheit des alkalisierten Eisen-Kontaktes über den Eisen-Titan-Kontakt zeigt sich darin, dass mit 8009 bei etwas niedrigeren Temperaturen gefahren werden konnte, um denselben Abschleimanfall zu erreichen. Hierdurch konnte die Vergasung etwas gesenkt werden. Auch der Abbau von Festen und vom Asphalt, die beide recht temperaturempfindlich sind, lagen etwas niedriger, jedoch hätten sie der graphischen Extrapolation nach bei gleicher Temperatur etwas höhere Werte als der Titankontakt gegeben. Bei 477° wurden 31 % Schweröl im Ölgehalt gegen 22 % bei 479° erhalten.

Die Öle waren etwas leichter als die mit 7685 gewonnenen und das Schweröl war weniger viskos, was gleichfalls auf eine etwas grössere Wirksamkeit des alkalisierten Eisenkontaktes hinweist. Die Zusammensetzung der Vergasung war die gleiche.

b) Mit Kontakt 7685 (Bilanz 7)

Ein kurzer Versuch mit dem in Ia hergestellten alkalisierten Eisen-Kontakt ergab recht ähnliche aber in jeder Beziehung etwas ungünstigere Werte. Auch bei der Verarbeitung des gleichen Teerge-misches auf Benzin und Mittelöl liess sich die etwas geringere Aktivität dieses Kontaktes feststellen.

III. Mit Kontakt 7685 und H₂S (Bilanz 8)

Der günstige Effekt, den Dr. Winkler mit der Erhöhung des Schwefelwasserstoffpartialdrucks bei der Verarbeitung von Steinkohlenteer in Welheim erzielte, sollte in einem 10 ltr.-Ofen-Versuch bestätigt werden. Zu diesem Zweck wurde das Frischgas in einem Sättiger mit Schwefelkohlenstoff beladen, der in einem kleinen Ofen über 5038 konvertiert wurde. Der H₂S-Teildruck betrug 7 atm.

Unter sonst gleichbleibenden Bedingungen konnte die Temperatur auf 476° gesenkt werden. In der einzigen von dieser Fahrweise genommenen Bilanz wurden für die niedrige Temperatur recht günstige Werte für den Asphaltabbau (96,8 %) und den Festeabbau (80,0 %) erhalten. Danach scheint die Kombination 7685 + H₂S wesentlich aktiver zu sein als 8009 ohne H₂S. Die Vergasung wurde in diesem Fall mit 15,4 % recht hoch gefahren, doch ist es nicht ausgeschlossen, dass es sich um einen Ausreisser handelt.

1) Zusammenstellung in Arbeit.

IV. Bemerkungen.

- 1) Das Anfahren eines Ofens mit F 1214 geb. (Anreibedl von Rutgers) und hoher Kontaktkonzentration (5 %) scheint für Versuchszwecke nicht vorteilhaft zu sein, da bei Verwendung des dünnen Teeröls starkes Kontaktabsitzen im Ofen erfolgt und der Ofen besonders lange Zeit zur Erreichung des Kontaktgleichgewichts benötigt. Die zuerst hohe Kontaktkonzentration hat wahrscheinlich auch zu der anfänglichen Ursache der Ofentemperaturlage beigetragen.
- 2) Die Versuche wurden durch eine lokale Verstopfung der Brede- schlange beendet. Sicher ist diese durch die häufigen Störungen und Ausfälle der Bredepressen begünstigt worden. Möglicherweise hat auch eine örtliche Überhitzung im Laufbad stattgefunden. Es ist aber auch nicht von der Hand zu weisen, dass die Rückführung von Schwefel, die bereits in einem früheren Versuch¹⁾ zu einer übernormalen Verkrustung des Vorheizers geführt hat, auch hier mitgewirkt haben kann.
- 3) Der Abbau von Festen und vom Asphalt wurde zur Ausschaltung von Analysenstörungen unter Verwendung der Mittelwerte der Frische- dianalysen (s. Tabelle 2) errechnet. Der Einfüllbrei hat bei der Probenahme verschieden lange Zeiten der Erhitzung mit Dampf im Ansaich- und im Ansauggefäß hinter sich. Infolgedessen streuen die Bredeanalysen in Feste-, Asphalt- und Mittelölgehalt nicht unerheblich, und diese Schwankungen übertragen sich auf die aus den Bredeanalysen errechneten Abbauzahlen.

1) Zusammenstellung 202251 v.7.4.42 (P 1094 geb. auf B1 + M1)

Tabellenverzeichnis.

Tabelle la - c

"	2	Bilanzen
"	3a - p	Eigenschaften des Frischöls
"	4	Benzinuntersuchungen
"	5	Mittelöluntersuchungen
"	6	Schweröluntersuchungen
"	7	Heizöluntersuchungen
"	8	Elementaranalysen von Benzin, Mittelöl und Schweröl
"	9a - b	Elementaranalysen von Heizölmischungen, Frischöl und Schwelrückstand
"	10	Elementarbilanzen
"	11	Verteilung des als KW vergaerten O
"	12	iso-Butangehalt
"	13	in Abwasser gelöste Stoffe
"	14	Schwelausbeuten
"	15	Schwelgasanalyse
"	16	Siabanalyse
"	16	Phenolierlegung

Skizze der H₂S - Apparatur

Diagramm

Temperaturabhängigkeit der Vergasung und des
Abbaus von Festen und von Asphalt.

8	3. ab	10	2. 96	10.3	120	46	76	64	484	1.21	still.
---	-------	----	-------	------	-----	----	----	----	-----	------	--------

Tabelle 1 a

Bilanzen

vom Fahren des Gemisches P 1408 vom 4.12.39 + P 1404 Original vom 14.1.39 + P 1214 get. -325°
im Verhältnis 1:1:1 bei 600 atm auf Schwerölüberschus in Ofen 411.

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Tag 1941 Schicht	25.1. ab	28.1. ab	3.2. ab	8.2. ab	23.2. ab	27.2. ab	4.3. ab	7.3. ab
Kontakt kolloidal i. Abstreifer- schweröl sum Zippfüllbrd 7509,3 Gh 12 7685,3 8009,3 6709,4	2,0 - - 0,2	2,0 - - 0,2	2,0 - - 0,2	2,0 - - 0,2	- - 2,0 0,2	- - 2,0 0,2	- - 2,0 0,2	- - 2,0 0,2
H ₂ S-Feildruck i. Eingangsgas atm	0	0	0	0	0	0	0	6,96
Rückführung Frischöl : Abschleim Frischöl : Abstreiferschwöl	110,3 -	110,3 -	110,3 70,130	110,3 80,120	110,3 80,120	110,3 80,120	110,3 60,120	110,3 80,120
Fahrbedingungen Temperatur Schlange °C Ofen °C Abscheider °C	435 471 461	435 471 459	452 483 471	452 482 471	452 479 458	448 477 456	449 479 456	446 476 464
Durchsatz kg Frischöl/Std. Of. Wd. Ges abm/kg Frischöl Umdrehungszahl d. Ofenrührers	0,601 2,75 38	0,599 2,79 -	0,485 3,18 -	0,488 3,06 -	0,500 3,21 -	0,492 3,36 -	0,485 3,26 -	0,484 3,21 -
Aufarbeitung	Zusammen mit dem Abstreifer destill. auf Benzol -200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.							

- 1) Grade-Eisen-Titan
- 2) Grade-Eisen alkalisiert, in Lu hergestellt
- 3) Grade-Eisen alkalisiert, in Me hergestellt
- 4) Kap. Sulfidgran

Tabelle 1 b
Bilanzen

Ergebnisse

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Robbilanz aus/ein	100,5	100,2	99,7	100,0	98,8	100,3	100,1	100,0
Ausbeute aschefrei auf Reinfrischöl + H ₂ -Verbrauch	100,5	98,1	99,1 ²⁾	99,5	97,2	100,1	99,7	99,5
Prakt.-Oligewinn-(Bl+M+S·Bl)-Leistung	0,487	0,490	0,391	0,395	0,397	0,407	0,385	0,400
Prakt.-Oligewinn auf Reinfischöl	81,5	82,2	80,9	81,2	80,3	83,8	80,2	83,7
darin Zensin -200	12,9	14,6	19,6	18,4	18,4	15,0	16,2	21,0
Mittelöl 200 -325°	42,0	40,3	89,6	59,5	59,2	53,9	62,1	54,3
Schweröl über 325°	46,0	44,5	10,8	22,1	22,4	31,1	21,7	24,7
Vergasung auf Prakt.-Oligewinn + Vergasung	11,2	9,2	14,7	16,6	15,6	14,0	16,0	15,4
Vergaetes O auf O des Frischöls	10,6	8,6	13,6	16,5	14,4	13,9	15,7	15,6
davon als CO	5,9	7,6	4,4	9,4	3,2	4,2	3,7	2,9
davon als CO ₂	0	0	0	0,1	0,2	0,1	0	0
Abbau des organ. Festen Asphaltes	83,0	82,5	80,4	83,9	82,2	79,5	81,2	80,0
	95,9	94,5	96,5	97,4	97,2	96,0	96,9	96,8
Neubschlamm auf Frischöl	23,0 ²⁾	25,9	20,6 ²⁾	15,2	17,4	18,9	18,9	17,3 ²⁾
Wasserdampfbildung auf Reinfischöl	1,0	0,8	1,0	1,9	1,0 ²⁾	1,3	1,5	1,5
Aschedilanz aus/ein	312,8	183,3	115,5	115,7	71,6	76,5	73,7	87,1

1) Basisin butenfrei gerechnet
2) korrigiert.

Tabelle 10

BILANZEN

Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Abtreifer spezif. Gewicht/20° im Öl - 200° 200 - 325	%					1,006		
	%					11,1 -40,0		
Abtreifer + Schweißöl spezif. Gewicht/20° von Öl - 200° 200 - 325	%	1,014	1,012	1,009	1,016	1,013	1,010	0,994
	%	9,1 38,5	9,3 42,0	11,2 42,0	11,4 43,7	9,1 38,5	9,5 43,5	12,8 38,8
Abschlamm spezif. Gewicht/50° Benzolresten Asche im Festen von Öl - 325 B-Asphalt	%	1,070	1,066	1,069	1,069	1,064	1,062	1,060
	%	31,8 58,2 80,4 4,3	25,4 32,6 22,6 3,6	30,4 31,9 23,7 3,8	27,6 29,9 26,4 3,6	26,1 20,8 24,2 4,7	27,7 34,3 26,1 3,0	30,7 32,5 26,3 4,2

Tabelle 10

Bilanzen

Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	5	7	8
Abstreifer spezif. Gewicht/20° im Öl - 200° 200 - 325	% %					1,006 11,1 40,0		
Abstreifer + Schwelöl spezif. Gewicht/20° von Öl - 200° 200 - 325	% %	1,014 9,1 38,5	1,018 10,6 37,8	1,012 9,3 42,0	1,008 11,2 42,0	1,016 12,4 42,7	1,010 9,5 43,5	0,994 12,8 30,8
Abchlamme spezif. Gewicht/50° Benzelfestes Asche im Festen vom Öl - 325 B-Affhalt	% % % % %	1,070 33,8 58,2 20,4 4,5	1,072 22,6 43,1 18,6 4,5	1,086 25,4 32,6 22,6 3,6	1,068 30,4 31,9 23,7 3,8	1,068 27,6 29,9 26,4 3,6	1,062 27,7 34,3 26,1 3,6	1,060 30,7 32,5 26,3 4,2

Tabelle 3a

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.	2	4	6
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin Siedebereich	83,3:16,7 -200°	91,2:8,8 -180°	88,4:11,6 -200°
Roh: spez. Gewicht /20° Anilinpunkt Phenole	0,810 +14,0 15,9	0,790 +11,0 5,2	0,788 + 15 9,5
ASTM-Siedekurve Siedebeginn			
- 70°			59
- 80°			2,5
- 90°			8,0
-100°			18,0
-110°			28,5
-120°			39,0
-130°			48,0
-140°			57,0
-150°			65,0
-160°			73,5
-170°			81,0
-180°			87,0
-190°			92,5
-195°			-
+ R°			96,5
			98,5
<u>Raffination</u>	3x mit 1% H ₂ SO ₄ 96%ig raffiniert, mit 10%iger NaOH ausgewaschen und über CaO ₂ redestilliert		Mit 10%iger NaOH behandelt.
Raffinationsverlust Vol.%	4,5	2,5	-
Waschverlust Vol.%	2,0	1,2	-
Redestillationsverl. Gew.%	8,6	6,8	-

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.	2	4	6
<u>Benzin raffiniert:</u>			
spez. Gew./20°	0,708	0,784	0,774
Anfahpunkt I	+25,0	+15,0	+15,0
" " Ia	+25,2	+15,5	+17,5
" " II	+53,6	+50,5	+52,4
Tests Cu-Streifen	korrod.	gut	-
Cu-Schale	Anlaufarben	Anlaufarben	-
Dr.-Test	positiv	negativ	-
H ₂ SO ₄ -Test	5-10	2-3	-
AS CM-Siedekurve			
Siedebeginn	48	62	64
- 70°	2,5	-	-
- 80°	8,5	1,5	1,2
- 90°	18,0	3,5	8,5
- 100°	27,5	9,5	18,5
- 110°	37,0	23,5	30,0
- 120°	45,5	40,0	41,5
- 130°	54,0	54,0	52,0
- 140°	60,5	65,0	60,0
- 150°	67,0	74,5	68,5
- 160°	73,0	83,5	76,5
- 170°	78,5	89,5	83,0
- 180°	84,0	93,5	87,5
- 190°	88,0	95,5	92,0
- 195°	91,0	97,5	95,5
- 200°	93,5	-	97,5
- 204°	-	-	-
- 210°	96,0	-	-
- 216°	97,0	-	-
+ H	98,5	99,0	98,5

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.	2	4	6
Fraktion 80-100°			
spez. Gew./20°	0,710	0,734	0,721
Anilinpunkt	+ 36,8	+ 26,4	+ 32,5
Fraktion 110-140°			
spez. Gew./20°	0,765	0,778	0,782
Anilinpunkt	+ 20,0	+ 11,5	+ 13,2
Fraktion 150-180°			
spez. Gew./20°	0,814	0,812	0,824
Anilinpunkt	+ 6,0	+ 5,0	+ 1,0
Zusammensetzung:			
Paraffine %	32,5	23,0	27,0
Naphthene %	39,0	41,5	37,0
Aromaten %	27,0	34,0	31,5
ungesättigte K. %	1,5	1,5	4,5
Klopffwert			
Bez.	75,7	79,8	77,2

Benzoluntersuchungen.

Blans Nr.		2	4	8
Fraktion 80-100°				
spez. Gew./20°	°C	0,710	0,734	0,721
Anilinpunkt		+ 36,8	+ 26,4	+ 32,5
Fraktion 110-140°				
spez. Gew./20°	°C	0,765	0,778	0,782
Anilinpunkt		+ 20,0	+ 11,6	+ 13,2
Fraktion 150-180°				
spez. Gew./20°	°C	0,814	0,812	0,824
Anilinpunkt		+ 6,0	+ 5,0	+ 1,0
Zusammensetzung:				
Paraffine	%	32,5	23,0	27,0
Naphthene	%	39,0	41,5	37,0
Aromaten	%	27,0	34,0	31,5
ungesättigte K.	%	1,5	1,5	4,5
Klopfwert	Res.	75,7	77,2	77,2

Mittelblasterrechnungen

Bilanz Nr.		2	4	6
Abtreiber über 200° + Schmelz	%	83,17	98,8	89,11
daraus Mittelbl. 325		41,6	47,0	46,0
Reht. spez. Gewicht/20°	%	0,978	0,980	0,972
Phenole		5,7	6,8	7,4
Gew. Engler				
Siedebeginn	°C	220	200	200
- 225		-	6,0	5,0
- 250		20,0	28,5	33,5
- 275		52,0	47,7	56,6
- 300		76,7	69,9	81,6
- 325		83,7	89,9	86,7
- 350		93,4	-	97,2
- 375		-	97,7	-
+ R		100,0	99,9	99,9
Entschleiert:				
spez. Gewicht/20°	°C	0,970	0,976	0,962
Anilinpunkt ber.		- 28,0	- 31	- 30
ungesättigte KW	%	10,5	11,0	13,0
Fraktion 240-270°				
spez. Gewicht/20°	°C	0,945	0,946	0,948
Anilinpunkt ber.		- 26,0	- 32	- 29
Fraktion 280-310°				
spez. Gewicht/20°	°C	0,980	0,985	0,982
Anilinpunkt ber.		- 28,0	- 31,4	- 31

Tabella 5.

273

Schmelzuntersuchungen.

Bilanz Nr.	2	4	6
Holzwehl über 325° aus Abtrei- fer über 200° + Schwefel %	58,8	52,9	53,8
spez. Gewicht/60°	1,050	1,052	1,048
Vakuumstiedekurve bei m Hg			
Siedebeginn °C	14	12	12
- 225°	160	170	175
spez. Gew./40°	53,7	63,0	62,0
- 275°	1,038	1,042	1,032
spez. Gew./60°	87,4	88,5	89,2
- 325°	1,055	1,066	1,060
spez. Gew./90°	95,8	94,8	95,1
+ R	1,075	1,080	1,085
	99,9	100,0	100,0

8	VI	Schwe	81	Labo	1,071	5	168	214	0,32	0,5	Spuren	35,2	3,67	-	-	-
---	----	-------	----	------	-------	---	-----	-----	------	-----	--------	------	------	---	---	---

274

Tabelle 6.

Heißebluntersuchungen.

Bilanz Nr.	1		2		3		4		5		6		7		8	
	Schweröl techn. Dest.	Schweröl Labor	Schweröl Mittelöl 92,5:7,5 Labor	Schweröl Labor	Schweröl techn. Dest.	Schweröl Labor	Schweröl techn. Dest.	Schweröl Labor	Schweröl techn. Dest.	Schweröl Labor	Schweröl Mittelöl 97,5:2,5 Labor	Schweröl Labor	Schweröl Mittelöl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor
Mischungsverhältnis hergestellt von	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
spez. Gew./20°	1,087	1,075	1,065	1,075	1,081	1,075	1,081	1,075	1,075	1,072	1,075	1,072	1,077	1,077	1,071	1,071
Stockpunkt °C	+ 14	0	- 2	0	- 2	- 5	- 2	- 5	- 6	- 9	- 5	- 9	- 8	- 8	- 5	- 5
Flammpunkt °C	180	168	148	168	170	163	170	163	168	152	163	152	170	168	168	168
Brennpunkt °C	242	214	195	214	227	220	227	220	216	208	220	208	226	214	214	214
Kokstest %	3,2	0,5	0,4	0,5	1,9	0,55	1,9	0,55	0,45	0,50	0,55	0,50	0,39	0,32	0,32	0,32
s-Asphaltpkt %	0,9	0,4	0,3	0,4	0,7	0,30	0,7	0,30	0,5	0,8	0,30	0,8	0,6	0,5	0,5	0,5
Asche i. Ganzen %	1,4	Spuren	Spuren	Spuren	0,5	Spuren	0,5	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
Viskosität _{0E/20°}	-	51,7	35,4	51,7	-	42,7	-	42,7	35,2	35,6	42,7	35,6	36,5	35,2	35,2	35,2
0E/50°	10,43	5,90	3,60	5,90	5,90	4,04	5,90	4,04	3,67	3,72	4,04	3,72	3,72	3,67	3,67	3,67
0E/50°	2,51	-	-	-	1,65	1,60	1,65	1,60	-	-	1,60	-	-	-	-	-
Phenole %	-	0,4	0,8	0,8	-	0,17	-	0,17	-	0,26	0,17	0,26	-	-	-	-
Batzfreiheit bei 0°	-	-	satzfrei	satzfrei	-	-	-	-	-	satzfrei	-	satzfrei	-	-	-	-
Wasswert cal/kg	-	9316 1)	9282 1)	9282 1)	-	-	-	-	-	9271 1)	-	9271 1)	-	-	-	-

1) Elementaranalyse s. Tabelle 7 und 8.

Tabelle 7.

Elementaranalyse von Kainin, Mittelöl und Schweröl.

Ort	Bilanz Nr.	Kainin -20°		Mittelöl 200-325°		Schweröl über 325°	
		2	4	2	4	2	4
C	%	84,10	87,13	87,45	88,20	89,53	90,50
H	%	11,95	12,20	9,35	9,11	7,98	7,75
O	%	3,80	0,40	2,27	1,88	2,07	1,27
N	%	0,53	0,26	0,79	0,76	0,25	0,45
S	%	0,02	0,01	0,07	0,054	0,17	0,1

Tabelle 8.

Elementaranalyse von Reisölmischungen, Frischöl und Schweröl.
Flakständen.

Bilanz Nr. bzw. Anfalltag	Frischöl		Schweröl + Mittelöl 92,5:7,5 97,5:2,5		Schwefelrückstand		
	2	2)	2	6	2	4	5:2:41
C	88,49	88,34	90,06	88,64	68,49	70,89	76,96
H	6,33	5,79	7,01	7,77	1,86 ₁₎	1,69 ₁₎	1,59 ₁₎
O	3,91	4,65	1,32	2,89	0,46	0,43	0,42
N	0,90	0,52	0,67	0,52	0,48	1,34	1,26
fluchtig %	0	0	0	0	3,60	4,23	3,54
gesamt %	0,37	0,39	0,15	0,18	0,25	0,26	0,35
Wasser %	0	0	0	0	31,94	28,91	22,38
Asche %	0	0	0	0			
Wär cal/kg	8726						
H diep	6,41	5,62					

1) Asche sulfathaltig.

2) von der Fahrweise auf 31 + 31.

Tabelle 9a.
 Elementarbilanz
 zu Bilanz 2.

	O	H	O	H	S
Ein: Frischöl	4146,3	281,9	200,5	42,1	17,9
Kontakt 7509	48,6	0,9	2,6	0,5	7,2
" 6709					5,0
Eingangsgas	28,9	286,2	8,8		
Gesamteingang	4223,8	569,0	211,9	42,6	29,1
Aus: Benzin	491,2	69,8	19,8	3,1	0,1
Mittelöl	1332,0	153,5	37,1	12,9	1,1
Schweröl	1528,8	223,0	37,2	4,5	3,0
Abwasser 1)	0,8	10,3	73,9	3,6	5,3
Ofengas	398,0	80,0	40,2	0	2,9
Produktgas	27,2	8,6	0,3	0,5	1,1
Abblauggas 1)	22,1	6,5	0,3	0,4	0
in "aber der Gaswäsche 1)	0,6	3,5	0,2	15,5	3,8
Schwefelstickstoff	317,8	8,6	~	2,1	11,8
Schwefelwasser		0,3	2,2		
Schwefelgas	5,3	4,9	0,7		
Gesamtausgang	4223,8	569,0	211,9	42,6	29,1
Aus/zu in der unkorrigierten Bilanz %	96,5	~	61,5	70,0	124,6

1) Werte entspr. Bilanz 4 geschätzt, da keine Analyse ausgeführt wurde.

Elementarbilanz
des Bilanz 4.

	C	H	O	N	S
Ein: Frischöl	3504,4	238,1	169,6	36,1	15,1
Kontakt 7509	41,1	0,7	2,2	0,4	0,1
" 6709					3,5
Einwänggas	28,0	221,3	3,2		
Gesamteingang	3 573,5	460,1	175,0	36,5	24,5
Aus: Benzin	511,0	72,0	2,4	1,5	0,1
Mittelöl	1690,8	174,6	36,0	14,3	1,0
Schweröl	648,2	55,4	8,3	3,2	0,9
Abwasser	1,1	15,1	92,7	4,9	1,2
Ofengas	457,6	111,5	30,3	1,2	2,4
Produktgas	75,1	17,5	0,5	0,2	1,1
Abschlammung	29,6	1,6	0	0,4	0,1
in Wasser der Gaswäsche	0,6	2,2	0,2	0,4	1,8
Schwefelrückstand	153,6	3,5	>	0,9	1,9
Schwefelwasser		0,3	4,3		
Schwefelgas	2,9	2,4	0,3		
Gesamtausgang	3573,2	460,1	175,0	36,5	24,5
Aus/Zu der unkorrigierten Bilanz %	100,0	>	85,3	87,0	93,5

Anhang zu den Tabellen 9a

Korrektur der Elementarbilanz

Die C-Bilanz wurde bei Bilanz 2 in üblicher Weise durch Änderung sämtlicher Eingangsdaten berichtigt, bei Bilanz 4 durch geringfügige Änderung der Frischölzahlen.

Die O-Bilanzen wurden mit Hilfe der Abwasserzahlen korrigiert.

Zur Abstimmung der N-Bilanzen wurde die Annahme gemacht, dass der N-Rest als NH_3 in die Gaswäsche gegangen sei.

Die S-Bilanzen wurden durch Änderung der Werte für den Schwefelrückstand bzw. bei Bilanz 2 von diesem und dem anormal hohen Gfanzwert berichtigt.

Tabella 10.

278

Verteilung des als KV verarbeiteten C_2

Bilanz Nr.		2 ¹⁾	4	6
An C_2 -KV		22,5	18,8	21,5
" C_2 -KV		23	27,8	25,6
" C_2 -KV		29,3	33,5	34,5
" C_2 -KV		25,0	19,9	20,6
von C_2 -KV ungenutzt	%	0,3	2,4	2,0
" C_2 -KV		0,4	2,2	2,6
" C_2 -KV		0,6	1,2	4,3
" C_2 -KV		0,3	2,0	2,3

Tabella 11.

Gas-Behalt.

Bilanz Nr.		2	4	6
von C_2 im Produkt gelöst	%	7	9,5	9
" " Oxidgas	%	19	11	14
" " Produktgas	%	13,7	10	15
" " Abschlaggas	%	0	0	25
von C_2 des Gesamtbehaltens	%	17,3	10,6	13,9

1) Abschlaggasanalyse geschätzt, da verunglückt.

Tabelle 14

280

Schwefelgasanalyse

an Bilanz 4

Schwefelgasanfall je kg Abschläm

40 Itr.

davon CO_2 H_2S NH_3
 H_2
 CO
 H_2

0 %
 88,0 %
 1,9 %
 10,1 %

100,0 %

mittl. C. des KV

1,86

Tabelle 15

Siebanalyse

an Bilanz 2

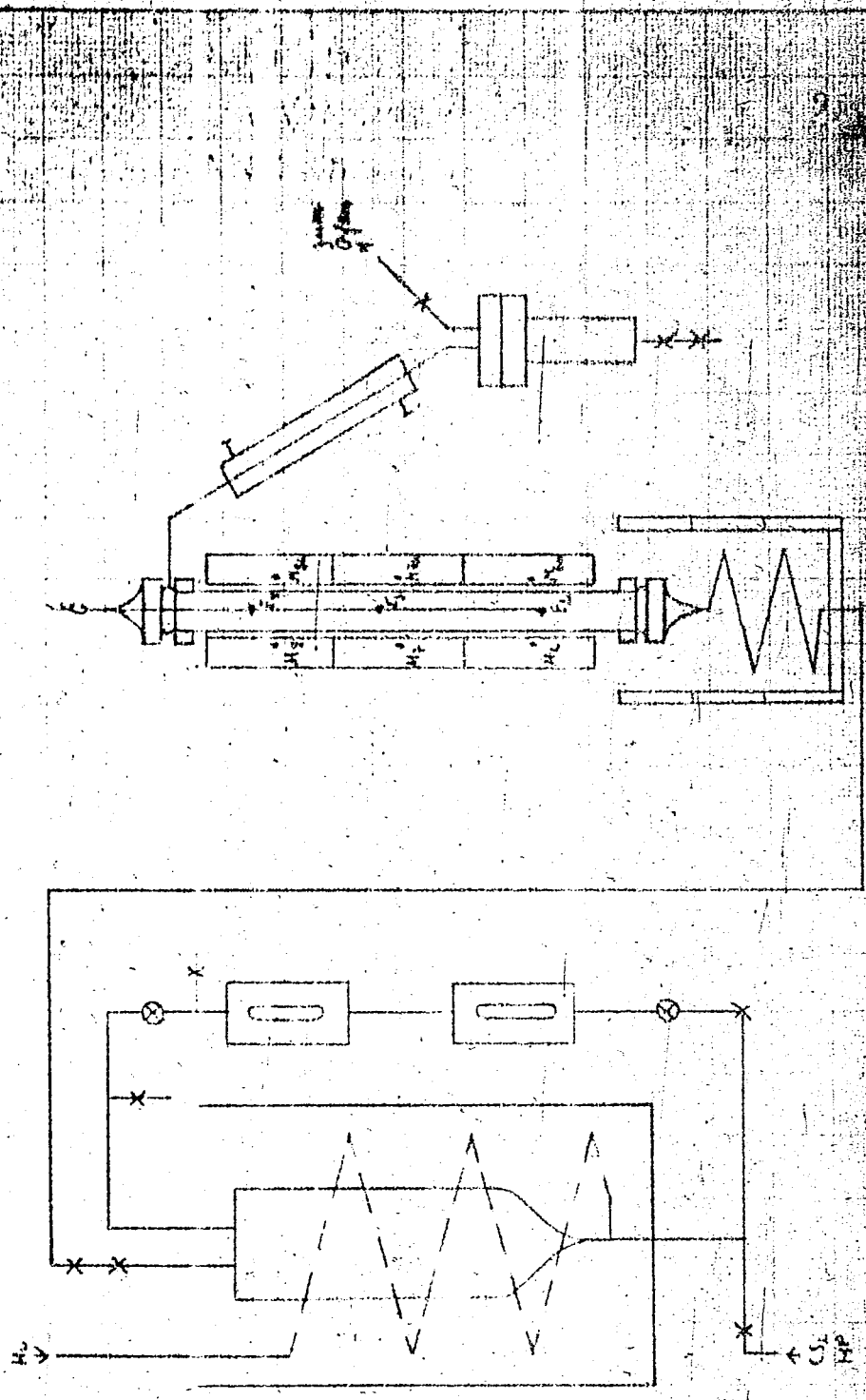
Benzolfestes	%	auf 100 g	
		17,4	7509 g
davon Rückstand auf 1cm	100	ex Sieb	0
" " " "	400	" "	0
" " " "	900	" "	Spuren
" " " "	2 500	" "	0,3
" " " "	4 900	" "	0,3
" " " "	10 000	" "	1,1
" " " "	12 000	" "	1,6
" " " "	16 000	" "	1,9
Durchgang durch das	16 000	" "	6,7
		%	83,3
		%	100,0

Tabelle 16.

Kohlenwasserstoffe.

Flanz Nr.	2	3
Phenole 150-250° redertain Abtreifer	6,4	4,2
davon Karbonsäure	18,4	22,5
o-Kresol	4,7	7,1
p-+ m-Kresol	18,3	17,9
Xylenol	27,3	23,1
höhere Xylole	19,9	17,4
	Der Gehalt stopfen des Podbi-Appara- tus hatte sich teilweise auf- gelöst	

CS₂-Sädhige and Fontarofen



TITLE PAGE

5. Verarbeitung einer Mischung von
Kokereitoren (Ruhr) bei 600 atm auf
Schwerölüberschuss in 10 Ltr.-Ofen.
Working of a mixture of carboniza-
tion tars (Ruhr) at 600 atm. for
excess in heavy oil in the 10 ltr.
furnace.

Frame Nos. 284 - 317

S. Krumm +

(5)

284

f. K...

Hochdruckversuch

8. Mai 1948 Hu/Ko

Lu 358

*No No
Plz Plz*

Verarbeitung

einer Mischung von Kokereisenern (Ruhr)

(P 1416)

geteilt bis 325°

bis 600 atm auf Schwerflühereschub

in 10 Ltr.-Ofen

(411 von 4.9. - 19.10.1940)

Gemisch von Kokereisern der Ruhr (P 1416) geteipt bis 225° in 10 Ltr.
Ofen bei 600 atm auf Schwerölüberschuß gefahren.

Zusammenfassung.

Bei dem Großversuch zur Verarbeitung des Teerrückstandes P 1416 in Ka 804 ergaben sich Schwierigkeiten, wie sie nach dem erfolgreichen Versuch im 10Ltr.-Ofen mit P 1094¹⁾ geteipt nicht zu erwarten waren. Die Hauptschwierigkeit entstand durch unzureichenden Asphaltabbau, der die Verschmelzung des Abschlams unmöglich machte. Eine gleichzeitig auftretende Abscheiderverkokung hatte dagegen wahrscheinlich apparative Ursachen.

Es sollte beschleunigt ein Versuch im 10 Ltr.-Ofen mit dem Teerrückstand durchgeführt werden, der in der Kammer gefahren worden war, um festzustellen, ob die erwähnten Schwierigkeiten grundsätzlicher Natur sind.

Seinen Eigenschaften nach unterscheidet sich das untersuchte Produkt von P 1094 get. durch höheren Erweichungspunkt, sowie durch einen größeren Gehalt an Benzolfestem und vor allem an s-Asphalt, wie die nachstehende Gegenüberstellung zeigt.

	P 1416 get.	P 1094 get.
Krausar °C	35,7	29,7
Benzolfestes %	9,6	8,4
s-Asphalt in Öl %	26,8	23,5

Es handelt sich somit um ein Produkt, das schwieriger hyarierend zu verarbeiten ist.

Daher gelang es auch im 10 Ltr.-Ofen nicht, mit Eisen-Titan-Kontakt einen einwandfrei verschmelzbaren Abschlam zu erhalten.

Eine störungsfreie Verarbeitung war nur mit Molybdän-Kontakt möglich. Um sie zu erreichen, mußte der Durchsatz gegenüber P 1094 bei gleicher Temperatur (478°), um rd. 15 % niedriger gefahren werden. Wie die Gegenüberstellung zeigt, wurde hierdurch ein gleich hoher Asphaltabbau und erwartungsgemäß eine geringere Leistung und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Der Festeabbau war trotz der erhöhten Verweilzeit im Ofen schlechter.

	P 1416 get.	P 1094 get.
Leistung	0,47	0,59
Vergasung %	13,2	12,0
Asphaltabbau %	99,1	99,3
Festeabbau %	93,7	100,0

1) Zusammenstellung 202401 v. 24.4.12
x) (Kokereiteer "Augusta-Viktoria")

Aus P 1416 wurde ein h"her aufhydriertes, viskoses Schwefel erhalten.

Eine Erh"hung der Kontaktabgabe über 1 % hinaus brachte keinen Vorteil.

Es wurde dann versucht, den Ru"ckstand mit Chlor und Eisen-Titan zu verarbeiten, um ohne Molybd"n auszukommen. Nach einem kurzen Versuch, elementares Chlor in den Ofen zu fahren, der aus "u"seren Gr"nden abgebrochen werden musste, wurden 0,85 % Tetrachlorkohlenstoff in Verd"nnung mit Mittel"l in den Ofen unten eingedr"ckt. Wenn sich auch eine wesentliche Verbesserung s"mtlicher Ergebnisse gegen"ber der Fahrweise mit Eisen-Titan-Kontakt ohne Chlor zeigte, so reichte sie doch nicht zur Erzielung einer st"rungsfreien Abschlagschmelzung aus. Wahrscheinlich h"tte aber eine Senkung des Durchsatzes auf ungef"hr diejenige H"he, bei der mit Molybd"n eine einwandfreie Ru"ckstandsaufarbeitung erreicht worden war, zum Ziele gef"hrt. Dabei w"ren vermutlich sehr "hnliche Resultate wie mit Molybd"n erhalten worden, abgesehen von der Vergasung, die mit Chlor etwas ung"nstiger zu sein scheint.

Eine Best"tigung dieser Vermutungen war nicht mehr m"glich, da der Ofen an der Chlorair- trittsstelle nach nicht ganz 7 Tagen undicht wurde. Augenscheinlich halten bis 600 ata in der N"he der Ofentemperaturen weder H₂ noch V₂A dem Chlorangriff ausreichend stand.

gez. Hapfer

Die Versuche wurden ausgef"hrt von:

Dr. v. Hartmann

Gemeinsam mit:

Dr. Hapfer

Ru"ckstandsaufarbeitung:

Dr. Sieg

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann

" v. Finck

? Moler

" Hirschberger

Versuchsordnung.

287

Normaler 10 Ltr.-Ofen¹⁾ ohne Ventilationsbirne.
Breischlange gelitert zu 1040 cm.
Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 7,91 Ltr.
Abscheider im Steibed stehend mit Fördersehnecke.
Chlorzähler ab 7.10.40 (s. anliegende Skizze).

5 Ltr. Flasche im Standochauglas, im Wasserbad stehend, wird
wird aus der Bombe bis Mitte Standochauglas mit flüssigem Chlor gefüllt.
Dann wird auf 650 atm N₂ ungeschlossen. Der mit einer Waage gemessene
Stickstoff wird durch eine im Bad hängende Schlange vorgewärmt und tritt
unten in die Flasche ein, wo er sich mit Cl₂ sättigt. Das aus dem Sätti-
ger oben austretende Gemisch geht durch ein in die Ofenabschlammeleitung
eingeführtes Steigrohr in den Ofen unten. Das Steigrohr war so dünn,
(3x6, V2A) daß ein Abschleppen des Ofens am Steigrohr vorbei noch mög-
lich war, da die lichte Weite der Entschlammungsleitung 10 mm betrug.

Ofen 411 vom 4.9. - 19.10. 1940

1) vgl. z.B. Zusammenstellung 198131 v. 2.1.42 (K 1180 auf B1 + M1)

Versuchsverlauf

- 4.9.40 Ofen angeheizt, unter 600 atm, 3000 Ltr. Nullgas über Dach
entspannt.
Bei 11 MV¹⁾ mit Einlauf:
P 1416 gestoppt -385° +20 °²⁾ Kontakt 7509 Oh 12 (Grundeisen-
Titan). Durchsatz 3 kg Frischöl/Std.
- 5.9. Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %, Frischöldurchsatz
vor auf 4 kg/Std.
Bei 22,8 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,5 %, + 0,1 % 6709
(Na₂S, Sulfigran), + Abschlammeückführung 1:0,5
Endgültige Einfüllmischung, wie sie bei der Verarbei-
tung von Ruhrteerrückstand "Augusto-Viktoria" (P 1094) verwen-
det worden war.
Durchsatz 5,6 kg Frischöl/Std. Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.
Die Temperatur sollte so gefahren werden, daß 7-12 % Feuch-
schlamm, auf Frischöl besogen, anfallen. Indessen waren folgen-
de Höchsttemperaturen einzuhalten.: Breischlange 23,0 MV,
Ofen 25,0 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer als Ofen.
- 6.9. Durchsatz zurück auf 5,6 kg Frischöl/Std.
Der Abschlammanfall war zu hoch.
- 7.9. Frischöldurchsatz weiter zurück auf 5,0 kg/Std.
Es fiel noch zu viel Abschlamme an.

1) Elementtemperatur 40°

2) Kontaktmengen jeweils auf Frischöl bezogen.

- 9.9. ab Bilanz Nr. 1
- 10.9. Abschlammprozente vor auf 15-25.
Die Festkonzentration des Abschlammes war mit fast 30 % zu hoch geworden.
- 11.9. Durchsatz zurück auf 4,8 kg Frischöl/Std.
Auch die erhöhten Abschlammprozente waren mit ausgeführter Temperatur nicht zu halten.
- 12.9. Schlangentemperatur vor auf max. 25,5 MV, Ofentemperatur vor auf max. 25,2 MV, Abscheider entsprechend.
Es sollte vor allem die Möglichkeit gegeben werden, den Ofen im unteren Teil etwas höher zu fahren und damit den Abschlammanfall etwas zu drücken.
- 13.9. Umgestellt auf P 1416 getoppt -325° vom 9.9.40.
Das bisher geführte Produkt war der Rest einer Destillationsprobe gewesen, die sich von dem Rohstoff der Kammer, der von nun an verarbeitet wurde, durch u.a. höheren Festgehalt und niedrigeren Gehalt an Asphalten unterschieden hatte.
- 14.9. ab Bilanz Nr. 2
Anschließend wurde umgestellt auf Öl (P 1416 get. + Abstreiferöl 1.1) und kaltgeföhren.
Der Versuch, diesen Teerrückstand mit dem Eisen-Titan-Kontakt zu verarbeiten, wurde beendet, da, wie der Festgehalt des in zu großer Menge anfallenden Neuabschlammes zeigt, der Abbau des organischen Festen nicht ausreichte. Auch bereitete der Abschlamms im Kugelofen ähnliche Schwierigkeiten wie bei der Großapparatur. Ein Vergleichsversuch sollte zeigen, ob ein Teer dieser ungünstiger Beschaffenheit mit Molybdän ausreichend zu verarbeiten ist. Zuvor sollte der Ofen durch Leerschlamms gereinigt werden.
- 15.9. Ofen 3x entschlammt, ging gut. Die Abschlammmengen waren in Ordnung, ebenso die Analysen.
Ofen unter Druck 600 atm hochgeheizt, 9000 Ltr. Mullgas über Dach entspannt.
Bis 12 MV mit Einlauf: P 1416 getoppt bis 325° (aus Großapparatetank + 20 % Kontakt B475 Gh 12. (Grude-Molybdän) 30 % kolloidal in Abstreiferöl.
aus P 1416 gewählt zur Einfüllrechnung, Durchsatz 5,0 kg Frischöl/Std.
Bei 18,0 MV Kontakt B475 zurück auf 5 %.

1)	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	6,2	21,4	11,4
Kaltfahröl	1,7	5,9	4,1

- 16.9. Bei 22,5 MV Kontakt 5475 zurück auf 1,0 % + 0,1 \$ 8709
Abschlammrückführung 1:0,5.
Durchsatz vor auf 5,6 kg Frischöl/Std. Gasmenge 2,5 cbm/kg
Frischöl.
Abschlammprozentage zurück auf 7-12%.
Von dem Molybdänkontakt wurde ein weitergehender Fest-
abbau erwartet.
- 19.9. Mehrfache Ausfälle der Kohlebrennpumpen, die durch Spülen be-
hoben wurden. In Zusammenhang damit ging der Ofen kurzzeitig
hoch auf 27,0 MV.
Es war anzunehmen, daß der Ofen nicht geschädigt wurde.
- 21.9.ab Bilanz Nr. 3.
- 24.9. Frischöldurchsatz stufenweise zurück bis auf 5,0 kg/Std.
Die Abschlammprozentage waren trotz schärfer ausgefahre-
ner Temperatur nicht zu halten gewesen. Möglicherweise war
eine besondere schlechte Probe des Frischöls gefaßt worden.
- 25.9.ab Bilanz Nr. 4.
Während der Analysenzeit 5 Minuten lang Aussetzen der Bren-
npumpen infolge Stromausfalls. Während der Störung wurde mit
der Handpumpe veratmet in der Teereinigung gespült.
- 26.9. Frischöldurchsatz zurück auf 4,5 kg/Std.
Abgesehen von den ersten Tagen, an denen die Kontakt-
konzentration im Ofen vom Anfahren her noch anomal war,
hatte bisher keine Maßnahme erreicht, daß die Abschlammpro-
zentage innerhalb der vorgesehenen Grenzen von 7-12 % lagen.
Als letztes Mittel blieb eine radikale Durchsatzverminderung
übrig. Eine Verminderung des Abschlammanfalls war an sich
noch möglich, da der Festgehalt des Abschlamms erst in der
Höhe von 20 % lag. Schon jetzt war zu erkennen, daß P 1416
als ein ungewöhnlich schlecht zu verarbeitendes Produkt be-
zeichnet werden muß.
- 29.9.ab Bilanz Nr. 5.
Anschließend Kontakt 5475 vor auf 1,5 %.
Das bisherige Ergebnis hatte noch nicht recht befrie-
digt. Es wurde überdies erwogen, ein Verfahren zur Aufarbei-
tung der Schwelrückstände auf Molybdän für Polite zu entwik-
keln.
- 4.10.ab Bilanz Nr. 6.
- 6.10. 700 ltr. N₂ / Std. durch die Abschlammbleitung in den Ofen
unten gefahren.
Es war beabsichtigt, zur Verbesserung der Ergebnisse,
elementares Chlor in Verdünnung mit Stickstoff unmittelbar
in den Ofen zu geben, und es sollte vorab festgestellt
werden, ob sich eine Hemmung der Reaktion durch die dabei
eintretende Herabsetzung des H₂-Partialdrucks um rd. 20 atm
erkennen läßt. Eine Änderung der Fahrerergebnisse war nicht
zu bemerken.

Anschließend umgestellt auf Frischöl und Abstreiferschweröl 1:1 und kalt gefahren. Ofen dreimal leergeschlammt, ging gut.

7.10. Den Mengen und Analysen¹⁾ nach war der Ofen sauber. Der Ofen wurde mit einer Vorrichtung zum Einfahren von mit H₂ verdünntem Chlor versehen (s. Versuchsordnung).

Ofen unter 600 atm, 8000 Ltr. Füllgas über Dach. Bei 10,5 MV mit Einlauf P 1416 getropft (aus Tank 1) + 20 % Kontakt 7509 b Ch 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 30 %ig in Abstreiferschweröl aus P 1416. Frischöldrucksatz 3 kg/Std.

600 Ltr./Std. H₂ in den Ofen unten durch den Umgang des Chlor-sättigers.

Das Zugehen der Chlorleitung sollte verhindert werden.

8.10. Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %, Durchsatz vor auf 4kg/Std Chlor-sättiger auf 1,2 MV und angehängt. 600 Ltr. H₂/Std.

Der Stickstoff sollte bei dieser Temperatur nach den Berechnungen rd. 20% Öl mitführen.

19⁰⁰ Bei 22,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,0 %, Kontakt 5709, 50%ig in Schweröl kolloidal, Frischöl: Abschlammrückführung 1:0,5 Durchsatz 4,5 kg Frischöl/Std, Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.

19⁰⁰ Chlorleitung zugegangen.

20⁰⁰ Verstopfung der Chlorleitung durchgerissen.

20¹⁵ Chlorleitung endgültig zu. Daher umgestellt auf Frischöl und Abstreiferschweröl 1:1 ohne Kontakt und kalt gefahren. Druck zurück auf 230 atm.

9.10. Ofen dreimal leergeschlammt, ging zunächst etwas schwierig.

Mengen	I	II	III
Ofen	3900	8650	9770
Abscheider	1300	1050	930

Den zuletzt erhaltenen Mengen nach, konnte der Ofen als sauber angesehen werden.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% a-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	X	0,8 i.Gs.	X
Ofenabschlamm III	6,4	8,5	10,8
Kaltfahröl	5,4	12,1	11,5

Der Ofenabschlamm I ließ sich nicht mit Benzol auferarbeiten.

1)	% Festes	% Asche i.F.	% a-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	5,2	20,8	11,8
Kaltfahröl	5,7	25,4	9,7

Wie der Ausbau zeigte, hatten sich das Steigrohr und das o-
liegende Rückschlagventil mit schwarzem vorwiegend organischen
Dreck angefüllt. (83,6 % Festen, 15,8 % Asche im Benzolresten).
Das Steigrohr war am Ausgang mit einem Pfropfen verklebt.

Die Mikro-Untersuchung des Steigrohrinhalts ließ harte
Brocken erkennen, die mit Klebasphaltartigen Stoffen verkittet
waren. Der entblühte Rückstand zeigte typischen Kokscharakter,
und war vermischt und verbacken mit Eisenoxyd und hellfarbiger
Kontaktsubstanz.

Dieser Befund in Verbindung mit der Beobachtung über die
chemische Veränderung des Ofeninhalts läßt darauf schließen,
das Chlorpolymerisieren die Ursache der Störung gewesen sind.
Es besteht die entfernte Möglichkeit, daß ein momentaner Druck-
abfall am Stickstoffkompressor das Zugehen der Steigleitung be-
günstigt hat.

Die Chlorleitung wurde gereinigt und wieder eingebaut.
Dabei wurde eine Spülung des Steigrohres mit Mittelöl vorgenom-
men. Ofen angeheizt, unter 600 atm, 6000 Ltr. Nullgas über Dach
entspannt. 600 Ltr. N₂ durch Ofen im Ofen unten. Bei 11,5 MV
mit Einlauf: F 1416 gestoppt + 80 % 7509 b Oh 12, Durchsatz 3 kg
Frischöl/Std.

10.10. Bei 18,5 MV mit 5 % 7509. Frischöldurchsatz 4,0 kg/Std. Mit
M.P.4 wurden 200 g Mittelöl/Std. in das Steigrohr gedrückt.

Um die Zuleitung frei zuhalten.

Bei 230 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,5 %, + 0,1 % 6709, + Ab-
schlamm 1:0,5. Frischöldurchsatz vor auf 4,5 kg/Std. Chlorstü-
tiger auf 1,0 MV geholt und angehängt.

In der Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß trat eine
Druckdifferenz von 180 atm auf. Daher wurde der Chlorstü-
tiger abgehängt und der Ofen kaltgefahren. Die Druckdifferenz, die
inzwischen auf 600 atm gestiegen war, wird plötzlich durch, ohne
wieder zu kehren.

Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl 2:1.

11.10. Um den Grund der Störung zu finden, wurde die Ausgangsleitung
hinter dem 10 Ltr.-Gefäß abgehängt und entspannt. Der Gasdurch-
gang wurde während dessen am Standrohr (Entspannungsventil)
eingestellt.

Weder in der Leitung vom 10 Ltr.-Gefäß zum Raschigurm, noch in
diesem selbst, noch in der Leitung vom Raschigurm zum Ventil-
gruppe konnte die Ursache der Störung gefunden werden.

Es bleibt nur die Ablagerung von Ammonsalzen als Erklä-
rungsmöglichkeit.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß
von 100 auf 200 g/Std. erhöht. Ausgangsleitung wieder unter
Druck. Ofen hochgeheizt. Bei 18,5 MV umgestellt auf F 1416 get.
+ 5 % 7509, Durchsatz 4,0 kg/Std.

Bei 22,5 MV umgestellt auf Mischung mit 1,5 % 7509, 0,1 % 6709
und Abschlamm 1:0,5. Frischöldurchsatz 5,0 kg/Std. Chlorstü-
tiger eingehängt, 1,0 MV, 600 Ltr. N₂.

13.10. Steigrohr verstopft, durch verstärktes Pumpen von Mittelöl bis
zu 300 atm Überdruck unter Abriegeln des Stützigens freigemacht.

Sättiger wieder eingeschaltet.

Die Messung des H_2 war seitweise anscheinend nicht in Ordnung, da erst 12 Std. später der Lichteschreiber die erwartete H_2 -Eingang von 600 Ltr./Std. entsprechende Dichtestörung erkennen ließ.

14.10. Chlorsättiger vor von 1,0 auf 2,1 MV, dann zurück auf 0,5 MV.

Es war auf Grund von Berechnungen angegeben worden, daß eine Temperatur von 2,1 MV im Sättiger zum Einfahren von 40 g Cl_2 /Std. nötig sei. Tatsächlich waren, wie sich inzwischen anhand der Gasanalysen ergab bei 1,0 MV bereits rd. 70g Cl_2 /Std. in den Ofen gegangen.

Druckdifferenz von 40 atm im Ausgang hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, die von selbst wieder verschwand. Auch der Produktstand funktionierte seitweise nicht einwandfrei.

15.10. Elemente L (zwischen Wasserkühler und 10 Ltr.-Gefäß) und L5 (Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß) vor von -1,3 bis -0,5 auf -0,5 bis +0,5 MV

um etwa angelegte Ammoniak bei höherer Temperatur leichter fortspülen zu können.

Chlorsättiger abgehängt.

Der H_2 -Kompressor mußte abgehängt werden, da sein Anschlag druck infolge einer Störung in Apparatur 05 statt 200 atm austrug.

Der Sättiger hatte sich im Übrigen insofern nicht recht bewährt, als die Cl_2 -Dosisierung nicht zuverlässig war, wie anhand der Analysen und auf Grund des Chlorverbrauchs festzustellen war, wurde mehr Chlor eingefahren, als den theoretischen Berechnungen entspricht. Es scheint u.a. möglich, daß der Füllungsgrad mit dem Standbehälter nicht genau genug bestimmt werden kann.

0,8 % P 35 (Tetrachlorkohlenstoff), auf Frischöl bezogen, + Mittelöl 20:80 in den Ofen unten eingefahren.

16.10. 2x kurzzeitig Druckdifferenz bis zu 100 atm in der Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, die jedesmal von selbst wieder verschwand. Die Ausgangsleitung wurde nun beheizt.

ab Bilanz Nr. 7.

Die Behebung des Abschlams der letzten Tage hatte zur Bildung von Klumpen geführt.

Anschließend P 35 zurück auf 0,5 %, + Mittelöl 12,5:87,5.

Das Apparatur hatte am 15.10. 2,58 g Cl_2 /kg enthalten, was zu starker Korrosion zu befürchten war.

17.10. Abschlam zurück auf 5-8.

Durch kräftigeres Fahren sollte versucht werden, den Asphaltabbau zu verbessern und damit die Schwelerei zu entlasten. Die Festkonzentration im Abschlam (rd. 13%) ließ dies zu.

1) Der Sättiger enthält bereits nach einem Tag nur noch rd. 200 cm Cl_2 .

18.10. Ofen stark undicht, Druck fiel auf 0 atm. Sofort wurde alles ausgeschaltet und auf H_2 umgeschaltet. Zum Kaltfahren wurde umgestellt auf P 1410 gSt. + Abtreiferschwergel 1:1 und in den Ofen unten reines Mittelöl ohne P 35 eingedrückt. Nach kurzer Zeit mußte der Einlauf abgestellt werden, da die Undichtigkeit, die am Eiseneingang lag, so groß war, daß alles unten heraustrief und nichts mehr in den Ofen ging.

19.10. Wie der Ausbau zeigte, war das Schmiedestück (NS), in dem sich die Gas- und Breitleitung mit der Entschlammungsleitung vereinigt, durch Korrosion zertrübt. Der oberste Teil des Chlorsteigrohres war in einer Länge von rd. 1-2 cm aufgebläht und ver-schwunden. Etwa 1,5 cm unterhalb des jetzigen Endes war das Steigrohr durchgefressen. An dieser Stelle hatte das Chlor die Wand- und des Schmiedestückes angegriffen und, offenbar verdrängt durch anwachsenden Koks, seinen Weg immer weiter in die Nähe der äußeren Wand- und verlegt, bis schließlich die Durchlöcherung eintrat.

Es ist daraus zu erkennen, daß bei 600 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperatur liegen, sowohl N 8 wie V 2A dem Angriff des Chlors verhältnismäßig rasch erliegen.

Aus dem Ofen unten wurden 310 g Dreck entfernt, der nicht näher untersucht wurde. Die Vorheischlange hatte 19,7 % ihres Anfangsvolumens verloren, was nach 42 Tagen Fahrzeit (ohne Abstelltage) einen durchaus normalen Befund darstellt.

Versuchsresultate.

A. Mit Grude-Eisen-Titan

Die wichtigsten Ergebnisse, die mit dem Grude-Eisen-Titan-Kontakt 7509 b Ch 12 (1,5%), und wie in allen weiteren Versuchen mit 0,1 % Na₂S und Abschlaamrückführung 1:0,5 erhalten wurden, sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt und mit den Resultaten verglichen, die mit Eisen-Titan bei der Verarbeitung des Ruhrteerrückstandes „Augusta-Viktoria“ (P 1094) bei gleicher Fahrweise gewonnen worden sind.

Frischöl		P 1410 get.	P 1094 get.
Benzollösliches %		12,8	14,5
in Öl - 325° %		12,5	2,6
s-Asphalt %		21,3	27,2
Durchsatz			
Temperatur °C		0,63	0,62
		476	476
		480	480
Leistung:			
Schweröl im prakt.-Ölgehalt		0,49	0,47
Vergasung		0,53	0,53
Asphaltengehalt		31,8	45,2
Feststoffgehalt		43,4	43,4
Vergasung		14,0	14,4
Asphaltengehalt		13,7	13,7
Feststoffgehalt		96,9	95,3
		97,9	97,9
		82,3	77,8
		87,2	87,2
Anlage Nr.		1	2
			6

Anlage 1.

Zunächst wurde eine Probe eines Teerrückstandes aus P 1410 verarbeitet, die in der Kleinapparatur hergestellt worden war. Da diese sehr benzollösliche Anteile enthält als P 1094 get. und überdies der Feststoffgehalt schlechter ist, mußte mit geringererem Durchsatz (0,63 get. 0,62) gefahren werden, um den Abschlaamfall nicht zu hoch werden zu lassen. Eine Erhöhung der Temperatur über 476° hinaus verbot sich wegen des starken Anstieges der Vergasung. Die so erhaltenen Werte zeigen die schlechtere Eignung der untersuchten Probe für die Hydrierung.

Anlage 2.

Der nun geprüfte Originalteerrückstand, wie ihn die Kammer 804 verarbeitet hatte, war in Fest- und Asphaltgehalt noch ungünstiger. Demgemäß wurden bei gleicher Ofentemperatur und nur geringfügig vermindertem Durchsatz noch viel schlechtere Ergebnisse erhalten. Außerdem ergab der Abschlaamfall in der viel zu großen Menge von nahezu 25 % von Frischöl anfall, Klumpenbildung im Schmelofen. Die Aktivität des Eisen-Titan-Kontaktes reicht also nur zur Verarbeitung dieses Rückstandes nicht aus, vor allem nicht bezüglich des Abbaus der hochmolekularen benzolunlöslichen Anteile. Um eine einigermaßen störungsfreie Verarbeitung zu erreichen, hätte mit einem Durchsatz gefahren werden müssen, der weit unter der Grenze des noch wirtschaftlichen gelegen hätte.

Verglichen mit P 1094 und gleichem Kontakt wurden schwerere weniger anhydrierte Öle erhalten, was s.T. der niedrigeren Reaktionstemperatur zuzuschreiben ist, sicher aber auch teilweise in der schlechteren Hydrierbarkeit des P 1416 begründet ist. Das Schweröl über 325 wies eine wesentlich höhere Viskosität (rd $200^{\circ}\text{S}/20^{\circ}$ gegen 55) und demgemäß einen höheren Stockpunkt (-1° gegen -12°) auf. Die Schwelölansichte war mit 79,7 % gegen 89,0 % ungenügend.

2-Mit Grude-Molybdän.

Bilanzen 3-5.

Mit 1,0 % Grude-Molybdän anstelle des Eisen-Titan-Kontaktes wurden 3 Bilanzen genommen. Die Hoffnung, mit dem aktiveren Katalysator einen höheren Durchsatz bewältigen zu können, erfüllte sich nicht. Der Durchsatz mußte von 0,71 auf 0,64 und schließlich auf 0,57 zurückgenommen werden, bis den Schwelansbeuten nach eine leistungsfähige Rückstandsauflösung gewährleistet schien. Da der Abschleppanfall immer wieder anstieg, besteht überdies die Möglichkeit, daß von Bilanz zu Bilanz schlechteres Frischöl verwendet wurde, denn der aus demselben Tank abgezogene Rückstand wechselte in seinen Eigenschaften nicht unerheblich (s. Tabelle 2). Auch hat sich vielleicht die Kontaktkonzentration im Ofen, die beim Anfahren ja besonders hoch war, auch stark im Laufe dieser Versuche noch etwas vermindert. Aus diesen Gründen sind hauptsächlich die Ergebnisse der letzten Bilanz (5) für die Fahrweise von Interesse. Da die Vergasung mit Molybdän niedriger lag, konnte gegenüber Eisen-Titan mit etwas höherer Temperatur (478 gegen 475°) gefahren werden.

Die Resultate sind nachstehend aufgeführt und diejenigen daneben gestellt, die mit Molybdän bei der Verarbeitung von P 1094 get. erzielt wurden.

Frishöl		P 1416 get.	P 1094 get.
Benzolfestes	%	8,8	8,4
o-Asphalt	%	28,9	23,8
Durchsatz		0,57	0,66
Temperatur	$^{\circ}\text{C}$	478	478
Leistung		0,47	0,59
Schweröl i. prakt. Ölgewinn		41,4	41,1
Vergasung	%	13,2	112,6
Asphaltabbau	%	99,1	99,3
Feststoffabbau	%	93,7	100,0
Bilanz N.º		5	7

Gegenüber Eisen Titan wurde eine niedrigere Vergasung, ein besserer Asphaltabbau und vor allem ein ausreichender Feststoffabbau erhalten. Die Öle waren etwas leichter und weiter anhydriert, wozu sowohl die höhere Aktivität des Kontaktes wie die Verringerung des Durchsatzes und die Erhöhung der Reaktionstemperatur beigetragen haben.

Verglichen mit P 1094 getropft wirken sich die ungünstigen Eigenschaften des hier verarbeiteten Teerrückstandes vor allem darin aus, daß mit um 20 % niedrigerem Durchsatz gefahren werden mußte, um annähernd denselben Asphaltabbau zu erzielen. Demgemäß wurde eine geringere Leistung erzielt und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Trotz des geringen Durchsatzes lag der Abbau des organischen Festen niedriger und der Schweranteil im Ölgewicht gleich. Die schlechtere Verarbeitbarkeit des P 1426 zeigte sich auch darin, daß ein Schwärzl von höherer Viskosität und gleichem Stockpunkt anfiel. Der geringere Durchsatz bewirkte nur, daß das spezifische Gewicht der Öle niedriger und ihr Siedepunkt höher lag.

Bilanz Nr. 6.

Mit mehr Molybdänkontakt (1,6%) und um 1 % höhere Temperatur wurden genau die gleichen Resultate erhalten. Die Kontakterhöhung brachte also keinen Vorteil. Sie wäre auch nur dann vertretbar, wenn es möglich wäre, aus dem Schwärzrückstand das Molybdän in ausreichender Ausbeute wieder zu gewinnen. Ein Verfahren hierzu müßte insbesondere entwickelt werden.

9. Mit Koro-Titan-Titan und Chlor.

Da ohne Molybdän auszukommen, so man versucht, die bekannte Hydroaktivität des Chlors auszunutzen. Der Teerrückstand wurde 1,1 % Orude-Silber-Titan zugegeben, und zusätzlich elementares Chlor verdünnt mit Stickstoff in den Ofen gefahren. Hierbei ging die Chlorreaktion, die als Steigrohr durch die Ofenschlammleitung geführt war bereits nach wenigen Stunden zu, offenbar infolge der Polymerisation vom Ofeninhalt, der in das Steigrohr gelangt war, unter dem Einfluß des Chlors. Es gelang dann, diese Störung durch Spülen des Steigrohres mit Mittelöl zu verhindern. Jedoch mußte nach kurzer Zeit aus äußeren Gründen - Störung der Stickstoffzufuhr - die Verwendung des elementaren Chlors aufgegeben werden, sodaß Bilanzergebnis von dieser Fahrweise nicht genommen werden konnten. Die eingebrachte Chlormenge betrug 1,4 % auf Frischöl bezogen, d.h. etwas mehr, als ursprünglich beabsichtigt war, da sich die Menge mit Hilfe des Sättigers (s. Bilanz Nr. 7) nicht genügend genau dosieren ließ.

Es wurde dann das elementare Chlor durch Tetrachlorkohlenstoff (0,8 %) ersetzt, das verdünnt mit Mittelöl ebenfalls in den Ofen unten eingefahren wurde. Als wichtigste Ergebnisse wurden erhalten (Bilanz 7):

Durchsatz	0,63
Temperatur °C	278°
Leistung	0,50
Schwärzl im prozent. Ölgewicht	48,7
Vergasung	14,0
Asphaltabbau	93,4
Feststoffabbau	90,6

Auch wenn man den Einfluß der um 2° C höheren Ofentemperatur berücksichtigt, so ergibt sich doch deutlich das erhebliche Verbesserung, die der Chlorzusatz außerhalb der Verarbeitung ohne Chlor (Bilanz 2) bewirkt. Sie ist in allen Punkten sichtbar, besonders im Abbau des hochmolekularen Feststoffanteils und damit im Abschlammfall,

- 1 -
des mit 11,6 % nur wenig höher lag als bei, der bei Verwendung 297 Molybdän erhalten worden war. Trotzdem richteter Asphaltabbau für eine Verzwekung des Abschlusses ohne Klumpenbildung, noch nicht aus. Es muß aber für wahrscheinlich gehalten werden, daß durch eine geringe Molybdän-Verminierung des Durchsatzes auf die gleiche Höhe (0,57), die mit Molybdänkontakt eine einwandfreie Rückstandsaufarbeitung mittels Rückstandsaufarbeitung hätte erreicht werden können.

Die Schwelerggebnisse dieser Versuchsreihe bestätigen erneut den Befund, daß das Verhältnis Asphalt zu Benzolanzfälligen im Schwelut 1:10 nicht unterschritten darf, wenn die Schwelung störungsfrei verlaufen soll (s. das anliegende Diagramm).

Gegenüber Molybdän ist bei sonst völlig gleichen Bedingungen mit Chlor + Eisen-Titan ein etwas besserer Abbau des organischen Festen, aber auch eine etwas höhere Vergasung zu erwarten; diese Vermutungen bedürfen indessen noch der Bestätigung durch weitere Versuche.

Der weitere Verlauf des Versuches zeigte die Gefährdung des Ofens durch das Chlor. Obwohl die CO_2 -Gänge nach der Bilanz 7 auf 0,5 % zurückgenommen worden war, wurde der Ofen nach einer Jahrzeit mit Cl_2 bzw. COCl_2 von insgesamt nur 157 Stunden belichtet, und zwar an ger² Stelle, an der das Chlor erstmalig auf Temperaturen oberhalb 350° kommt. Es ist daher festzustellen, daß bei 500 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperaturen liegen, weder H_2 noch V_2A -Material dem Angriff des Chlors ausreichend standhalten.

Wie die Chlorbilanz zu Bilanz 7 (Tabelle 10a) zeigt, waren die Öle (mit weniger als 0,01 % Cl) praktisch chlorfrei. Nur 18% des eingeblenden Chlors wurde in Abwasser und im Schwelrückstand gefunden. Da überdies bei Verwendung von Chlor häufig Bruchdiffusionen in Gasausgang durch Ammoniak auftraten, ist zu vermuten, daß der größte Teil des Chlors als HCl -Nebel das Leichter-Gefäß passierte und mit dem Ofengas fortgetragen wurde.

Koz. Napfer

Inhaltsverzeichnis

Tabelle 1a - c	Bilanzen
" 2	Bilanzschaften des Frischöls
" 3a - b	Untersuchungen des Benzins -135°
" 4	Untersuchungen des Benzins $135-203^{\circ}$
" 5	Mittelbilanzen
" 6	Schwerbilanzen
" 7	Heißbilanzen
" 8	Elementaranalysen und Heizwert von Benzin und Mittelöl
" 9	Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Schweröl und Schwelöl
" 10a - c	Elementarbilanzen
" 11	Verteilung des als EW vergastem C
" 12	isc - Butangehalt
" 13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	In Abwasser gelöste Stoffe
" 15	Phenolzerlegung
" 16	Schwelaubgaben
" 17	Asphaltzerlegung des Frischöls

Bilansen.

Vom Fahren von P 1413 geteilt -325⁰ auf Schwerölbereich
bis 600 atm

Ofen 411

Bilanz Nro.	1	2	3	4	5	6	7
Tag 1940	9.9.	14.9.	21.9.	25.9.	29.9.	4.10.	16.10.
Schicht	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab
Kontakt kolloidal i. Abstreifer- schweröl z. Einfüllbrai							
7509 b Ch 12 ¹⁾ %	1,5	1,5	-	-	-	-	1,5
5475, Ch 12 ²⁾ %	-	-	1,0	1,0	1,0	1,5	-
5709 ³⁾ %	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
P 35 ⁴⁾ i. Ofen unten %	-	-	-	-	-	-	0,85
Rückführung Frischöl; Abschleim	1 : 0,5						
Fahrbedingungen							
Temperatur Schlange °C	441	451	442	442	442	442	444
Ofen °C	476	476	478	478	478	479	478
Abscheider °C	464	464	465	466	466	468	466
Durchsatz kg Frischöl/Ltr. Of. Vol./Std.	0,626	0,618	0,706	0,638	0,566	0,563	0,625
Gas atm/kg Frischöl	3,05	2,89	2,96	3,01	2,94	3,09	3,00
Umdrehungszahl d. Ofenrührers/ Min.	38	38	38	38	38	38	38

- 1) Grude-Eisen-Titan
- 2) Grude - Molybdän
- 3) Na₂S, Sulfigran
- 4) CCl₄ mit 91,7 % Cl

Bilanzen

Ergebnisse 1)

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7
Rohbilanz aus/ein	%	97,9	98,3 ⁵⁾	96,8	97,6	99,3	98,1	97,6
Ausbeute methanfrei auf Reinfriischöl + H ₂ -Verbrauch	%	96,1	96,9	97,9	95,8	98,3	96,7	96,5
Prakt. Ölgewinn (B1+M1+S'Öl)-Leistung		0,485	0,468	0,561	0,510	0,472	0,455	0,501
Prakt. Ölgewinn auf Reinfriischöl	%	77,8	76,1	75,8	80,2	83,4	81,2	80,5
darin: Benzin -135°	%	4,9	5,1	3,6	7,3	3,9	5,7	5,6
Benzin 135-200°	%	3,0	3,2	2,9		3,5	4,4	5,0
Mittelöl 200-325°	%	53,3	46,5	45,2	43,8	51,2	48,9	45,7
Schweröl über 325°	%	38,8	45,2	48,3	48,9	41,4	41,0	43,7
Vergasung auf prakt. Ölgewinn	%	15,0 ³⁾	14,4	13,2	12,4	11,4 ⁴⁾	13,5	14,0 ⁴⁾
Verzinstes C auf C des Frischöls	%	12,9	12,0	11,4	10,6	12,5 ⁴⁾	11,7	12,3 ⁴⁾
davon als CO	%	3,1	3,0	3,8	3,2	1,6	1,8	1,7
" " CO ₂	%	0,8	0,4	0	0,2	0,5	0,8	2,0
Asphaltabbau	%	96,9	95,3	99,0	98,7	99,1	99,2	98,4
Abbau d. organ. Festen	%	82,5	77,8	92,3	90,4	93,7	93,7	95,6
Neuabschluss auf Frischöl	%	16,9	24,7	17,4	14,2	9,5	9,2	11
Schweröl auf Frischöl	%	10,6	14,8	7,9	8,6	6,1	5,8	
Wasser: eubildung auf Reinfriischöl	%	1,0 ²⁾	1,0 ²⁾	3,6	1,0 ²⁾	1,0 ²⁾	2,5	1,0
schmelz aus/ein	%	61,1	102,0	59,2	66,7	50,0	55,3	33,3

1) Benzin: butanfrei

2) korrigiert

3) Abstreifer und Abschluss korrigiert

4) nach Abzug des aus CO₂ gebildeten Methans

5) der G-dichtedifferenz nach so hoch bestimmt, Geschätzter Wert 14,0

6) der G-dichtedifferenz nach so niedrig bestimmt, Geschätzter Wert für die Vergasung 13,2

Bilanzen (Fortsetzung)

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	6	7	
Abstreifer	spez. Gew./20°		1,008			1,013			
	- 135°	%	4,7			3,1			
	135-200°	%	5,4			2,8			
	200-325°	%	45,4			46,9			
Abstreifer + Schwelzh	spez. Gew./20°		1,018	1,024	1,023	0,983	1,013	1,013	1,014
	- 135°	%	3,1	4,1	2,0	5,3	2,7	3,5	3,7
	135-200°	%	2,6	2,7	2,6	41,2	3,1	3,9	4,2
	200-325°	%	48,7	42,4	42,6		47,4	45,0	44,2
Abschleim	spez. Gew./25°		1,106	1,135	1,096	1,080	1,084	1,086	1,096
	Benzolfestes	%	24,9	21,8	18,4	16,6	20,9	26,2	14,0
	Asche im Festen	%	22,4	20,2	23,0	22,5	21,1	24,4	23,9
	im Öl -200°	%	0,7	0,8	0,4	1,4	1,2	0,7	3,2
	200-325°	%	22,1	14,5	20,6	20,4	25,2	23,7	17,6
	s-Asphalt	%	5,1	5,7	2,3	2,6	2,9	2,6	3,8
	Note		30-40	30-40	80	70	70	90	20

Tabelle 2

302

Eigenschaften des Frischöls.

P 1416 getoppt -325

Untersuchungs Nr. aus Tank Nr. zu Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	2-5	8-Verz. Ka 304 1+2
	1	2	2	4	7	2-7	--
Erweichungspunkt Krümen- Sarnow °C	16	35,8	+35,5	-	-	35,7	17
Wasser %	Spur	Spur	0	-	0,2	Spur	0,6
Benzolunlösliches %	12,8	14,5	8,7	8,3	8,1	9,6	1,5
Asche im Festen %	4,4	3,3	1,4	2,9	4,5	3,0	0,3
spez. Gew./100°	1,132	1,154	1,152	-	1,162	1,156	1,176
- 325 %	13,6	2,6	2,4	-	2,4	2,5	0,3
s-Asphalt %	21,3	27,2	24,3	28,9	26,7	26,8	31,0
H disp.	-	-	5,94	-	-	5,94	5,31

Vakuumdestillationskurve
(s. Untersuchung 3)

bei 18 mm Hg	Tem. °C	spez. Gew./100°
165 - 225°	14,7	1,070
- 275°	34,7	1,104
- 325°	57,4	1,142
+ R	99,9	-

Elementaranalyse s. Tabelle 9

Asphaltzerlegung s. Tabelle 17

1) Probe aus der kleinen Destillation

Untersuchungen des Benzins -135°.

Bilanz Nr	2	5
Benzin -135° aus Abstreifer+Gasbenzin	93,616,4	76,8123,2
Rohz:		
spez. Gewicht/20°	0,760	0,734
Phenole	0,7	0,2
Anilinpunkt °C	+ 13,5	+ 27,8
Raffination:	1 x mit 10% H ₂ SO ₄ , 10%ig raffiniert, 1,1 mit NaOH+0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
Raffinationsverlust Vol. %	1,0	1,0
Redestillationsverlust Gew. %	11,1	8,3
Raffiniert:		
spez. Gewicht/20°	0,746	0,726
Anilinpunkt I °C	+ 22,8	+ 31,4
" " II °C	+ 23,8	+ 31,5
" " III °C	+ 50,4	+ 51,6
Tests:	Anlauffarben	Anlauffarben
Cu-Streifen	"	"
Cu-Schale	negativ	negativ
Dr.-Test	unter 2	unter 2
H ₂ SO ₄ -Test		
Jodzahl	26,7	26,0
Zusammensetzung:		
Paraffine %	24,7	30,5
Harthene %	45,4	47,0
Aromaten %	26,2	19,0
ungesättigter Kohlenstoff %	3,7	3,5
Klopffwert Motor	70,5	75,5

Tabelle 3b

Untersuchung der Benzine -135°

Bilanz Nr.		2	5
ASTM v Siedekurve			
Siedebeginn	°C	47	38
- 50°	%	-	4,0
- 60°	%	2,0	16,5
- 70°	%	10,5	31,5
- 80°	%	27,5	47,5
- 90°	%	50,0	65,0
- 100°	%	70,0	80,0
- 110°	%	85,0	88,5
- 120°	%	90,0	92,5
- 130°	%	94,5	95,0
- 135°	%	96,0	96,0
- 143°	%	98,0	97,5
+ R	%	99,0	98,5
Fraktion 90-100°	spez. Gew./20°	0,743	0,740
	Anilinpunkt °C	+ 23,5	+ 25,5
" 110-140°	spez. Gewicht	0,782	0,790
	Anilinpunkt °C	+ 5,5	+ 6,5

Untersuchungen des Benzins 135-200°

Bilanz Nr.	2	5
Roh: spez. Gew./20°	0,900	0,896
Phenole %	24,0	14,5
Anilinpunkt berechnet °C	-19	-17,5
Raffination 1)	1x mit 10% H ₂ SO ₄ 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
Raffinationsverlust Vol%	17,0	8,1
Redestillationsverlust Gew%	14,2	14,3
Raffiniert: spez. Gew./20°	0,861	0,862
Anilinpunkt I bar. °C	-20,2	-16,5
" " II " °C	-19,8	-15,7
" " III " °C	+62,4	+61,0
Zusammensetzung: Paraffine %	11,0	26,0
Naphthene %	4,0	11,0
Aromaten %	78,4	58,0
unges. KW %	5,7	5,0
Klopffwert Motor	79,0	80,5
ASTM-Siedekurve		
Siedebeginn °C	136	134
- 140°	-	1,5
- 150°	7,5	18,0
- 160°	23,0	35,0
- 170°	50,5	54,5
- 180°	70,5	70,5
- 190°	85,0	82,5
- 200°	92,5	91,5
- 210°	95,5	95,0
- 218°	97,0	97,0
+ R	98,5	98,5
Fraktion 150-180° spez. Gew./20°	0,858	0,858
Anilinpunkt ber. °C	-24,2	-21,5

1) Bei der Behandlung mit H₂SO₄ war bei dem Benzin der Bilanz 2 starker Ausfall von weißen Kristallen zu beobachten. Die daraus isolierten Basen hatten einen Siedebereich von (70) -190°.

Mittelbluntersuchungen.

Bilanz Nr	2	5
Abstreifer über 200° + Schwelbl darin Mittelbl -325°	83,3:16,7 44,5	97,7:6,3 45,8
Rohr spez. Gew./20° Phenole %	0,992 2,0	0,988 2,0
Gew., Engler Siedebeginn °C	220	210
- 225°	-	1,5
- 250°	11,0	16,5
- 275°	38,5	42,5
- 300°	70,5	75,5
- 325°	93,5	93,0
- 335°	-	98,8
- 345°	98,9	-
+ "	99,9	100,0
Endphosphort. spez. Gew./20°	0,990	0,984
Anilinpunkt bar. °C	- 39	- 38
un. esättigte K ₂ %	13,0	11,5
Fraktion 240-275° spez. Gew./20°	0,968	0,964
Anilinp. bar	- 38	- 37
" 280-310 spez. Gew./20°	0,998	0,992
Anilinp. bar.	- 38,5	- 39

Tabelle 6.

Schweröluntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	5
Schweröl über 325° aus Abstreifer -200° + Schweröl	%	58,8	45,8
spez. Gew./50°		1,084	1,062
Vakuumisotherm bei $\frac{a}{m}$ Hg		18	14
Siedebeginn	°C	165	135
-225°	%	66,4	58,3
spez. Gew./40°		1,060	1,046
-275°	%	92,0	89,8
spez. Gew./60°		1,076	1,064
-325°	%	96,3	97,9
spez. Gew./90°		1,099	1,086
+ R	%	99,9	100,0

Tabelle 7.

Heißkohlentersuchungen.

Billens Nr. Clart Mischungsverhältnis hergestellt von	2 Schweröl 68:32		4 Schweröl Labor		5 Schweröl Labor		6 Schweröl techn. Dest.		7 Schweröl techn. Dest.	
	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor	Schweröl Labor
spez. Gew./20°	1,105	1,066	1,082	1,089	1,078	1,081	1,078	1,081	1,095	1,095
Stockpunkt °C	-1	-26	16	13	17	16	17	16	9	9
Flammpunkt °C	183	132	162	176	145	161	145	161	160	160
Brennpunkt °C	237	162	204	226	197	202	197	202	210	210
Koksfest %	0,88	0,65	0,75	0,6	0,55	0,70	0,55	0,70	1,43	1,43
s-Asphalt %	0,4	0,3	0,5	0,5	0,4	0,5	0,4	0,5	1,0	1,0
Asche i. Gansen %	0,01	Spuren	Spuren	0,002	Spuren	0,03	Spuren	0,03	Spuren	Spuren
Viskosität °E/20°	rd. 200	12,24	-	86,8	35,8	-	-	-	-	-
/30°	46,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
/50°	8,07	2,22	3,72	5,26	3,4	3,93	3,4	3,93	5,30	5,30
/80°	-	-	1,49	1,70	-	1,57	-	1,57	1,74	1,74
Paraffins %	-	-	-	0,008	-	-	-	-	-	-
Phenole %	-	-	-	0,5	-	-	-	-	-	-
Säurefreiheit	-	-	-	frei	-	-	-	-	-	-

Y Tabelle 8.

Elementaranalysen und Heizwert von Benzol und Mittelöl.

Bilanz Nr.	Benzol -135°		Benzol 135-325°		Mittelöl 200 - 325°	
	2	5	2	5	2	5
O %	86,63	86,71	85,89	87,08	89,31	89,34
H %	13,20	13,16	9,92	10,24	8,85	8,98
N %	0	0	3,28	1,84	1,29	0,32
S %	0,36	0,14	0,36	0,75	0,90	0,78
Cl %	0,027	0,02	0,049	0,06	0,12	0,034
U HW cal/kg	-	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01
						9553

Tabelle 9.

Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Abstreiferschweröl und Schwelrückstand.

Bilanz Nr. bzw. Tag	Frischöl		Abstreiferschweröl		Schwelrückst.		COI _A techn.
	2	7	2	5	5	7	
C %	90,30	91,21	89,59	90,51	80,92	80,92	0,30
H %	5,38	5,84	7,53	7,64	12,75	12,75	-
O %	2,59	1,31	0,78	0,96	-	-	-
N %	1,01	1,00	0,70	0,60	0,21	0,21	-
S flüchtig %	-	-	-	-	0,75	0,75	-
S gesamt %	0,72	0,64	0,30	0,29	2,90	2,90	-
Cl %	0,063	0,022	-	unter 0,01	unter 0,01	unter 0,01	91,70
U HW cal/kg	8693	-	-	9369	-	-	-
H ₂ O a. Hoopr. %	-	-	-	-	0,70	0,70	-
Asche "	-	-	-	-	17,16	17,16	-

1) Aus Fank 1 + 2 der Großapparatur

2) Asche sulfathaltig

Tabelle 10

310

Elementarbilanz (korrigiert)

Zu Bilanz Nr. 2

	C	H	O	N	S
Ein: P 1214 getoppt	1233,6	271,1	60,8	46,4	29,7
Kat. 7599b Ch 12	36,2	0,7	2,0	0,4	5,3
Kat. 5709	-	-	-	-	8,0
Eingangsgas	21,4	212,4	9,0	-	-
Gesamteingang	1291,2	484,2	71,8	46,8	37,0
Aus: Benzin -135°	182,4	24,8	0	0,7	0,1
Benzin 135-200°	98,6	11,5	3,8	1,0	0,1
Mittelöl 200-325°	1532,7	153,1	22,3	15,5	2,1
Schweröl	1536,5	129,4	13,2	11,9	5,2
Abwasser ¹⁾	0,7	3,5	10,3	7,8	12,5
Gas 1. Produkt gel.	12,5	2,8	-	-	-
C2ongas	422,0	110,6	13,2	2,1	-
Abstreifergas	74,9	16,9	3,3	0,5	4,1
Abblaugas	43,1	10,4	3,1	1,0	0,6
1. Wasser d. Gaswäsche	-	1,1	-	5,0	-
Schwefelkohlenstoff ²⁾	402,2	8,7	-	2,3	12,3
Schwefelwasser	-	0,3	2,6	-	-
Schwefelgas ³⁾	4,6	11,3	-	-	-
Gesamtausgang	291,2	484,2	71,8	46,8	37,0
Aus / ein der unkorrigierten Bilanz	93,5	-	116,8	60,1	100,3

- 1) Phenolgehalt zu 0,3% angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 getoppt auf Schweröl.
- 2) Analysen der Bilanz 5, da keine Elementaranalyse ausgeführt wurde.
- 3) geschätzt.

Elementarbilanz (korrigiert)

Zu Bilanz Nr. 5.

	C	H	O	N	S	Cl
Ein: P 1416 getoppt	4044,2	358,8	58,0	44,3	28,3	0,0
Kat. 5475	19,3	0,4	5,2	0,3	6,0	-
Kat. 6709	-	-	-	-	3,7	-
Eingangsgas	20,2	229,0	6,9	-	-	-
Gesamteingang	4083,7	488,2	70,2	44,6	37,0	0,8
Aus: Benzol -135°	130,1	19,7	0	0,2	0	-
Benzol 135-200°	115,0	13,5	2,4	1,0	0,1	-
Mittelöl 200-325°	1707,4	171,7	11,7	14,9	1,6	-
Schweröl über 325°	1404,4	118,6	15,0	9,2	4,5	-
Abwasser 2)	2,2	3,9	17,1	7,5	12,0	-
1. Wasser d. Gaswäsche	-	2,4	-	8,0	11,4	-
Gas 1. Produkt gelöst	18,3	3,9	-	-	-	-
Ofengas	439,6	112,0	16,6	0,7	-	-
Abtreifergas	107,9	24,8	1,0	1,7	3,4	-
Abschlammgas	45,8	11,3	1,6	1,1	-	-
Schwerückstand 1)	11,1	2,4	-	0,5	4,0	0,8
Schwerwasser 1)	-	-	0,8	-	-	-
Schweröl 1)	1,4	4,0	-	-	-	-
Gesamtausgang	4083,7	488,2	70,2	44,6	37,0	0,8
Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	98,7	-	100,8	82,3	69,5	80,0

1) geschätzt.

2) Phenolgehalt zu 0,37% angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 auf Schweröl.

Tabelle 10a.

312

Chlorbilanz
zu Bilanz Nr. 7

		g Cl
Ein:	Frischöl	1,1
	CO ₂	38,5
Gesamteingang		39,6
Aus:	Abwasser	2,2
	Schwefelrückstand	2,5
Durch Bestimmungen erfaßter Ausgang		4,7
Aus / Ein		11,9

Anhang zu den Tabellen 10.

Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanzen wurden durch gleichmäßige Verminderung sämtlicher Eingangsposten abgestimmt.

Die O-Bilanzen wurden durch Änderung des Abwassers berichtigt. Zur Korrektur der N-Bilanzen wird angenommen, daß der fehlende Stickstoff als NH₃ im Wasser der Gaswäsche enthalten war.

Der in Bilanz 5 im Ausgang fehlende Schwefel 1/t vermutlich als H₂S gleichfalls durch die Gaswäsche entfernt worden. Dagegen wurde die recht gut stimmende S-Bilanz 2 durch Änderung des S-Gehaltes im Schwefelrückstand, für die keine eigene Analyse vorliegt, berichtigt.

Tabelle 11.

313

Verteilung des nie KV versetzten G.

Bilanz Nr.	2	5
als C ₁ - KW %	24,1	22,2
" C ₂ - " %	24,5	24,5
" C ₃ - " %	21,0	30,2
" C ₄ - " %	20,6	23,1

Gehalt an Un gesättigten.

Bilanz Nr.	2	5
C ₂ - KW %	2,2	1,9
C ₃ - " %	1,7	1,8
C ₄ - " %	1,2?	3,5
C ₁ - C ₄ - KW %	1,3	1,6

Tabelle 12

iso - Butan gehalt.

% v. Gesamtbutan

Bilanz Nr.	2	5
im Ofengas %	14,7	8,4
" Produktgas %	-	8,6
" Abschlagsgas %	15,0	7,0
" Produkt gelöst %	8,0	5,0
v. Gesamtbutan %	rd. 14	8,0

Tabella 13

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
zu Bilanz Nr. 5

314

	mg S/cbm
in Ofengas	9,55
Produktgas	10,53
Abschlaggas	39,08

Tabella 14

Im Abwasser gelöste Stoffe
g/kg

Bilanzen bzw. Tag 1940	CO ₂	NH ₃	H ₂ S	Cl
8.9. c	-	-	-	0,585
1	23,7	-	-	0,757
2	18,09	-	-	0,088
17.9.	-	-	-	Spuren
3	7,1	-	-	0,013
4	8,2	-	-	0
5	57,0	74,1	108,6	Spur
6	13,25	-	-	0,041
14.10. a	-	-	-	0,53
15.10. c	-	-	-	2,59
7	60,9	-	-	16,9
17.10. a	-	-	-	3,6

Tabella 15

Phenolverlegung

zu Bilanz Nr. 6

Phenole 150-250° redestilliert vom Abstreifer	1,5 %
davon Karbonsäure	29,2 %
o-Kresol	19,3 %
p-m-Kresol	21,5 %
Xylenole	20,3 %
höhere Xylenole	3,9 %

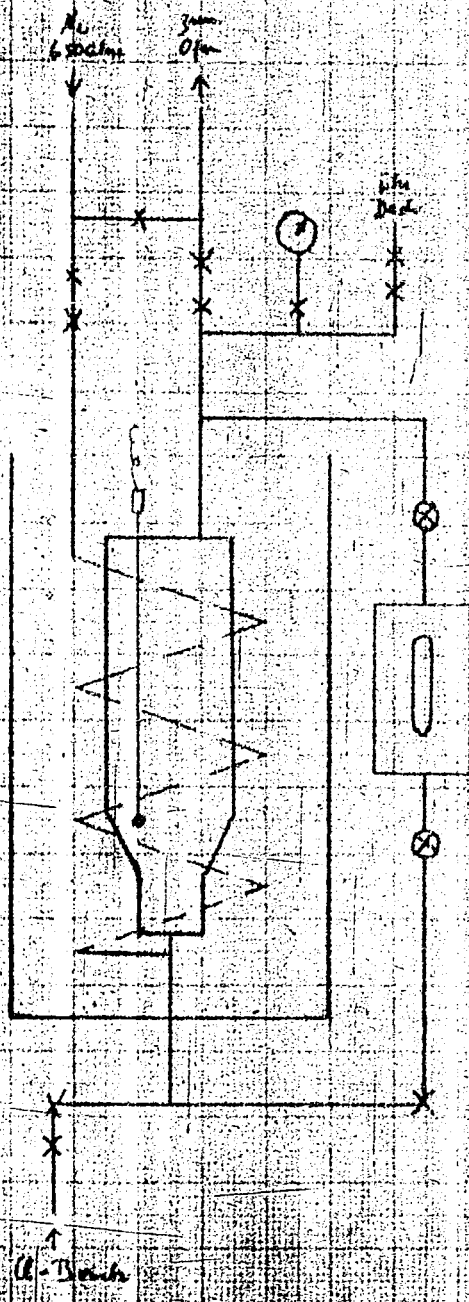
Tabella 16
Schwelausbeuten
im kleinen Kugelofen.

zu Bilanz Nr. Tag d. Anfalls 1940	1 8. u. 9. 9.	2 13. 9.	3 21. 9.	4 28. 9.	5 29. u. 30. 9.	6 3. u. 4. 10.	7 18. u. 17. 10.
1. Abschlamme % Öl	72,8	75,3	79,7	81,5	76,2	74,0	78,7
Asphalt: Benzolfestes	1:7,3	1:5,8	1:9,0	1:8,7	1:10,6	1:13,5	1:7,1
Ausbeute Öl %	60,6	60,0	64,5	60,7	68,0	62,5	61,9
Koks %	34,8	38,4	34,2	37,2	32,5	35,6	36,7
Gas-Verlust %	4,6	1,6	1,3	2,1	2,5	2,5	1,4
Schwefel auf Öl des Abschlammes %	83,3	79,7	81,0	74,5	85,3	84,5	78,7

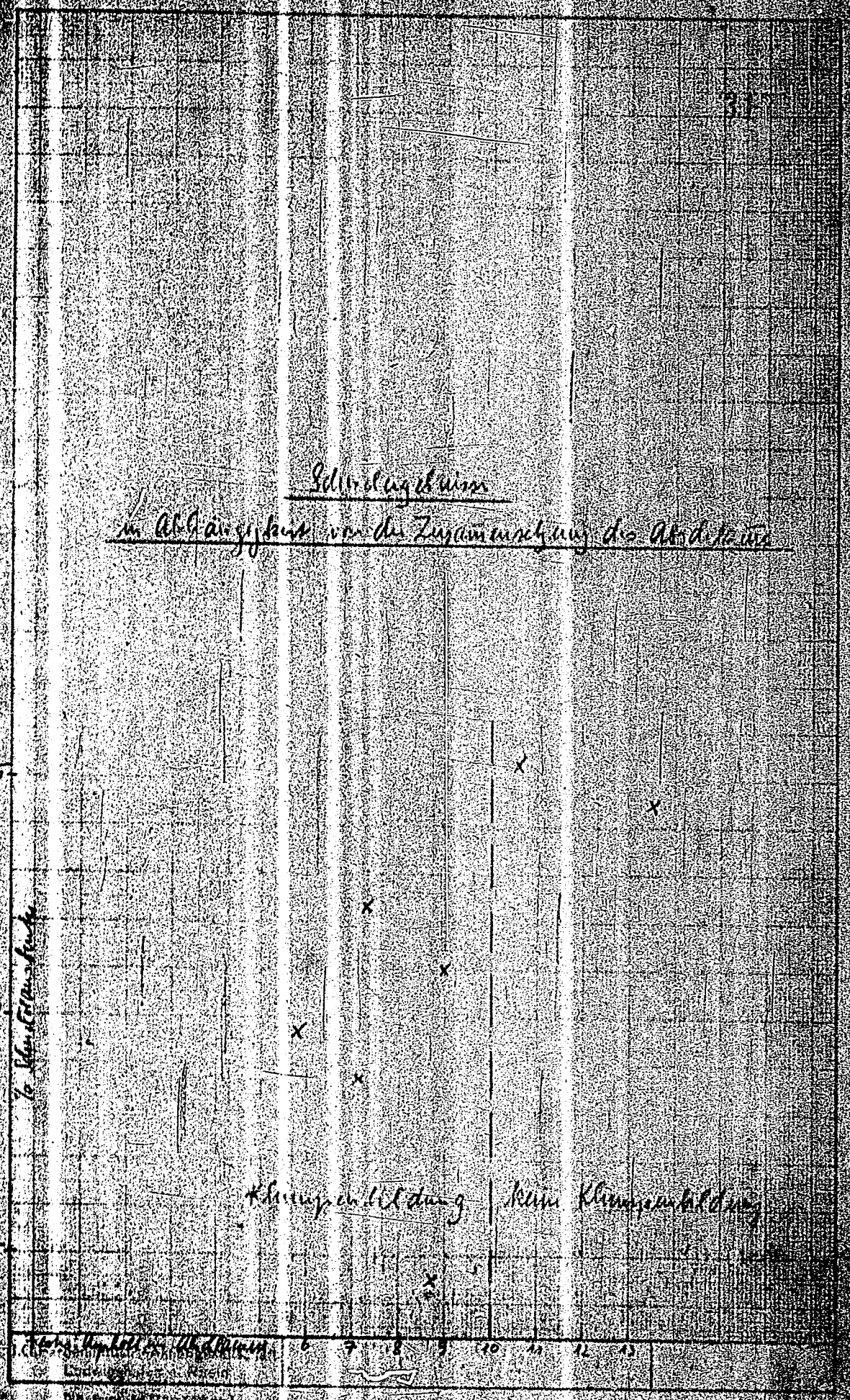
Tabella 17
Asphaltzerlegung des Frischöls.

Festes	15,4 %
vom Löslichen	
Öl + Ölharz	91,3 %
Asphaltharz	6,6 %
Hartasphalt	2,1 %

Chloraldehyd 4.11



Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein



6 7 8 9 10 11 12 13
 Schwelligkeit

6 7 8 9 10 11 12 13

TITLE PAGE

6. Verarbeitung von Kokereiteer "Auguste Viktoria" (Ruhr) bei 600 atm. auf Schweröl-überschuss in 10 Ltr.-Ofen.
Working of carbonization tar "Auguste Viktoria" (Ruhr) at 600 atm. for an excess in heavy oil in the 10 ltr. furnace.

Frame Nos. 318 - 348

Hochdruckversuche
In 558

6

318
24. April 1942. Hu/Pf.

Handwritten notes:
1. WMM +
2. SA
3. NO
4. Fu
5. N

Versuchsbericht

Verarbeitung von

Kokereiteer „Auguste Viktoria“ (Ruhr)

getoppt bis 325°

P 1094 vom 11.7.39

bei 600 atm auf Schwerflüberschuss

in 10 Ltr.-Ofen

(Ofen 411 v. 12.12.39 - 8.1.40
und v. 28.1. - 3.2.40)

109