

TITLE PAGE

14. Prüfung regenerierter 6434 Kontakte.  
The testing of regenerated 6434  
catalysts.

Frame Nos. 68 - 69

26

68

1 MMW/1  
hymen  
Wk

4. December 1942. von Le.  
Wk

Werkzeugversuch  
1953

(14)

Prüfung regenerierter 6434 Kontakte

vgl. den letzten Bericht 203271, Gth. vom 6.8.42.

Einige 6434 Kontakte wurden unter Verwendung von 50 bis 80 Teilen Rüstgut aus gebrauchtem 6434 hergestellt. Bei allen diesen 6 Kontakten klingt bei der Prüfung auf ihre Spaltaktivität (Spaltung vor Bruchsalor Gasol bei 100 °C) diese sehr oder weniger stark ab. Alle Kontakte, die zu 50 oder 90 % aus Rüstgut hergestellt waren, waren schon von vornherein unbrauchbar. Kontakte, die zu 70, 80 und 90 % aus Rüstgut hergestellt wurden, waren nach ca. 14-tägiger Betriebszeit noch teils missig, teils gut brauchbar; jedoch war aus dem Abnehmen ihrer Spaltaktivität zu erkennen, dass auch sie keine längere Lebensdauer im Betrieb würden überstehen können.

Am Schluss sind die Ergebnisse mit einer 6434-Probe aus der dargestellten Produktion angeführt. Der Kontakt hat allerdings eine ungewöhnlich hohe Aktivität. Eine Spaltaktivität von 51-55 ohne Rücksicht wäre gut, von 56-63 mehr gut. Normalerweise hatte die Produktion der Weizsäurefabrik im letzten Jahr Spaltaktivität 50.

202. Gräther

Gemeinsam mit  
Dr. Petrow, Dr. Ch. Trofimow, Dr. Menzel  
Dr. v. Platen, Dr. Pürstl

9.12.42/61

## Zettel von 6424 Wetterberichtung von 6424 Wetterberichtung von

Zeit	Distanz	Tempo	W-Langs.	Spur	Teile	Besonderheiten
5.393 515	6424 gesetztes als 2400 - 2400 abends 2400 nicht ganz angesetzte geplant mit 2400 geplant am Sonntag 12/12/1943 don't	46.5	55	50	50	Kreisfahrt nicht ausreichend
5.378 230	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 20 Teilte 2400, 3000 geplant am Sonntag 12/12/1943 mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4819	22.0	43	38	unbrauchbar, unterschreitet Toleranz
5.379 439	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 10 0434, 1434 vorhanden 2400 nicht mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4820	20.0	51	32	BS 3215 entsteht sch
5.381 440	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 10 0434, 1434 vorhanden 2400 nicht mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4821	22.0	43	17	unbrauchbar, unterschreitet Toleranz
5.382 500	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 10 0434, 1434 vorhanden 2400 nicht mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4822	20.0	43	35	dieselbe Zulassung
5.383 502	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 10 0434, 1434 vorhanden 2400 nicht mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4823	19.5	43	49	dieselbe Zulassung
5.384 504	50 Teilte 2400 teile 0434, 1434 vorhanden 2400 10 0434, 1434 vorhanden 2400 nicht mit geraden Tafeln und geschwungenen Rändern	4824	19.5	43	65	längstverzögert unterschreitet Zulassung

69 ft

TITLE PAGE

15. Versuchsauftragen über Verarbeitung von  
schweren Olen mit festen Katalysatoren.  
Experimental basis for the working of  
heavy oils with solid catalysts.

Frame No. 70

2a

70

Hochdruckversuch  
Lu 558

17. März 1941. Kfz/Lu.

Ullow

Artemotiz.

Versuchsunterlagen über Verarbeitung von schweren Ölen

mit festem Katalysator:

Es liegen folgende Versuche mit schweren Ölen über fester Kontakt vor:

- 1.) Verschiedene Rohöle bei 600 atm und 250 atm, wobei stets nach wenigen Tagen Verstopfungen auftraten, selbst wenn die Öle vorher filtriert waren.
- 2.) Vakuumdestillat aus Bruchsaler Rohöl (mittelfrei) wurde 34 Tage über 7360 geschwefelt bei 600 atm mit Durchsatz 0,6 bei 22,5 - 23,5 MV gefahren; Neu Leistung 0,32 bis 325; Vergasung 7,5 % bezogen auf Neu Leistung bis 325 + Vergasung. Schwierigkeiten während des Versuches traten nicht auf. (Bericht 182961 vom 1.3.41)
- 3.) Druckdestillat aus Zistersdorfer Öl über 7360 bei 250 atm 22-24 MV Durchsatz 1,30 Tage ohne Störung mit geringer Neu Leistung, da mittelfrei (Bericht 182961 vom 1.3.41).  
Küttelfrei Druckdestillat über 7346, bei 250 atm, bei 23,3 - 25 MV, Durchsatz 0,8 mit Rückführung des Abtretfett schweröles 33 Tage störungsfrei ohne Abklingen; Leistung 0,36 bis 325, Vergasung 7,5 % bezogen auf Neu Leistung + Vergasung.  
Das 1. Mittelöl liess sich mit 6434 gut benzinieren.
- 4.) Abtretfett schwarz aus Kohle liessen sich nur nach Destillation und Abtrennung von etwa 5 % Rückstand störungsfrei fahren. Für Erdöl abtretfett schwarz liegen keine neueren Versuche vor, doch ist anzunehmen, dass sie sich technisch verarbeiten lassen, falls sie bei guten Arbeiten des Abscheidens festfrei anfallen.

Ergebnis der Besprechung

mit Dr. Simon, Becker, Dornath,  
Nohnenmäcker, Reitz, Gräßl,  
Günther, Trofimow, Heilmann,  
Nasseb, Boentje, Schiffmann,  
Lonne, Hupfer, Rank,

TITLE PAGE

16. Über den Einfluss der Schwefelung bei der  
250 atm Aromatisierung von Steinkohleverflüssi-  
gungsmittelöl mit Tonerde-Terranakontakt.  
The influence of sulfur addition on the  
250 atms. aromatisation of bituminous coal  
liquefaction middle oil with alumina Terrana  
catalyst.

Frame No. 71

Hochdruckversuchs  
Nr. 558

18. VIII. 1951

versuch 243 Tro/Le

Luft 71

26.

27. VIII. 1951

Wk. 19. VIII. 1951

16

Über den Einfluss der Schwefelung bei der 250 atm Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittel mit Tonerde-Kontakt

Beim Tonerde-Terrana-Kontakt (Nr. 87/51) vom Typ 3688 tritt bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittel bei Weglassen der Produktschmelzung eine deutliche Verschlechterung der Spaltung ein. Die Benzinkonzentration sinkt um ca. 30 % von z.B. 55 auf 21 %. Hand in Hand damit geht ein Anstieg der Vergasung um einige %, z.B. von 24 auf 26 %. Die Eigenschaften des Aromatisierungsbenzins bis 160 Siedebeginn praktisch unverändert. Der Anilinpunkt des D-Mittelöles ist bei Weglassen der Schwefelung um 2-3 °C niedriger als mit OS<sub>2</sub>.

Während bei Zusätzen von 0,5 % OS<sub>2</sub> min Abfällen der 3688 Kontakt im Laufe mehrerer Monate nur in ganz wenigen Fällen zu beobachten ist, wurde bei Versuchen ohne Schwefelung schon nach wenigen Tagen ein sehr starkes Abfallen der Spaltleistung festgestellt.

Eine Erhöhung des CS<sub>2</sub>-Zusatzes zum Einspritzprodukt über 0,5 % hinaus bringt keine wesentlichen Vorteile, sie scheint im Gegenteil die Höhe der Vergasung ungünstig zu beeinflussen. (Der CS<sub>2</sub>-Zusatz wurde in einer 20 tägigen Versuchsreihe zwischen 0 und 10 % variiert).

Ebenso wie bei der 600 atm milden Aromatisierung mit Terrana-Kontakt erscheint dagegen bei der 250 atm Aromatisierung mit Kontakt vom Typ 3088 eine Schwefelung des Produktes vorteilhaft. Bei Kontakt 7010 wurde dagegen über kein derartiger Einfluss der Produkt-Schwefelung festgestellt.

gez. Tlotimow

Zeminszky

Dr. Peters  
Dr. Günther

Dr. V. Timex  
Dr. Jürgen  
Dr. Weier

TITLE PAGE

17. Einfluss zugesetzter organischer Stickstoffverbindungen auf die Ergebnisse der Benzinierung von Erdöl-Gasöl über Kontakt. 6454.

The influence of adding organic nitrogen compounds on the results of benzination of crude oil-gas over catalyst 6434.

Frame Nos. 72 - 76

Hochdruckversuche  
Lu 558

Hydrierung - gasphase 6434

2. Dr.

12. Febr. 1943 Gth/5b

W.W.W. H.  
Günther  
Fischer  
M. Günther

(11)

Einfluss zugesetzter organischer Stickstoffverbindungen auf die Erkenntnisse der Benzinerzeugung von Erdöl- Gasöl über Kontakt 6182

Zusammenfassung

Bei Untersuchungen über den Einfluss des Stickstoffgehalts von Ölen auf ihre Benzinerbarkeit fiel auf, dass vorhydrierte Braunkohle- und Steinkohlenschwelteermittelöle mit bedeutend höherem Stickstoffgehalt (Basenzahl) noch gut benzinerbar sind als vorhydrierte Steinkohlenteer- oder Stein- und Braunkohlenverflüssigungsmittele. Es lag die Vermutung nahe, dass hier ein Einfluss des chemischen Charakters der N-Verbindung vorliegt.

Zur Aufklärung dieser Frage wurden Benzinerzungsversuche unter streng vergleichbaren Bedingungen mit Zusatz einer gewissen Menge Stickstoff in Form verschiedener Stickstoffverbindungen (Dibutylamin, Anilin, N-Methyl-Anilin, Methylknaphtylamin, Pyrrol, Pyridin und Chinolin) durchgeführt. Heterocyclische N-Verbindungen und gesättigte Heterocyclem wurden bisher noch nicht verwendet.

Die Unterschiede in der spezifischen spaltbremenden Wirkung zwischen den einzelnen N-Verbindungen waren so gering, dass hiermit die obengenannten auffälligen Effekte nicht erklärt werden können.

gez. Günther

Gemeinsam mit:  
Dr. Peters,  
\* Graßl,  
D.Ch. Trofimow,  
Dr. Menée,  
\* Fürst

Einfluss eingesetzter organischer Stickstoffverbindungen auf die Ergebnisse der Benzinerzeugung von Erdöl-Gasöl über Kontakt 6434.

Im Rahmen von Untersuchungen über den Einfluss des Stickstoffgehaltes von Ölen auf ihre Benzinerbarkeit (vgl. Bericht 20 9581, Dr. Günther, v. S. 1-43) wurden eine Reihe von Versuchen durchgeführt, bei denen unter streng konstant gehaltenen Bedingungen ein Gasöl unter Zusatz verschiedener organischer Stickstoffverbindungen benziniert wurde. Die Bedingungen waren:

Ofenotyp: 50 ccm Ofen mit Aufwärtsströmung  
 Kontakt: 6434-T-Pillen, 50 ccm = 40g  
 Druck: 250 at Nullgas (= ca 245 at H<sub>2</sub>)  
 Temperatur: 19 MV = 373° C  
 Durchsatz: 1,5 kg Öl/Ltr. Kont./Std. = 75g/h  
 Gas: Öl: 2,67 cbm/kg = 200 Ltr/h  
 Öl: P 1203 Gasöl redest. -325° C am 25.8.42 (Bruchsal)  
 Zusätze zum Öl: 0,75% Schwefelkohlenstoff  
 + 0,015% N in Form der jeweils verwendeten organischen Stickstoffverbindung.

Folgende organische Stickstoffverbindungen wurden verwendet:  
 Dibutylamin; Aholin; N-Dimethylanilin; Methylnaphtylamin; Pyrrol, Pyridin und Chinolin; d.h. also aliphatische N-Verbindungen, aromatische N-Verbindungen mit N am Kern und ungesättigte Heterocyclische N-Verbindungen, nicht aber u.a. naphthenische und gesättigte heterocyclische N-Verbindungen.

Der Versuch wurde zuerst jeweils 2-3 Tage ohne Zusatz der Stickstoffverbindung durchgeführt. Hierbei wurden bei den einzelnen Versuchen 64; 62; 63; 66; 67; 69 und 67% Benzin bis 150° C im Abstreifer erhalten. Diese Werte verbürgen eine gute Vergleichbarkeit der Versuche untereinander.

Im Anschluss daran wurde dem Ausgangsprodukt die Stickstoffverbindung eingesetzt und während der nächsten 5 Tage der Abstreifer täglich auf seinen Gehalt an bis 150° C siedenden Bestandteilen untersucht. Nach diesen 5 Tagen wurde der Stickstoffzusatz wieder weggelassen und an den folgenden drei oder vier Tagen jeweils die Benzinkonzentration des Anfallproduktes ermittelt. Die Ergebnisse sind auf Tabelle I dargestellt und auf Tabelle II ausgewertet. Die N-Verbindungen sind auf den Tabellen in der Reihenfolge: aliphatische N-Verbindungen - aromatische Amine nach steigendem Molekulargewicht - ungesättigte Heterocyclen nach steigendem Molekulargewicht geordnet. Am Ende ist noch ein Versuch mit Kontakt 8797 (Terrana-FeF<sub>3</sub>) unter Anilinzusatz angeführt. Durch Zusatz der Stickstoffverbindungen sanken die Benzinkonzentrationen auf 30 bis 55% der ursprünglichen Wert (Spalte (K III/K I) der Tabelle II). Nach Weglassen der N-Zusätze stiegen die Konzentrationen rasch wieder an und erreichten wieder Werte zwischen 78 und 102% ( (K III/K I), Tabelle II) der Anfangskonzentrationen; d.h. die Mitverarbeitung der Basen über den Spaltkontakt bewirkte zwar ein Absinken der Spaltung, aber nicht eine Schädigung der Aktivität des Kontaktes. Des weiteren sind in die Tabelle I

noch die Werte K II/K III aufgenommen. Das Mittel aus K II/K I und K II/K III (das ist das Verhältnis der Benzinkonzentration bei Zusatz von Stickstoff gegenüber dem Mittel aus den Benzinkonzentrationen der Perioden vorher und hinterher) ist ein Maß für den spalthermenden Einfluss der jeweils verwendeten Stickstoffverbindung.

Es gelang nicht, System in diese Zahlen zu bringen. Bei Betrachtung der Molekulargewichte zeigt sich, daß wohl dem geringsten Molekulargewicht die geringste, dem höchsten Molekulargewicht die höchste spalthermende Wirkung zukommt. Jedoch ordnen sich die anderen Zahlen, besonders Dibutyleamin und Anilin, hier nicht gut ein. Auch auf Grund des chemischen Charakters der Stickstoffverbindung ist keine Ordnung der Zahlen zu erreichen. Es ist aber immerhin bemerkenswert, daß die Heterocyclen nicht einen spalthermenden Einfluss haben als Verbindungen mit N in der Seitenkette.

Der Kontakt 8797 scheint noch etwas stickstoffempfindlicher zu sein als Kontakt 8434.

In Anbetracht der beachteten relativ geringen spalthermenden Wirkung des Stickstoffs in B-Produkten aus Stein- und Braunkohlenschwefelaren wäre es noch wünschenswert, einige Versuche mit naphthenischen N-Verbindungen (Typ Hexahydroanilin) bzw. mit gesättigten Heterocyclen (Typ Pyrrolidin, Piperidin usw.) durchzuführen. Die Stickstoffverbindungen stellten Herr Dr. Bueren und Dr. Wittmann zur Verfügung.

Tabelle I.  
Benzinierung von Bruchsaler Gasöl über Kontakt 6434 unter Zusatz verschiedener  
Stickstoffverbindungen.

Folge	P 1203-Gassöl allein						P 1203+Gasanzusatz						Wieder P 1203 Gasöl allein					
	1.	2.	3.	4.	5.	6.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	1.	2.	3.	4.	5.	
P 1203+0,140% Di butylamin	59	64	-	49	58	27	32	38	-	28	-	66	65	-	43	-	54	
P 1203+0,100% Anilin	59	62	52	53	53	23	22	19	-	28	-	45	43	-	53	55	-	
P 1203+0,150% N-Dimethylanilin	58	66	63	56	37	36	28	27	23	-	46	42	56	58	-	50	52	-
P 1203+0,157% Methylnaphthylamin	66	66	-	67	71	66	44	28	19	-	42	42	53	53	-	60	64	-
P 1203+0,072% Pyrrol	67	68	-	64	69	47	34	36	38	-	43	46	53	53	-	61	62	-
P 1203+0,085% Pyridin	58	59	69	57	36	30	26	30	26	-	39	60	60	60	-	64	64	-
P 1203+0,140% Chinolin	58	71	-	66	55	31	29	24	24	-	38	61	62	62	-	64	64	-
P 1203+0,100% Anilin mit Kontakt 8797	50	57	-	47	23	15	19	17	17	-	28	50	50	50	-	52	52	-

70

AUFWERTUNG DER AUF TABELLE I AUFGEFÜHRten ERGEBNISSE.

Tabelle II.

ANGESETZTE STICKSTOFFVERBINDUNG	VOL-	Benzinkonzentration im Abstreifer		TABELLE III	
		GEN- S. I: ZU BEGINN DES K. III: AM ENDE DER VERSUCHS P 1203	PERIODEN UNTER ZU- SETZ DER N-VERBINDUNG	K. III: AM ENDE DES VERSUCHS P 1203 ALLEIN	K. III: AM ENDE DES VERSUCHS P 1203 ALLEIN
0,140% Dimethylamin	329	64	35	65	55
0,100% Anilin	95	62	20	54	32
0,130% N-Dimethylbenzalim	121	63	24	55	38
0,157% N-Methylnaphthalim	157	65	20	58	30
0,072% Pyridol	67	67	36	52	54
0,085% Pyridin	79	69	26	64	62
0,140% Chinolin	129	67	24	62	41
0,100% Anilin (Kontakt 6797)	33	57	17	50	30

TITLE PAGE

18. Über die Wirkung von W, Ni, Co und Fe als  
aktive Komponenten auf Tonerde Vorhydrierkontakte.  
The effect of W, Ni, Co and Fe as active  
components on alumina prehydrogenation  
catalysts.

Frame Nos. 77 - 85

3. 12. 1942. Gth/Pf.

77

✓ 11. Hochstoller bei  
Hofmühl 1. W

Über die Wirkung von W, Ni, Co und Fe als aktive Komponenten auf Tonerde-Vorhydrier-Kontakt

vgl. Bericht 20 296 1. Gth, 23.5.42.

(18)

Übersicht.

1.) In 30 ccm-Kleibädern wurden weitere Versuche zur Erforschung des Einflusses von W, Ni, Fe und Co in Vorhydrierkontakten durchgeführt. Jede der Versuchsreihen kann a) vom Kontakt 8376 ausgehend betrachtet werden.

2.) Bei allmählicher Verminderung des Wolframgehaltes im 8376 von 250 bis 0 g WO<sub>3</sub>/Ltr. nimmt die Hydrierwirkung in allmählich stärker werdenden Maße ab, bis sie beim wolframfreien Kontakt praktisch verschwunden ist. Die Fähigkeit der Kontakte zur Phenolreduktion ist viel weniger vom Wolframgehalt abhängig. Der Kontakt mit 10 g WO<sub>3</sub>/Ltr. (= 4 % des Wolframs im 8376) reduziert die Phenole noch sehr gut. Auch der völlig wolframfreie Kontakt reduziert noch über 90 % der im Steinkohleverflüssigungsmittel enthaltenen Phenole (1,2 % Phenole im B-Mittelöl). Die Stickstoffraffination ist wieder stärker vom Wolframgehalt abhängig. Schon bei dem Kontakt mit 150 g WO<sub>3</sub>/Ltr. (= 1 % des Wolframs im 8376) ist die Stickstoffraffination ungünstig (Benzol 13,6). Der wolframfreie Kontakt reduziert nur noch ca. 65 % der vorhandenen N-Verbindungen (Benzanzahl des B-Mittelöls 2350,0) (Tabelle I).

3.) Bei allmählicher Verminderung des Nickelgehaltes im 8376 nimmt die Hydrierwirkung der Kontakte im Gebiet 47 bis 20 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt nur sehr wenig (vom A.P. 49 auf 45) ab. Bei geringeren Nickelgehalten wird der Einfluß des Nickels auf die Hydrierwirkung dann rasch stärker. Im Gebiet 0-1 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt ist aber wieder praktisch kein Nickel-Einfluß festzustellen; dies kann so ge deutet werden, daß die ersten zusätzlichen Nickelmengen zum Tonerde-Wolfram nicht in ihrer typischen Nickelwirkung durch Bestandteile der wolframgetränkten Tonerde des aktiviert werden. Sobald diese Bestandteile durch Nickel abgesättigt sind, beginnt sich die typische Hydrierwirkung des Nickels bemerkbar zu machen. Untersuchungen hinsichtlich Phenol- und N-Raffination wurden bei dieser Versuchsreihe älteren Datums nicht durchgeführt (Tabelle II).

4.) Die Abhängigkeit der Hydrierwirkung von Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakten vom Wolfram- bzw. Nickelgehalt läßt erwarten, daß eine Steigerung des Wolframgehaltes im 8376 noch eine wesentliche Verbesserung der Hydrierwirkung bringen könnte, während eine Steigerung der Nickelmenge praktisch ohne Einfluß auf die Hydrierwirkung bleiben dürfte (Kurvenblatt I).

209001

5.) Bei allmählichem Ersatz des  $Ni_2O_3$  im Kontakt 8376 durch  $Co_2O_3$  nimmt die Hydrierwirkung sofort stark, dann weniger stark und gleichmäßig ab bis zur Zusammensetzung Tonerde - Wolfram + 2 g  $Ni_2O_3$  + 45 g  $Co_2O_3$ /Ltr.. Der Ersatz der letzten Prozente Ni durch Co bringt wieder eine Steigerung der Hydrierwirkung. Im Gebiet (45 g  $Ni_2O_3$  + 2 g  $Co_2O_3$ )/Ltr. bis (2 g  $Ni_2O_3$  + 45 g  $Co_2O_3$ ) pro Ltr. haben alle Kontakte geringere Hydrierwirkung als die entsprechenden kobaltfreien Kontakte gleichen Nickelgehaltes. Der gesamte Kurvenverlauf (Tabelle III und Kurvenblatt II) spricht für Desaktivierung von Nickel durch Kobalt und (im Gebiet 0 bis 2 g  $Ni_2O_3$ , 47 bis 45 g  $Co_2O_3$ ) von Kobalt durch Nickel. Sämtliche Kontakte dieser Reihe reduzieren sehr gut Phenole. Die N-Raffination wird mit zunehmendem Ersatz von Ni durch Co zwar schlechter, jedoch ist die Raffinationswirkung des nickel-freien Kontaktes mit 47 g  $Co_2O_3$ /Ltr. Kontakt immer noch recht erheblich, wenn sie auch für einen Vorhydrierkontakt unzureichend ist (Anilinptl ca. 40,0).

6.) Bei allmählichem Ersatz des  $Ni_2O_3$  im Kontakt 8376 durch  $Fe_2O_3$  nimmt die Hydrierwirkung im Gebiet (47 g  $Ni_2O_3$  + 0 g  $Fe_2O_3$ ) pro Ltr. Kontakt bis (45 g  $Ni_2O_3$  + 2 g  $Fe_2O_3$ )/Ltr. Kontakt über-raschenderweise zu. Bis zu (40 g  $Ni_2O_3$  + 7 g  $Fe_2O_3$ )/Ltr. Kontakt liegt die Hydrierwirkung noch über der der entsprechenden eisen-freien Kontakte gleichen Nickelgehaltes. Dies bedeutet, daß Eisen bis zu 7 g  $Fe_2O_3$ /Ltr. Kontakt im 8376 nicht schädlich, wahr-scheinlich sogar günstig für die Hydrierwirkung des Kontaktes ist. Bei weiterem Ersatz von Ni durch Fe nimmt die Hydrierwirkung dann ziemlich stark ab und liegt unter der der entsprechenden eisen-freien Kontakte gleichen Nickelgehaltes, was als Desaktivierung von Nickel durch viel Eisen zu deuten ist. Bei Ersatz von 33 g  $Ni_2O_3$  durch  $Fe_2O_3$  ist der Desaktiviereffekt ebenso groß wie bei Ersatz von Nickel durch Kobalt. Bei dem Vergleich des Tonerde - Wolfram - Kontaktes ohne Zusätze mit demselben Kontakt mit zusätzlich 47 g  $Fe_2O_3$ /Ltr. zeigt sich, daß das Eisen sogar den reinen Tonerde-Wolfram-Kontakt desaktiviert. Für eine Desaktivierung von viel Eisen durch wenig Nickel (entsprechend der beobachteten Desaktivierung von viel Kobalt durch wenig Nickel) liegen keine Anzeichen vor. Die Phenolraffinationsfähigkeit aller Kontakte dieser Reihe ist sehr gut. Die N-Raffination wird mit zunehmendem Ersatz von Ni durch Fe schlechter; der Einfluß des Ersatzes von Ni durch Fe ist hier wesentlich stärker als der Einfluß des Ersatzes von Ni durch Co. Sohn bei dem Kontakt mit (40 g  $Ni_2O_3$  + 7 g  $Fe_2O_3$ )/Ltr. Kontakt ist die N-Raffination nicht mehr als ausreichend für V.-hydrierkontakte anzusprechen, ob-gleich Hydrierwirkung und Phenolraffination sehr gut sind. Der eisen-freie Kontakt mit 47 g  $Fe_2O_3$ /Ltr. reduziert etwa 90 % der vorhandenen Phenole.

7.) Auf Grund dieser Versuche erscheint es aussichtsreich, Tonerde-W-Ni-Co-Kontakte mit viel Ni und wenig Kobalt für die Vorhydrierung eingehender zu prüfen, da diese Kontakte ausgezeichnet raffinierte Produkte liefern, auch wenn der Anilinpunkt einige Punkte tiefer als bei 7846 W 250 = 8376 liegt.

gemeinsam mit

Dr. Peters, Dr. v. Fünfer,  
Dr. Fürst, Dr. Wittmann.

gez. Günther

A: Art der Versuche.

Auf Grund der im Bericht 20 298 1 mitgeteilten Ergebnisse von Versuchen in Bleibadöfen wurden weitere Versuche durchgeführt.

Der Einfluß steigender W-Mengen im Tonerde-W-Ni-Kontakt wurde durch Prüfung von Kontaktten der Zusammensetzung  $8500 + X \text{ g } \text{WO}_3/\text{Ltr.} + 47 \text{ g } \text{Ni}_2\text{O}_3/\text{Ltr.}$ , geschwefelt ( $X = 0; 10; 20; 50; 100; 150; 200; 250$ ) festgestellt (Tabelle I).

Die Versuchsreihe 2a) des Berichtes 20 298 1 (Einfluß steigender Ni-Mengen in Tonerde-W-Ni-Kontakten) wurde durch zwei Versuche mit 1 bzw. 5 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3/\text{Ltr.}$  Kontakt ergänzt. Die Ergebnisse der vervollständigten Versuchsreihe gibt Tabelle II.

Auf Tabellen III und IV sind die Ergebnisse zweier Versuchsreihen wiedergegeben, bei denen, ausgehend vom Kontakt 8376 = 7846 W 250 (8500 + 253 g  $\text{WO}_3/\text{Ltr.} + 47 \text{ g } \text{Ni}_2\text{O}_3/\text{Ltr.}$ , geschwefelt), das  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  in zunehmendem Maße durch die gleiche Gewichtsmenge  $\text{Co}_2\text{O}_3$  bzw.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ersetzt wurde.

Alle diese Kontaktte wurden bei 250 st und 22,5 MV = 43400 zur Vorhydrierung von P 1271 (Scholvener A-Mittelöl) bei Durchsatz 0,8 eingesetzt.

B: Diskussion der Ergebnisse.

1.) Einfluß von W und Ni im Tonerde-W-Ni-Kontakt (Tabelle I und II, Kurvenblatt 1).

Für beide Versuchsreihen ist das Endglied der Kontakt 8376 (akt. Tonerde 8500 + 253 g  $\text{WO}_3/\text{Ltr.} + 47 \text{ g } \text{Ni}_2\text{O}_3/\text{Ltr.}$ , schwefelt).

a) Einfluß des Wolframgehaltes.

Das Ausgangsprodukt (Scholvener Steinkohleverflüssigungsmittelöl) hat Anilinpunkt -200°, 15 % Phenole und Basenzahl ca. 8 °C. Der wolframfreie Kontakt mit 47 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3/\text{Ltr.}$  hydriert sehr gut auf, die Phenole werden aber schon zu über 90 %, die Basenzahl um 65 % reduziert. Mit zunehmendem Wolframgehalt nimmt die Hydrierwirkung zuerst relativ stark, später allmählich schwächer zu. Die Phenolreduktion wird schon bei Zusatz von 10 g  $\text{WO}_3/\text{Ltr.}$  (= ca. 1/5 der Gewichtsmenge  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  auf dem Kontakt) sehr gut. Die Basenzahl hingegen ist hierbei noch sehr schlecht und erreicht erst bei 200 g  $\text{WO}_3/\text{Ltr.}$  Kontakt Werke, die eine gute Benzinerbarkeit der B-Produkte erwarten lassen. Dabei beträgt der Anilinpunkt des B-Produktes ca. 45°. Der Verlauf der Anilinpunktskurve läßt erwarten, daß durch mehr als 200 g  $\text{WO}_3/\text{Ltr.}$  Kontakt noch eine beträchtliche Steigerung der Hydrierwirkung der Kontaktte zu erreichen ist. Die Ergebnisse der Versuche bestätigen die Meinung, daß bei Verwendung derartiger

Kontakte für Vorhydrierung von St. in Kohleverflüssigung mindestens auf B-Mittelöl-Anilinpunkt 45 hingearbeitet werden muß, um gut benzinierbare Produkte zu erhalten.

b) Einfluß des Nickelgehaltes.

Der nickelfreie Kontakt mit 250 g WO<sub>3</sub>/Ltr. hydriert ebenfalls nur schwach. Durch Zusatz von 1 % Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> steigt die Hydrierwirkung vorerst kaum an, bei Zugabe von weiterem Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aber dann sehr stark. Schon bei 5 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt (= ca. 1/10 der Menge auf dem S376) wird Anilinpunkt 15 erreicht. Von da an steigt die Hydrierwirkung durch Zusatz weiter. Nickelmengen nur mehr schwach an. Der Verlauf der Kurve lässt erwarten, daß bei größeren Nickelmengen, als sie im S376 enthalten sind, (47 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr.), keine wesentliche Steigerung der Hydrierwirkung mehr auftreten dürfte. Raffinationswerte liegen nur bei wenigen Versuchen vor, da die meisten Versuche dieser Reihe älteren Datums sind. Nach den wenigen Werten ist anzunehmen, daß ähnliche Phenol-A.P.- bzw. Basenzahl-A.P.-Relationen bestehen wie bei der Versuchsserie I mit konstantem Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und variablem WO<sub>3</sub>-Gehalt der Kontakte. Der Verlauf der Kurve mit variablem Nickelgehalt zwischen 0 und 2 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt kann vielleicht so gedeutet werden, daß die ersten zugesetzten Ni-Mengen irgendwie mit Kontaktbestandteilen reagieren und dadurch ihre Hydrierwirkung verlieren. Sobald genügend Nickel zugesetzt ist, um diese Reaktion abzusättigen, kann weit res zugesetztes Nickel seine typische Hydrierwirkung entfalten.

2.) Einfluß des Ersatzes von Ni im S376 durch Co oder Fe.

a) Ersatz des Nickels durch Kobalt. Vgl. gestrichelte Kurve auf Kurvenblatt II.

Ersetzt man im Kontakt S376 das Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> allmählich durch Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, so zeigt sich schon bei Ersatz von 2 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt (= ca. 4 % des gesamten Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> auf dem Kontakt) ein starker Abfall der Hydrierwirkung. Im weiteren Verlauf des Ersatzes sinkt dann die Hydrierwirkung gleichmäßig ab. Kurz vor dem völligen Ersatz des Nickels durch Kobalt wird dann ein Minimum der Hydrierwirkung durchschritten, das schätzungsweise bei einem Nickel-Kobaltsverhältnis 1 : 25 liegen dürfte. Der vollständig nickelfreie Kontakt hat also wieder eine etwas bessere Hydrieraktivität als Kontakt mit sehr wenig Ni und viel Kobalt. Der Verlauf der Kurve ist vermutlich so zu deuten, daß sowohl Kobalt durch geringe Mengen Nickel als auch Nickel durch geringe Mengen Kobalt deutlich deaktiviert werden. Noch deutlicher wird dies im Vergleich der Ni-Co-Mischkontakte auf Tonerde-Wolframbasis mit den entsprechenden kobaltfreien Kontakten gleichen Nickelgehaltes (ausgesogene Kurve auf Kurvenblatt II). Bei allen Kontakten zwischen 1,5 und 45 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt bedingt Zusatz von Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> von 45,5 bis 2 % eine starke Abnahme der Hydrierwirkung, die eine Senkung des B-Mittelöl-Anilinpunkts bis zu 25 Punkten bewirkt. Im Gebiet der Kontakte mit 0 - 1,5 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt bei Zusatz von 45,5 bis 47 g Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. Kontakt wird die Deaktivierung des Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> durch die Wirkung des Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> überkompensiert.

Bei den Raffinationsergebnissen der Versuche mit den Co-Ni-Mischkontakte (vgl. Tabelle III) zeigte sich, daß schon dernickelfreie Kontakt mit 47 g  $\text{Co}_2\text{O}_3$ /Ltr. die Phenole sehr gut reduziert, ebenso die Kontakte, die Ni und Co gleichzeitig enthalten. Weiterhin reduziert der nickelfreie Tonerde-W-Co-Kontakt auf schon die N-Verbindungen ziemlich stark, wenn auch nicht so gut, daß man auf diesem Wege benzinierbares Mittelöl herstellen könnte. Mit steigendem Nickel- (und abnehmendem Kobalt-) Gehalt der Kontakte macht sich die Raffinationswirkung des Nickels mehr und mehr bemerkbar, und schon mit dem Kontakt mit 20 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  und 27 g  $\text{Co}_2\text{O}_3$ /Ltr. Kontakt werden recht gute Basenzahlen erhalten. Für die Desaktivierung von Ni durch Co oder von Co durch Ni, wie sie bei der Hydrierwirkung festgestellt wurde, liegen bei der Raffinationswirkung keine Anzeichen vor.

b) Ersatz des Nickels durch Eisen. Vgl. Strich-Punktkurve auf Kurvenblatt II.

Ersetzt man im Kontakt 8376 das  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  allmählich durch  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , so zeigt sich ein ganz anderer Einfluß auf die Hydrierwirkung wie beim Kobalt. Ersatz von 0-8 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ /Ltr. Kontakt (= 0 - 17 % des gesamten Nickels) durch  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  verursacht mindestens keine Schädigung der Hydrierwirkung der Kontakte, sondern bringt anscheinend sogar eine geringe Steigerung derselben, wie aus dem Vergleich mit den entsprechenden eisenfreien Kontakten gleichen Nickelgehalts (ausgezogene Kurve auf Kurvenblatt II) hervorgeht. Bei weiterem Ersatz des Nickels durch Eisen zeigt sich dann aber doch eine stärkere Abnahme der Hydrierwirkung und, wiederum im Vergleich zu den entsprechenden eisenfreien Kontakten gleichen Nickelgehaltes, eine allmählich stärker werdende Desaktivierung des Nickels durch Eisen. Bei Ersatz von 33 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ /Ltr. Kontakt (= 70 % des gesamten Nickels) durch  $\text{Co}_2\text{O}_3$  oder  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sind die Desaktivierungseffekte gleich, bei noch höherem Ersatz überwiegt dann die desaktivierende Wirkung von Eisen die des Kobalts. Der Verlauf der Eisen-Nickel-Kurve im Gebiet viel Eisen und sehr wenig Nickel läßt keine Desaktivierung von Eisen durch Nickel (entsprechend der beobachteten des Kobalts durch Nickel) erkennen.

Die Raffinationsergebnisse der Versuche mit den Kontakten 8500 + 253 g  $\text{WO}_3$ /Ltr. + 47 g ( $\text{Ni}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )/Ltr. (vgl. Tabelle IV) zeigen qualitativ dasselbe Bild wie bei den entsprechenden Kontakten mit 47 g ( $\text{Ni}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Co}_2\text{O}_3$ )/Ltr.. Schon der nickelfreie Kontakt reduziert die Phenole sehr gut, ebenso alle Ni-Fa-Nikontakte. Die Basenzahlen werden mit zunehmendem Ersatz von Ni durch Fe im wesentlich stärkerem Maße höher als bei Ersatz von Ni durch Co. Schon der Kontakt mit 40 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  und 7 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ /pro Ltr. zeigt mit Basenzahlen 12,6 bzw. 15,1 eine für Vorhydrierkontakte ungenügende Raffination. Basenzahlen der entsprechenden eisenfreien Kontakte gleichen Nickelgehalts (Tabelle II) liegen leider nicht vor, jedoch ist anzunehmen, daß diese Kontakte mindestens im Gebiet 20-40 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ /Ltr. bessere Basenzahlen ergeben als die entsprechenden Kontakte mit zusätzlichem  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Dies würde also bedeuten, daß resultierendes Eisen desaktivierend auf die Stickstoffraff. Fähigkeit von Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakten wirkt, jedoch wären zur Klärung dieser Frage weitere Versuche notwendig.

Tabelle I.  
Einfluß steigender W-Mengen in Tonerde-W-Ni-Kontakten  
8500 + X g WO<sub>3</sub>/Ltr. + 17 g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. geschwefelt.

X	K.No.	Vers. No.	Schutt- gewicht Kontakt	Anfall		B-Mittelöl			Bemerk.
				S.G.	A.P.	%-180	A.P.	Phenole	
0	8831	527	0,53	917	-7,0	13	-10,0	1,22	2850,0
10	8832	528	0,65	896	+5,0	17	+4,0	0,07	330,0
20	8841	537	0,68	885	12,5	21	12,0	0,06	126,0
50	8842	538	0,63	880	20,0	--	--	--	verunglückt
100	8843	539	0,68	874	26,0	20	26,0	0,04	77,0
150	8852	542	0,72	858	41,5	21	42,0	0,06	13,6
200	8853	543	0,77	854	44,5	21	45,0	0,03	4,6
253	8854	544	0,73	850	48,0	21	49,0	0,03	1,9

Tabelle II.  
Einfluß steigender Ni-Mengen in Tonerde-W-Ni-Kontakten  
8500 + 253 g WO<sub>3</sub>/Ltr. + y g Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ltr. geschwefelt.

y	K.No.	Vers. No.	Schutt- gewicht Kontakt	Anfall		B-Mittelöl			Bemerk.
				S.B.	A.P.	%-180	A.P.	Phenole	
0	8564	187 <sup>1)</sup>	0,72	894	+2,0	--	--	--	--
1	8555	546	0,67	896	+4,0	18	+3,5	1,81	--
3	8556	547	0,67	868	30,0	22	30,0	0,04	52,0
3	8556	574	0,66	876	23,0	23	22,0	0,03	34,9
10	8563	204 <sup>1)</sup>	0,80	860	40,0	--	--	--	--
20	8551	180 <sup>1)</sup>	0,80	852	45,0	--	--	--	--
25	8552	194 <sup>1)</sup>	0,67	852	45,0	--	--	--	--
30	8550	195 <sup>1)</sup>	0,80	850	46,0	--	--	--	--
40	8549	203 <sup>1)</sup>	0,77	856	41,5	--	--	--	--
47	8576		0,73	848	49,0	22	49,0	0,02	3,0

Tabelle III.

Einfluß des Ersatzes von Nickel durch Kobalt im 8376 + 7846 W 250  
 8500 + 253 g  $\text{NO}_3$ /Ltr. + X g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ /Ltr. + (47 - X) g  $\text{Co}_2\text{O}_3$ /Ltr.  
 geschoffelt.

X	K.Nr.	Verg.-No.	Schüttgewicht Kontakt	Anfall			B-Mittelöl			Bemerk.
				S.G.	A.P.	%-180	A.P.	Phenole	Bas.Z	
47	8376 1)	549	0,73	845	45,0	23	47,0	0,01	ca. 3,0	1) J 210
45	8864	551	0,70	850	41,5	23	42,5	0,01	0,6	
40	8865	552	0,90	854	57,5	24	38,5	0,02	6,0	
50	8866	553	0,73	862	30,0	25	31,0	0,01	8,7	
20	8867	555	0,83	864	23,0	23	30,5	0,03	5,8	
10	8868	556	0,77	877	13,5	23	15,0	0,04	47,3	
2	8873	557	0,80	888	+1,5	21	+5,5	0,32	26,2	
2	8873	570	0,80	887	+5,0	23	+7,0	0,02	33,6	
0	8874	558	0,97	891	12,0	21	11,5	0,04		
0	8874	571	0,87	885	11,0	24	11,5	0,02	40,1	

Tabelle IV.

Einfluß des Ersatzes von Nickel durch Eisen im 8376 + 7846 W 250  
 8500 + 253 g  $\text{NO}_3$ /Ltr. + X g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ /Ltr. + (47 - X) g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ /Ltr.  
 geschoffelt.

X	K.Nr.	Verg.-No.	Schüttgewicht Kontakt	Anfall			B-Mittelöl			Bemerk.
				S.G.	A.P.	%-180	A.P.	Phenole	Bas.Z	
47	8376 1)	560	0,83	846	45,5	25	46,0	0,01	3,4	
47	8376 1)	575	0,80	850	48,0	23	49,0	0,02	5,6	1) J 218
45	8875	561	0,63	842	49,0	26	49,5	0,03	4,3	
45	8875	576	0,95	843	50,0	25	51,0	0,02	9,9	
40	8876	562	0,83	842	48,0	25	48,5	0,01	12,6	
30	8876	577	0,83	845	48,0	24	49,0	0,03	15,1	
30	8877	564	0,80	850	40,5	25	41,0	0,03	16,0	
20	8885	565	0,80	865	28,0	23	28,5	0,02	39,4	
10	8886	566	0,77	883	+9,0	22	10,0	0,03	86,6	
2	8887	567	0,70	899	-5,5	21	-6,0	0,02	454,0	
2	8887	578	0,70	900	-3,0	18	-4,0	0,04	431,5	
0	8888	569	0,70	898	-4,5	21	-5,0	0,07	790,0	
0	8888	579	0,70	902	-5,0	19	-6,0	0,05	663,1	

Entwurf eines Meeresbahn-Programms in sechs Monaten fortlaufend

Meisterkunst

**Chemische Industrie Aktiengesellschaft**  
Widenshafen a. Rhein

Zeichnung A 4 (30 x 20 cm)

O Wulfrath - Münster  
X Niederrhein - Jülich

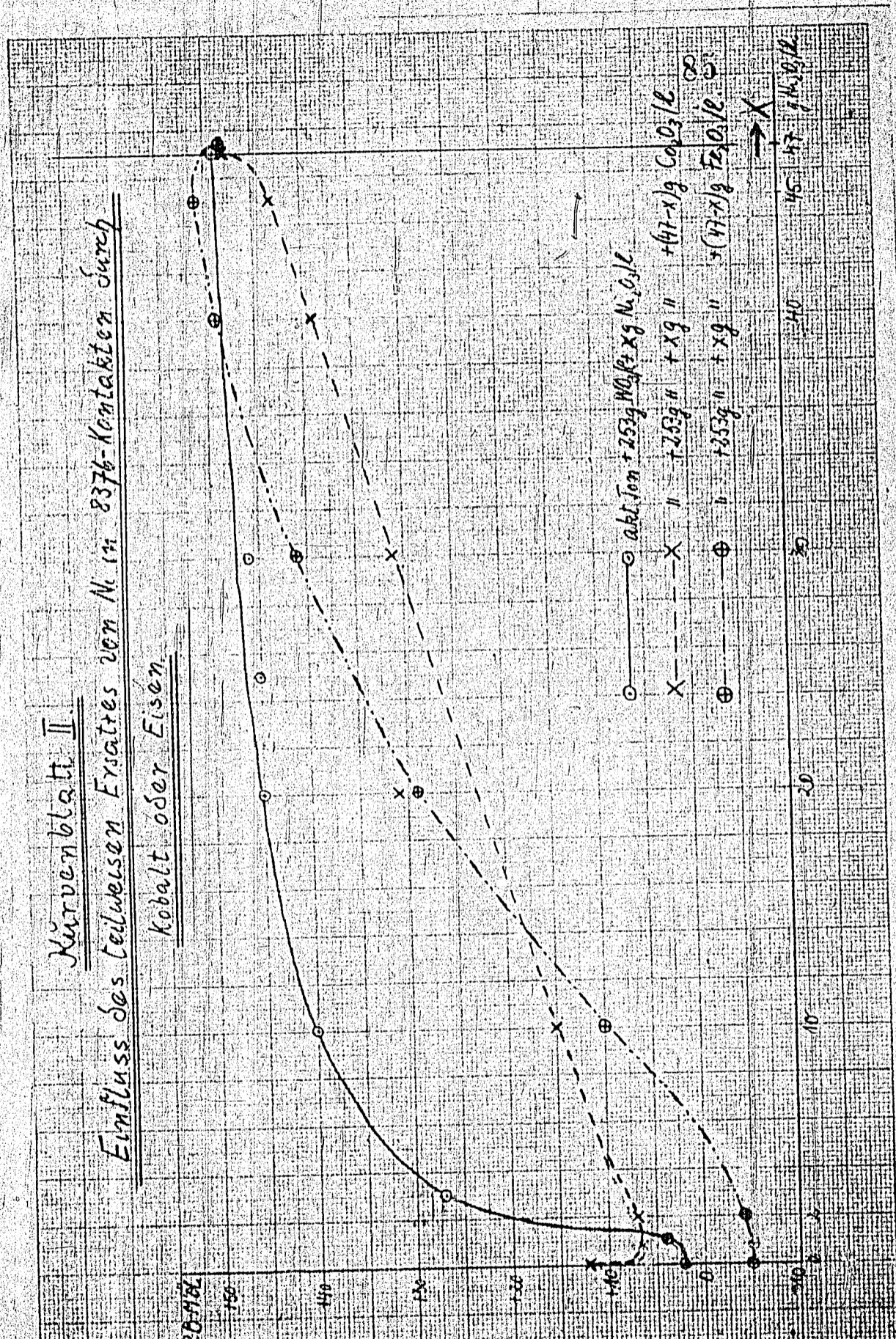
100 120 140 160 180 200 220 240 260 280 300 320 340 360 380 400 420 440 460 480 500 520 540 560 580 600 620 640 660 680 700 720 740 760 780 800 820 840 860 880 900 920 940 960 980 1000

Kürtzenblatt II.  
Einfluss des Tellurzinn-Ersatzes von Ni im 8376-Kontakteisen durch  
Kobalt oder Eisen.

 Deutsche Akkumulator Aktiengesellschaft  
LKW-Akkumulatoren n. Rhumb.

Ott-Tafel A 4 T (210 x 50 mm)

Günther, 19.11.42



TITLE PAGE

19. Unsere Versorgung mit flüssigen Brennstoffen.  
Our supply of liquid fuels.

Frame Nos. 86 - 104

Hochdruckversuche

b 2 allgemein

23. November 1938 RKM/Bz.

Übersetzung aus

"Teknisk Tidskrift", 68. Jahrgang, 1938

86

Abt. Automobil- und Motortechnik, Heft 7, Seite 49-53.

Zivil-Ingenieur Alfred Billberg:

Unsere Versorgung mit flüssigen Brennstoffen.

Aus dem vorläufigen Bericht des Brennölauschusses  
der Ingenieurwissenschaftsakademie.

Im Anschluss an ein Schreiben Sr. Majestät vom 25. Juni 1937  
setzte die Ingenieurwissenschaftsakademie einen Ausschuss ein zur  
Ausarbeitung eines Berichtes über bekannte Methoden zur Herstellung  
synthetischer Motorbrennstoffe und zur Abgabe einer Ausserung über  
diesen Gegenstand.

Der betreffende Ausschuss hat kürzlich einen besonders  
interessanten vorläufigen Bericht über die bisher erzielten Ergebnisse  
der umfassenden Untersuchungen des Ausschusses abgegeben und "Teknisk  
Tidskrift" ist in der Lage, ein Referat über den in mehrerer Hinsicht  
wichtigen Bericht zu liefern.

Einleitend betont der Ausschuss, dass er es wünschenswert  
gefunden habe, schon im jetzigen Stadium der Untersuchungen einen  
vorläufigen Bericht vorzulegen, da es angebracht erscheint, gewisse  
Versuche sofort in Gang zu setzen, um es überhaupt möglich zu machen,  
definitiv zu einem Teil der Fragen Stellung zu nehmen, die der Gegen-  
stand in sich schliesst. Es handelt sich hierbei besonders um einige  
neue Aufgaben, teils auf dem Torf-Gebiet, teils auf dem Alkohol-  
Gebiet.

Hochdruckversuche

- 2 -

87

Synthesemethode nach Fischer-Tropsch.

Diese Methode besteht in einer Umwandlung eines Gemisches von Kohlenoxyd und Wasserstoff in Gegenwart von Katalysatoren in Benzin und andere flüssige Brennstoffe. Das Verfahren ist bisher bei gewöhnlichem Druck und einer Temperatur von ca. 200° ausgeführt worden, aber in Zukunft soll ein gewisser Überdruck (offenbar ca. 10 Atm.) zur Anwendung kommen.

Die Methode hat im Ausland eine sehr grosse Anwendung gefunden. So findet sich z.Zt. in Deutschland angeblich eine Herstellungskapazität, die etwa 400 000 t/Jahr entspricht. Ferner wird angegeben, dass ähnliche Anlagen im Bau oder im Entwurf sind in Frankreich, Südafrika und der Mandchurie.

Die Methode kann angeblich nicht zweckmäßig technisch ausgenutzt werden in kleineren Fabrikeinheiten als für ca. 25 000 t Benzin und Ölprodukte pro Jahr.

Die Anwendbarkeit der Fischer-Tropsch-Methode für verschiedene Rohstoffe.

Die Gasmischung von Kohlenoxyd und Wasserstoff, die das Ausgangsmaterial für die Benzinsynthese nach Fischer-Tropsch ist, wird durch Vergasung fester Brennstoffe in besonderen Gasgeneratoren hergestellt, die von verschiedener Ausführung sein können je nach der Art des Rohstoffes usw. So kann dieses sogenannte Synthesegas aus Koks in gewöhnlichen Wassergasgeneratoren oder auch aus Steinkohlen oder Braunkohlen, Torf oder Holz hergestellt werden, wobei jedoch im letzteren Falle besonders komplizierte und kostspielige Generatorkonstruktionen zur Anwendung kommen müssen. Für die Herstellung von solchem Synthesegas in unserem Land dürfte Torf oder Holz in Frage kommen können oder auch Holzkohle, sowie auf elektrolytischem Wege hergestellter Wasserstoff.

-3-

## Hochdruck-Dorf.

88

- 3 -

Es sind Berechnungen ausgeführt worden für die Herstellung von Benzin nach der Methode Fischer-Tropsch mit Torf-Briketts, Holz bzw. Holzkohle als Ausgangsmaterial. Ein Vergleich zeigt, dass eine auf Torf-Briketts gegründete Fabrikation sich am günstigsten stellen würde, während Holzkohle ein so kostspieliges Ausgangsmaterial darzustellen scheint, dass man zu einem Benzin von unmöglich hohem Preis kommen würde. Die Anwendung von elektrolytischem Wasserstoff oder Holzkohle scheint noch höhere Fabrikationskosten zu ergeben.

Die Methode Fischer-Tropsch kann sowohl für die Herstellung von Benzin wie von anderen Brenn- oder Motorölsorten, sowie von Paraffin- oder Schmierölen angewandt werden. Es hat sich jedoch gezeigt, dass das primär gewonnene Benzin eine so niedrige Oktanzahl hat, dass ein besonders nachfolgender Veredlungsprozess ("Kracken") angewandt werden muss, um in dieser Hinsicht die Qualität zu verbessern. Für gewöhnliche Benzinmotoren dürfte das Produkt jedoch auch ohne solche Veredlung angewandt werden können.

### Druckhydrierung nach Methode Bergius-I.G.

Diese Methode ist dadurch gekennzeichnet, dass man einen festen oder flüssigen Brennstoff durch Erhitzen unter starken Druck Wasserstoff aufnehmen lässt mit Hilfe von Katalysatoren. Die Temperatur, die gewöhnlich angewandt wird, beträgt  $400-500^{\circ}$  und der Druck  $200-300 \text{ kg/cm}^2$ . Hierbei unterscheidet man zwischen der sogenannten Sumpfhydrierung, worunter Hydrierung in flüssigem Medium verstanden wird, und Hydrierung im Gaszustand. Wie noch gezeigt werden wird, ist die Hydrierung nur im Gaszustand erheblich einfacher als die andere Methode, aber es können nur Öle mit relativ niedrigem Siedepunkt (unter  $325^{\circ}$ ) allein im Gaszustand hydriert werden. Bei Hydrierung von festen Brennstoffen oder hochsiedenden Ölen wird eine Hydrierungsmethode

in 2 Stufen angewandt, die gekennzeichnet ist durch eine erste Superphase-Hydrierung und eine nachfolgende Gashydrierung. Nach dieser Methode kann man, wie angegeben wird, sowohl Benzin wie Motoren- und Kesselbrennöle von verschiedener Art, sowie Schmieröle herstellen. Besonders geeignet scheint die Methode zu sein zur Herstellung von Benzin für Flugzwecke mit hoher Oktanzahl.

Es sind verschiedene Ausführungsformen der Methode entwickelt worden, die jedoch nach Ansicht des Ausschusses in diesem Zusammenhang nicht unbedingt behandelt werden müssen.

Obwohl die Bergius-IG-Methode nur wenige Jahre im Betrieb ist, werden schon jetzt sehr bedeutende Mengen Benzin und Öl auf diese Weise gewonnen. Insbesondere hat sie grosse Anwendung in Deutschland gefunden; eine grosse Fabrik ist in England in Betrieb, andere in USA und in Frankreich. In Japan, Italien u.a. Ländern sind Fabriken im Bau oder in Planung. Nach Informationen, die der Ausschuss erhalten hat, dürfte die gesamte Fabrikationskapazität bei den im Gang befindlichen Anlagen im Jahre 1937 ungefähr 1 400 000 t erreicht haben. Es wird jedoch angegeben, dass sie in starkem Ansteigen begriffen sei. Für 1940 wird berechnet, dass die Fabrikation ca. 3 000 000 t erreichen soll.

Die Methode hat ferner eine gewisse Anwendung bei Pflanzeraffinerien in Amerika und anderweitig gefunden für die Herstellung von Spezialbrennstoffen mit hoher Oktanzahl.

Die Anwendbarkeit der Bergius-IG-Methode für verschiedene Rohstoffe.

Im Ausland wird als Rohstoff, soweit es sich um feste Brennstoffe handelt, praktisch nur Stein- und Braunkohle verwendet. Für unser Land, dem diese beiden fossilen Brennstoffarten praktisch vollkommen fehlen, dürfte nur Holz und Torf in Frage kommen. Die Steinkohlenvorräte in Augenblicken für die dortige Industrie und den

Vorbrauch in der nächsten Umgebung beansprucht, und diese Steinkohle ist außerdem zum grössten Teil so stark aschehaltig, dass eine Anwendung für Hydrierung kaum empfohlen werden kann.

Die Versuche, die bisher mit Hydrierung von Holz oder Torf ausgeführt worden sind, sind nur in verhältnismässig kleinem Maßstab unternommen worden, sodass eine genauere Beurteilung der Durchführbarkeit der Methode mit derartigen Rohstoffen noch kaum im Praxi kommen kann. Sowohl Holz wie Torf sind jedoch insofern weniger geeignet für Hydrierung, als der Sauerstoffgehalt viel höher und der Kohlenstoffgehalt entsprechend niedriger ist als bei Steinkohle oder Braunkohle. Der Verbrauch an Holz oder Torf wird daher sehr gross, berichtet auf 100 gleiche volle fertige Produkte.

Die zuständigen Lizenzgeber raten ab von der Errichtung von Hydrierungsanlagen für feste Brennstoffe von geringerer Grösse als ungefähr 100 000 t Benzin und Ole pro Jahr. Bei Anwendung von Holz würde dieses Öl quantitativ wahrscheinlich 3 000 000 m<sup>3</sup> Holz entsprechen. Die Bedeutung dieser Zahl ergibt sich daraus, dass sie der Fabrikation von ca. 430 000 t Zellulosemasse entspricht, d.h.ca. 10% der schwedischen Gesamtfabrikation von 1936, oder etwa 3 mal so viel wie die Kapazität der grössten schwedischen Zellulose-Fabrik.

Der Ausschuss glaubt, z.Zt. noch kein Gutachten darüber abgeben zu können, inwieweit es praktisch möglich ist, innerhalb einer annehmbaren Zeit so bedeutende Holzmengen an einen für eine solche Fabrikation geeigneten Platz zu bringen.

Der Ausschuss hat Berechnungen durchgeführt über die Herstellungskosten für Benzin sowohl nach Methode Bergius-i.G. wie nach Methode Fischer-Tropsch bei Anwendung verschiedener Rohstoffe. Mit Rücksicht auf die Informationsstellen ist der Ausschuss zu der Ansicht gelangt, dass Einzelheiten der betreffenden Berechnungen nicht

voröffentlicht werden können.

Zusammenfassung bezüglich fester Rohstoffe.

Die von dem Ausschuss ausgeführten Berechnungen für die Methode Bergius-IG. einerseits und das Verfahren Fischer-Tropsch andererseits zeigen, dass die Anwendung dieser Methoden für solche feste Rohstoffe, die bei uns zur Verfügung stehen, sehr kostspielige Anlagen erfordern und sehr hohe Fabrikationskosten bedingen würde.. Für eine Anlage, die einer Fabrikation von 100 000 t Benzin pro Jahr entspricht, dürften nämlich die Anlagekosten 125-160 Mill.Kronen erreichen und die Herstellungskosten 26-46 Öre/Ltr. Benzin.

Die Schwankungen in den Anlage- und Fabrikationskosten beruhen vor allem auf der Art des Rohstoffes. Wie aus dem vorstehenden sich ergibt, scheint Torf sich sowohl bei der Bergius-IG. wie bei der Fischer-Tropsch-Methode am günstigsten zu stellen.

Anwendung der Bergius-IG-Methode auf flüssige Rohstoffe.

Die Bergius-IG-Methode hat weitgehende Anwendung gefunden für die Hydrierung von Ölen und Teeren. In Deutschland dürfte ungefähr die Hälfte der gegenwärtigen Fabrikation nach dieser Methode auf Steinkohlen- und Braunkohlenteer als Rohstoff beruhen. Eine der Fabriken, die für die Errichtung in Italien geplant sind, ist auf albanisches Öl gegründet.

Auch in Schweden finden sich einige, wenn auch ziemlich begrenzte Vorräte an gewissen flüssigen Rohstoffen, die für eine solche Hydrierung verwendet werden könnten, wie Steinkohlenteer, Generatorteer und Holzteer.

Ferner kann man, wie noch gezeigt werden wird, an die Möglichkeit denken, Teer durch Tieftemperaturdestillation von Torf herzustellen.

Da sämtliche Teere der erwähnten Art bei der Destillation bedeutende Mengen an Produkten liefern, die oberhalb  $325^{\circ}$  sieden, muss man, um diese ohne weiteres für die Hydrierung zu benutzen, die sogenannte Sumpfhydrierung anwenden. Man kann jedoch durch Destillation die unter  $325^{\circ}$  siedenden Produkte abtrennen und diese dann in Gasform hydrieren. Eine Anlage für eine solche Hydrierung niedriger siedender Teerdestillationsprodukte kann in erheblich kleinerem Maßstab ausgeführt werden als wenn es sich um die Hydrierung fester Brennstoffe handelt, wobei sowohl die Betriebs- wie die Anlagekosten viel niedriger sind.

Aus den Untersuchungen, die der Ausschuss bezüglich der Möglichkeiten der Gewinnung von Torftee angestellt hat und auf die später näher einzugehen ist, ergibt sich, dass man unter bestimmten Verhältnissen anscheinend mit einem so niedrigen Preis für Torftee rechnen kann, sofern der gleichzeitig gewonnene Torfkoks zu sonst normalem Kekspreis abgesetzt werden kann, dass die Hydrierung eines solchen Torftees sich verhältnismässig günstig stellen zu können scheint. Der Ausschuss hat daher geglaubt, besondere Aufmerksamkeit auf die Möglichkeiten der Herstellung von Benzin richten zu sollen, die die Hydrierung von Torftee zu bieten scheint.

Es ist jedoch nicht möglich, solche Berechnungen bezüglich der Hydrierung von Torftee anzustellen, ohne dass zunächst recht umfangreiche Versuche sowie auf diese gegründete technische und wirtschaftliche Untersuchungen angestellt werden.

Im Anschluss an die Informationen bezüglich der Hydrierung von Braunkohletee, die dem Ausschuss zur Verfügung standen, scheint es, als ob eine Fabrik für eine jährliche Produktion von 25 000 t Benzin aus Torftee Anlagekosten von höchstens 10-15 Mill. Kronen erfordern würde.

Die Torffrage.

Wenn der Ausschuss im vorstehenden die Anwendung von Torf bzw. Torftee für Hydrierungszwecke vorgesehen hat, so geht dies darauf zurück, dass in letzter Zeit eine neue Torfgewinnungsmethode entwickelt worden ist, die das Torfproblem in ein neues Licht setzt. Dieses Verfahren, die sogenannte Poco-Methode, geht darauf hinaus, dass eine sehr dünne Torfschicht mit besonderen Maschinen vom Boden abgefräst und auf eine poröse Schicht über der Bewachsung gelegt wird. Diese Schicht trocknet dann unter der Einwirkung der Luft in ganz kurzer Zeit von einem Wassergehalt von 90-95% auf ca. 50% aus. Durch sinnreiche Maschinen wird dieser luftgetrocknete Torf zusammengeführt und zur Fabrik transportiert, wo er mit einem neuen wärme-sparenden System weiter auf ca. 12% Wassergehalt getrocknet wird. Dieses getrocknete Produkt wird dann einer üblichen Brikettierung unterworfen, wobei sich als Endprodukt ein harter, fester und relativ schwerer Brennstoff mit einem effektiven Heizwert von ca. 4500 kcal/kg ergibt. Diese Briketts würden als ein geeigneter Rohstoff in Betracht kommen für die Herstellung von Synthesegas zur Benzingewinnung nach Fischer-Tropsch. Für Sumpfhydrierung nach Bergius-IG. könnte unbrikettiertes getrocknetes Torfpulver angewandt werden, und für verschiedene Heizzwecke, z.B. Energiegewinnung von Dampfkesseln, ist der luftgetrocknete Fries-Torf ein ausgezeichneter Brennstoff.

Die Poco-Methode wird von einem Werk in Irland mit einer Kapazität von ca. 50 000 t Briketts/Jahr angewandt, und seit ein paar Jahren in einer Fabrik auf Jütland mit einer Kapazität von über 20 000 t/Jahr. Ausserdem sind, wie angegeben wird, für 2 Fabriken von je 30 000 t anderweitig Abschlüsse getroffen worden und mit gewissen anderen Ländern sollen Unterhandlungen im Gange sein.

Das Verfahren wird von der Poco Ltd., London verwaltet.

3.) Von grossem Interesse ist, wie erwähnt, die Möglichkeit, flüssige Brennstoffe aus Torfbriketts dadurch zu erhalten, dass daraus zuerst Torfteer gewonnen und dieser dann weiterverarbeitet wird. Dies kann entweder durch Destillation, evtl. zusammen mit Kracken, oder durch Hydrierung nach dem Bergius-I.G.-Verfahren geschehen, wobei Benzin und Öle erhalten werden.

Raffination allein durch Destillation und Kracken dürfte nach den in Deutschland gewonnenen Erfahrungen aus der Raffination des ähnlichen Braunkohlenteeres verhältnismässig einfach sein und auch nicht besonders teuer in Anlage und Betrieb. Bestriglich Hydrierung von Torfteer nach der Methode Bergius-I.G. wird auf das früher erwähnte verwiesen.

Torfteer dürfte z.Zt. kaum in industriellem Maßstab hergestellt werden, aber aus einem ausgeführten Versuch in halbtechnischem Maßstab geht hervor, dass solcher Teer ohne Schwierigkeiten durch Tieftemperaturdestillation (Schwelung) auf etwa gleiche Weise erhalten werden kann wie man aus Braunkohle Braunkohleteer gewinnt. In Deutschland hat die letztere Fabrikation sehr grossen Umfang. Man kann die Produktion flüssiger Brennstoffe auf diesem Wege auf ca. 400.000 t/Jahr schätzen. Bei einer solchen Tieftemperaturdestillation wird teils Koks, teils Teer erhalten. Der Koks ist von relativ hohem spezifischen Gewicht und dürfte wahrscheinlich statt Gaskoks in Kesseln und möglicherweise zu metallurgischen Zwecken angewandt werden können. Für die Herstellung von Synthesegas nach der Fischer-Tropsch-Methode ist der Koks ohne Zweifel ein ausgesuchter Rohstoff. Das Material dürfte weiter aufgrund seines geringen Aschegehaltes und hohen Volumengewichtes besonders geeignet sein für den Generatorbetrieb von Motorfahrzeugen. Da bisher in unserem Land nur kleinere Versuche über die Trocken-Destillation von Torf ausgeführt sind, kann der Ausschluss sich natürlich im gegenwärtigen Stadium der

Herstellungskosten:

Die Berechnungen der verwendenden Firmen sind eingehend nach den Verhältnissen in unserem Land geprüft worden, wobei sich folgende Fabrikationskosten ergeben haben:

	<u>Kronen/t</u>
Luftgetrockneter Frisch-Torf mit 50% Wassergehalt und einem Heizwert von ca. 2500 kcal	3,-
Torfpulver mit 10-12% Wassergehalt und einem Heizwert von 4500 kcal	11,-
Torfbriketts mit einem Heizwert von 4500 kcal	14,-

Im Herstellungspreis sind gewisse Kosten für die Bewachung eingerechnet.

Das Verfahren hat in Fachkreisen starkes Aufsehen erregt und dürfte für unser Land von grossem Interesse sein, nicht nur vom Gesichtspunkt der Ölherstellung aus, sondern auch als eine mögliche Methode, im Inland zu einem wirtschaftlichen Preis feste Brennstoffe zu gewinnen, was besonders im Falle einer Absperrung von allergrößter Bedeutung werden kann.

Möglichkeiten der Herstellung flüssiger Brennstoffe aus Torf.

Bemüglich der Möglichkeiten, mit Torf als Ausgangsmaterial flüssige Brennstoffe herzustellen, ergibt sich aus dem vorstehenden, dass man die Wahl zwischen 3 Wegen hat:

- 1.) Nach dem Fischer-Tropsch-Verfahren können Benzin und Öle hergestellt werden dadurch, dass man auf die früher angegebene Weise Torfbriketts vergasst, wonach aus dem Synthesegas flüssige Brennstoffe hergestellt werden.
- 2.) Nach dem Bergius-IG-Verfahren kann getrocknetes Torfpulver direkt hydriert werden, wobei man Torfbriketts für die Wasserstofferzeugung und 50%-ig lufttrockenen Frisch-Torf für Erhitzungs- und Energieszwecke anwendet.

Untersuchungen nur schätzungsweise über die Anwendungsmöglichkeiten oder den Wert des Torfkokses aussieren.

Der Ausschuss ist zu dem Schluss gekommen, dass außer der Herstellung von Alkohol, die weiter unten behandelt wird, nun mit den jetzt existierenden Methoden kaum eine andere Herstellung von synthetischem Motorbrennstoff in Betracht ziehen kann als die Hydrierung flüssiger Produkte nach der Bergius-I.G.-Methode. Dabei können auf Torftear die grössten Hoffnungen gesetzt werden. Der Torf-teer scheint bei seiner Destillation bemerkenswerte Mengen an Ölen mit einem Siedepunkt unter 325° zu ergeben und muss sich daher besonders gut für Hydrierung im Gaszustand eignen.

Eine Anwendung der Hydrierungs- oder Synthese-Methode mit festem Rohstoff in unserem Land erfordert nach den Darlegungen sehr viel Kapital und ist mit hohen Fabrikationskosten verbunden. Es ist nicht ausgeschlossen, dass evtl. Anlagen vorhältnismässig schnell unmodern werden können, in welchem Falle man mit noch höheren Kosten rechnen müsste. Bei der Anwendung dieser neuen Methoden werden nämlich ununterbrochen neue Versuche und Erfindungen gemacht, die oft kostspielige Umbauten und Veränderungen mit sich bringen.

Es ist nicht möglich, hier daran zu denken, kleinere Modellfabriken anzulegen, die bei Bedarf rasch ausgebaut werden könnten. Die kleinsten technisch denkbaren Produktionsseinheiten sind nämlich für die Bergius-I.G.-Methode ca. 100 000 t und für die Fischer-Tropsch-Methode ca. 25 000 t Kapazität. Die Bauzeit für diese Fabriksgrössen wird auf etwa 4 und 2 Jahre für ein I.G.- bzw. eine Fischer-Fabrik berechnet. Hierzu kommt, dass die Anlagen mit den relativ grossen Flächen, die sie einnehmen, sehr leicht durch Luftangriffe gefährdet werden können.

Untersuchungen nur schätzungsweise über die Anwendungsmöglichkeiten oder den Wert des Torfkokses aussern.

Der Ausschuss ist zu dem Schluss gekommen, dass außer der Herstellung von Alkohol, die weiter unten behandelt wird, man mit den jetzt existierenden Methoden kaum eine andere Herstellung von synthetischem Motorbrennstoff in Betracht ziehen kann als die Hydrierung flüssiger Produkte nach der Bergius-I.G.-Methode. Dabei können auf Torfstör die größten Hoffnungen gesetzt werden. Der Torfstör scheint bei seiner Destillation bemerkenswerte Mengen an Ölen mit einem Siedepunkt unter  $325^{\circ}$  zu ergeben und muss sich daher besonders gut für Hydrierung im Gaszustand eignen.

Eine Anwendung der Hydrierungs- oder Synthese-Methode mit festem Kohlestoff in unserem Land erfordert nach den Darlegungen sehr viel Kapital und ist mit hohen Fabrikationskosten verbunden. Es ist nicht ausgeschlossen, dass evtl. Anlagen vorherrschend schnell unmodern werden können, in welchem Falle man mit noch höheren Kosten rechnen müsste. Bei der Anwendung dieser neuen Methoden werden nämlich unaufhörlich neue Versuche und Erfindungen gemacht, die oft kostspielige Umbauten und Veränderungen mit sich bringen.

Es ist nicht möglich, hier daran zu denken, kleinere Modellfabriken anzulegen, die bei Bedarf rasch ausgebaut werden könnten. Die kleinsten technisch denkbaren Produktionseinheiten sind nämlich für die Bergius-I.G.-Methode ca. 100 000 t und für die Fischer-Tropsch-Methode ca. 25 000 t Kapazität. Die Bauzeit für diese Fabriksgrößen wird auf etwa 4 und 2 Jahre für ein I.G.- bzw. eine Fischer-Fabrik berechnet. Hierzu kommt, dass die Anlagen mit den relativ grossen Flächen, die sie einnehmen, sehr leicht durch Luftangriffe gefährdet werden können.

Hochdruck-Verf.

- 12 -

97

In allen diesen Hinsichten sind Hydrierungsfabriken für Teere bedeutend vorteilhafter. Dabei können Torffabriken und Torfdestillationsanlagen verhältnismässig rasch errichtet werden.

Wenn es sich besonders um die Beschaffung von Heizöl handelt, braucht man natürlich nicht zur Hydrierungsmethode zu greifen, sondern kann wohl den Torftee als solchen evtl. nach einer Destillation hierzu anwenden.

Erhitzen von Holz- oder Zelluloseabfallaugen mit Chemikalien.

Auch diese Frage hat der Ausschuss aufgenommen, aber er glaubt, das Ergebnis von Erfahrungen aus der Fabrik in Perstorp abwarten zu müssen, die bald in Gang kommen soll, bevor die Frage der Fortsetzung von Versuchen betr. der Gewinnung flüssiger Brennstoffe aus Zelluloseabfallaugen in Behandlung genommen wird.

Herstellung von Öl durch Destillation von Schiefer.

Die Schieferfrage ist, wie bekannt, schon lange Gegenstand des Interesses gewesen, und es sind Untersuchungen vorgenommen worden auf Anregung sowohl der staatlichen Behörden wie von Privaten.

Gewinnung von Öl durch Destillation von Schiefer findet in mehreren Ländern statt, z.B. in Frankreich, Schottland, Estland und der Mandschurei, sie haben aber keinen grösseren Umfang erreicht. Die Schiefer, die in diesen Ländern verwertet werden, geben im allgemeinen grössere Ölausbeute als der schwedische Schiefer. Ein Vorteil des letzteren ist, dass er leicht zugänglich und daher verhältnismässig billig in den Abbaukosten ist. Die geringe Ölausbeute hat jedoch dazu geführt, dass eine Verwertung unter normalen Verhältnissen sich bisher nicht als lohnend erwiesen hat.

-13-

Hochdruck - Verf.

- 13 -

98

Der Ausschuss berichtet im weiteren über den Umfang des Betriebs bei dem Schieferglück bei Kinnokulle, das bekanntlich der Königl. Marineverwaltung gehört, und teilt mit, dass letztere gewisse Erweiterungen und Versuche plant, weshalb nach Ansicht des Ausschusses kein Anlass besteht, z.Zt. irgendwelche Maßnahmen in dieser Hinsicht vorzuschlagen.

Herstellung von Alkohol oder Produkten daraus.

Der Absatz von Sprit für Zutreibung zum Bensin für Motorzwecke ist von den Behörden auf 19,2 Mill. Ltr., berechnet als 100%igen, begrenzt worden. Infolge der Erhöhung des Benzinverbrauchs um etwa 10% pro Jahr ist der Bezugssprozentwert im Ganzen genommen allerdings in den letzten Jahren von höchstens 3,6 bis auf z.Zt. 2,6 gesunken worden. Der Sulfitsprit hat außerdem einen steigenden Absatz für Haushalts- und technische Zwecke. Die gesamte Menge an Motoralkohol und anderen Sulfitspriten, die von der Wein- und Spritzentrale A.G. bezogen werden soll, wird von Sr. Majestät festgestellt. Für das laufende Produktionsjahr ist bisher eine Menge von 27 Mill. Ltr. 100%igen Sprites (54 000 000 Normalliter) genehmigt worden, aber die Menge nimmt zu in dem Maße, wie der Bedarf für technische und Haushaltzwecke steigt, weshalb es möglich scheint, dass 28-29 Mill. Liter in dem Fabrikationsjahr, das mit dem 30. September 1938 abschließt, zum Absatz gelangen können.

Die gegenwärtige Kapazität der Sulfitspritfabriken entspricht 37 Mill. Ltr. 100%igen Sprites, d.h. die Fabriken wurden bis auf ungefähr 3/4 ihrer Kapazität betrieben.

Es ist bemerkt worden, dass bei Absperrung oder Krieg die Fabrikation von Sulfitsmasse wahrscheinlich eingeschränkt werden muss, und dass infolgedessen die verfügbare Menge Sulfitsprit sich vermindern würde gerade dann, wenn sie am stärksten benötigt würde.

Man kann jedoch durch verschiedene Massnahmen die Nachteile einer solchen evtl. Einschränkung in der Masse-Fabrikation beseitigen, nämlich:

Durch eine bessere Ausnutzung der Lauge kann die Spritausbeute um ca. 25% erhöht werden. Unter gewissen Voraussetzungen dürfte diese Zahl noch auf 50% gesteigert werden können.

Durch Anwendung einer kürzlich erfundenen Methode betr. einer Änderung der Sulfitzellulosekochung kann man, wie berechnet wurde, die gegenwärtige Spritgewinnung pro t Masse etwa verdoppeln, sodass unter normalen Verhältnissen bei Vollbetrieb der jetzt vorhandenen Fabriken man mit einer bedeutend grösseren Maximalproduktion als normal würde rechnen können.

Ausser den erwähnten Möglichkeiten, die Spritausbeute zu erhöhen, gibt es Möglichkeiten, Alkohol aus Holz herzustellen, ohne gleichzeitig Sulfitmasse produzieren zu müssen, nämlich durch Verzuckerung von Holz mit Säuren und Vergärung des Zuckers. 2 Methoden hierfür sind ausgearbeitet worden, nämlich die von Scholler und von Bergius-Hägglund, nach denen in besonderen Fabriken Holz verzuckert werden soll. Eine gewisse Modifikation der Scholler-Methode ist von dem Kühlseni-Laboratorium vorgeschlagen worden.

Außerdem liegen gewisse Vorschläge vor, im Falle einer Absperrung provisorisch die Kocher der Sulfitfabriken für Holzverzuckerung zu verwenden.

Da bei einigen dieser Methoden zuckerreichere Lösungen erhalten werden als die Sulfitlaugen, kann durch Zusatz solcher konzentrierteren Zuckerlösungen zur Sulfitlauge der Zuckergehalt bei der Vergärung erhalten werden, wodurch die Kapazität der Sulfitspritfabriken gesteigert werden kann. Es ist natürlich auch möglich,

die Spritfabriken der Sulfitspritfabriken auszunutzen, um darin Sprit ausschliesslich aus Zuckerlösungen von einer Holzversuckerungsanlage herzustellen für den Fall, dass man bei gewissen Fabriken genötigt sein sollte, die Masse-Fabrikation völlig einzustellen.

Der Verkaufspreis der Sulfitspritfabriken für Motoralkohol an die Sprit-Zentrale betrug anfangs 28,2 Öre/Liter, ist aber jetzt auf 25 Öre/Liter heruntergegangen. Der Preis soll den Herstellungskosten bei einer mittelgrossen Fabrik ohne anderen Gewinn als Zins und Amortisation des Kapitals entsprechen. Bei grossen Fabriken scheinen jedoch die Produktionskosten geringer zu sein, insbesondere unter der Voraussetzung, dass Vollbetrieb eingehalten werden kann.

Ein Unternehmen hat angeboten, aus einer geplanten Fabrik Motoralkohol für etwa 21 Öre/Liter zu liefern, d.h. ungefähr denselben Preis pro Liter wie der Handelspreis für Benzin an Grossverbraucher.

Motoralkohol ist bekanntlich ein ausgesuchter Zusatzstoff zu Benzin, besonders dadurch, dass der Benzinkomposition gewisse erwünschte Eigenschaften (z.B. für Flugzwecke) verliehen werden, die bei ungemischtem Benzin nicht vorliegen.

In letzter Zeit sind jedoch einige Erfindungen gemacht worden, durch die man berechtigt ist, Hoffnungen auf erhöhte Anwendung von Alkohol zu setzen. So kann man durch eine einfache Umwandlung von Alkohol in eine Mischung von Äther und Alkohol, sogenannten Ätheralkohol, einen Brennstoff erzeugen, den man anscheinend vorteilhaft sowohl für sich, als sogar in den sehr anspruchsvollen Flugzeugmotoren, wie auch in verschiedenen Benzinkompositionen anwenden kann, ohne dass der Sprit zuerst zu Motoralkohol konzentriert wird.

Auf Veranlassung sowohl der Luftwaffe wie auch des Ausschusses sind einige Versuche unternommen worden mit diesem neuen

Brennstoff, die im ganzen die erwähnten Erfahrungen vom Ausland zu bestätigen scheinen. Es wäre wünschenswert, wenn diese Versuche in grösserem Maßstabe ergänzt würden, und eine gewisse Menge Sulfitsprit an eine in der Schweiz bestehende Fabrik geschickt würde, um in Ätheralkohol umgewandelt zu werden.

Ein anderer Motorbrennstoff ist hergestellt worden, indem man Acetylen gas auf Methylalkohol einwirken liess, wodurch ein neuer Brennstoff, Methylacetol, erhalten wird mit relativ hohem Brennstoffwert und anderen, bei einem Motorbrennstoff wichtigen Eigenschaften. Es dürfte nicht ausgeschlossen sein, eine ähnliche Verbindung aus Äthylalkohol (Sulfitsprit) und Acetylen herzustellen. Das Acetylen, das aus Calciumcarbid gewonnen wird, welch letzteres in grossen Mengen im Lande hergestellt wird, geht in den Brennstoff ein mit einem nicht unbedeutenden Teil seines Gewichtes, sodass man auf diese Weise die in Form von Alkohol zugänglichen Brennstoffmengen würde erhöhen können. Es wäre außerdem sicher von sehr grosser Bedeutung, wenn man in der erwähnten Weise aus Alkohol einen ganz neuen Motorbrennstoff gewinnen könnte.

Es erscheint daher besonders angebracht, Untersuchungen ausführen zu lassen bezüglich der Möglichkeiten, einen Motorbrennstoff aus Äthylalkohol und Acetylen herzustellen. Zunächst müssten diese Untersuchungen im Laboratoriumsmässstab ausgeführt werden.

Der Ausschuss betont, dass die Produktion von Motoralkohol einer unserer wichtigsten Wege ist, um eingeführte Motorbrennstoffe zu ersetzen, und die einzige Methode, die gegenwärtig für schwedische Verhältnisse völlig geklärt ist.

Daneben wäre noch zu erwähnen, dass Alkohol einer der wichtigsten Rohstoffe für die Herstellung verschiedener wichtiger

chemischer Produkte ist, die in einem evtl. Kriegsfalle unmittelbar notwendig werden würden. Der Verbrauch an Alkohol für solche Zwecke wird auf einen beträchtlichen Wert berechnet.

Wie oben erwähnt, können bei den Sulfitspritfabriken im Notfalle bedeutende Mengen Alkohol produziert werden, wahrscheinlich auch bei einer beträchtlichen Einschränkung der Produktion von Sulfitemmellulose. Es ist daher sehr wünschenswert, dass soviel Sulfitfabriken wie nur möglich mit Einrichtungen für Spritproduktion ausgerüstet werden.

Der Ausschuss schliesst seinen vorläufigen Bericht ab mit folgender Zusammenfassung:

Es ist bei den gegenwärtigen Preisen nicht wirtschaftlich lohnend, mit den jetzt bekannten Methoden und unter Anwendung schwedischer Rohstoffe eine Produktion aufzuziehen, deren Wirtschaftlichkeit sich nur auf die Herstellung flüssiger Brennstoffe gründen würde.

Aufgrund der sehr hohen Kapital- und Herstellungskosten hält es der Ausschuss nicht für ratsam, eine Anwendung der Hydrierungs- oder Synthesemethode zu versuchen, um direkt aus einheimischen festen Brennstoffen flüssige Motorbrennstoffe zu erzeugen.

Bei Anwendung der Hydrierungsmethode auf Teer verschiedener Art sind die Aussichten günstiger als bei Anwendung von festem Ausgangsmaterial. Hierbei möchte der Ausschuss die Aufmerksamkeit besonders auf die Möglichkeit lenken, durch Tieftemperaturdestillation von Torfbriketts einen für solche Zwecke anwendbaren Teer zu gewinnen, und er schlägt vor, dass für verschiedene Untersuchungen bezüglich der Torfgewinnung und der Darstellung von festen Produkten von Torf sowie deren weiterer Behandlung ein Betrag von 150 000 Kroner.

zur Verfügung gestellt wird.

Man kann erwarten, dass die im Bau befindliche Anlage in Perstorp für die Herstellung flüssiger Produkte durch Druckerhitzung von Holz in der nächsten Zeit in Betrieb kommt, und dass dort Erfahrungen von grundlegendem Wert gewonnen werden können für die Beurteilung der ganzen Gruppe von Methoden, die durch eine Alkalibehandlung von Holzmaterialien oder Laugen mit nachfolgender Trockendestillation gekennzeichnet werden. Von behördlicher Seite unterstützte Versuche für eine Gewinnung flüssiger Brennstoffe aus Ablaugen von Zellulosefabriken und dergleichen sollten daher zweckmäßig in Erwartung solcher Erfahrungen zurückgestellt werden.

Fortgesetzte Untersuchungen müssen angestellt werden bezüglich der Methoden, um in grösserem Maßstab Öl aus Schiefer zu gewinnen, wobei auch die Möglichkeiten beachtet werden müssen, die Destillationsgase des Schiefers sowie ihren Stickstoff- und Schwefelgehalt besser als in gegenwärtigen Anlagen auszunutzen. Die Herstellung von Motorsprit ist zweifellos einer unserer wichtigsten Auswege, um importiertes Benzin zu ersetzen, und die einzige Methode, die gegenwärtig für eine Anwendung in grossem Maßstab unter schwedischen Verhältnissen völlig geklärt ist. Bezuglich der Möglichkeit, die Spritfabrikation im Falle einer Absperrung aufrecht zu erhalten bzw. zu erweitern, möchte der Ausschuss folgendes bemerken:

Durch besondere Einrichtungen beim Betrieb kann die Ausbeute an Sprit pro t Masse bei vorhandenen Sulfitfabriken in recht wesentlichem Maße gesteigert werden, sodass die normale Spriterzeugung auch bei gewissen Einschränkungen in der Zelluloseproduktion würde aufrecht erhalten werden können. Außerdem kann Sprit durch Verzuckerung von Holz mit Säuren in besonderen Anlagen hergestellt werden.

Hochdruck - Drei.

- 19 -

104

Es ist auch eine Methode vorgeschlagen worden, nach der Holzzucker bei Bedarf provisorisch in vorhandenen Sulfitfabriken hergestellt werden könnte, ohne Zusammenhang mit der Zelluloseerzeugung, um dann in vorhandenen Sulfitspritfabriken verwertet zu werden.

Für die Erprobung dieser Bestimmungsmethoden wird um einen Betrag von 15 000 Kronen nachgesucht.

Versuche im Ausland lassen darauf schließen, dass man aus Äthylalkohol gewisse andere Produkte, z.B. Ätheralkohol herstellen kann, die sehr gute Eigenschaften als Motorbrennstoffe haben. Für die Herstellung solcher neuer Motorbrennstoffe und damit anzustellende Versuche wird ein Betrag von 25 000 Kronen beantragt.

TITLE PAGE

20. Mechanismus der Hydrierung- Katalyse.  
The mechanism of hydrogenation - catalysts.

Frame Nos. 105 - 108

19. Mai 1930, Lu 510.

Vortrag Direktor Dr. Otto Schmidt, Lu.

Mechanismus der Hydrierungs-Katalyse.

Was ist der Mechanismus der heterogenen Katalyse? Es wird nur behandelt die Hydrierung der doppelten und dreifachen C-Bindungen. Für diese Hydrierung wurden zuerst die Elemente der Eisen- und Platin-Gruppe gesignet gefunden. Für die Reaktion kommt aber auch das Kupfer in Betracht; es hydriert leicht  $C_2H_4$ . Alle diese Elemente geben gefärbte Ionen. Diese Eigenschaft haben viele andere Elemente. Bei diesen Elementen ist die letzte innere Elektronenschale im Ausbau begriffen. Die Färbung wird durch Deformation des Anions, bewirkt durch diese Elemente, hervorgerufen. Alle Elemente dieser Gruppe können in verschiedenen Wertigkeiten auftreten. Kupfer nimmt allerdings hinsichtlich seiner Eigenschaften, die den anderen Elementen mit gefärbtem Anion zu kommen, eine Ausnahmestellung ein. Nicht umfasst wird von der Definition, dass Hydrierungskatalysatoren gefärbte Anionen geben, z.B. das Zink.

Auf der Atomvolumen-Kurve stehen alle Hydrierungskatalysatoren in den Minima und zwar auf dem nach rechts ansteigenden Ast. Hierin wird Kupfer und Zink mit erfasst. Nicht erfasst aber wird das Ca, das auch die  $C_2H_4$  hydriert, und das Na, das Naphthalin zu Tetralin zu hydrieren vermag. Eine Definition, die alles erfasst, beruht auf dem Ionenradius. Alle hydrierenden Elemente besitzen einen kleinen Ionenradius.

91001

Zahlen über Ionenradien nach Grimm & Goldschmidt. Dr. Schmidt gibt Zahlen an über Eisen, Kobalt, Nickel, Kupfer, Zink. Je kleiner der Ionenradius in dieser Gruppe, desto stärker die Hydrierwirkung; Zahlen stimmen nicht absolut genau, aber doch sehr angenähert. Für einwertige Elemente max.  $0,5 \text{ \AA}^0$ , für 2-wertige Elemente max.  $0,7 \text{ \AA}^0$ , wenn Hydrierwirkung noch vorhanden sein soll. Formel:  $r_n = \frac{n}{4,1 \times 10^{16}}$ . Mit dieser Definition stimmen dann auch Na und Ce überein. Elemente, deren Ionenradien über die angegebenen Werte hinausgehen, haben keine hydrierende Wirkung: z.B. Pb und Ag. Maßgebend sind also die Ioneneigenschaften. Die katalytisch wirkenden Elemente haben eine hohe Zahl von Ablösungselektronen in der äußeren Schale.

Es ist schon öfters die Ansicht vertreten worden, dass auch Oxyde katalytisch hydrierend wirken; das ist aber nicht der Fall; es genügt allerdings, dass die Oberfläche Metalle enthält.

Die Aufnahme des H durch die Elemente der Hydrierungsgruppe gehorcht einem Gesetz, das auf einen Dissolutions-  
des  
Prozess im  $H_2$  hinweist:  $H_2 \xrightarrow{\quad} 2H$ . Es wird oft die Annahme gemacht, dass der Wasserstoff bei der katalytischen Hydrierung in atomarer Form wirkt. Diese Annahme ist aber unwahrscheinlich. Unter den Bedingungen im Metall ist der Vorgang der Dissoziation gleich wahrscheinlich wie der des Übergangs in Ionen. Da nun der Übergang in Ionen viel rascher geht als die Dissoziation, muss angenommen werden, dass der Wasserstoff in den Hydrierungskatalysatoren in

- 3 -

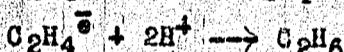
Ionenform vorliegt. Das konnte auch durch andere Forscher experimentell bewiesen werden.

Der Dissoziationsvorgang geht nach folgendem Schema:



$\text{H}^+$  ist besonders beständig.

Die Aktivierungsenergie ist in Gasphase so gross, dass die Reaktion sich praktisch nicht vollziehen kann. Anders liegt die Sache, wenn der H gelöst ist in einem Medium mit hohen Dielektrizitätskonstanten. Diese Konstante ist für Metalle nicht zu messen, sie wird aber sehr gross angenommen. Maßgebend für den Ablauf der Reaktion ist dann auch die Frage, ob das Ausgangsprodukt oder das Reaktionsprodukt besser in den Metallen löslich ist.  $\text{C}_2\text{H}_4$  ist besser löslich als  $\text{C}_2\text{H}_6$ , folglich tritt Bildung von  $\text{C}_2\text{H}_6$  ein. Von den Gleichungen:



ist die erste die langsamste.

Es gelang,  $\text{C}_2\text{H}_4 + \text{H}_2$  zu einem Gas-Kondensat zu kombinieren. (zeigt Skizze der Apparatur). Da ist der Beweis gebracht, dass es sich bei der Hydrierung von  $\text{C}_2\text{H}_4$  zu  $\text{C}_2\text{H}_6$  um eine Ionen-Reaktion handelt.

Durch diese Erklärung findet die Frage der Misch-Katalysatoren eine einwandfreie Deutung. Absolut reinstes Nickel hat keine katalytische Wirksamkeit. Werden dem reinen Dimethyl-Glyoxim-Nickel Stoffe zugesetzt, so tritt Beeinflussung ein. Durch  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  tritt ~~Akkumierung~~ Aktivierung ein, durch Alkali Vernichtung der Aktivität.

*Anmerkung*:  
Bei den aktivierenden Zusätzen ist die Arbeit für die Elektronen kleiner als bei den hydrierenden Katalysatoren.

Durch die oxydischen Zusätze entstehen auf der Katalysatoroberfläche Potentialdifferenzen.

*Gefährdet*:  
Die ~~Wirkungsweise~~ der Alkali-Verbindungen beruht darauf, dass die Katalysatoroberfläche mit dem Alkali überzogen wird, sodass keine Potentialdifferenzen mehr auftreten kann. *Kommen*

Wichtig ist für dieusbildung der Potential-differenz, dass der Katalysator Spalten mit kleinem Krümmungsradius hat. Werden diese Spalten etwa durch Sinterung abgeschwächt, so lässt die katalytische Hydrierung nach.

gez. Krönig

TITLE PAGE

21. Benzin aus Steinkohle "über Heizöl-Dieselöl.  
Schatzung.  
Gasoline from bituminous coal via fuel  
oil Diesel oil. Estimate.

Frame Nos. 109 - 110

Hochdruckverbrauch  
Nr. 558

22

109 3.5.1936 Sch.

P. Hoffmann  
fr. Rinner

Gehärtung

Benzin aus Steinöl

über Heizöl-Dieselöl (vgl. Bilanz v. 2.4)

320 kg v. Abstr. Schwarzöl

Vac. Dest.

5 kg Verlust

367 kg restet Schwarzöl

50 kg Vac. Hg zum Antrieböl, im Mengenverhältnis der Anreibung ändert sich nur, dass der Abstr. Schwarzölteil von 211 kg aus 161 kg Schwarzöl + 50 kg Vac. Hg besteht)

160 kg Rohbenzin 200°

369 kg Mittelöl 200-325°

257 kg Schwarzöl

110 kg Rückfuhröl

806 kg Einspritzung

K 6719 600 atm H<sub>2</sub> D-Satz 0,5

M 63 n. S 61 e D 62 gesamt 2,5 cbm Gas/

kg Einspritzung \* Vergasung Frisch-D-Satz

21 kg Vergasung 25

H<sub>2</sub>-Verbr. 15/735

778 kg Abgas für

Chem. 930 cbm/t HK

gel. 30

Verl. 10

370 cbm H<sub>2</sub>/t HK

Dest.

3 kg Dest.-Verl.

220 kg Benzin b. 273 33% 100°

110 kg Rückstand über 325°

445 kg 6719 Mittelöl

266 kg Mittelöl

711 kg Einspritzung, K 6434 250 atm H<sub>2</sub> 0,5% S-Satz auf 6719-Mittelöl, Leistung 0,5 Vergasung 62%, Konz. 60%, 2 cbm Gas/kg

55 kg Vergasung

H<sub>2</sub>-Verbr. 15/735

668 kg 6434 Abstr.

Chem. 170 cbm H<sub>2</sub>/t HK

Destillation

gel. 13

Verl. 7

190 cbm H<sub>2</sub>/t HK

4 kg Verlust

396 kg Benzin 02 74 42% 100°

Sa. S+G-Ph. 1525 m<sup>3</sup>/t HK

266 kg 6434 b-Mittelöl

= 2470 /t HK

Sa. S+G kg Benzin 38% 100° 0.2.73

Hydrogas 16 kg 0 a 14 100 = 255 000 kWh/t HK

30 cbm H<sub>2</sub> a 2300 = 70 000

47 kg C a 17100 = 805 000

13 cbm H<sub>2</sub> a 2300 = 30 000

1 160 000 kWh/t HK

Bei 95% Ausbeute:

G Phase 1 1 106 kWh/t HK

= 1 1 106 kWh/t Benzin

S + G Phase 3 3 106 kWh/t HK

= 5 3 106 kWh/t Benzin

1287h

*28* 110 29.4.38 Woh.<sup>2</sup>

*für Müller*

Schätzung

Steinkohlehydrierung über Heizöl

(vgl. Bilanz v. 4.4.)

200 kg Benzin -215°

229 kg Mittelöl

270 kg Abstr. Schweröl

Vac. Dest.

(14 kg Vac. Rückstand gehen i. Kohleofen)

3 kg Dest. Verlust

267 kg red. Schweröl

229 kg Mittelöl

cbm H<sub>2</sub>(15/735)/t Reink.

270 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>/t Reink

Verl. 15 "

gel. 25 "

310 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>/t Reink

496 kg Einspritzung

X 6719, 600 atm, D's.0,5

3 cbm Gas/kg, 2% Verg.

10 kg Vergasung

484 kg Abstreifer

Dest.

2 kg Verlust

40 kg Benzin

442 kg Dieselöl

S+G'phase 1275 cbm/t Reink

" 1870 "

mit Rückkompr. aus S.-u.

G.-Phase

1800 cbm/t Prod.

Produkte: 240 kg Rohbenzin

442 kg Dieselöl

682 kg Prod. f Reinkohle = 1,47

Hydrogas:

8 kg C à 14 000 = 110 000 } 0,17 · 10<sup>6</sup> WE/t Reinkohle  
25 cbm H<sub>2</sub> à 2400 = 60 000 }

S.-Phase

2 310 000

2 480 000

S + G-Phase bei 95% Ausbaute 2,35 · 10<sup>6</sup> WE/t Reinkohle  
3,4 · 10<sup>6</sup> WE/t Produkte

TITLE PAGE

22. Abfallende und ansteigende Temperatur bei der  
Hydrierung von oberschlesischer Steinkohle.  
Decreasing and increasing temperature  
during the hydrogenation of Upper Silesian  
bituminous coal.

Frame Nos. 111 - 112

Buchdruckversuchs  
Im 1

2c

11. 1. 1941

Gr. Pf.

Steinkohle hydri. / Autoklavenversuch

Abfallende und ansteigende Temperatur bei der Hydrierung *hiermit ist*  
von überschüssiger Steinkohle. *versucht*

(Versuchs im Drehautoklaven)

22

Zusammenfassung:

In Launa wurde gefunden, daß bei abfallender Temperaturlage (von Ofen I und II nach Ofen III und IV Temperatur abfallend) bessere Asphaltwerte erhalten werden als wenn die Temperatur gegen die letzten Ofen gesteigert wird bzw. die Temperatur in allen Ofen gleich liegt. Zur Nachprüfung dieser Erkenntnis wurden im Drehautoklaven Versuche ausgeführt, bei denen bei allen Versuchen eine mittlere Temperatur von 23,2 MV (445°C) eingeschalten wurde. Im Verlauf der Verweilzeit wurde einmal die Temperatur gleichmäßig von 24,0 MV auf 22,4 MV gesenkt, bzw. bei 23,2 MV konstant gehalten und einmal von 22,4 MV auf 24,0 MV gleichmäßig gesteigert. Die dabei erhaltenen Ergebnisse sind in der Tabelle erhalten und lassen folgendes erkennen:

In Übereinstimmung zu der Feststellung von Launa ergeben auch diese Autoklavenversuche, daß bei abfallender Temperatur die Asphaltreduktion günstiger ist als bei konstanter bzw. steigender Temperatur. Außerdem scheint auch der Abbau etwas günstiger zu sein. Die Spaltung dagegen ist bei ansteigender Temperatur günstiger. Dies könnte so erklärt werden, daß ein langeres Verweilen bei tieferer Temperatur für die nachfolgende Spaltung günstig ist, wobei schließlich bei der Aufheizung die weitgehend aromatischen Produkte zu besser spaltbaren hydroaromatischen Produkten aufhydriert werden. Das Verhältnis von Gas zu Ölneubildung ist bei allen Fahrweisen konstant.

Gemeinsam mit

Dr. Schiffmann  
" Schmidt.

gez. Graßl

" Rank

Meff, im Mittelpunkt und Entwicklung  
im Hydrierwerk Scholven!

112

Auf fallende und ansteigende Temperatur bei der Hydrierung von  
oberschlesischer Steinkohle im Drehautoklaven.

Versuchsbetrachtungen:

Anheizzeit: 3 Stunden; Reaktionszeit: 3 Stunden

Kohle: K 1242 v. 28.3.43 (Beuthen + Heinitzgrube)

Kontakt: 1,2 % FeSO<sub>4</sub> + 7 H<sub>2</sub>O + 1,5 % Zayermasse + 0,3 % Sulfigran.

Temperatur	Abfallend	Konstant	Ansteigend
	von 460 auf 432°C bei 446°C	24,0 bis 22,4 mV	23,2 mV
Abbau	98	97,3	96,0
Spes. Gew. v. 01/20°	1,060	1,063	1,060
% Asphalt 1.01	4,8	6,0	5,6
% Asphalt a. R.-Kohle	5,1	6,5	6,1
% Neubildung bis 325°	81	82	80,4
% Vergasung			
a. Neubildung + Verg.	19	18,5	19

TITLE PAGE

23. Schleuderversuche mit Abschlamm aus der  
Teerkammer Brux.  
Centrifugal experiments with sludge from  
the tar chamber Brux.

Frame Nos. 113 - 114

10. März 1944. Ge/3.

Hochdruckversuche  
Lu 1.

23

Schleuderversuche mit Abschlamm aus der Teerkammer Brüx

In Brüx fällt beim Schleudern des Abschlammes aus den Teerkammern<sup>1)</sup> in den Hauboldschleudern mit der Kennziffer von 1200 ein Schleuderöl mit ca. 17% Festem an, wobei das Feste größtenteils aus feinen Anteilen besteht. Infolge der Rückführung des Schleuderöls in die Teerkammern reichern sich die feinsten Teilchen im Abschlamm an und verursachen so den schlechten Schleudereffekt.

Nach Untersuchungen von Dr. Lemme besteht die Korufeinheit des Abschlammfesten aus ca. 15 % Teilchen von 18 - 46  $\mu$ , ca. 40% Teilchen von 4 - 4,5  $\mu$  und ca. 45 % Teilchen von 1 - 1,5  $\mu$ .

In der Steimelversuchsschleuder mit der Kennziffer 2720 sind eine Reihe von Schleuderversuchen mit Abschlamm von Brüx durchgeführt worden, um festzustellen, ob ein Zusatz von unbehandelten und mit Schwefelsäure getränkten Generatorstaub und ein Zusatz von Schwefelsäure zum Abschlamm eine Verbesserung des Schleudereffektes bewirkt. Der Generatorstaub bestand aus dem Rückstand auf dem 6400 (= 0,075 mm) Maschensieb.

Die Zusatzmengen und die Schleuderergebnisse sind in folgender Tabelle zusammengestellt. Der Abschlamm wurde nach Zugabe des Zusatzmittels 3 Stunden bei 140°C gerührt und anschließend bei dieser Temperatur geschleudert.

Die Versuche zeigen, dass der Schleudereffekt durch eine wirksamere Schleuder (Versuch 1) schon verbessert wird, dass dagegen der Zusatz von Generatorstaub in steigender Menge von 2 - 5% (Versuch 2-5) nicht eine Verbesserung im Festegehalt des Schleuderöls bringt.

Der Zusatz des mit 10 und 20% Schwefelsäure getränkten Generatorstaubes bringt im Vergleich zum Versuch ohne Zusatz nur eine unwesentliche Steigerung des Schleudereffektes (Versuch 6 und 7). Die Zugabe von 0,5% Schwefelsäure zum Abschlamm vor und nach dem Zusatz des Generatorstaubes (Versuch 9 und 8) bringt kein reines Schleuderöl.

Zusammenfassung.

Das in der Steimel-Versuchsschleuder mit der Kennziffer 2720 beim Schleudern von Abschlamm aus Brüx anfallende Schleuderöl enthält ca. 12% Feststoff gegenüber ca. 17% Feststoff im Schleuderöl der technischen Hauboldschleuder mit der Kennziffer 1200. Durch Zusatz von Generatorstaub, von mit Schwefelsäure getränktem Generatorstaub und von Schwefelsäure in geringer Menge lässt sich der Schleudereffekt nicht verbessern.

1) 21,5 % Festes.

gez. Gieg.

2 NW M

Tabelle 1  
Schluderversuche mit Abschlam aus der Feuerkammer Brix in der Steinwelschmiede

Nr. des Versuches	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Generatorstand Me	
										2 %	2 %
Schludereinlauf %	100	100	100	100	100	100	100	100	100	betankt mit (Ges.)	betankt mit (Ges.)
% Festes (Benzil)	21,5	23,5	23,8	24,5	25,9	23,2	23,7	24,2	24,4	Aushe i. Fest,	Aushe i. Fest,
% Asche i. Fest,	49,0	46,0	47,0	46,7	45,2	43,8	46,0	45,0	47,6	Asphalt	Asphalt
% Asphalt	20,7	-	-	-	-	2,8	4,3	3,7	3,8	Mittel 31 - 325	Mittel 31 - 325
Schluderzustand %	73	67,4	69,8	68,0	68,8	68,0	68,5	68,5	68,4	Festes	Festes
% Festes	11,8	11,9	13,4	14,3	14,2	10,9	11,5	13,7	13,7	Asche i. Fest.	Asche i. Fest.
% Asche i. Fest.	42,8	42,0	45,0	42,7	44,4	40,4	38,5	41,4	41,4	Asphalt	Asphalt
Schluderrückstand %	45,0	44,2	35	33,5	34	49,4	46,5	36,3	36,3	Festes	Festes
Schluderrückstand %	25	29,0	28,0	29,3	28,8	29,7	29,5	28,0	29,0	Asche i. Fest.	Asche i. Fest.
% Festes	51,6	53,5	51,6	50,3	55,8	53,0	53,5	52,9	52,7	Asphalt	Asphalt
% Asche i. Fest.	53,4	47,8	48,8	49,0	45,6	45,5	49,4	47,3	48,2	2,7	2,7

TITLE PAGE

24. Einwirkung von Schwefelnatrium auf  
Abstreifer-Schweröl.  
The action of sodium sulfide on stripper  
heavy oil.

Frame Nos. 115 - 116

Bonivuckerschule  
Do 1

Zc VV

H. D. Simon, Jr.

11. Februar 1944

115

Wiederholung der Schmelzkurve des Ammoniumchlorids

Ergebnisse

Am 20. November 1943 vom Ofen 472 v. d. 1. 1944 wurde die  
Schmelzkurve des Ammoniumchlorids mit dem neuen und zwar je-  
weils von einem anderen Hersteller aus dem gleichen Stahl (200) verarbeitet und bei  
einem anderen Temperaturmesser als den beiden vorherigen. Als Vergleich dient  
die Schmelzkurve, welche vor Beendigung der Versuchreihe nach Beendigung  
der Versuchreihe mit der Schmelzkurve des letzten und vorletzten

(24)

Zusammenstellung der Werte

	Wärmeleitfähigkeit	Thermal capacity	S-Ausschlag	Kalorimeter
Werkstoffprüfung	1.44%	2,7%		
bei 120° Cane Stahl ger.	2,24%	3,10%	57%	15
bei 120° + 0,5% X 3103 ger.	3,51%	4,9%	143%	213
bei 120° + 0,5% X 3108 ger.	3,93%	8,5%	172%	215
bei 120° + 0,5% X 3114 ger.	3,71%	5,5%	158%	167
bei 120° + 0,5% X 3114 ger.	3,00%	6,7%	179%	215
bei 120° + 0,5% X 3109 ger.	7,15%	6,7%	398%	745
bei 120° + 0,5% X 3109 ger.	7,50%	8,0%	426%	226

hufnagel

Ergebnis.

Die Versuche zeigen, dass allein bei 7 stündigem Röhren des Abstreifenschwarzbals ohne Zusatz jedoch bei 120° der Asphaltgehalt um 57% und der Kokstest um 15% ansteigt. Beträchtliche Steigerungen dieser Werten erfahren das Produkt bei steigendem Zusatz von Schwefelnatrium verschiedener Herkunft. Besonders stark polymerisierend wirkt Sulfigran, das bei 0,5% bereits 398% Asphaltzunahme und bei 2% 426% Asphaltzunahme zeigt. Die Versuche zeigen überdies, dass die stärkste Polymerisation bei Zugabe von 0,5% bereits erreicht ist, denn Zugaben von 2% Schwefelnatrium ergeben im Asphaltgehalt und Kokstest keine weiteren der Zusatzmenge direkten proportionalen Steigerungen der Tests.

gez. Lemme

TITLE PAGE

25. Neue Benzinierungskontakte Wolframfreie  
Benzinierungskontakte der Zusammensetzung  
Oxyd-Fluorid Gemisch des Si, Al und Fe.  
New benzination catalysts. Benzination  
catalysts free from tungsten of the oxide-  
fluoride of Si, Al and Fe type.

Frame Nos. 117 - 121

Hochdruckversuche  
Lu 1

117 → H. S. Tropimow  
19. Februar 1944 Gth. Ep

Neue Benzinierungskontakte.

Wolframfreie Benzinierungskontakte der Zusammensetzung  
Oxyd-Fluorid-Gemische des Si, Al und Fe.

(25)

Zusammenfassung.

- 1) Auf Grund von Mitteilungen der ANIE über gute Erfolge bei der Benzinierung sauberer Metalle mit Kontakten, die Si, Al und Fe in Form der Oxyde und Fluoride enthalten, wurden wieder Versuche mit solchen Kontakten in größerer Anzahl durchgeführt.
- 2) In Benzinierungsversuchen mit 8376 vorhydriertem Bruchsaler Gasöl wurde gezeigt, daß unsere Kontakte 6434 und 8797 (20 % aus Eisencarbonyl hergestelltes  $\text{FeF}_3$  auf Terrana) hinsichtlich Spaltaktivität mindestens dasselbe leisten wie die besten Kontakte der ANIC. Bei diesen Versuchen konnte eine Überlegenheit des wolframfreien 8797 gegenüber 6434 hinsichtlich Spaltleistung und Benzinqualität nicht festgestellt werden. Mit beiden Kontakten werden bei diesen Produkten schon bei  $17.5 \text{ MV} = 348^\circ\text{C}$  über 60 % Benzin im Abstreifer erhalten.
- 3) Bei der Prüfung neu hergestellter Kontakte durch Benzinierung von schwefelsäureaffinertem Bruchsaler Gasöl zeigte sich, daß mit Kontakten, die  $\text{FeF}_3$  auf Terrana oder synthetischen Al-Silikat enthalten, bei gleich guter Spaltleistung Benzine mit bis zu 2 Punkten besserer OZ als über Kontakt 6434 erhalten werden. Die Kontakte waren aber im allgemeinen empfindlicher gegen Betriebsstörungen (z.B. Abstellen wegen Fliegerangriff) als 6434.
- 4) Auch ohne Verwendung von aus Carbonyleisen hergestelltem  $\text{FeF}_3$  konnten durch HF-Behandlung von Oxydmischungen brauchbare Benzinierungskontakte hergestellt werden.

gemeinsam mit:

Dr. Peters  
Mesee  
Tropimow

Dr. v. Fünfer  
Wittmann

Im Sommer 1943 erfuhrten wir, daß die Anic sehr gute Erfolge bei der Benzinierung sauberer Mittellole (z.B. Erdöl-6434-B-Mittelöl) mit wolframfreien Kontakten des Typs Si-Al-Fe-Oxyd-Fluorid-Gemisch haben. Zu dieser Zeit hatten auch wir schon gute Erfolge, besonders mit einem Kontakt 8797, der auf nicht mit Flüssigkohle behandelter Bleicherde (6108) als Träger 20% aus Carbonylisen hergestelltes FeF<sub>3</sub> enthielt. (Vgl. hierzu Zus. 21 2521, Gth. 11.3.1943).

Auf Grund der Mitteilungen von der Anic wurden dann in Zusammenarbeit mit Dr.v.Füner und Dr.Wittmann erneut Benzinierungsversuche mit wolframfreien Kontakten in größerem Umfang aufgenommen. In einer ersten Versuchsgruppe wurde geprüft, ob mit unseren Kontakten 6434 und 8797 bei der Benzinierung von mit Kontakt 8376 vorhydriertem Bruchsaler Gasöl P 1203 ähnlich gute Ergebnisse erhalten werden wie bei der Anic. In einer zweiten Versuchsgruppe wurde das Gebiet der Si-Al-Fe-Oxyd-Fluorid-Kontakte mit einer Reihe neuherstellter Kontakte auf Basis Oxydmischungen bzw. natürliche oder künstliche Bleicherden durch Stichproben abgetastet. (Benzinierung von schwefelsäureraffiniertem Bruchsaler Gasöl). Von den Ergebnissen interessieren jeweils in erster Linie die Spaltaktivität der Kontakte und in zweiter Linie die Qualität der erzeugten Benzine. Fast alle diese Versuche mußten infolge von Luftkriegsereignissen teilweise mehrmals unterbrochen werden, was die Beurteilung des Abklingens erschwerte.

Ergebnisse der Versuche.

Versuchsgruppe I: Benzinierung von P 1203/8376-B-MöI > 150°

über Kontakt 6434 bzw. 8797.

Von der Anic wurden uns im Juli 1943 Versuchsergebnisse mitgeteilt, wonach z.B. mit deren Kontakt No. 540 ein raffiniertes Mittelloöl bei 17,6 MV = 350°C und bei Durchsatz 1,0 und 200 atm Druck im geraden Durchgang zu 64% in 150°-Benzin mit OZ 76 umgewandelt wird. 6434 gab nach Mitteilung der Anic unter gleichen Bedingungen nur 36% Benzin mit OZ 74. Aus den Rohausbeuten geschätzt dürften die Vergasungen dabei etwa gleich gewesen sein. Die B-Mittelöl-Anilinpunkte liegen bei K No. 540 um 10 Punkte tiefer als bei 6434. Daraufhin wurde unter unseren Standardbedingungen für Benzinierungsversuche (50 com-Ofen, 250 atm, Durchsatz 1,5, 2,7 cbm Gas/kg Öl, Zusatz von 0,75% CS<sub>2</sub> zum Öl) je ein Versuch der Benzinierung von P 1203/8376-B-Mittelöl > 150° über Kontakt 6434 T-Pillen und über Kontakt 8797/1 1449 angefahren. Als Anfahrtstemperatur wurde 18,5 MV = 365°C gewählt. Das P 1203/8376-B-Mittelöl > 150° hatte folgende Eigenschaften: spez.Gew./20°C: 0,787; Anilinpunkt: 75°C; Siedebeginn 175°C; -225°C 55%; Siedende 310°C/99%; Basenzahl (NAC-Methode): 0,9 mg NH<sub>3</sub>/l. Der Verlauf beider Versuche ist auf dem anliegenden Kurvenblatt aufgetragen (Temperatur, Benzinkonzentration, Spaltaktivität bezogen auf P 1203/8376-B-MöI, Vergasung). Bei beiden Versuchen erwies sich die Temperatur von 18,5 MV als zu hoch. Im Verlauf der Versuche wurde die Temperatur beim 6434 auf 17,0 MV = 339°C und beim 8797 auf 17,5 MV = 348°C gesenkt. Diese Temperaturen sind trotz höheren Durchsatzes noch tiefer als die von der Anic bei ihren Versuchen angewandten. Die erreichte Spaltung ist dabei etwa ebensogroß wie bei der Anic. Obgleich die Bedingungen unserer Versuche (Druck, Durchsatz, Produkt) nicht dieselben sind wie bei der Anic, ist aus einem Vergleich der Ergebnisse doch zu schließen, daß unsere Kontakte 6434 und 8797

hinsichtlich Spaltung mindestens dasselbe leisten wie die besten Kontakte der Anic<sup>1)</sup>. Die Oktanzahlen der erzeugten Benzine liegen bei der Anic sowohl beim 6434 als auch bei ihren Kontakten wesentlich höher als bei uns. Dies ist entweder durch die Eigenschaften des Eingangsproduktes oder durch die Methode der Oktanzahlbestimmung bedingt. Bei unseren Kontakten 6434 und 8797 wurde kein Unterschied in der OZ der erzeugten Benzine gefunden. Die Vergasung lag beim 8797 wesentlich höher als beim 6434<sup>2)</sup>. Da die Anic in ihren Versuchen fand, daß ihr bester  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Kontakt sowohl hinsichtlich Spaltung und Benzinqualität besser ist als der von ihr verwendete 6434, wir dies aber von unserem 8797 im Vergleich zu unserem 6434 nicht voll bestätigen konnten, ist zu schließen, daß entweder der 6434 der Anic nicht so gut ist wie unserer oder daß der neue beste  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Kontakt der Anic besser ist als unser Kontakt 8797.

Versuchsgruppe II: Prüfung neuer wolframfreier Kontakte der Zusammensetzung Oxyde und Fluoride des Li, Al und Fe durch Benzinierung von raffiniertem Bruchsaler Gasöl.

Die Ergebnisse dieser Versuche sind auf der anliegenden Tabelle zusammengestellt, soweit sie die Spaltaktivität und das Abklingverhalten betreffen.

In dieser Tabelle sind die Kontakte in 5 Untergruppen aufgeteilt:

1. Fe auf Si-Al-Basis ohne Verwendung von HF
2. Fe auf Si-Al-Basis, Bleicherde (Träger) HF-behandelt
3. Fe auf Si-Al-Basis, gesamter Kontakt HF-behandelt
4. Fe-Al-Gemisch, ohne  $\text{SiO}_2$ , bei Gegenwart von Fluorid und Phosphat gefüllt.
5. Fe auf Si-Al-Basis, das Fe als  $\text{FeF}_3$  aus Carbonyleisen.

Im allgemeinen liegen die Spaltaktivitäten der Kontakte höher, als es für solche Kontakte erwartet wurde. Die besten Spaltaktivitäten wurden bei Kontakten, die durch Zusatz von  $\text{FeF}_3$  zum Träger durch Auftränken oder Zupaten hergestellt wurden, erhalten. (Gruppe 5 Spaltaktivitäten z.T. über 80.) Als Träger waren hier insbesondere geeignet natürliche und synthetische Bleicherden, weniger  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Mischungen. Zur Gruppe dieser Kontakte gehört auch der schon vor langerer Zeit als gut erkannte Kontakt 8797. Auch die Kontakte der Gruppe 3, die vorerst ohne Verwendung von HF hergestellt und zum Schluß erst mit HF behandelt wurden, haben brauchbare Aktivitäten (72). Die Kontakte der Gruppe 1 und 2 haben an sich ungenügende Aktivitäten. Hingegen liegen auch hier die Aktivitäten besser, als es auf Grund älterer Versuchs mit ähnlichen Kontakten erwartet werden konnte. Die Gruppe 4 schließlich stellt einen zuvor noch nicht beschrittenen Weg der Herstellung von Benzinierungs-kontakten dar, indem hierbei bei Abwesenheit von Schwermetallen (außer Eisen) auch noch ohne Kieselssäure, dafür aber bei Gegenwart von Fluorid und Phosphat gearbeitet wurde. Die erhaltenen Ergebnisse lassen eine

- 1) mit Kontakt 6434 wurden inzwischen auch ähnlich hervorragende Ergebnisse bei 8376-vorhydriertem Sumpf-Mittelöl aus rumänischem Rohöl rückstand erhalten (vgl. Zug. 22 1701, Gth. 4.1.44).
- 2) Bei Versuchen mit schwefelsäureraffiniertem Bruchsaler Gasöl wurde hingegen beim 8797 geringere Vergasung gefunden als beim 6434. Hinsichtlich der Frage der Vergasung dürften vermutlich erst Versuche in größeren Ofeneinheiten restlose Klärung bringen.

Weiterarbeit auf diesem Gebiet nicht als aussichtslos erscheint.

Im übrigen ist zu diesen Kontaktversuchen zu sagen: Bei allen Kontakten, die kein  $\text{FeF}_3$  enthielten und auch nicht HF-gehaltet waren, war die Vergasung wesentlich höher als bei den Fluorkontakten. Hingegen ergaben in Gruppe 5 einige Kontakte (8797, 9159) deutlich niedrigere Vergasungen als 6434. Weiterhin enthalten die Benzine von allen diesen wolframfreien Kontakten etwas mehr Aromaten und auch Naphthen und die B-Mittelöl-Anilinpunkte waren bei gleicher Spaltung (z.B. 50% - 150° im Abstreifer) tiefer als bei 6434. Dies allein bedingt schon einen geringen Vorteil der wolframfreien Kontakte in der OZ der Benzine. Außerdem hatten ältere Versuche schon ergeben, daß auch der Isobutangehalt des Gesamtbutans bei Kontakten des Typs 8797 etwas besser liegt als bei 6434. Im allgemeinen wurden mit den Kontakten der Gruppe 5 Benzine mit bis zu zwei Punkten besserer OZ (bei gleicher Siedekurve) erhalten als mit Kontakt 6434.

An dieser Stelle sei nochmals darauf hingewiesen, daß die obigen Ergebnisse nicht durch systematische Bearbeitung, sondern durch tipversuchartiges Abtasten des Gebietes der  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-HF}$ -Kontakte erhalten wurden. Trotzdem wurden schon dabei Kontakte gefunden, die Vorteile gegenüber dem 6434 bieten, und es zu erwarten, daß durch systematische Bearbeitung noch bessere Kontakte gefunden werden. Diese Systematik ist inzwischen auch in Angriff genommen worden und es wurden bereits Kontakte mit Aktivitäten bis zu 100 hergestellt. Über diese systematischen Versuche wird später zusammenhängend berichtet werden.

Benzinierung von Erdöl-A-Mittelpunkt über wolkensfreie Kontakte auf Basis SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-HF.

/ 2 /

Oren/ Blatt	Kont.-Nr./I. Nr.	Kont. Zus.		Schnitt-Spalt- gew.	Schnitt-Akt. zu Beginn
		Blatt	Zus.		
7/5338	9147/1466	60	SiO <sub>2</sub>	+20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gefällt bei pH 5	0,54 42 n. 8 Tagen H-Störung 31
10/5389	9167/1499	-	60/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gefällt bei pH 5	0,72 50 n. 8 Tagen	
12/5318	9129/1467	-	80/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gefällt bei pH 5	n. 8 Tagen 44	
8/5362	6109/-	-	100/6109	0,62 12 in 6 Tagen auf 6	
3/5348	9148/1488	-	80/6109 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> in Lamellen	0,76 ca. 54 n. 10 Tagen auf 6	
5/5324	9139/1470	60	SiO <sub>2</sub>	+20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +? HF	0,60 72 in 10 Tagen auf 53
5/5369	9158/1507	-	60/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5 HF	0,76 72 n. 13 Tagen auf 45	
7/5395	9165/1495	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gem. aus Sulfat	gefällt bei Gey.v. P.O 4.1+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,54 60 n. 10 Tagen	
9/5388	9166/1496	2Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	" " "	auf 53	
3/5322	9138/1469	2Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	" " "	n. 10 Tagen auf 45	
10/5363	8797/1449	-	100/6108	0,32 57 n. 10 Tagen auf 31	
8/5394	-8797/1612	-	- +20FeP <sub>3</sub> (CB) 1)	0,72 60 n. 10 Tagen auf 28	
3/5377	9160/1505	-	- +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,88 77 in 25 Tagen kein Abbau	
9/5378	9161/1506	-	80/6108 - +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gef. +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,70 88 in 10 Tagen auf 47	
9/5377	9130/1472	-	80/6108 - +20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20Fe(CB)	0,68 89 in 20 Tagen gleichzeitig	
2/5376	9159/1504	-	- 100/5752 - +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,72 79 in 20 Tagen gleichzeitig	
11/5390	9163/1501	-	- 75/6108 + 25/6752 - +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,72 88 n. Bl. Angriff	
11/5316	9125/1455	10 SiO <sub>2</sub>	- +90Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,50 50 untersucht	
9/5314	9126/1457	20 SiO <sub>2</sub>	- - -	- - -	
			- +20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - +20FeP <sub>3</sub> (CB)	0,55 52 untersucht	

			Beginn	
10/5338	9147/1450	-	0,54	42 n.8 uen
10/5339	9167/1450	50/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gefällt	0,72	50 n.8 iagen
12/5318	9129/1467	80/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gefällt bei F	0,3	n.8 iagen m. Störung 44
8/5362	6109/-	100/6109	0,62	12 in 6 Tagen
3/5348	9148/1488	- 80/6109 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> in Lamellen	0,76 ca 54	auf 6 n.10 Tagen m. Störung 45
5/5324	9139/1470	60 SiO <sub>2</sub> - +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +? HF	0,60	72 in 10 Tagen
- 6/5369	9158/1507	- 60/6108 +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5 HF	0,76	auf 65 in 10 Tagen
4/5395	9165/1495	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gem. aus Sulfat gefällt bei Ggw.v. PO <sub>4</sub> 1:1+F <sup>1</sup>	0,54	60 1:10 Tagen
9/5388	9166/1496	2FeO·Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,46	auf 53 in 10 Tagen
3/5322	9138/1459	2FeO·Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,32	auf 45 in 10 Tagen
10/5363	8797/1449	- 100/6108 - - +20FeF <sub>3</sub> (CE) 1)	0,72	60 in 10 Tagen
8/5394	8797/1512	- 100/6108 - - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,88	77 in 25 Tagen
3/5377	9160/1505	- 80/6108 - +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gesetzt	0,70	auf 47 kein Abklin- gen
9/5378	9161/1506	- 80/6108 - +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ges. +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,78	39 in 10 Tagen
3/5377	9130/1472	- 80/6108 - +20 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +20Fe(OH) +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,68	89 in 20 Tagen
2/5376	9159/1504	- 100/5752 - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,72	79 in 20 Tagen
11/5390	9168/1501	- 75/6108 + 25/6752 - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,72	88 Gleiche 2.55
11/5316	9125/1455	10 SiO <sub>2</sub> - +20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,60	auf 47 n.FL. Angriff
6/5314	9126/1457	20 SiO <sub>2</sub> - +80Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,56	32 nutzbar
2/5319	9137/1456	40 SiO <sub>2</sub> - +60Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - +20FeF <sub>3</sub> (CE)	0,78	61 nutzbar
-	6434 F Pi	- 100/6108 - +10 WJ <sub>2</sub> - 0,80 ca 80 ohne Butzen		
	zum Vergleich			

1) Die Bezeichnung (CE) bedeutet: Über Cardonyleisen hergestellt.

121

TITLE PAGE

26. Benzinierung von P 1203/8376 B-M'Ol über 6434  
und 8797.

Benzination of P 1203/8376 B-M' oil over  
6434 and 8797.

Frame Nos. 122 - 127

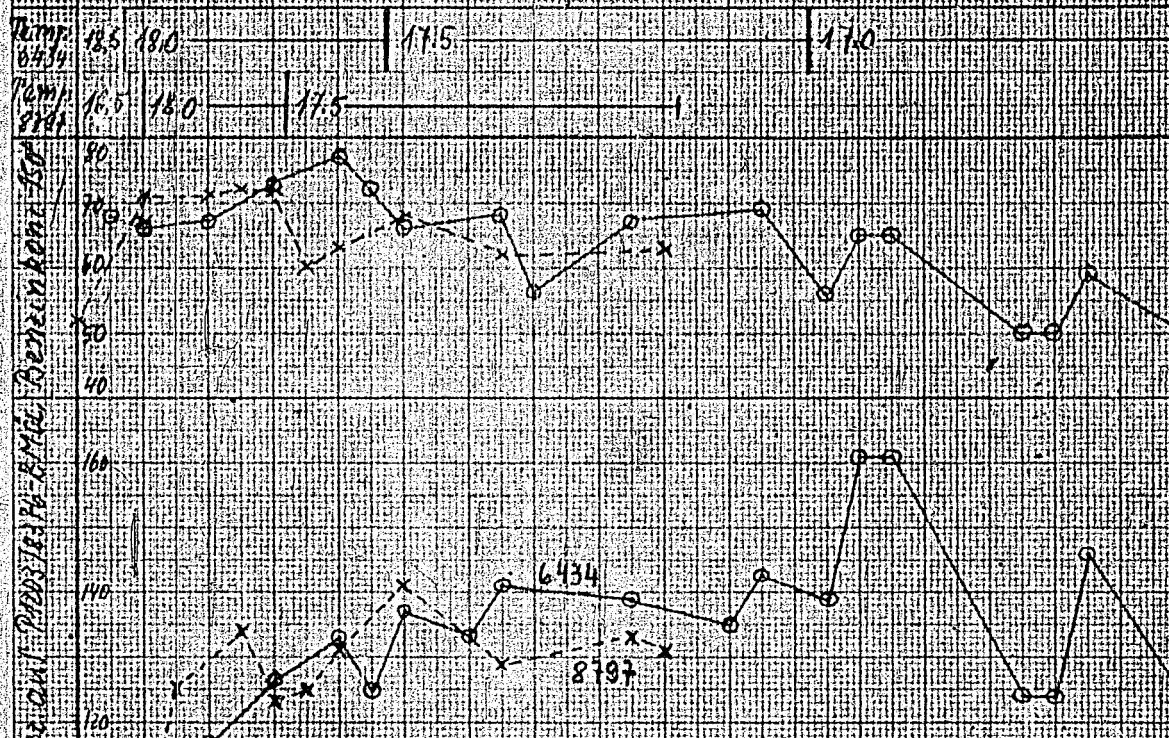
Spaltaktivität vom P1203/2 M-B-MG-Umwelt 6434 und 8797

Kontakt 1734

X Kontakt 1797

122

26



In den Versuchen der ANIC mit anderem Ausgangsprodukt wurde gefunden:

K No 627 ANIC Spaltaktivität 122  
K No 540 ANIC 138

I.G. FarbenindustrieAktionsgesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Formular A4 T (210 X 297 mm)

G.L. 12.2.44

2 c

1. V. 1944

Hochdruckversuche  
Lu 1

123

5. Febr. 1944 Ldt. / EW

Über die Vergasung bei der Kohlehydrierung.

In der anliegenden Tabelle sind einige Eigenschaften der in den 10 ltr.-Öfen auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm mit Eisen-Kontakten verarbeiteten Kohlen sowie die dabei erhaltenen Kohlenstoffvergasungen aufgezeichnet. Sie zeigt folgendes:

Kohlenstoffvergasung. Der Anteil der K-W-Vergasung an der gesamten C-Vergasung nimmt zu mit steigendem C-Gehalt der Reinkohle (s. Kurvenblatt). Die Werte für Braunkohlen liegen in ungefährer Richtung der durch die entsprechenden Steinkohlenwerte gegebenen extrapolierten Kurve; jedoch ist die Zahl der in die Untersuchung einbezogenen Braunkohlen (2) zu gering, um darüber Bindgültiges zu sagen.

Sauerstoffvergasung. (% O in CO und CO<sub>2</sub> bez. auf Reinkohle). Die O-Vergasung nimmt ab mit steigendem C-Gehalt der Reinkohle (s. Kurvenblatt). Die Krümmung der Kurve ist, natürlich in umgekehrter Richtung, diese be wie bei der Kohlenwasserstoffvergasung, d.h. die Abnahme (bei der KW-Vergasung die Zunahme) der Vergasung wird bei steigendem O-Gehalt immer kleiner. Eine eindeutige Abhängigkeit der Sauerstoffvergasung vom O-Gehalt der Reinkohle besteht bei Steinkohlen nicht. Die errechneten Werte bei den schwäbischen Steinkohlen lassen eine Abnahme der O-Vergasung mit steigendem O-Gehalt der Reinkohle vermuten; für die Allgemeingültigkeit einer solchen Abhängigkeit sprechen die hohen Werte bei den Braunkohlen, von denen bis zu 70 % ihres Sauerstoffes als CO und CO<sub>2</sub> entfernt werden, während der entsprechende Wert bei den Steinkohlen bei rd. 25 % liegt.

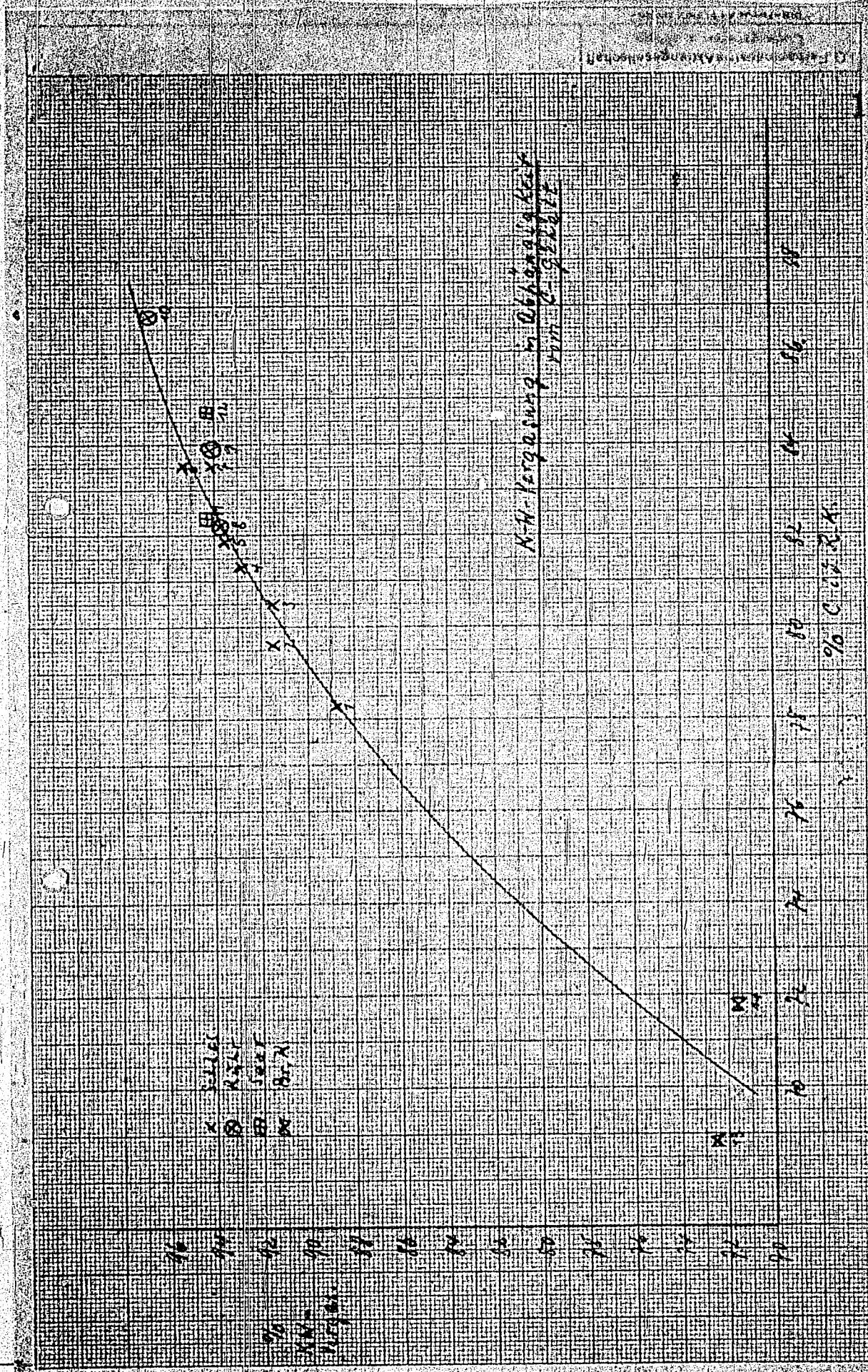
gez. Leonhardt  
" Hupfer

23/238

Kohleart Kevier	Steinkohlen										Braunkohlen				
	Kohle-Nr.	1262	1118	1263	1197	1180	1160	1174	1216	1090	1086	1060	1152	229	143
Berknaf's	Jenins	Graz	Myslowitz	Heinitz	Beuthen	Preußen	Cottbus	Leobschütz	Gelsenkirchen	Witten	Lüdenscheid	Union	Röhr		
Kohlevorbe-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
Kohleverarbeitung	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
C 1.R.A. %	78,26	79,5	80,5	81,27	81,80	83,47	83,48	82,11	83,94	86,76	82,24	84,69	88,73	71,7	
O %	14,66	12,9	12,8	11,47	10,51	9,37	9,85	16,23	5,98	5,54	9,78	5,81	25,25	17,4	
Verarbeitungsbedingungen	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
Orienttemp. °C	471	470	468	471	472	470	468	468	470	469	473	471			
C-Vergesg. auf C 1.R.K. %	15,5	16,8	-	21,2	20,5	20,1	19,5	15,0	22,5	24,4	20,9	22,1	19,6	19,0	
CO <sub>2</sub> %	9,0	7,3	7,1	6,2	6,1	3,0	5,0	5,8	4,6	3,0	4,5	4,6	16,9	21,9	
CH <sub>4</sub> %	2,2	1,3	1,5	1,0	0,5	0,9	0,8	0,4	1,4	0,2	1,1	1,1	10,5	5,1	
NH <sub>3</sub> %	88,8	91,4	91,4	92,8	93,4	95,3	94,2	93,8	94,3	96,8	94,4	94,3	72,5	71,7	
Lfd.Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	
Zus.B. Stieg.V.	8.11.43	18.11.46	29.6.43	9.3.42	21.42	21.5.41	10.3.41	16.12.42	2.1.42	4.6.43	-	3.5.33	19.12.42	23.1.41	
"	220232	178011	226452	202446	188131	167021	182331	209511	198131	213391	-	145461	209181		

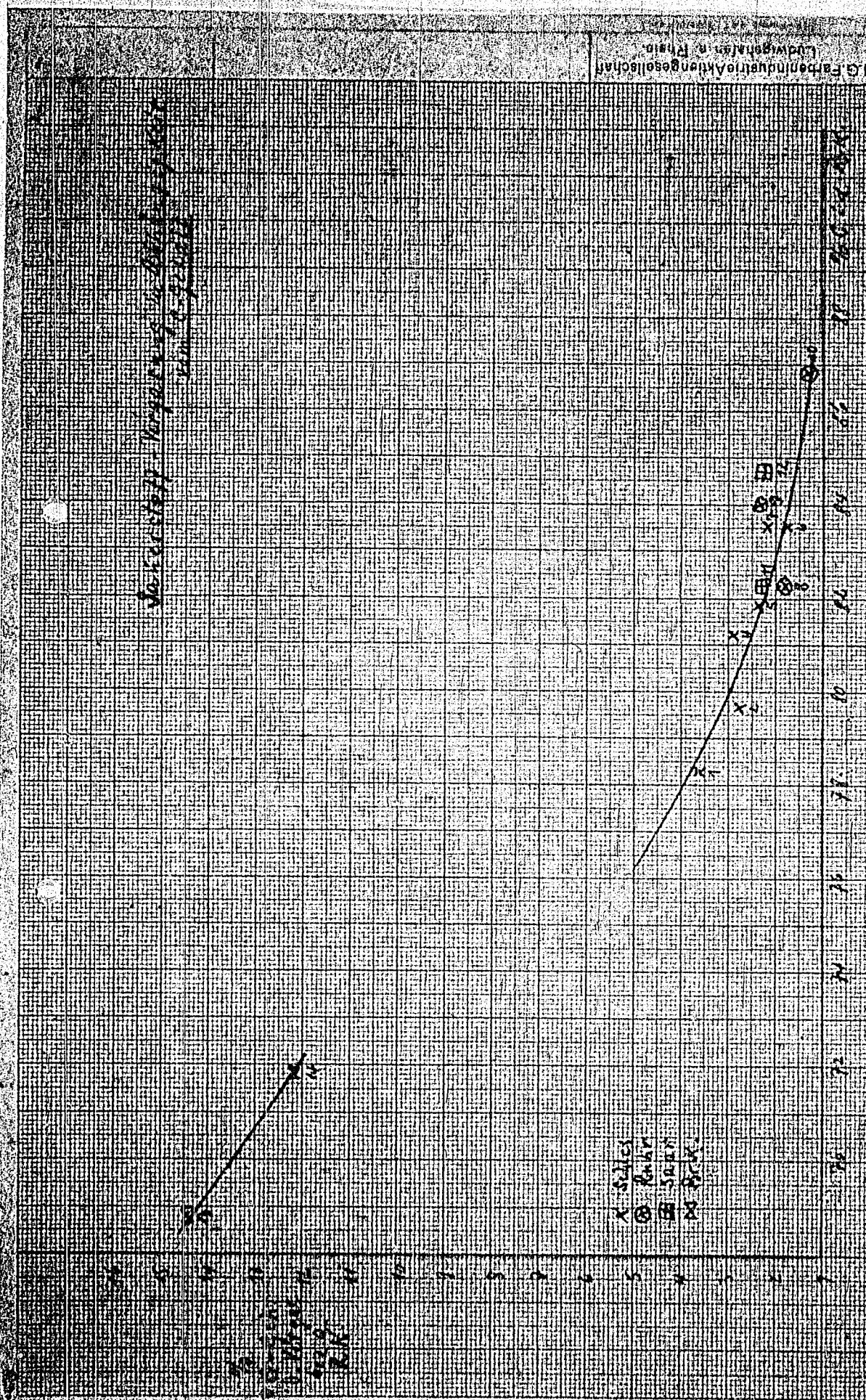
Kohlenart	Bevier	Steinkohlen										Braunkohlen			
		Ober-Schlesien					Aue					Einz. Mittel		Zus. Mittel	
Kohle Fz.	1262	1118	1263	1197	1180	1160	1174	1215	1090	1086	1060	1152	229	143	
Erzinhalt	Janina	Grisz.	Myslo-	Heinitz	Beuthen	Prenz-	Gesamt	Gesamt	Gesamt	Gesamt	Gesamt	Wittels	Union	Rohr	
Kohlevorbe-	Johanna	Wite	-	-	-	gen	gen	gen	gen	gen	gen	Thiel	Rh. Braun	-	
Kohlevorbe-	-	-	-	-	-	80	Anehr	-	-	-	-	Stadt	Gesamt	-	
Kohlevorbe-	-	-	-	-	-	81,27	81,63	83,47	83,48	82,11	83,94	86,76	82,24	84,69	88,73
handlung	C i.-B.E. %	78,26	79,5	80,5	81,27	81,63	83,47	83,48	82,11	83,94	86,76	82,24	84,69	88,73	71,7
Verarbeitungs-	0	14,66	12,9	12,8	11,47	10,51	9,37	9,65	16,23	6,98	5,54	9,78	6,81	25,26	17,46
Verarbeitungs-	-	-	-	-	-	31 +	600	87m	70-Kontakte	-	-	-	-	-	-
Bedingungen	Orientemp. °C	471	470	468	471	472	470	470	470	468	470	469	469	473	471
C-Vergess. auf	15,5	16,8	-	21,2	20,5	20,1	19,5	15,0	22,5	24,4	24,4	20,9	22,1	19,6	19,0
C 1. B.E. %	det. als CO <sub>2</sub> %	9,0	7,3	7,1	6,2	6,1	5,8	5,0	5,8	4,5	3,0	4,5	4,6	16,9	21,9
C 1. B.E. %	" CO <sub>2</sub> "	2,2	1,3	1,5	1,0	0,5	0,9	0,8	0,4	1,1	0,2	1,1	1,1	10,5	6,4
"	" ENF "	88,8	91,4	91,4	92,8	93,4	95,3	94,2	95,3	96,3	96,3	94,4	94,3	72,6	71,7
Lfd. Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	-
Aus. stl. v.	8.11.43	18.11.43	29.6.43	9.3.42	21.4.42	21.5.41	10.1.41	16.12.42	2.1.42	4.6.43	-	3.5.39	19.12.42	23.3.41	-
Hr.	220231	176011	226451	202441	198131	187021	182331	200511	198131	215891	-	145461	209181	-	-

26



21/10/66

127



TITLE PAGE

27. Zur Theorie des Aschobilanz.  
Contribution to the theory of ash-balance.

Frame Nos. 128 - 131

Hoehdruckversuche  
Lu 1

2c

H. J. Simon, Jr.  
12 February 1944 Hurd  
Hypoglycemic  
Lipiner Jr.

Zur Theorie der Aschebilanz

27

Zusammenfassung

Der normalerweise zu beobachtende Überschuss des Ascheausgangs in der Aschebilanz bei der Verarbeitung von Steinkohle mit der üblichen Eisenkontaktkombination wird erklärt mit der Oxydation des Sulfigrans zu Natriumsulfat und damit, daß das Eisen der Bayermasse und wohl auch das des Eisensulfats bei der Veraschung als Schwefelüberträger auf das Calcium der Kohle wirkt, wobei letzteres z.T. als Calciumsulfat im Glührückstand des Abschlammfesten gewogen wird.

Der Aschebilanzsaldo muß also zwar mit steigendem Aschegehalt abnehmen. Dem wirkt aber die Bildung von  $\text{CaSO}_4$  mit steigendem Ca-Gehalt und damit dem Aschegehalt der Kohle entgegen. Eine einfache Abhängigkeit zwischen den Kohle-eigenschaften und dem Aschebilanzsaldo besteht also nicht. Darüber hinaus erscheint es möglich, daß auch die Zugabeart des Eisensulfats, die Mahlfeinheit der Kohle und die Form, in der das Calcium in der Kohle vorhanden ist, Einfluß auf das Stimmen der Aschebilanzen haben.

Die sog. Aschebilanzen werden in der Regel folgendermaßen aufgemacht:  
Eingang: 1) Glührückstand des Rohstoffs (der mit Eisensulfat getränkten Kohle)

- 2) Menge der Kontakte, falls diese aus rein anorganischem Material bestehen. Andernfalls - z.B. bei Grudekontakten - wird die Menge des Ascherückstandes eingesetzt
- 3) Aschegehalt des Anreibeöls, bestimmt als Glührückstand des Benzolunlöslichen

Ausgang: Glührückstand des Benzolunlöslichen im Abschlamm.

Die Veraschung der Proben wird bei ca.  $700^\circ$  vorgenommen.

Die Nachprüfung der 10 Lt-Öfen-Versuche der letzten Jahre ergab,<sup>1)</sup> daß die Aschebilanzen im Durchschnitt 105 % aufgingen. Die Unterschiede bewegten sich im Mittel von 90 - 112 %.

Diese Unterschiede sind nicht nur auf normale Meß- und Analysestreuungen zurückzuführen.

Eine Ascheunterbilanz kann dann entstehen, wenn eisensulfidhaltiger Kontakt verwendet wurden, da 38 Teile (Molgewicht) FeS bei der Veraschung nur 80 Teile  $\text{Fe}_2\text{C}$  ergeben. Hierauf ist die Unterbilanz bei dem Versuch mit K 1086 zurückzuführen, bei dem als einziger Kontakt 3 % geschwefelte Luxmarke angegeben worden war.

1) Zusammenstellung 22 1331 Leonhardt v. 17.12.1943.

Eine Aschevermehrung, wie sie meistens zu beobachten ist, kann auf folgende 3 Ursachen, die wahrscheinlich meist gleichzeitig zur Auswirkung kommen, zurückgeführt werden:

- 1.) Das in der Menge von 0,3 % auf Trockenkohle zugegebene Sulfigran (Molgewicht 78) wird bei der Veraschung weitgehend in Natriumsulfat (Molgewicht 142) umgewandelt, soweit es nicht der aus dem Rohstoff entstandene Chlorwasserstoff zu NaCl (2 Molgewichte 117,0) bindet. Letzteres ist besonders bei der schlesischen chlorarmen Steinkohle nur in geringem Maße der Fall. Die Einwirkung von CO<sub>2</sub> unter Bildung von Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Molgewicht 106) im Hochdruck scheint ebenfalls keine Rolle zu spielen. Alle erwähnten Umsetzungen des Natriumsulfids haben jedenfalls eine Aschevermehrung zur Folge. In der anliegenden Tabelle ist eine Modellrechnung von Aschebilanzen bei verschiedenen angenommenen Aschegehalten der (mit Eisensulfat getränkten) Trockenkohle und unter der Annahme von 50 %iger Anreibung und von 20 % Asche im Anreibebölfesten (10 %) aufgeführt. Sie zeigt im Fall 1, daß eine vollständige Umwandlung des Na<sub>2</sub>S in Sulfat bei 2 % Asche auf Trockenkohle einen Saldo von 4,3 %, bei 6 % Asche auf Trockenkohle einen Überschuß von 2,6 % bewirkt.
- 2.) Die ungeschwefelte Bayermasse, die rund 50 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> enthält, nimmt beim Durchgang durch den Ofen soviel Schwefel auf, wie zur vollständigen Überführung des Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1/2 Molgewicht 79,8) in FeS (Molgewicht 87,8) nötig ist, d.h. 20 % bezogen auf die ungeschwefelte Bayermasse. Bei der Bestimmung des Glührückstandes vom Abschlammfesten wird das FeS abgeröstet. Die Restgase setzen sich mit dem Calciumcarbonat aus der Kohle bzw. mit dem beim Glühen daraus entstandenen CaO1 zum Teil zu Calciumsulfat um. Für den Fall, daß der gesamte Schwefel in dieser Weise gebunden würde (Fall 2a), was zur Voraussetzung hat, daß genügend Ca bzw. Mg vorhanden ist, d.h., daß die Alkalität der Kohle genügend hoch ist, errechnet sich eine Zunahme des Ascheausgangs um weitere 13 bzw. 7,6 % bei 2 bzw. 6 % Asche in Trockenkohle. Die Aschebilanzen würden also unter Berücksichtigung der Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Bildung aus dem Sulfigran zu 117,3 bzw. 110,2 % aufgehen. Bei dem Versuch mit der alten Gelsenbergkohle konnte eine solche Zunahme nicht stattfinden, da die K 1086 sehr wenig Ca und Mg enthält.

Verwendet man von vornherein geschwefelte Bayermasse (Fall 2b), die 52,4 % FeS und 19,0 % SO<sub>3</sub> enthalt, so ist grundsätzlich der gleiche Vorgang zu erwarten. Beim Abrösten entstehen aus 100 Teilen geschwefelter Bayermasse 95,3 Teile Glührückstand mit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und maximal 47,5 Teile SO<sub>3</sub>, könnten an CaO gebunden werden. In diesem Falle würden die Aschebilanzen zu 115,4 bzw. 109,1 % stimmen.

Da die Natriumsulfatbildung aus dem Sulfigran die Salden der Aschebildung nicht allein bewirken kann, muß die Sulfatbilanz aus dem Schwefel der Bayermasse notwendigerweise als Teilerklärung mit herangezogen werden. Modellversuche hierzu sind teils noch vorgesehen, teils in Arbeit.

- 1.) Bei 700° ist der CO<sub>2</sub>-Partialdruck des CaCO<sub>3</sub> noch verhältnismäßig niedrig, sodass wahrscheinlich ein Teil des CaCO<sub>3</sub> erhalten bleibt.

3.) Auch das Eisensulfat kann zur Aschevermehrung beitragen. Wenn es sich bei der Auftrennung auf die Kohle mit dem Calcium zu Sulfat und Eisenhydroxyd umsetzt, so wirkt das Hydroxyc ebenso als Schwefelüberträger auf die Asche wie das Eisen der Bauermasse. Im Extremfall würde dadurch die Aschebilanzen zu 175,3 (bei 2,0 % Asche in Trockenkohle) bzw. 115,8 % (bei 6,0 % Asche) aufgehen (Fall 3).

Bei der Aschevermehrung durch das Eisensulfat könnte man sich größere Schwankungen vorstellen. Die erste Reaktion zu  $\text{CaSO}_4$  könnte geringer sein, wenn der Kontakt nicht aufgetrunken, sondern trocken zugemischt wird, wenn das Calcium der Kohle nicht in genügender Menge vorhanden ist, oder wenn es nicht genügend freiliegt. Letzteres kann von dem Fühlungsgrad der Kohle und u.U. von dem Anteil des Calciums, das organisch gebunden ist, abhängen. Damit könnten sich Unterschiede zwischen einzelnen Versuchen und Verschiedenheiten zwischen den Kohlen ergeben. Die Streuungen könnten im äußersten Falle 4 - 8% der Aschebilanz betragen.

Die vorstehenden theoretischen Überlegungen lassen ein Anwachsen des Aschebilanzsaldoe mit sinkendem Aschegehalt der Trockenkohle erwarten, dem aber ein anderer Effekt, nämlich ein Steigen des "Asche"-Überschusses im Abschlamm mit steigendem Ca-Gehalt der Kohle, entgegenwirkt. Es ist dann nach vorstehendem, einfache Abhängigkeiten der Aschebilanzsaldoe vom Aschegehalt der Kohle oder von ihrer Alkalität nicht gefunden werden konnten.

gez. Rupfer

Tabelle 2  
Aschebilanzen auf 1000 Trockenkalorien

Fall	1	2a	2b	3							
<b>Ein in Kohlebrenn-</b>											
Aasche der Kohle getrennt oder gesiebt mit 1,1% FeSO <sub>4</sub>	20,0	60,0	60,0	60,0	20,0	60,0	60,0	20,0	60,0	60,0	60,0
7 % SO <sub>2</sub>											
1,5 % Bayermasse ungeschweift	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
" " geschweift	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1,5 % Sulfitan	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
0,3 % Sulfitan											
Aasche im Anreisbehälter	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
<b>Summe</b>	<b>58,0</b>	<b>98,0</b>	<b>98,0</b>								
<b>Aus im Abschlamm:</b>											
Unverändert Kohlesäcke	20,0	60,0	20,0	60,0	20,0	60,0	20,0	60,0	20,0	60,0	20,0
Anreisbehälter	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
Bayermasse	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Fe <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> aus KaoS	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
SO <sub>4</sub> aus dem von der Bayermasse zufügten KaoS											
SO <sub>3</sub> durch Fe <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> übertragen											
<b>Summe</b>	<b>60,5</b>	<b>100,5</b>	<b>68,0</b>	<b>106,0</b>	<b>66,9</b>	<b>106,9</b>	<b>66,9</b>	<b>106,9</b>	<b>71,5</b>	<b>111,5</b>	<b>71,5</b>
<b>Aschebilanz aus/ein</b>	<b>4</b>	<b>104,3</b>	<b>102,6</b>	<b>117,5</b>	<b>110,2</b>	<b>115,4</b>	<b>109,1</b>	<b>123,5</b>	<b>113,8</b>		

131

TITLE PAGE

28. Aschebilanzen von Autoklavenversuche mit  
Steinkohlen.  
Ash balances of autoclave experiments  
with bituminous coals.

Frame Nos: 132 - 140

Hochdruckversuche  
Lu. 1

Zc!

132

28. Januar 1944 Gr/E

Aschebilanzen von Autoklavenversuchen mit Steinkohlen.

In anhängender Tabelle sind Aschebilanzen von verschiedenen Steinkohlen und deren Gehalte an alkalischen Bestandteilen bzw. an SO<sub>3</sub> aufgeführt. Wenn auch die beiden Kohlen mit den geringsten Alkaligehalten (Geisenbergkohle und Heinitzgrube) negative Bilanzen zeigen, so läßt sich hieraus noch keine Abhängigkeit ableiten, denn Heinitzgrube mit beinahe dem doppelten Alkaligehalt und dem dreifachen SO<sub>3</sub>-Gehalt im Vergleich zur Geisenbergkohle gibt niedrigere Aschebilanz. Andererseits zeigt Janinakohle mit dem höchsten Alkali und SO<sub>3</sub>-Gehalt geringere Aschewerte als Beuthengrube mit etwa dem halben Alkali und SO<sub>3</sub>-Gehalt. Bemerkt sei, daß bei Anwendung von chlor- bzw. fluchhaltigen (korrodierenden) Kontakten stark über 100% liegende Aschebilanzen gefunden wurden.

gez. Grassl

(28)

Aschebilanzen von Autoklavenversuchen mit Steinkohlen bei 600 atü Druck

a) Mit Eisenkontakte:

Kohle	Gelsenberg K 1090	Heinitz- grube K 1197	Beuthen- grube K 1180	Beuthen + Heinitzgrube K 1242	Junina- grube K 1262
% Asche i.Trockenk.	2,54	2,49	3,47	4,90	3,56
% (CaO+MgO+Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O) i.d.Kohle	0,229	0,442	0,504	0,783	0,99
% SO <sub>3</sub> i.d.Kohle	0,120	0,409	0,395	0,470	0,812
Aschebilanz: Anzahl der Versuche	94,7 29	93,8 28	100,2 11	100,6 15	98 13
Streuung:	76-123,5	77-109,5	86-115	90-115	81-114

b) Mit chlor- bzw. fluorhaltigen Kontaktten:

Kohle	Gelsenberg K 1090	Heinitzgrube K 1197	Beuthen + Heinitzgrube K 1242
Aschebilanz	122,8	125	117,3
Anzahl d.Versuche	13	16	7
Streuung:	93-147	91 bis 164	109 bis 126,5

Hochdruckversuche  
Lu 1

134  
25. Januar 1944 Rr/Eb

Aschebilanzen bei der Kohlesumpfphase.

Zusammenfassung.

Es wurde versucht, an Hand von Aschebilanzen aus 10 Ltr.-Ofenversuchen und Kohleanalysen, Zusammenhänge zwischen Aschebilanz und Asche- bzw. Kohleeigenschaften zu finden. Klare Zusammenhänge konnten dabei auf Grund des vorliegenden Materials nicht festgestellt werden.

Außerdem von der Auswirkung schlecht stimmender Rohbilanzen und schlechter Probenahme können Sumpfphase-Aschebilanzen durch folgende Fehlermöglichkeiten beeinflußt werden:

- 1.) Fehlergrenze der Aschebestimmungen.
- 2.) Chemische Veränderungen der anorganischen Bestandteile bei der Veraschung.

Zu 1) Fehlergrenze der Aschebestimmungen.

Da die Kohle keine einheitliche chemische Substanz ist und insbesondere bei der Steinkohle die anorganischen Bestandteile unregelmäßig in die organische Kohlesubstanz eingelagert sind, beträgt selbst bei idealer Probenahme bei einer Kohle von z.B. 5% Asche die Fehlergrenze der Aschebestimmung mindestens  $\pm 0,3\%$  (absolut). Das heißt unter Annahme eines etwa 50%igen Kohlebreies sind keine genaueren Aschebilanzen als  $100 \pm 1\%$  zu erwarten.

Zu 2) Chemische Veränderungen der anorganischen Bestandteile bei der Veraschung.

Das Gleichsetzen des bei  $750^\circ$  gewonnenen Glührückstandes mit den wahren anorganischen Bestandteilen der Kohle bzw. der nach der Hydrierung verbleibenden Restkohle (Abschlammfestes) ist nur annähernd richtig. Bei geringen Aschegehalten (entgaschten Hydriersteinkohlen z.B.) ist der dabei gemachte Fehler absolut gering, wirkt sich jedoch trotzdem auf die Aschebilanz (relative Beziehung) stark aus. Höhere Aschegehalte verursachen stärkere absolute Abweichungen.

Beispiel:

	Leuna-Kohle	Rhein-Braunkohle
Glührückstand	11,6	5,4
wahre Asche	8,9	5,1

Für die Aschen der Abschlamma gelten dieselben Betrachtungen. Weitere Unsicherheiten kommen durch die Zufügung der Katalysatoren, deren Umsetzung mit der Kohlesäure und deren Veränderung beim Glühen dazu.

Die bei der Veraschung auftretenden Veränderungen der anorganischen Bestandteile sind in Tabelle 1 a) aufgeführt, sie sind teils gewichtsvermehrend, teils gewichtsverändernd. Wird zur Aschebilanz einerseits eine Aschebestimmung<sup>1)</sup> im Kottlebcrit, andererseits eine Aschebestimmung<sup>1)</sup> im Abschlamm verwendet, so durften an und für sich keine starken Abweichungen von 100 % auftreten, wenn während des Hydrierprozesses keine Veränderungen der anorganischen Bestandteile vorgenommen würden. Tabelle 1 b) zeigt die vermutlichen Veränderungen der anorganischen Bestandteile im Hochdruckofen. Die dabei neu gebildeten Stoffe Sulfide, Karbonate etc. werden bei der anschließenden Aschebestimmung<sup>1)</sup> zum mindesten teilweise wieder in Oxyde bzw. Sulfate verwandelt. Der organische Kohleschwefel wird vor allem dann voraussichtlich als Sulfateschwefel in der Asche bleiben, wenn genügend Alkalien und Erdalkalien vorhanden sind, um das SO<sub>3</sub> zu binden.

Aus diesen Überlegungen heraus wären bei Kohlen mit stark alkalischen Aschen Aschebilanzen über 100 % zu erwarten. Dazu müßten die größten SO<sub>3</sub>-Werte in der Asche bei stark alkalischen Aschen auftreten und wiederum müßten bei viel SO<sub>3</sub> in der Asche Aschebilanzen von über 100 % zu erwarten sein.

An Hand von bei 10 Ltr.-Ofen-Versuchen (Zus. Stellg. Leonhardt v. 17.12.1943 Nr. 22 1331<sup>2)</sup>) bei verschiedenen Kohlen gefundene Aschebilanzen wurden diese Verhältnisse nachgeprüft. Wie Kurvenblatt I zeigt, besteht annähernd die oben vermutete Beziehung, daß mit steigendem Erdalkali- und Alkaligehalt in der Asche auch das darin enthaltene SO<sub>3</sub> ansteigt<sup>3)</sup>.

In den Kurvenblättern II und III sind die 10 Ltr.-Ofen-Aschebilanzen zum Erdalkali + Alkaligehalt bzw. zum SO<sub>3</sub>-Gehalt des Glührückstandes in Beziehung gesetzt.

Eine klare Abhängigkeit ist nicht zu erkennen. Die Aschebilanz der alten Gelsenbergkohle, welche alkali- und SO<sub>3</sub>-arm ist, liegt wohl mit 91 % tief; die alkalireicheren Zweckkohlen, Heinitzkohle, Preußengrube etc. weit über 100; dagegen liegen die Kohlen mit den alkalireichsten Aschen aber wieder tief.

Wenn Zusammenhänge zwischen Aschebilanz und Kohlensort bestehen, sind sie offenbar aus den üblichen Kohlesanalysen nicht zu erkennen, man müßte wahre Aschengehalte ermitteln, um eventuelle Zusammenhänge aufzudecken.

gez. Rank

- 1) Glührückstand.
- 2) 600 atm Versuche mit Eisenkatalysatoren.
- 3) Tabelle II enthält die Vollanalyse der Kohlen.

Tabelle 1a)

Ausgangsstoff	vermutliche Veränderung bei der Verbrennung
$\text{CaCO}_3$ , $\text{MgCO}_3$ , $\text{FeCO}_3$	$\text{CO}_2$ Abspaltung + Oxyde bzw. Sulfate
$\text{CaSO}_4$ , $\text{Na}_2\text{SO}_4$	keine
$\text{Fe}_2\text{SO}_4$	$\text{SO}_2$ -Abspaltung $\text{Fe}_2\text{O}_3$
$\text{FeS}_2$	$\text{SO}_2$ + $\text{FeO}$ bzw. $\text{Fe}_2\text{O}_3$
$\text{FeO}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$
Silikate von $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{MnO}$ , $\text{CaO}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$	eventuell Kristallwasser Abspaltung
$\text{NaCl} + \text{KCl}$	eventuell flüchtig
$\text{CaO}$ , $\text{MgO}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{K}_2\text{O}$	Sulfate
organ.S der Kohle	Sulfat S

Tabelle 1b)

Ausgangsstoff	vermutliche Veränderung in der Sumpfphase
$\text{CaCO}_3$ , $\text{MgCO}_3$	keine
$\text{CaSO}_4$ , $\text{Na}_2\text{SO}_4$	keine
$\text{Fe}_2\text{SO}_4$ , $\text{FeCO}_3$	FeS
$\text{FeS}_2$	FeS
$\text{FeO}$ bzw. $\text{Fe}_2\text{O}_3$	FeS
Silikate von $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{MnO}$ , $\text{CaO}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{K}_2\text{O}$	eventuell Kristallwasserverlust
$\text{NaCl}$	keine
Humate von $\text{CaO}$ , $\text{MgO}$ , $\text{FeO}$ etc.	Karbonate
organ.S der Kohle	$\text{H}_2\text{S}$

Tabelle 2.

Kohle	Gelsenberg	Scholven	Zweckel	Grafik	Beuthen	Preußen	Castell	Heinitz	Jä-
	alt	jung	1101	Johanna	Kohle	Grube	Abwehr	Grube	nina
	X 1086	X 1090	X 1216	X 1118	X 1180	X 1160	X 1174	X 1197	X 1162
% Asche/T.E.	5,13	2,54	4,46	3,96	4,73	5,47	3,88	4,75	2,49
R.Kohle:									
% C	86,76	83,75	82,79	82,11	83,43	81,80	83,47	82,48	80,82
H	5,24	5,42	5,19	5,44	5,43	5,07	5,13	4,87	4,83
O	5,54	5,77	10,47	10,23	8,70	10,51	9,37	12,53	14,66
N	1,83	0,95	0,23	1,26	1,97	2,31	1,56	1,32	1,32
S	0,63	0,94	1,02	0,75	0,44	0,31	0,32	0,45	0,42
Si	0,85	1,09	0,96	1,05	0,53	0,43	0,40	0,58	0,93
Se	0,09	0,09	0,21	0,03	0,019	0,019	0,019	0,03	0,03
Cl	0,74	4,94	4,63	4,67	3,97	4,20	4,44	3,69	5,31
H disp./100C	3,024	37,57	37,42	39,11	37,08	38,74	37,09	36,48	38,63
EIHC%	3,8	8,2	4,2	4,75	4,25	4,50	4,15	4,30	4,23
Alkal. S H2SO4/KS	7,95	4,75	8,96	11,25	27,5	11,50	10,30	8,7	28,1
Ascheanalyse:									
% SiO2	43,45	34,81	42,31	36,04	26,17	29,46	28,84	32,34	26,94
" Fe2O3	11,31	25,04	15,61	15,61	14,29	11,62	12,39	13,60	11,24
" Al2O3	34,18	25,13	30,07	26,21	18,16	17,23	26,43	23,66	11,74
" CaO	2,54	2,50	2,36	2,18	7,96	13,18	8,25	11,21	11,17
" Mg	1,45	1,72	2,18	2,13	2,13	3,51	4,00	5,01	2,21
" K2O+Na2O	3,07	1,74	2,99	1,95	1,85	2,31	1,87	1,50	1,35
" SO3	1,99	4,72	8,35	14,57	11,39	11,97	12,03	16,45	22,84
" P2O5	0,84	0,28	0,25	0,70	0,55	1,57	0,92	0,88	0,12
" TiO2	0,81	1,29	0,77	1,12	0,62	1,20	0,96	0,77	1,21
Aschesilanz	91	91	115	102	103	110	97	111	97
			103	103	114	103	113	113	113



1945-1946  
BOSTON COLLEGE

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945-1946  
BOSTON COLLEGE

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1945

1. *Acetobacter* *butylicum* *strains*

X X X X

X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

X X X

X X

TITLE PAGE

29. Über die Aufheizung von Krackrückständen.  
The heating up of cracking residues.

Frame Nos. 141 - 143

Jan. 1938 Ent. E.  
Kippegest  
Kotter f.

Über die Ausbildung von Krockruckständen.

(20)

ZUSAMMENFASSUNG

Die bisherigen guten Ergebnisse bei der Verarbeitung von Krockruckständen im 10- und 100-Ltr.-Ofen wurden mit Vorheizertemperaturen erzielt, die heute unzureichend erscheinen. Neue Versuche sind deshalb erforderlich.

Bei Krockruckständen aus rumänischer Pascara ist gegenüber den ihnen sonst sehr ähnlichen Erdkruckständen aus venezolanischem Bleich (P 1307 und P 1274) infolge ihrer niedrigeren Schwefelgehaltes und Komplexität höhere Werte für den dopp. Wasserstoff eine etwas geringere Würzstabilität und damit ein etwas schlechteres Anspringen zu erwarten.

Die oben erwähnten Venezuela-Rückstände werden im 10-Ltr.-Ofen bei 500 atm auf Benzin und Mutteröl verarbeitet. In dem Verfahren berichtet wird nur die Temperaturgrenzen angegeben, innerhalb deren der Bleibad-Vorheizer zu fahren war, nicht aber die Temperaturen, die tatsächlich eingestellt werden sollten. Diese werden jetzt deshalb nachträglich aus den Dichtziffern ermittelt und zusammen mit den Ofentemperaturen und der Temperaturdifferenz Bleibad/M<sub>1</sub>, die über den Zustand der Vorheizanlage Aufschluß erlaubt, in der abliegenden Tabelle verzeichnet.

Hieraus zeigt sich, dass bei allen verarbeiteten Krockruckständen, sowohl denen aus Erdöl wie bei denen aus Gasöl, der Vorheizer im Durchschnitt sehr hoch, nämlich auf 450-455° gefahren werden sollte, um mit genügender Durchsitzzeit von rd. 1,0 Reaktionstemperaturen von 475-480° im Ofen zu erreichen, ebenso die Aufheizzeiten der Temperaturdifferenz Bad/M<sub>1</sub> recht hoch im sehr hohen Zustand befinden. Sie garantieren Bleibadtemperaturen während infolge des ausgewiesenen Wärmeüberganges zur Rohrwanne den Breittemperaturen vernünftig nahe gekommen sein.

Zum können Rückblick bezüglich der Aufheiztemperaturen von Befunden am 10 Ltr.-Ofen mit seiner relativ starken Abstrahlung, der Möglichkeit, ihn von außen zu beheizen, und seinen grundsätzlich anderen Strömungsverhältnissen auf die Großapparatur mit großer Vorsicht geworfen werden. Grundsätzlich bestehen aber die gleichen Abhängigkeiten. Bei denjenigen Versuchen, in denen sich eine gute Übereinstimmung der 10 Ltr.-Ofen-Resultate mit denen der Großapparatur herausgestellt hat, wie z.B. bei den Versuchen zur Verarbeitung schwedischer Kohlen, lagen die Temperaturen des letzten auf die Schläuche aufgebundener Elementes S<sub>4</sub> - im Luftbad-Vorheizer ohne die

Wit in letzter Zeit durchföhrte Versuch sollten der unteren Ofen-  
elbzone - im Mittel bei etwa 40-45% und übereinander in feinen  
Falle 450%. Bei den dicken Formungen entsprechenden Fallzonen ist  
die Großen die Vorheizleistung ebenfalls an den Grenze des Heute mög-  
lichen angelegte Verdickung, bei den dickeren Vorheizer höher als 450,  
z.B. auf 450-475%, was wir wünschen, waren solche zur Verarbeitung von  
Bogien und Boden der Tafel mit hohen Durchsätzen über 0,7. Diese  
Lösung steht bekanntlich in der Technik nicht reproduzierbar.

Es ist weiter zu erwähnen, dass auch mit Kreisdruckzylinder bei  
dem in der Ltr.-Ofen z. gestrichen Durchsätzen und Leistungen in der  
Großtechnik Verarbeitung möglich erfordert sein würde, wenn sich  
dieses Materialgrunde vorherstehende Maximalgrenze um eine Einheit  
niedrig liegen sollte.

Ergebnis wird diese Verarbeitung durch die Temperaturverhält-  
nisse am 100 Ltr.-Ofen während der Versuche zur Verarbeitung von  
Kreisdruckzylinder. Hier wurden P 1307 (Lamillast-Rohöl-Kreisdruckzylinder)  
und P 1329 (Kunst-Gussdruckzylinder) bei 700 atm gelehren. In der  
nachfolgenden kleinen Tabelle sind die Temperaturen des letzten auf-  
den Spindelvorheizer aufgestoßenen Elementes S<sub>1</sub>, das mit den Nachbar-  
elementen gut übereinstimmt, die des anschließenden Übergangselement-  
tes X<sub>1</sub>, die des unteren Übergangselementes Z<sub>1</sub>, das ersten Ofens und die je-  
weilige Materialtemperatur dieses Ofens notiert (in MV bei 40° Klemm-  
temperatur).

Produkt	Material	S <sub>1</sub>	X <sub>1</sub>	Z <sub>1</sub>	Ofentemp.
		M,°	M,°	M,°	M,°
P 1329	0,24-3,0	21,3	22,6	24,0	24,7
	"	21,2	22,1	23,1	25,1
P 1307	23,8	21,8	23,1	25,0	
	"	22,9	22,5	24,5	25,5
P 1307	21,6	21,3	22,2	24,5	24,5
P 1329	21,9	21,8	23,0	25,0	25,0
(11)	21,4	21,0	21,8	24,7	25,1

Aus dieser Tabelle erkennt man sofort, dass man die Wärme-  
leitung höchst angreifender verhindern kann,

Es erfordert hierbei, die Kreisdruckzylinder, obgleich in  
der Herstellungslösung der Vorheizer-Ungleichheit sind zu verhindern  
durch ausreichendes Verteilen, nicht mit den hohen Leistungen überholen  
lassen werden, die kleine Verbesserung, die die in Kleinversuch be-  
obachteter Vorheizleistung noch im Großen nicht realisiert werden kann.  
Mit welchen Leistungen und anderen Ergebnissen tatsächlich  
gerechnet werden muß, ist aus den bisherigen Versuchen für mit ge-  
wissen Ungleichheit zu schätzen. Nach Versuch erscheint daher ein-  
gängig notwendig.

vz. Hupfer  
" Leonhardt

143

Temperature &amp; Wind Data at 0600Z 11/11/68

Expt.	Date	V	Out °C	Dew V.P. /Outgoing °C
1290	11-11-68	150	165	120
		150	178	120
		150	172	120
		150	170	120
1293	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
1297	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
	11-11-68	150	155	120
1301	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
1314	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120
	11-11-68	150	160	120

TITLE PAGE

30. Ersatz von Ammonchlorid bei Scholven Kohle.  
Replacement of ammonium chloride with  
Scholven coal.

Frame Nos. 144 - 146

Ze 11111111  
Gefüge  
Kohle

Kochdruckversuch  
zu 1.

Wirkung von Ammoniumchlorid bei Schmelzverarbeitung  
(Versuch im Drehrohrofen bei 350 °C im Druck)

144

30

Ergebnisse:

Hydrierversuche, die im Einzelnen und zusammenfassend wichtigeren der Hydrierreaktionen Schulven mit Ammoniumchlorid ausgeführten wurden, liefern folgende Ergebnisse:

Bei den geprüften chlorhaltigen Stoffen ist vorwiegend Ferronitrat und im weiteren ein kleiner wechselndes Anteil an schwer zu bestimmen Eisenchlorid (vergl. Tabelle). Ferronitrat ist in Chloratäquivalenter Menge ausgesetzt, gibt bei sonst gleicher Reaktion wie Ammoniumchlorid eine wenig höhere Vergasung. Eisenchlorid ist ebenfalls günstig wie Ammoniumchlorid, nur jedoch gegen Ammoniumchlorid den Vorsatz. Dies ist infolge des geringen Chloridgehaltes, die eine Verarbeitung auf Schmelzaufschmelzung verhindert. Ein eisengeladenes Eisenende ist wesentlich ungünstiger, bei höherer Temperatur erhält die Vergasung praktisch keine Zunahme.

Aluminatsalze, z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , ist ebenfalls ungünstig, wie Ammoniumchlorid bei 350 °C höherer Temperatur ermittelt. Geringe Verbesserung, allerdings auf Kosten der Vergasung, die stark eingeschränkt wird. Bei  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  Aluminatammoniumchlorid, die sehr Oxydationsmittel ist, kann wieder eine geringe Verbesserung der Vergasung erreicht werden, jedoch im Anfang und vergleichbar die guten Werte des Ammoniumchlorids nicht erreichen.

Die Chlorat im Ofen durch Umsetzung mit Ammoniumchlorid zur Wirkung zu bringen, gelingt nicht und gab ungünstigere Werte als Ammoniumchlorid.

Gemeinsam mit  
Dr. Schiffmann

gez. Grassl

Rechtsmöglichkeit von Ammoniumchlorid bei Scholvenischer Kali.  
Versuche bei 550 atm Druck im Drautoklaven.

Die Versuche wurden im Abstand von Sonderigkeiten, die in der Beschaffung von Ammoniumchlorid für das Hydrierwerk Scholven aufgetreten waren, ausgeführt. Es wurde versucht, bei Scholvenischer Hydrierstelle Ammoniumchlorid durch verschiedene chlorhaltige Verbindungen, die wie Ammoniumchlorid als Zusatzkosten zu o. 05 % Zinnoxyd eingesetzt werden,

die Reaktionen sind in der Tabelle aufgeführt. Danach kann Ammoniumchlorid durch eine praktisch gleichmäßige Menge Ferrichlorid (21 %) praktisch gleichmäßig ersetzt werden. Auch Spaltung und Zinnoxydrückung sind ebenso günstig wie bei Ammoniumchlorid. Lediglich die Vergaserung dürfte bei Anwendung von Ferrichlorid ein wenig höher sein. Die gleiche Chlormenge als Aluminiumchloridhydrat ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) setzt auf den Abbau in jeder Hinsicht ungünstiger. Erhöhten der Reaktionsatemperatur um 5/10 °K brachte in Ausblitz und Spaltung wesentliche Verbesserung, doch setzte dabei die Vergaserung auf 21 % an. Hier im Falle durch Ureum mit Ammoniumsulfat zur Wirkung zu bringen, sind in jeder Beziehung schlechte Ergebnisse. Die gleiche Chlormenge als wasserhaltige chlorhaltige Ionenide ist eben ebenso günstig wie Ammoniumchlorid. Doch ist infolge ihrer geringen Chlorgehaltes (o. 17 %) die hierbei einzuhwendende Menge (50 %) sehr hoch und wird wegen der zu durch vorurteile verhinderten Reaktion der Alkalihalogenatbildung leider in Frage kommen. Der Chlorgehalt der wasserhaltigen Ionenide gab nur wenig günstigere Werte als Aluminiumchloridhydrat. Bei höherer Temperatur werden im Asphalt und Spaltung bei entsprechend höherer Vergaserung günstigere Werte erhalten.

Zwei vom Bläckerbetrieb erhaltenen Aluminiumchloridproben, Bläckerbol A und Bolton sind, vergleichbar bezüglich ihres hohen Chlorgehaltes in der Spaltung günstiger als die gäische Menge wasserhaltige Ionenide. Im Vergleich zu Aluminiumchloridhydrat sind sie trotz ihres z.T. wesentlich geringeren Chlorgehaltes in Ausblitz und Vergaserung besser, ohne jedoch die günstigsten Werte von Ammoniumchlorid in Asphalt, Spaltung und Vergaserung zu erreichen.

Zusammenfassung der Bauaufgaben des Schulzentrums 1916

Vorstellung der Bauaufgaben Abteilung 3 Städ., Denkmalschutz & Bau  
Datum: 21.10.1916, 41 (Zwischenl.) Abschluß 1. Mitt. 1914 gest.  
Fortschreit. 1.10.1916, innenaufl. + außen in geschiedener Form  
Bauaufgaben: 350 m<sup>2</sup>

Abteilung	1915	1916	1915	1916	1915	1916	1915	1916	1915	1916	1915	1916
Chloroform	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Stein	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Asphalt	1,25	2,1	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72	1,72
Asphalt, Guss, u. f.	1,044	1,044	1,050/50	1,050	1,050/50	1,050	1,050/50	1,050	1,050/50	1,050	1,050	1,050
Asphalt 1.02	4,0	3,7	7,0	5,3	15,8	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
Verputzung	63	61	57	60	60	65,3	60	72,5	92,5	97	97	97
Wachs	125	125	125	125	125	125	125	125	125	125	125	125
Fertigung & Reibildung	16,8	13,1	20,5	21,8	22	18,2	18,2	20,5	20,5	20,5	20,5	20,5
Montagebau	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5

TITLE PAGE

31. Untersuchungen von Schwellruckständen aus  
Schiefer auf ihre Eignung als Sumpfphase-  
kontakt.  
Analysis of low temperature carbonization  
residues from shale for their possible  
use of Sumpf phase catalysts.

Frame Nos. 147 - 150

2c

147

16.12.1943  
22. Dezember 1943 Gr. Bb  
abgeschlossen  
Lohn

Hochdruckverarbeitung  
Lu 1

Unterschriften von Schmid und Dr. v. Scheuer auf ihre Eignung als  
Sumpfphasenkontakt.

(Vergleich bei 600 nm im Dichtestrahler).

(31) **Ergebnisse:**

Zwei verschiedene Materialien auf Schmelzrohstoffe, die wir von Dotternberg und Lohne erhalten, werden im Autoklaven auf ihre brauchbarkeit als Sumpfphasenkontakte für Katalysatoren geprüft. Im Anlieferungszustand sind beide Proben unzureichende Ergebnisse als unser Graphit Kontakt, durch Auftragen von FeSO<sub>4</sub> und NaOH mit einer merkblichen Aktivierung erzielt, und da sie vom Klim mit der C-freien Probe, bei einem ebenso günstigen Ergebnis erzielt wurden, wie mit dem Graphit Kontakt. Da diese Schmelzrohstoffe im Großbetrieb verwandt werden können, ist, in Abstimmung mit dem spez. Gewichtes, das mit 2,6 bis 2,7 hier als ziemlich hoch an, so groß ist wie bei Braunkohlegrude fraglich, denn nach den bisherigen Erfahrungen zeigten Sumpfphasenkontakte mit spez. Gewichten die momentlich über 2 lagen Ansätzen.

gez. Groß

Gemeinsam mit:

Dr. Schiffmann,  
a. Lohne/  
a. Wittenau