

8

Versuchsbericht

W. Krönig u. H. Hupfer

Verarbeitung von schlesischer Kohle „K 1197“
Heinitsgrube auf Benzin und Mittelöl bei 600 atm
in 20 Ltr.-Ofen.

20244

288

Inhalt:

Zusammenfassung	S. 1
Versuchsordnung	S. 6
Versuchsverlauf	S. 7
Versuchsergebnisse	
mit normalen Eisenkonzentrationen (Eisensulfat - geschwefelte Bayermasse)	S. 39
mit ungeschwefelter Bayermasse	S. 41
mit ungeschwefelter Bayermasse und aufgetränktem Na_2S	S. 43
mit Bayermasse-Titanylsulfat geschwefelt	S. 44
Tabellen s. besonderes Verzeichnis.	

W. Krüzig und H. Hüpfner
Schlesische Steinkohle 1197
(vom 13.3. und 25.6.1940)

Durchschnittsprobe der Förderkohle der Heinitzgrube O/S
in Lu mit CaCl_2 catascht
im 10 Itr.-Ofen bei 600 atm auf Benzol und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Da mit älteren schlesischen Steinkohlen bei der Hydrierung auf Benzol und Mittelöl ungünstige Ergebnisse erhalten worden waren, sollte als jüngere für Blechhammer neben der Benthengrube (K 1180) besonders in Betracht kommende Kohle die Förderung der Heinitzgrube geprüft werden.

Tabelle II stellt die Eigenschaften dieser Kohle denen der K 1180 und der K 1090 (Gelsenberg) gegenüber. Danach ist sie der K 1180 ziemlich ähnlich. Sie unterscheidet sich unvorteilhaft von ihr durch ein Mehr an Sauerstoff und eine etwas geringere Ausbeute an flüchtigen Bestandteilen und vor allem an Urteer. Der C-Gehalt ist um ein geringes kleiner. Es waren daher von ihr ähnliche aber etwas ungünstigere Hydrierergebnisse zu erwarten.

Von der Ruhrkohle 1090 weicht die schlesische Kohle unvorteilhaft ab durch höheren Sauerstoffgehalt und Aschenalkalität und ihren geringen Gehalt an S, Cl und disp. H sowie die niedrigere Schmelzeerausbeute. Es war anzunehmen, daß die ungünstigen Eigenschaften durch den niedrigeren C-Gehalt nicht wettgemacht würden.

Die Kohle ließ sich störungsfrei im 10 Itr.-Ofen verarbeiten. Es wurden zwei Sendungen geprüft, die sich untereinander nur geringfügig unterschieden und auch bei der Hydrierung keine Abweichungen voneinander erkennen ließen. Gefahren wurde zunächst mit der üblichen Kontaktkombination (Eisensulfat, geschwefelte Bayermasse, Natriumsulfid) bei verschiedenen Temperaturen und mit verschiedenen Durchsätzen. Die Hauptergebnisse mit hohen Durchsätzen sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Kohle	1197			Zum Vergleich	
	1180	1090			
Ofentemperatur °C	471	473	474	474	468
R.K.-Durchsatz	0,57	0,57	0,56	0,57	0,44
Abbau %	94,0	95,7	95,8	95,9	96,1
B1 + M1-Leistung	0,31	0,32	0,31	0,32	0,27
Vergasung	26,8	27,7	28,7	25,6	24,7
s-Asphalt a. RK. %	7,8	7,6	8,2	7,5	7,4
s-Asphalt im Anreibesl %	7,5	7,8	7,1	6,7	6,7
Bilanz Nr.	6/7	4/5/8	9/18/19	4/5/6/7	—

Ferner wurden einige Kontaktversuche durchgeführt.

Bezüglich der Hydriereigenschaften der Kohle 1197 ergab sich:

- 1.) Bei den mit 600 atm möglicher Reaktionstemperaturen gibt die Kohle willig eine hohe Leistung, die mit 0,51 etwa die Höhe erreicht, die die Kohle 1180 erzielt. Das Maximum bis zu dem sich der Kohledurchsatz ohne wesentliche Verschlechterung der chemischen Ergebnisse steigern läßt, dürfte in der Gegend von 0,57 liegen.
Durch eine Verminderung des Durchsatzes auf rd. 0,48 sinkt die Leistung auf 0,24 - 0,28 je nach der Temperatur, ohne daß sich der Asphaltspiegel oder die Vergasung entscheidend ändern. Nur der Abbau wird um rd. 1 % erhöht.
- 2.) Im Bereich 471 - 474° beeinflusst die Ofentemperatur die Leistung und den Asphaltabbau nur wenig. Auch hierin ähnelt die Kohle der K 1180. Dagegen scheint der Abbau etwas temperaturempfindlicher zu sein. Auch bei dieser Kohle steigt die an sich schon enorm hohe Vergasung mit der Temperatur stark an - mehr als bei der Kohle 1180 - und erreicht bei 474° außerordentlich ungünstige Werte. Es scheint demnach für sie ein recht enges Temperaturoptimum zu geben, das in der Nähe von 471° liegt. Die bei den verschiedenen Temperaturen erhaltenen Öle hatten praktisch die gleichen Eigenschaften. Mit steigender Temperatur nimmt der Anteil

1) Zusammenstellung 19 8131 v. 2.1.42.

des Methans an der KW-Vergasung zu.

3.) Die Kohle 1197 kommt der schlesischen K 1180 im Abbau und Leistung etwa gleich. Der etwas geringere C-Gehalt wirkte sich also nicht aus. Der Asphaltspiegel liegt etwas höher, wohl aber ohne daß dadurch Schwierigkeiten in der Rückstandsaufarbeitung zu erwarten wären. Die Vergasung ist deutlich ungünstiger. Die gewonnenen Öle zeigten keine beachtenswerten Unterschiede zu denen aus K 1180, abgesehen davon, daß die schweren Öle sauerstoffärmer waren, was in Anbetracht des größeren C-Gehaltes der Kohle überrascht. Die Vergasung enthielt mehr C₃-Kohlenwasserstoffe und weniger Butan. Dafür schien der Gehalt der C₄-Kohlenwasserstoffe an Iso-Butan etwas höher zu liegen.

4.) Die Kohle 1197 benötigt trotz ihres geringeren C-Gehaltes eine höhere Reaktionstemperatur als die Ruhrkohle, um annähernd denselben Abbau des Festen und des Asphaltes zu erreichen. Hierbei gibt sie durch die höhere Temperatur eine etwas bessere Leistung. Vor allem in der Vergasung wurden ungünstigere Resultate erzielt.

Zusammenfassend ist die Kohle 1197 als noch brauchbare Hydrierkohle zu bezeichnen, die allerdings der Kohle 1180 besonders hinsichtlich der Vergasung deutlich unterlegen ist.

Die Kontaktversuche führten zu folgenden Feststellungen:

- 1.) Ungeschwefelte Bayermasse unterscheidet sich von geschwefelter Bayermasse durch stärkere Spaltung bei etwas geringerer Hydrieraktivität. Abbau, Leistung und auch Vergasung wurden mit ungeschwefeltem Kontakt etwas höher gefunden. Die Abweichungen sind bei der Verarbeitung der Kohle 1197 nicht so groß, daß eine eindeutige Überlegenheit des einen oder anderen Kontaktes ohne Kalkulation festzustellen wäre.
- 2.) Auftränken des sonst als Kontaktbrei in Öl zugegebenen Natriumsulfids auf die Kohle scheint die Hydrierergebnisse günstig zu beeinflussen. Hierzu sind weitere Versuche erforderlich.

- 4 -
- 3.) Geschwefelte Bayermasse mit aufgetränktem Titanisulfat verhält sich hinsichtlich Abbau und Vergasung viel unvorteilhafter als der Kontakt ohne Titanzusatz.

Hinsichtlich der Fahrweise und Apparatur war zu beobachten:

- 1.) Die an den Öfen 411 und 451 gewonnenen Versuchsergebnisse schlossen sich den bisherigen Erfahrungen über das Auswirken der Versuchsbedingungen entsprechend einander an. Dies bestätigt die an der Kohle 1180 gemachte Beobachtung, daß Versuche miteinander ohne weiteres vergleichbar sind, gleichgültig in welchem 10 Ltr.-Ofen sie ausgeführt wurden.
- 2.) Die Öfen besaßen verschieden gebaute Abscheider. Außerdem wurde die Beheizung des Abscheiders 45B während der Versuchszeit mehrfach geändert. Der unter 1) erwähnte Befund besagt also mit anderen Worten, daß die Art der Abscheiderbeheizung bzw. die Abscheidertemperatur bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl ohne merklichen Einfluß auf die Ergebnisse ist, wenn nicht die Mittelölkondensation im Abschläm sich so verstärkt, daß die Zusammensetzung des Rücklauföls deutlich eine andere wird. Bei der Fahrweise auf Schwerölüberschuß können bekanntlich die Temperaturverhältnisse des Abscheiders u.a. Auswirkungen auf die Eigenschaften des gewonnenen Heizöls haben.
- 3.) Es liegen Anhaltspunkte dafür vor, daß eine Erhöhung der Umdrehungszahl des Ofenrührers die Spaltung (gemessen am Anreibeölüberschuß) verbesserte.
- 4.) Eine Erhöhung der Abschlämrückführung von 1:0,1 auf 1:0,2 auf Kohle bezogen scheint die Bilanzergebnisse nicht erkennbar zu ändern.
- 5.) Um den Verhältnissen des Großbetriebes näherzukommen, wurde während der Versuche dazu übergegangen, den Schleuderrückstand aus der Heineschleuder nicht mehr im Originalzustand mit rd. 60 % Festem zu verschwelen, sondern vor der Schwelung mit Schleuderöl soweit zu verdünnen, daß er wie der Rückstand aus der im Großen verwendeten Lavalschleuder 40 % Festes aufweist. Es stellte sich heraus, daß die hiervon erwartete Ent-

lastung des Hochdrucks von unverdaulichen Asphalten tatsächlich eintrat. Mit einer Senkung des Asphaltspiegels war eine Verbesserung des Schleudereffektes verbunden. Auch eine Erhöhung des Abbaues konnte beobachtet werden.

Die Versuche wurden ausgeführt
von Dr. W. Krönig

gez. Hupfer

gemeinsam mit

Dr. v. Hartmann
" Hupfer
" Gieg
" Schiffmann
" Meier.

Versuchsordnung.

Gasvorheizer: Abwärtschlange 6 x 13 x 5000, N 8, in elektrisch beheiztem Luftbad. Geliterter Inhalt:

Ofen 411 140 ccm Ofen 451 180 ccm.

Gas- und Breiaufheizung: Auf- und Abwärts-Breischlange 10 x 23 x 12 800, N 8, in elektrisch beheiztem Luftbad. Geliterter Inhalt:

Ofen 411 v. 11.4. - 15.6.40	900 ccm
" 451 " 18.3. - 13.4.40	1 000 "
" " " 26.4. - 14.5.40	1 000 "
" " " 15.5. - 26.7.40	1 120 "

Von hier durch elektrisch beheizte 10er Leitung aufwärts zum Ofen.

Ofen : 70 x 140 x 3500, N-8, geliterter Reaktionsraum.

Ofen 411 v. 11.4.40 - 15.6.40	7,61 Ltr.
" 451 " 18.3.40 - 23.3.40	7,90 "
24.3.40 - 13.4.40	7,864 "
26.4.40 - 14.5.40	8,08 "
15.5.40 - 26.7.40	8,05 "

elektrisch beheizt, mit auf- und abgehendem Ringschneiberührer, Strömung aufwärts. Von Ofen durch elektrisch beheizte 10er Leitung abwärts zum Abscheider.

Abscheider 411: 50 x 140 x 2735, V₂A, bis zum Gas- und Produktausgang in elektrisch beheiztem Bleibad stehend, Aufsatz elektrisch beheizt, Strömung aufwärts, mit drehendem Schwertührer, Standhaltung mit Standschauglas.

Abschlammen seitwärts durch Rohr mit Förderschnecke, dann abwärts durch BK-Ventile, Gas und Produkt durch 10er Leitung abwärts zum Adkler.

" 451: vom 24.3. - 15.5.40. 70 x 140 x 2700, N 8, elektrisch beheizt, ab 19.4.40 unten stärker isoliert, ab 16.5.40 mit elektrisch beheiztem Bleifuß (s. anliegende Skizze), oberhalb des Bleifußes elektrisch beheizt.

Strömung aufwärts, mit drehendem Schwertrührer, Standhaltung mit Standschauglas.

Strömung aufwärts, mit drehendem Schwertrührer, Standhaltung mit Standschauglas.

Abschlammern abwärts (ohne Förderschnecke) durch BK-Ventile.

Gas und Produkt wie bei Ofen 411.

Kühler : Abwärtschlange 10 x 23 x 6000, V₂A. Weiter abwärts und aufwärts durch 10er Rohr zum Abstreifer.

Abstreifer : 85 x 182 x 1570, Strömung aufwärts, Standhaltung mit Standschauglas.

Gasabgang: Zum Raschigturm (680 mm) mit V₂A-Ring-Füllung, dann zum kleinen Wasserabstreifer (3000 cm), dann über Dach entspannt.

Ofen 451 vom 18.3. - 13.4.40
" 411 " 11.4. - 15.6.40
" 451 " 26.4. - 26.7.40.

Versuchsverlauf.

Ofen 451, 18.3. - 13.4.1940.

18.3.40: Ofen angeheizt, unter Druck 600 atm, 8000 Ltr. Nullgas über Dach entspannt.

19.3.40: Mit Einlauf von Startöl : P 1214 (Hibernia - Anreibeöl von Rütgers) getoppt bis 325°; einmaliger Einsatz 500 kg.
Umgestellt auf Kohlebrei: K 1197 vom 13.3.40, technisch entascht, getränkt mit 1,2 % 1181 (FeSO₄ · 7 H₂O), getrocknet und gemahlen + 1,5 % 6531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,3 % 6709 (H₂S) beide Kontakte 50%ig in Abstreiferschweröl vom Ofen 451 kolloidal gemahlen zum Brei gegeben (Kontaktmenge auf das Gewicht der angemaischten Kohle bezogen) + Anreibeöl (Startöl) 1:1, + Abschlamm 1:0,1. Kohledurchsatz 4,5 kg/Std., Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Die Temperatur wurde so gefahren, daß 80-90 % Neuschlamm, auf Kohle berechnet, anfallen. Jedoch wurden folgende Höchsttemperaturen eingehalten. Vorheizer 24,0 MV ¹⁾, Ofen 25,0 MV ¹⁾, Abscheider 24,3 MV ¹⁾. Aufarbeitung: Abschamm verdünnt mit Schweröl über 325° aus der Abstreiferdestillation auf 16 % Festes und geschleudert. Schleuderöl + Rest des Schweröls = Anreiböl. Schleuderrückstand geschwelt. Schweröl + Abstreifer destilliert auf Benzin - 135°, Mittelöl 135 - 325° und Schweröl über 325°.

Es wurde versucht, durch diese Art der Schleuderverdünnung den Verhältnissen der Technik besonders bezüglich der Asphaltrück/Uhrung im Anreiböl näherzukommen; bei einem Feststoffgehalt von 16 % liegt das Optimum für die Laval-schleuder.

20.3.40: Ofenhöchsttemperatur zurück auf 24,8 MV, Abscheider 24,1 MV.

Gegen Ende des ersten Tages war die Dichtedifferenz bereits auf 5,4 % gestiegen, sodaß anzunehmen war, daß bei einer Reaktionstemperatur von 25 MV eine zu hohe Vergasung auftritt.

Kohledurchsatz zurück auf 4,2, dann auf 4,0 kg/Std., um bei der verminderten Temperatur die Abschammprozente einhalten zu können.

21.3.40: Mit eigenem Anreiböl.

25.3.40: Ofen infolge von Bedienungsfehlern bei der Schichtübergabe hoch auf 31 MV. Sofort Ofen abgeschlamm, ausgeschaltet, auf Öl umgestellt und Druck zurück auf 230. Auf diese Weise wurde das Hochgehen gestoppt und ein Undichtwerden des Ofens vermieden. Nach Zurückfahren der Temperatur 3 x nach Vorschrift leergeschlamm, ging gut.

Menge in g	1	2	3
Ofen	7 700	7 650	8 580
Abscheider	2 150	1 770	2 980

Den Abschamm-Mengen nach schien der Ofen noch nicht genügend sauber zu sein. Versehentlich wurde wieder angefahren, dann wurde ausgeschaltet und zum 4. Mal abgeschlamm.

Abschamm-Menge 7 970 g Ofen + 1 950 g Abscheider.

1) Klemmentemperatur 40°.

Anschließend entspannt und Ofen ausgebaut, da die Mengen unbefriedigend waren, sodaß auf eine Schädigung des Ofens geschlossen werden mußte. Überraschenderweise erwies sich der Ofen nach dem Öffnen als sauber.

24.3.40: Neuer Ofen eingebaut, gelitert zu 7,364 Ltr. angeheizt.

25.3.40: Unter Druck 600 atm; mit Einlauf; umgestellt auf Kohlebrot, mit P 1214 getropft als Anreibest., Durchsatz und Bedingungen wie zuvor.

Es würde mit neuem Teeröl angefahren, da es möglich erschien, daß an den bisherigen verhältnismäßig schlechten Ergebnissen das erste Startöl die Schuld trug. Die Dichte des Abstreifers war nach dem Umstellen auf Kohlebrot am 19.3. innerhalb von 11 Stunden von 1,020 auf 0,978/20° zurückgegangen, was vermuten läßt, daß versehentlich ein anderes Öl als Startöl benutzt worden ist. Bei Ofen 411 (Kohle 1180) hat der gleiche Vorgang 7 Tage gedauert.

Elemente M 4 und M 4a so hoch wie M 5 und M 5a.

Bisher bestanden zwischen der Flanschenheizung und der Heizung des Übergangs zwischen Vorheizvorrichtung und Ofen größere Temperaturunterschiede. Die getroffene Maßnahme bewirkt eine ruhigere Temperaturlage im Ofen unten. Als Höchsttemperatur der genannten Elemente wurde die von S₄ der Breischlange bestimmt.

26.3.40: Infolge Störung der Stromzufuhr fiel von 18²⁰ - 19⁰⁰ der Kompressor aus. Der Druck ging während dieser Zeit langsam auf 380 atm zurück.

27.3.40: Kurzzeitig Druckabfall auf 400 atm infolge Platzens des Manometers an der Pufferflasche hinter der Membran.

28.3.40: Mit Rücklauföl.

30.3.40: Bilanz Nr. 1.

3.4.40 : Bilanz Nr. 2.

298

5.4.40 : Kohledurchsatz vor auf 4,5 kg/Std.

Die Vergasung lag der Dicht. differenz nach zu schließen immer noch sehr hoch. Es sollte versucht werden, dieses ungünstige Ergebnis durch höhere Leistung auszugleichen unter der Annahme, daß die Vergasung bei höherer Leistung gleichbleiben würde.

Höchsttemperatur vor auf Ofen 25,1 , Abscheider 24,4 MV.

Zur Einhaltung der Abschlampprozente bei dem höheren Durchsatz.

30 kg Frischöl (P 1214 getoppt - 325°) ergänzt wegen Anreibemangels. Schwanenhals angeschlossen.

Es wurde die kontinuierliche Abschlammentnahme durch den Schwanenhals, die Verluste an Abschlammgas vermeidet, aufgrund der verhältnismäßig niedrigen Viskosität des Abschlammes von 2-3 000 cat/30° für möglich gehalten.

6.4.40 : Abschlampprozente vor auf 85 - 95.

Es fiel zu wenig Rücklauföl an.

Schwanenhals wegen Verstopfung 3 x durchgeblasen.

7.4.40
abo

Bilanz Nr. 3.

8.4.40 : Umdrehungszahl des Ofenrührers vor von 36 auf 52 U/Min. Hierzu vorübergehend umgestellt auf Öl unter Druck- und Temperaturzurücknahme.

Vergleichende Betrachtungen haben gezeigt, daß der 10 Ltr.-Ofen in Bezug auf Vergasung und Asphaltabbau ungünstigere Ergebnisse liefert als die größeren Öfen in Gelsenberg. Es wird vermutet, daß dies an der schlechteren Durchmischung mit H₂ liegt. Diese sollte durch Erhöhung der Rührerdrehzahl verbessert werden.

9.4.40 : Kohledurchsatz vor auf 4,8 kg/Std.

Nachdem festgestellt worden war, daß die Kohle 1197 einen C-Gehalt von 81,5 % aufweist und demnach etwa ebensogut hydrierbar sein müßte wie die Kohle 1180 (Bentengrube), die gleichzeitig im Ofen 411 gefahren wurde, sollte die Fahrweise beider Öfen einander angeglichen werden.

Schwanenhals abmontiert wegen Verstäpfung.

Ofen (E₄) hoch auf 29,5 MV infolge unsachtsamer Bedienung.

Umgestellt auf Öl und Heizung ausgeschaltet. Die Temperatur ging schnell auf 22,5 MV zurück. Nach 4 Stunden wieder umgestellt auf Kohlebrei, Bedingungen wie zuvor.

Von einem Ausbau des Ofens wurde abgesehen, da der ähnliche Fall am 23.3.40 (31 MV!) einen reinen Ausbau ergeben hatte, außerdem der Rührer diesmal schneller lief und die Temperatursteigerung von kurzer Dauer war.

10.4.40 : 20 kg Frischöl (Startöl) ergänzt wegen Anreibölmangels.

Aus den Manteltemperaturen und dem Energieverbrauch war nicht zu bemerken, daß eine Verkokung im Ofen am 9.4. stattgefunden hätte.

12.4.40

abc

Bilanz Nr. 4.

13.4.40

Umgestellt auf K 1180.

Die Versuche mit K 1197 wurden im Ofen 411 weitergeführt, um festzustellen, ob die beiden Öfen in ihrer Arbeitsweise Verschiedenheiten zeigen, und um einen genauen Vergleich mit der Kohle 1180 zu haben, die vorher in diesem Ofen gefahren worden war.

Ofen 411 vom 11.4. - 15.6.40.

11.4.40 : Umgestellt auf K 1197 vom 13.3.40. Rücklauföl aus K 1180, Einsatz 325 kg, Abschlammrückführung 1:0,2.

Da der Ofen 451 mit K 1197 nur einen geringen Anreibölvorrat hatte, wurde erst am 13.4. das zur K 1197 gehörende Rücklauföl eingesetzt. Die höhere Abschlammrückführung, mit der K 1180 gefahren worden war, wurde beibehalten.

Abschlammprozente 80 - 90.

Höchsttemperaturen Ofen 25,0 MV, Abscheider 24,3 MV.

Wie bei K 1180.

13.4.40 : Mit dem eigenen Rücklauföl, zunächst noch aus Ofen 451 (185 kg

14.4.40 : Mit eigenem Rücklauföl aus Ofen 411.

17.4.40 :
abc Bilanz Nr. 5.

18.4.40 : Abschlammrückführung zurück auf 1:0,1.

Es sollte unter gleichen Bedingungen wie früher am Ofen 451 gefahren werden.

19.4.40 : Kurzzeitig Druckdifferenz von 30 atm zwischen Ofen und Abscheider, die von selbst wieder verschwand.

Die Ursache war vermutlich eine kurzzeitige Stauung im Übergang zwischen Ofen und Abscheider, wie sie bei einer früheren Störung am 19.2.40 beim Fahren von einem Gemisch schlesischer Teere zum Ausbau der Neutralisationsbirne Veranlassung gegeben hatte. Eine Erklärung für diese Erscheinung kann nicht gegeben werden.

21.4.40 :
abc Bilanz Nr. 6.

24.4.40 :
abc Bilanz Nr. 7.

26.4.40 : Mit eigenem Rücklauföl + Rücklauföl aus K 1180 von Ofen 451 hälftig gemischt. Einsatz 340 kg.

Auch der Ofen 451 sollte nun wieder mit K 1197 fahren, um etwa noch bestehende Unterschiede zwischen beiden Öfen erkennen zu können. Beide Öfen sollten deshalb auch das gleiche Rücklauföl erhalten.

27.4.40 : Mit Rücklauföl aus dem eigenen Ofen.

30.4.40 : Druck fiel um 3⁰⁰ vorübergehend um 20 atm, da ein Manometer am Ofen 451 platzte.

abc Bilanz Nr. 8.

4.5.40 :
abc Bilanz Nr. 9.

5.5.40 : Kohledurchsatz zurück auf 3,8 kg/Std.

Es hatte sich gezeigt, daß im Großbetrieb die Vergasung und der Asphaltabbau günstiger liegen als am 10-Ltr.-Ofen bei allerdings geringerer Leistung. Der Durchsatz wurde nun soweit zurückgenommen, daß die Leistung des Großbetriebes erwartet werden konnte, um festzustellen, ob auch die übrigen Ergebnisse sich dann denen der Großapparatur angleichen.

8.5.40 : Abschlammprozente zurück auf 78 - 88.

Es fiel zuviel Rücklauföl an.

9.5.40 :

abc Bilanz Nr. 10.

13.5.40 :

abc Bilanz Nr. 11.

14.5.40 : Mit Kontakt 7678 (Bayermasse + 5 % Titanylsulfat getränkt und geschwefelt) anstelle des Kontaktes 6531.

Der neue Kontakt hatte in B-Bombenversuchen gute Ergebnisse gezeigt. Auch bei der Hydrisierung von Teeren haben sich Titansätze bewährt.

18.5.40 : Bilanz Nr. 12.

abc

20.5.40 : Abschlammprozente zurück auf 76 - 86.

Der Anreibeüberschuß war zu groß.

22.5.40 :

abc Bilanz Nr. 13.

23.5.40 : Mit Kontakt 6512 (ungeschwefelte Bayermasse) anstelle von Kontakt 7678.

Der Titankontakt hat augenscheinlich die auf ihn gesetzten Hoffnungen nicht erfüllt. 6512 hat den Vorzug, weniger Schwefel zu benötigen und billiger zu sein. Versuchen im Drehautoklaven nach, zeigte er ebenso gute Ergebnisse wie 7678.

24.5.40 : L₄ (hinter dem Schlangenkühler) und L₅ (Gaseausgang hinter 10 Ltr.-Gefäß) vor auf - 0,5 bis - 1,5 MV.

Die an sich für die Kondensation günstigeren bisherigen Angaben (-1,0 bis -2,0 MV) konnten nicht eingehalten werden.

Mit weniger stark entaschter Kohle.

Um den Verhältnissen der Technik näher zu kommen, wurde der Aschegehalt nur noch auf rd. 3,0 % gegenüber früher 2,0 - 2,5 % herabgebracht.

26.5.40 :
abc

Bilanz Nr. 14.

28.5.40 : Höchsttemperaturen zurück auf Ofen 24,6 MV, Abscheider 23,9 MV.

Die Gasdichtedifferenz nach zu schließen bleibt/Vergasung bis zu dieser Temperaturgrenze verhältnismäßig niedrig.

Störungen an den Breipressen.

29.5.40 : E 2 konst. 24,1 MV, E 3 und E 4 konst. 24,4 - 24,5 MV,
E 5 und E 6 konstant 24,6 MV.

Die Temperaturen wurden auch im unteren Teil des Ofens schärfer begrenzt, um die niedrige Gasdichtedifferenz aufrechtzuerhalten.

Wiederholte Störungen an beiden Breipressen.

30.5.40 :
abc

Bilanz Nr. 15.

Wie sich durch eine Rückfrage bei der Großapparatur herausstellte, war die Dichte des Eingangsgases vermutlich seit Tagen um mehr als 1 % hoch gemessen worden. Damit wird die Annahme einer niedrigeren Vergasung (s. 28.5.40) hinfällig.

31.5.40 : Abschlammprozente zurück auf 74 - 84.

Es wurde mit zu hohem Rücklaufölüberschuß gefahren.

Kohledurchsatz zurück auf 3,5 kg/Std.

Höchsttemperaturen vor auf Ofen 25,0 MV, Abscheider 24,3 MV.

Um mit der Temperatur nicht zu hoch zu kommen, wurde der

Durchsatz so ermäßigt, daß nach einer Überschlagsrechnung sich eine noch gerade ausreichende Leistung ergeben mußte. Immerhin erschien es nötig, die Begrenzung der Ofentemperatur nach oben etwas zu erweitern, d.h. auf das alte Maß heraufzunehmen.

Die Breipressen arbeiten unregelmäßig. Infolgedessen starke Schwankungen der Temperaturdifferenz ΔT .

1.6.40: Wegen Reparatur beider Kohlebreipumpen 8 Stunden lang Öl gefahren.

Während dieser Zeit fiel der Druck im System auf 250 atm infolge einer Verstopfung der Gaszuleitung. Die Leitung wurde durch kurzes Zurückentspannen freigemacht. Sie wurde dann vorsichtshalber mit Dampf beheizt.

Nach der Umstellung auf Kohlebrei stieg die Dichtedifferenz auf gegenüber früher hohe Werte.

3.6.40 :

Zur Kontrolle des immer noch relativ hohe Werte anzeigender Dichteschreibers wurde eine Punktanalyse von Ofengas genommen. Daraus errechnete (8,35 % H_2) und gemessene (8,5 % H_2) Dichten zeigten ausreichende Übereinstimmung.

Da die letzten Rohbilanzen erhebliche Unterbilanzen waren und die prakt./theor. Verflüssigung nur noch 90 % betrug, wurden Zwischenproben von Kohlebrei, der Kohle und dem Anreibeöl untersucht, um festzustellen, ob der Brei die richtige Zusammensetzung hatte. Den gefundenen Werten nach und unter Berücksichtigung der normalen Festeneubildung im Kohlebrei war dies der Fall.

	% H_2O	% Festes	% Asche 10P
Kohle bestimmt	1,2	--	2,6 aTK.
Anreibeöl "	0	7,1	12,1
Kohlebrei "	0,2	53,4	4,5
" berechnet	--	51,7	5,4

Außerdem wurden sämtliche Gefäße nachgeprüft.

4.6.40 : Ausfall der Gaszufuhr infolge Beschädigung eines Gasometers in Oppau durch Fliegerbomben. Ausgeschaltet, auf Öl umgestellt und Kompressor abgestellt.

5.6.40 : Ofen unter N_2 gestellt, da der H_2 -Druck für das Abschlammen zu niedrig war. Infolge eines Mißverständnisses wurde zu spät entschlammt, sodaß wegen unzureichendem Druckes das erste Entschlammen nicht besonders gut ging.

Mengen	I	II	III	IV
Ofen	7 110	8 600	8 900	8 500
Abscheider	4 450	1 700	1 450	3 250

Den Mengen nach war der Ofen als mit großer Wahrscheinlichkeit sauber anzunehmen.

Da die Gaszuleitung wieder in Betrieb kam, wurde wieder unter Druck gestellt und hochgeheizt. Mit Einlauf.

6.6.40 : Am Ca_2 eingang traten mehrfach Druckdifferenzen wie am 1.6.40 auf. Daher Temperatur und Druck zurück. Der Ofen wurde entschlammt und mit N_2 durchgeblasen. Das Rückschlagventil wurde ausgebaut und sowohl die Leitung zum Rückschlagventil wie die Gasleitung vom Hauptventil zur Ventilbatterie mit N_2 durchgeblasen. Hierbei fand sich Dreck, der pyrophor war und wohl zum größten Teil aus feinverteiltem FeS bestand. Die Analyse ergab 71,5 % Asche und viel Sulfidschwefel.

Ferner wurde das Rückschlagventil in der Spülleitung hinter dem Abstreifer ausgewechselt, da es infolge geringer Verschmutzung nicht richtig schloß.

Ofen wieder unter 600 atm, mit Einlauf von Anreibeöl.

7.6.40 : Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor.

Kontakt 6709 nach der Tränkung mit 1181 auf die Kohle auftränkt anstelle der Zugabe als in Öl kolloidal gemahlener Kontaktbrei.

B-Bombenversuche hatten darauf schließen lassen, daß die neue Art der Zugabe die Kontaktwirkung verbessert. Bei der Tränkung tritt keine H_2S -Entwicklung auf. Versuche von Dr. Rank deuten darauf hin, daß auch im Großbetrieb kein H_2S entstehen würde.

8.6.40 : Starke Schwankungen der Temperaturdifferenz S_4/H_1 wie bereits am Vortage.

Diese Schwankungen sind wohl hauptsächlich auf unregelmäßige Förderung der Breipumpen, die ungleichmäßig beheizt wurden, zurückzuführen.

11.6.40 :
ab

Bilanz Nr. 16.

Solange mit Fliegerangriffen zu rechnen ist, wurden Analysen nur von 6 - 21h genommen.

12.6.40 : Die Eingangswage schrieb seit dem 11.6. mittags auffallend breit.

Der Grund hierfür ist nicht bekannt. Die Temperaturdifferenz hatte sich kaum verändert, sodaß für die Sohlange keine Befürchtung vorzuliegen schien. Es darf jedoch nicht übersehen werden, daß diese Erscheinung möglicherweise mit der Auftränkung des 6709 zusammenhängt.

15.6.40 : Reparatur an Breipumpe 1, die infolge Undichtigkeit der Stöpselbüchse den Tag über rd. 2,5 kg Brei verlor.

ab

Bilanz Nr. 17.

Anschließend umgestellt auf Kohle 1180, um festzustellen, ob die hohe Vergasung der Kohle 1197 durch deren Eigenart oder etwa durch die allmähliche Verschlechterung des Anreibeis bedingt wurde.

Ofen 451 vom 26.4. - 26.7.40.

26.4.40 : Ofen angeheizt, 5 000 Ltr. Nullgas über Dach.
Mit Einlauf: Rücklauföl aus K 1180 vom vorherigen Versuch im
Ofen 451 + Rücklauföl aus K 1197 von Ofen 411 hälftig gemischt.
Einsatz 330 kg.

Beide Öfen sollten mit der gleichen Kohle und dem gleichen
Rücklauföl fahren, um festzustellen, ob die bisher beob-
achteten Verschiedenheiten der Arbeitsweise der Öfen noch
bestehen bleiben.

27.4.40 : Umgestellt auf Kohlebrei mit K 1197 v. 13.3.40, Anmischung,
Eisen-Kontakte und Abschlammrückführung (1:0,1) wie früher
an Ofen 451 (vgl. 19.3.40).

Kohledurchsatz 4,5 kg/Stunde, Gasmenge 3 cbm/kg Kohle. Die
Temperatur war so zu fahren, daß 80-90 % Neuabschlamm bezogen
auf Kohle anfallen. Indessen waren folgende Höchsttemperaturen
einzuhalten. Vorheizer 24 MV, Ofen 25,2 MV, Abscheider 24,5 MV.
Aufarbeitung wie bisher.

28.4.40 : Durchsatz vor auf 4,8 kg Kohle/Stunde.

Beide Öfen sollen mit möglichst dem gleichen Durchsatz je
Ltr. Reaktionsraum fahren.

29.4.40 : Mit dem eigenen Rücklauföl.

30.4.40 : Kohledurchsatz zurück auf 4,6 kg/Std.

Die Abschlammprozentage konnten trotz ausgefahrener Tempera-
tur nicht eingehalten werden.

Kurzzeitig Druckabfall um 20 atm infolge Platzens des Gasein-
gangsmanometers.

20 kg Rücklauföl von Ofen 411 aus K 1197 ergänzt wegen Anreibe-
ölmangels.

2.5.40 :

abc

Bilanz Nr. 18.

- 3.5.40 : 10 kg Anreibeöl ergänzt (Rücklauföl aus K 1197 von Ofen 411)
5.5.40 :
 abo Bilanz Nr. 19.
6.5.40 : Kohledurchsatz zurück auf 3,9 kg/Std.

Es sollte wie bei Ofen 411 (vgl. 5.5.40) die Leistung des Großbetriebes (Gelsenberg) eingestellt werden, um zu erkennen, ob damit die günstigen Resultate der Großapparatur hinsichtlich Asphaltabbau und Vergasung erhalten werden.

Das Heizrohr zwischen Ofen und Abscheider wurde so hoch gefahren wie die Abscheidermantel- oder -wandelemente.

Bisher wurde am Ofen 451 die Heizrohrtemperatur so hoch wie die Ofeninnentemperatur gehalten, um im Abscheider genügende Trennwirkung zu erzielen, während am Ofen 411, der einen im Bleibad stehenden Abscheider besitzt, der Übergang nach der Abscheidertemperatur gefahren werden konnte. Nachdem nun seit dem 19.4.40 der Abscheider 451 am Fuß besser isoliert war, sollte die Fahrweise der beiden Ofen auch in dieser Beziehung soweit möglich einander angeglichen werden, auch auf die Gefahr hin, daß damit der Abscheider 451 etwas kälter wird. ~~Der~~ Abstreifer

Der Abstreifer 451 enthielt den Destillationsergebnissen nach mehr Wasser als der Abstreifer 411. Deshalb wurde das Produktsammelgefäß 451 ausgewechselt.

Es wurde zunächst vermutet, daß die Dampfchlange im Produktsammelgefäß undicht sei. Die daraufhin vorgenommene Messung des Wasseranfalles während 7 Stunden ergab in dessen Innern noch Unterschiede an beiden Ofen:

451.	2 810 g	411	2 360 g.
------	---------	-----	----------

Dementsprechend betrug der Wassergehalt des Abstreifers

451	3,2% (2 Bestimmungen)	411	1,2 %.
-----	-----------------------	-----	--------

7.5.40 : Das Heizrohr zwischen Ofen und Abscheider wurde wieder wie vor dem 6.5. so hoch wie der Ofen innen gefahren.

Der Abscheider wurde zu kalt, sodaß die Trennwirkung sich von der des Abscheiders 411 zu stark unterscheiden mußte. Wie die Analyse zeigte, ist der unterschiedliche Wasseranfall an beiden Ofen nicht auf verschiedenen Wassergehalt der Kohlebreie zurückzuführen.

Wassergehalt des Kohlebreies 451 0,2 % 411 0,3 %.

Der Wassergehalt des Kohlebreies, der Kohle und des Anreibeböls war an beiden Ofen gleich:

	Kohle	Anreibeböl	Kohlebrei
451	1,8	0	0,2
411	1,8	0	0,3

Produkt von 8 - 21^h ins Freie entspannt.

Hierbei fielen 300 g Wasser pro Schicht weniger an als bisher. Offensichtlich wurde die zusätzliche Wassermenge beim Abzapfen aus dem drucklosen Produktgefäß aus dem Raschigturm des Produktgasweges zurückgezogen, was an Ofen 41. nicht möglich ist, da dort zwischen Produktgefäß und Raschigturm ein Zwischengefäß geschaltet und überdies der Übergangshohe viel höher geführt ist. Damit erklärt sich auch die Unregelmäßigkeit des Mehrwasseranfalls an Ofen 451, da die Menge des zurückgezogenen Wassers bei mehr oder weniger raschem Produktabzapfen wechseln muß. Nunmehr wurde das Produkt besonders vorsichtig abgelesen und dadurch ein normaler Wasseranfall erreicht.

9.5.40 : Bilanz Nr. 20.
abc

10.5.40 : Zwischengefäß zwischen drucklosem Produktgefäß und Raschigturm eingebaut.

Auf Grund der Feststellungen vom 8.5.40 Gasvorwärmer vor auf 17 MV (bisher 8,5 - 9 MV). Höchsttemperatur M 6 und M 6a 23,5 MV. Es wurde auf Grund der Ofenbuchdaten vermutet, daß die Vergasung ansteigt, wenn der untere Heiz-

mantel des Ofens (M 6 und M 6a) eine höhere Temperatur als 23,5 besitzt. Die Einhaltung dieser Temperatur sollte durch stärkere Vorheizung des Gases möglich gemacht werden, ohne die Flinnschen- und Übergangsheizung stärker zu belasten und ohne das Element S₄ der Breischlange über 23,5 MV ansteigen zu lassen.

E₂ (Ofen unten) ging durch bis 33 MV, daher auf Öl umgestellt, Druck zurück auf 300 atm und Ofen abgeschlammt (ging gut).

Die stärkere Aufheizung des Gases erschwerte das Fahren des Ofens erheblich.

Druck wieder vor auf 600 atm, umgestellt auf Kohlebrei wie bisher.

Es wurde beschlossen, den Ofen trotz einer möglichen Schädigung bis zum 13.5. weiterzufahren, da dann ein neuer Abscheider eingebaut werden sollte.

11.5.40 20 kg Frischöl ergänzt (P 1214 getoppt - 325°).

12. u. 13.5.40

b₂₀ ab₁

Bilanz Nr. 21.

Anschließend umgestellt auf Öl und kaltgefahren. Ofen 3 = leer-geschlammt, ging gut.

Abschlamm-Mengen	I	II	III
Ofen	8 780	9 800	8 960
Abscheider	2 200	1 750	1 610

Den Mengen nach schien der Ofen nicht gelitten zu haben. Auch die Analysen waren einwandfrei.

	% Festen	% Asche i.P.	% a-Asphalt i. Öl
Ofenabschlamm I	9,3	35,2	6,8
Kaltfahröl	8,3	21,5	6,2

14.-18.5.40: Der ausgebaute Ofen wurde zu 7,72 Ltr. gegen 8,08 beim Einbau gelitert. Er enthielt im unteren Teil einen Koksansatz als Folge des Hochgehens am 10.5. Der Eingang war ziemlich sauber. Es wurden 220 g sehr poröser Koks ausgebracht 1). Diese entsprechen bei einem spez. Gewicht von 0,75 - 0,80 einem Volumen von 275 - 290 ccm, was den Unterschied der Lütierungen voll erklärt. Der Reaktionsraum des geputzten Ofens wurde mit 8,05 Ltr. gemessen.

Die Breischlange wurde zu 750 ccm gegen 1 000 ccm beim Einbau gelitert. Sie wurde ausgesäuert und ergab dann 1120 ccm. Daraufhin wurde sie wieder angeschlossen.

Der Abscheider zeigte äußerlich zwischen den Heizkreisen 1 und 2 Anlauffarben und Oxydationserscheinungen, die auf Überheißung schließen lassen. Die Kugeldruckproben ergaben einwandfreie Materialbeschaffenheit.

Vermutlich ist der Abscheider vor dem 19.4.40, d.h. bevor er unten stärker isoliert wurde, am unteren Teil öfters sehr stark beheizt worden, um die vorgeschriebene Wandtemperatur im oberen Teil zu erhalten.

Innen waren die Abscheider sauber. Der Abscheiderrührer zeigte bis etwa 400 mm über dem Eingang Verkrustungen. Das Heizrohr zwischen Ofen und Abscheider enthielt Krusten von rd. 1 mm Stärke, die der Analyse nach wohl überwiegend aus Sulfid bestanden.

Festes 95,6 % Asche im Festen 89,3 %.

Der neu eingebaute Heißabscheider (s. anliegende Skizze R.S.K. 5632/16 v. 17.5.40) ist mit einem Bleifuß ausgestattet.

Durch diesen soll erreicht werden, daß am Abscheider-
eingang die Temperatur genügend hoch gehalten werden
kann, sodaß die unteren Heizkreise nicht so stark be-
lastet zu werden brauchen wie an dem bisher verwendeten
Abscheider der Veränderung zeigte. Die Überheißung
des alten Abscheiders hat sich sicher auch ungünstig

1) 84,5 % Festes mit 34,5 % Asche.

auf die Vergasung ausgewirkt dadurch, daß im Abscheider noch eine zusätzliche Reaktion eintrat und zwar in der Schaumphase, also zu einem besonders ungünstigen Zeitpunkt.

Es wurde davon abgesehen, den Abscheider ganz in ein Bleibad einzubauen wie den Abscheider 411, weil angenommen wurde, daß es gelingt, schon durch Hochhalten der Eingangstemperatur ein ausreichendes Übertreiben des Produktes zu erzielen.

Aufgrund früherer Erfahrungen wird das Bleibad bis zum Schmelzen des Bleies drucklos aufgeheizt.

19.5.40: Angeheizt.

20.5.40: Ofen unter 600 atm mit Einlauf von Anreiböl, 8000 Ltr. Mullgas über Dach.

21.5.40: Umgestellt auf Kohlebrei, Bedingung wie vor dem Abstellen. Das unterste Element W 1 des Abscheiders wurde 2 MV tiefer als die Bedelemente gefahren.

Die Verkokung im Sumpf, in den der Rührer nicht mehr hineinragt, soll vermieden werden.

Nachdem der Ofen bereits auf Temperatur war, fing die ganze Anlage an so zu vibrieren, daß Teile der Isolation zwischen Ofen und Abscheider herausbröckelten. Daher ausgeschaltet, umgestellt auf Cl, Druck zurück auf 50 atm.

Die Erschütterungen verursachte der Rührerantrieb des Ofens. Beim Anlegen der Antriebakette war das mit dem Heißwerden des Ofens verbundene Wachsen nicht genügend berücksichtigt worden, sodaß die Kette zu starke Spannung hatte.

Die beiden Rühreranteile wurden geändert und die Isolierung wieder hergestellt. Dann Druck und Temperatur wieder vor.

Umgestellt auf Kohlebrei.

22.5.40: Kohledurchsatz vor auf 4,1 kg/Std.

Die Temperaturen insbesondere im unteren Teil des Ofens lagen durchschnittlich etwas niedriger (rd. 0,1 MV) als an dem parallel fahrenden Ofen 411. Damit wurden die Fahrweise der beiden Ofen einander weiter angenähert.

Es wurden 100 kg Anreibeöl von Ofen 411 ergänzt.

Die Menge war höher als dem Bedarf entsprach. Sie wurde gewählt, um die Qualität des Rücklauföls 451 aufzubessern und damit die Verhältnisse an beiden Öfen einander noch weiter anzugleichen.

Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen des Druckausgleichs nicht völlig behoben. Das Produkt wurde dunkel.

23.5.40 : Erneute Störung am Abscheiderstand, die auch durch wiederholtes Abschlammen auf Gas und verstärktes Spülen des Druckausgleichs nicht zu beheben war. Daher wurde umgestellt auf Öl und die Temperatur auf 22,5 MV zurückgenommen. Nach 2 Stunden wurde auf 230 atm umgeschlossen und der Abscheider bei geschlossenem Druckausgleich auf Gas entleert und der Druckausgleich verstärkt gespült. Danach Stand in Ordnung. Druck vor auf 600 atm. Element W 1 wird auf 21 MV gehalten.

Die Leitungsführung ist durch den Einbau des Abscheiders mit Bleifaß in keiner Weise geändert worden. Wenn nicht eine Störung vorlag, die durch das Zurückfahren am 21.5. entstanden sein könnte, dann besteht die Möglichkeit, daß die Temperaturen am Abscheiderausgang unten zu hoch lagen. Daher wurde unten nunmehr stärker gekühlt.

Umgestellt auf Kohlebrei.

Später ~~müßte~~ ^{gespült} der Druckausgleich am Abscheider nochmals verstärkt werden.

Eigenartigerweise traten beim ersten Einbau des Abscheiders der gleichen Bauart ohne Förderschnecke gleichartige Störungen auf, die aber beherrscht werden konnten.

24.5.40 : L₄ (hinter dem Schlangenkühler) und L₅ (Gasausgang hinter 10 Ltr.-Gefäß) vor auf - 0,5 bis 1,5 MV.

Die für die Kondensation günstigeren bisherigen Angaben (-1,0 bis - 2,0 MV) konnten nicht eingehalten werden.

Erneute Standstörungen am Abscheider. Daher umgestellt auf Öl, 3 Stunden bei 22,5 MV gehalten, dann kaltgefahren.

Es mußte angenommen werden, daß eine Verschmutzung der Selbstschlußventile oder des Druckausgleichs am Abscheider vorlag.

Ofen 3 x abgeschlammmt, ging gut.

Mengen	I	II	III
Ofen	8 210	8 350	8 460
Abscheider	1 510	1 450	1 600

Die Mengen sind sehr gut.

25.5.40 : Selbstschlußventile ausgebaut und Leitung des Druckausgleichs ausgeblasen. Da alles einwandfrei sauber war, wurde auch der Rührer des Abscheiders ausgebaut. Rührer und Abscheider waren gleichfalls sauber. Abscheider wurde eingebaut.

Ofen unter 600 atm, hochgeheizt.

Mit Einlauf: Rücklauföl.

26.5.40 : Umgestellt auf Kohlebrei. Durchsatz 4,1 kg/Std. wie zuvor.

Element W_1 am Abscheider durch Kühlung zurück auf 19 MV.

Vorsichtshalber soll der Abscheidersumpf noch kälter gefahren werden (vgl. 23.5.40).

Kohledurchsatz zurück auf 3,9 kg/Std.

Nach der letzten Bilanz hatte es den Anschein, als ob der Ofen bei niedrigerem Durchsatz bessere Ergebnisse liefert.

27.5.40 : Die Standanzeige am Abscheider war nach dem Wiederauffahren nur kurze Zeit in Ordnung. Daher Druckausgleich mit 550 g Wasser gespült.

Es wurde mit Ansatz von Ammonkarbonat gerechnet.

Diese Wasserspülung, verstärkte Ölspülung und Abschlammen auf Gas brachte keinen Erfolg. Daher wurde auf Öl umgestellt und Temperatur zurück auf 22,5 MV. Druck zurück auf 230 atm. Auch hierbei war eine Standanzeige nicht zu erreichen.

Es mußte nunmehr angenommen werden, daß eine technische Unzulänglichkeit vorlag.

Ofen kaltgefahren, 3 x entschlammt, ging gut.

	I	II	III
Ofen	8 570	8 270	8 000
Abscheider	1 960	1 800	3 310

Die Mengen sind in Ordnung.

28.5.40 : Selbstschlußventile am Abscheider ausgebaut.

Weder an den Ventilen noch an der Leitungsführung konnte etwas gefunden werden, was die Störungen hätte verursachen können.

Das Schauglas zeigt einwandfreien Durchgang.

Es wurde aus Zeitmangel nicht ausgebaut.

Alles unverändert wieder eingebaut.

Die Vorgänge an der Standhaltung sollten nun beim Wiederauffahren genau verfolgt werden.

Angeheizt, unter 600 atm, mit Einlauf.

29.5.40 : Nach kurzer Zeit zeigte die Standanzeige wieder nicht richtig an. Deshalb kaltgefahren und Ofen leergeschlammt.

Stand-schauglas ausgewechselt und die Abschlußkegel der Selbstschlußventile entfernt.

Dadurch sollte festgestellt werden, ob die versagende Standanzeige in Querschnittsverengungen der Leitung des Druckausgleichs durch die Ventilkegel ihre Ursache hat.

Ofen wieder unter 600 atm, hochgeheizt, mit Einlauf.

30.5.40: Bei der Abscheidertemperatur von 16 MV war die Standhaltung wieder nicht in Ordnung. Ofen kaltgefahren und abgeschlammt, ging gut.

Das Abscheiderschauglas wurde 200 mm höher gesetzt.

Es wurde für möglich gehalten, daß bei einer bestimmten Standhöhe im Abscheider ein labiler Zustand eintritt, der in irgend einer Weise das Mitgehen der Standanzeige im Schauglas verhindert. Die Veränderung der Standhöhe hatte bereits in einem früheren Fall Störungen der Standanzeige beseitigt.

Der Anschlußstutzen vom Abscheider zum Druckausgleich wurde leicht ansteigend ausgeführt.

Die Spannungen, die durch ungleichmäßiges Wachsen des Abscheiders und des Druckausgleichs entstehen, haben bisher möglicherweise den Anschlußstutzen samt nach unten gedrückt, das sich ein Flüssigkeitssack bilden konnte. Ein solcher würde die Störungen am zwanglosesten erklären.

Die Schnellschlußventile wurden wieder eingesetzt.

Ofen angeheizt.

31.5.40 : Ofen unter 600 atm, mit Einlauf: Öl.

Der Stand funktionierte jetzt einwandfrei. Die Temperatur wurde auf 22,5 MV gefahren und die Gasmenge auf die Größenordnung desfahrens mit Kohle (12 000 Ltr./Std.) vorgenommen. Auch unter diesen Bedingungen arbeitete die Standanzeige gut. Ofen wieder leergefahren und abgeschlammt.

Die getroffenen Änderungen waren nun provisorisch durchgeführt worden, z.B. Beheizung mit Bleileitungen usw.

Abscheider fertiggestellt und isoliert.

1.6.40 : Ofen angeheizt, unter 600 atm, 8 000 Ltr. Nullgas über Dach. Mit Einlauf (Rücklauföl).

2.6.40 : Umgestellt auf Kohlebrei; alles wie zuvor.

Kohle durchsatz 3,7 kg/Std.

Höchsttemperaturen: Ofen 25,0 MV, Abscheider 24,3 MV, Heizrohr von Ofen zum Abscheider wie Abscheider.

Es wurden, soweit noch nicht geschehen, die Bedingungen des ebenfalls noch mit K 1197 fahrenden Ofens 411 eingestellt.

Mit Kontakt 6512 statt 6531.

Wie an Ofen 411. Den Ergebnissen dieses Ofens nach, scheinen ungeschwefelte Bayermassen eher besser zu sein als geschwefelte.

3.6.40 : Element W₁ dann Abscheider vor auf 20 MV.

Der Abscheidersumpf war seit dem 26.5. stark gekühlt worden, da man in der höheren Temperatur die Ursache der Standstörungen vermutete. Nachdem die Standanzeige nun in Ord-

nung war, sollte der Abscheider wieder ausreichende Temperatur erhalten.

Die Innenelemente E₅ und E₆ des Abscheiders wurden defekt. Sie wurden ausgewechselt und hierzu 3 Stunden bei 22,5 MV mit Öl gefahren.

40 kg Anreibeöl ergänzt: Rücklauföl aus K 1197 von Ofen 411.

Das ständige Ölfahren während der Standstörungen hatte den Vorrat zu stark absinken lassen.

4.6.40 : Element W₁ des Abscheiders weiter vor auf 21 MV.

Der Abscheider war noch zu kalt.

Gassufuhr setzte aus. Umgestellt auf Öl, Ofen ausgeschaltet. Druck ging langsam zurück.

In Oppau war der Gasometer durch einen Fliegerangriff beschädigt worden.

5.6.40 : Das Abschlammen des Ofens wurde durch ein Mißverständnis verzögert, sodaß auf N₂ umgeschossen werden mußte, um genügend Druck zu haben. Das Abschlammen ging gut,

Mengen	I	II	III	IV
Ofen	9 140	9 050	9 470	10 240
Abscheider	1 710	1 850	1 650	1 880

Der Ofen ist als sauber anzusehen.

Nullgasszufuhr wieder in Ordnung. Ofen unter 600 atm, 8000 Ltr. über Dach entspannt, hochgeheist.

6.6.40 : Mit Einlauf: Rücklauföl.

Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor.

8.6.40 : Element W₁ von Abscheider vor auf 22 MV.

Es fiel immer noch erheblich mehr Abschamm an als an Ofen 411.

Punktanalyse vom Ofengas und Frischgas zur Nachprüfung der Dichteschreiber.

Die Dichtedifferenz war ohne erkennbaren Grund erheblich angestiegen. Die Meßinstrumente waren der Analyse nach ~~der~~ Ordnung.

10.6.40 : Element W₁ vom Abscheider weiter vor auf 22,5 MV.

Der Abscheider zeigt immer noch geringere Trennwirkung als der Abscheider 411.

55 kg Frischöl (P 1214 getoppt) ergänzt wegen Anreibeölmangels.

ab

Bilanz Nr. 22.

12.6.40 : Heiztasche am 10 Ltr.-Gefäß undicht. Daher bis zur Reparatur Mischdüse abgestellt.

Elemente E₅ und E₆ vom Abscheider defekt.

13.6.40 : Element E₅ und E₆ vom Abscheider ausgewechselt, waren abgebrochen. In die druckfeste Hülse war Fett, wohl vom Abscheiderührer, hineingelaufen und dort verkockt, sodaß die Elemente nur mit Gewalt herauszubringen waren.

14.5.40 :

ab

Bilanz Nr. 23.

Anschließend Kohledurchsatz von auf 4,7 kg/Std.

Nachdem der Unterschied der Gasdichten an den beiden Öfen sich als nicht mehr erheblich herausgestellt hat, sollte durch einen kurzen Versuch geprüft werden, ob die aus früheren Versuchen vorliegende Vermutung zutrifft, daß bei höherem Durchsatz die Vergasung günstiger ist als bei niedrigem.

15.5.40 : Abscheiderelemente W₁ 0,1 MV tiefer als die anderer Wandelemente (die bei 23,0 - 23,5 MV lagen); Mantelelemente 0,5 MV höher als Bad- und Innenelemente. B- und E-Elemente 0,7 MV tiefer als Ofen unten, Heizrohr ebenso. Badelemente gleich hoch heizen.

Die Elemen. wurden vorgenommen, um im Abscheider einigermaßen auf Temperatur zu kommen. Der Bleifuß hat also nicht genügend hierzu beigetragen. Er hätte vermeiden sollen, daß die Manteltemperaturen höher gefahren werden müssen als die Innenelemente, und daß somit höhere Vergasung entsteht. Leider ließ sich diese Absicht nicht durchführen, d.h. mit Bleifuß mußte mit den gleichen Übertemperaturen gefahren werden wie ohne Bleifuß. Das bedeutet, daß es nicht möglich ist, mit Hilfe des neuen Abscheiders zu entscheiden, ob der alte Abscheider eine ungünstige Wirkung auf die Vergasung hatte.

- 16.6.40 : Durch die Änderungen am Abscheider besserte sich die Temperatur wesentlich.
- 17.6.40 : 55 kg Frischöl (P 1214 getropft - 325°) ergänzt.
- 18.6.40 : Ofendruck ging plötzlich hoch auf 650 atm infolge Defekts der Membran. Membran abgehängt und Kompressor zurückgefahren auf 600 atm.

ab Bilanz Fr. 24.

Zwischenprobe der Kohle genommen.

Die Rohbilanzen der letzten Zeit stimmen schlecht. Die Analyse der Zwischenprobe ergab einwandfreie Werte. Wasser 1,4 %, Asche 2,7 % auf Trockenkohle.

- 19.6.40 : Luftbad von Vorheizler beschädigt. Daher umgestellt auf Öl unckaltgefahren.
- 20.6.40 : Ofen B z abgeschlammt, ging gut.

Mengen	1	2	3
Ofen	9 140	1 050	10 150
Abscheider	2 140	1 600	1 330

Die Mengen lassen auf Sauberkeit des Ofens schließen.

Luftbad repariert. Das Lager des Gebläses war ausgeschlagen.
Es handelt sich wohl um eine normale Alterserscheinung,
da das Bad seit Dezember 1939 in Betrieb war.

Die undichte Heiztasche am 10 Ltr.-Gefäß (vgl. 12.6.40) wurde
repariert. 10 Ltr.-Gefäß und sein Standschlanglas werden jetzt
von 2 getrennten Mischdüsen beheizt.

Sie hingen bisher an einer Mischdüse, die zu hoch be-
lastet war und deshalb zu Verstopfungen neigte.

21.6.40: Angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr. Kullgas über Dach.
Mit Einlauf: Anreibeöl.

22.6.40: Umgestellt auf Kohlebrei, alles wie zuvor.

26.6.40: ab Bilanz Nr. 25.

27.6.40: Mit Kontakt 2175 anstelle von 6512. Ohne Abschlammrückführung.
Kohledurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std. Gasmenge vor auf 4 cbm
pro kg Kohle.

Nachdem alle bisherigen Versuche mit der Kohle 1197 nicht
allzu günstige Resultate ergeben haben, wurde auf dieje-
nigen Bedingungen umgestellt, unter denen die Gelsenberg-
kohle im September und Oktober 1939 gefahren worden ist.
Die Ergebnisse dieser Zeit sind der Kalkulation für
Gelsenberg zugrunde gelegt worden. Sie wurden durch die
Resultate des Großbetriebes bestätigt.

28.6.40 : Abschlammmischenproben genommen.

Der Grund der Unstimmigkeiten in den Feststoffbestimmungen
zwischen Labor- und Rückstandsaufarbeitung sollte ermit-
telt werden. Die Untersuchung, die am 1.7.40 wiederholt
wurde, zeigte deutlich, daß in dem offenen, beheizten
Abschlammsammelgefäß eine erhebliche Feststoffbildung statt-
findet.

	% Festes	% Asche : F
Aus dem drucklosen Rührgefäß unmittelbar nach der Entspannung	17,2	40,7
aus dem Abschlammsammelgefäß nach 4 Stunden	19,5	38,3
aus dem Abschlammsammelgefäß nach 3 Schichten	20,0	37,7
vor dem Sohleudern	20,1	39,4

30.6.40

ab

Bilanz Nr. 26.

Ein unter das Abschlammrührgefäß gestelltes Tropfgefäß enthält jeweils gegen Schichtende die nicht unbedeutliche Menge von mehreren Hundert Gramm Schlamm. Diese wird ab jetzt ständig pro Schicht festgestellt.

2.7.40 : Abschlammprozente zurück auf 80-90.

Es fiel zu viel Rücklauföl an.

5.7.40 :

a

Bilanz Nr. 27.

Umgestellt auf K 1197 vom 25.6.40.

Mit Kontakt 6531 anstelle von 2175, 30%ig kolloidal im eigenen Abstreiferschweröl gemahlen; Kohle: Abschlammrückführung 1:0,1; Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Eine neue Sendung der K 1197 sollte unter den gleichen Bedingungen geprüft werden, unter denen die Kohle 1197 und 1180 (Beuthengrube) bereits früher miteinander verglichen worden waren. Da verschiedene Sendungen schlesischer Kohlen schon mehrmals voneinander abwichen, erschien eine solche Untersuchung notwendig.

9.7.40 : Mit 50%igem Kohlebrei 6531.

Von Anfang an (5.7.40) sollte 50%iger Brei verwendet werden. Da diese Konzentration jedoch mit der großen Kolloidmühle

des Kontaktlabors nicht erreicht werden kann, wurde 30%iger Brei geliefert. Nun wurde die kleine Kolloidmühle eingesetzt die die Herstellung des 50%igen Kontaktbreies ermöglicht.

ab Bilanz Nr. 28.

10.7.40 : Abschlammprozente zurück auf 75-88.

Es wurde zuviel Rücklauföl gewonnen.

Der Abwasseranfall stieg seit dem 29. u. 30.6. von 9 kg/Tag auf 12 und dann auf 14 kg/Tag.

Gleichzeitig enthielt das Anreibeöl nach den Analysenergebnissen seit dem 30.6. zunehmende Mengen Wasser und zwar bis zu 15 %. Zunächst wurde angenommen, daß diese Ergebnisse durch Fehler bei der Probenahme oder Analyse entstanden seien. Nunmehr ließ eine Untersuchung des Anreibeölgefäßes eine Undichtigkeit an einer unter Dampf stehenden Zuleitung feststellen, die früher bei Betrieb des Ofens 703 verwendet worden war. Durch diese ist erst Kondenswasser und später Dampf durchgedrückt worden, wobei sich die Undichtigkeit vergrößert hat. Es sind also unnatürlich große Wassermengen durch den Ofen gegangen. Außerdem hat ein ständiger Verdampfungsprozeß im Anreibeölgefäß stattgefunden, wobei zwangsläufig Öldämpfe mitgerissen worden sind. Wahrscheinlich ist daher in der fraglichen Zeit dickeres Anreibeöl verwendet worden. Der seit dem 29.6. durchgeführte Versuch, insbesondere die unter Gelsenberg-Bedingungen angestellten, sind somit leider als nicht völlig einwandfrei anzusehen. Die nächste Bilanz wurde deshalb bereits nach 3 Tagen genommen.

Anreibeölgefäß entleert und entwässert. Dampfzuleitung entfernt.

11.7.40 : Die Konzentration des Kontaktbreies 5531 wurde nachträglich zu 45 % bestimmt.

Zwischenprobe der Kohle genommen.

Die Kohlenprobe der Bilanz vom 9.7.40 hatte rd. 15 % Wasser enthalten. Dies dürfte auf ein Versehen bei der Probenahme zurückzuführen sein, da die Zwischenprobe 2,0% Wasser und 2,7 % Asche/T.K., also normale Werte ergab.

12.7.40 : 6²⁰ - 6³⁰ fiel der Strom infolge einer Störung in Oppau aus. Alle Pumpen und Kompressoren blieben stehen und die Temperatur fiel zurück. Während der Störung wurde mit der Handpumpe Anreibeöl in den Breieingang gedrückt.

Es wurde angenommen, daß der Ofen nicht geschädigt worden ist.

ab Bilanz Nr. 29.

15.7.40 : Abschlammprozente zurück auf 76 - 86.

Der Rücklaufölanfall war zu hoch.

16.7.40 :

ab

Bilanz Nr. 30.

17.7.40 : Produktstandanzeige funktionierte nicht, durch mehrmaliges Hochziehen in Ordnung gebracht.

18.7.40 : Schleuderrückstand vor dem Schwelen verdünnt mit Schleuderöl auf 40 % Festes.

Hiermit wurde versucht, sich in der Rückstandsaufarbeitung der Großbetriebe weiter anzugleichen. Die dort verwendete Lavalschleuder liefert einen Schleuderrückstand mit rd. 40 % Festem. Durch Verdünnen des Rückstandes aus der hier benutzten Heineschleuder, der annähernd 60 % Festes enthält, auf die gleiche Festkonzentration wurden mehr unverdauliche Asphalte als bisher durch Schwelung vernichtet, anstatt in den Ofen zurückgeführt zu werden. Aus den neuen Maßnahmen ließ sich dahe. eine günstigere Lage des Ofens und damit u.Ü. eine Verminderung der Vergasung erwarten.

20.7.40 : Konzentration des Kontaktbreies 5531 50%.

lt. neuester Bestimmung des Kontaktlabors.

21.7.40 : 2 x Standstörungen am 10 Ltr.-Gefäß, durch Hochziehen behoben.

22.7.40 :

ab

Bilanz Nr. 31.

Anschließend Abschlammprozente vor auf 80 - 90.

Der Anreibeölanfall war zu gering.

Störung des Produktstandes, durch mehrmaliges Hochziehen behoben.

Die Veränderung der Rückstandsaufarbeitung (vgl. 18.7.40) hat eine deutliche Verbesserung des Schleudereffektes bewirkt.

26.7.40 : Produktstand gestört, durch Hochziehen in Ordnung gebracht.

ab Bilanz Nr. 32.

Anschließend wurde umgestellt auf einen neuen Versuch, da über die Verarbeitung von K 1197 auf Benzin und Mittelöl nunmehr genügend Unterlagen vorhanden sind.

Versuchsergebnisse.

A) Mit normalen Eisenkontakten.

I. K 1197 vom 13.3.40.

Die Kohlesendung vom 13.3.40 wurde zunächst mit der üblichen Kontaktkombination (Eisensulfat, geschwefelte Bayermasse, Natriumsulfid) bei verschiedenen Temperaturen und mit verschiedenen Durchsätzen verarbeitet. Eine geringe Abschlammrückführung von 1 : 0,1 wurde für vorteilhaft gehalten.

1.) Bei 471°.

Kohle	1197		Gelsenberg ¹⁾
Durchsatz	0,48	0,57	
Abbau %	95,2	94,0	97,0
Leistung	0,24	0,31	0,25
Anreibeüberschuß	21,2	23,9	5-10
Vergasung %	26,8	26,8	23-24
Asphalt a.R.K. %	7,2	7,8	10-12
Asphalt im Anreibe- öl %	7,3	7,5	3-10
Bilanz Nr.	10/11	6/7	—

1) Notiz 16 198; WK v. 12.3.40.

Bilanz Nr. 10 und 11.

Es wurde auf diejenige Leistung gefahren, die Gelsenberg im Großbetrieb - allerdings bei der etwas höheren Temperatur von 4730 - einstellt, um zu ermitteln, ob sich dann auch die übrigen Ergebnisse den dort erhaltenen angleichen. Dies ist, wie der Versuch zeigt, offenbar nicht der Fall. Sofort zu erkennen ist, daß auch diese oberschlesische Kohle sich bezüglich der Vergasung ungünstiger verhält als Gelsenberg-Kohle.

Bilanz Nr. 6 und 7.

Mit höherem Durchsatz verminderte sich zwar der Abbau etwas, also wie die Kohle 1180 (Beuthengrube) gibt auch diese C-arme schlesische Kohle willig eine recht hohe Leistung, ohne daß der Asphaltspiegel sich wesentlich erhöht. Die Vergasung ist mit 26,8 % unabhängig von Durchsatz gleichgeblieben.

2.) Bei 4730.

Durchsatz		0,35	0,54	0,55	0,56	0,58
Abbau	%	96,6 ¹⁾	96,2	96,3	95,5	95,2
Leistung		0,27 ²⁾	0,31	0,31	0,32 ²⁾	0,34
Anreibeüberschuß	%	11,0	9,4	21,7	21,5	14,3
Vergasung	%	27,2	27,5 ²⁾	27,5 ²⁾	27,8	27,9
Asphalt a.R.K.		5,7	6,7	8,1	8,0	6,7
Anreibeasphalt		7,3 ³⁾	7,6	7,7	7,6	8,0 ³⁾
Abschlammrückführung		1:0,2	1:0,1	1:0,2	1:0,1	1:0,1
Umdrehungszahl des Ofeninhalts		38	38	38	38	52
Bilanz-Nr.		1/2	3	5	8	4

Bilanz Nr. 1 und 2.

Daß es sich um die Anfahrwerte handelt, zeigt sich aus den Asphaltzahlen, die hier und auch noch in den Bilanzen 3 und 4 zu günstig liegen. Auch die Leistung würde bei späterer Wiederholung des Versuches ungünstiger - bei rd. 0,27 statt 0,31 - gelegen haben.

- 1) Bilanz Nr. 1.
- 2) Geschätzt, da offenbar zu niedrig bestimmt.
- 3) Geschätzt, da als Anfahrwerte zu günstig bestimmt.

Bilanz Nr. 3.

Da die Kohle relativ gut spaltet, wurde versucht, diesen Effekt auszunutzen. Der Durchsatz wurde deshalb erhöht. Zu der zu günstigen Bestimmung der Vergasung und des Asphaltabbaues hat möglicherweise eine Ergänzung des Rücklauföls mit Steinkohlenteeröl beigetragen. Die Vergasung ist allerdings auch der Gasdichte nach mit 25,1 % viel zu niedrig bestimmt.

Bilanz Nr. 5.

Mit geringfügig erhöhtem Durchsatz hatte sich nach nunmehr genügend langer Fahrzeit, d.h. nach Wiederanfahren im Ofen 411, bei unveränderter Leistung und Abbau der Asphaltspiegel richtig eingestellt. Die geringe Vermehrung der Abschlammrückführung von 1 : 0,1 auf 1 : 0,2 hat wie in anderen Fällen auch hier nicht zu erkennbaren chemischen Auswirkungen geführt. Die Vergasung wurde der Dichtedifferenz nach zu niedrig gefunden.

Bilanz Nr. 8.

Eine weitere kleine Durchsatzsteigerung bei wieder verminderter Abschlammrückführung führt zu einer Verminderung des Abbaues. Die Leistung ist mit 0,29 zu niedrig bestimmt. Der Interpolation nach müsste sie rd. 0,32 betragen haben.

Bilanz Nr. 4.

Der Durchsatz wurde noch weiter erhöht und gleichzeitig die Umdrehungszahl des Ofenrührers vorgenommen. Diese Maßnahme hat zwar ein weiteres Absinken des Abbaues nicht wettmachen können, jedoch ist vielleicht der besseren Rührwirkung und damit Wasserstoffverteilung ein Anteil an der höheren Spaltung (Anreibeölüberschuß) zuzuschreiben. Eine nicht ausgeschlossen erscheinende günstige Einwirkung auf den Asphaltabbau ist allerdings nicht eindeutig, da auch die Möglichkeit besteht, daß das Rückführgleichgewicht noch nicht ganz erreichbar war, zumal der Durchsatz von Bilanz 2 bis 4 fortlaufend gesteigert wurde.

3.) Bei 474°.

Durchsatz	0,7	0,55	0,57
Abbau %	96,7	96,0	95,6
Leistung	0,78	0,51	0,30
Anreibeölüberschuß %	12,9	15,0	26,2
Vergasung %	28,5 ¹⁾	28,6	28,8
Asphalt a.R.K. %	9,5	8,4	7,8
Asphalt i. Anreibeöl %	6,7	7,1 ²⁾	7,1
Bilanz Nr.	20/11	18/19	9

Bilanz Nr. 20 und 21.

Mit niedrigem Durchsatz wurde im Ofen 451 ebenso wie bei den Bilanzen 10-11 im Ofen 411 gefahren, um die Leistung von Gelsenberg einzustellen. Wie der Vergleich zeigt, hat die Temperaturerhöhung von 471 auf 474° bei etwa gleichem Durchsatz die erwartete Wirkung:

Verbesserung von Abbau, Leistung und Asphalt und Verringerung des Rücklaufölüberschusses, allerdings auf Kosten der an sich schon hohen Vergasung, die von 26,8 auf 28,5 % ansteigt. In Bilanz Nr. 21 wurde die Vergasung mit 26,4 % zu niedrig bestimmt, wie der Vergleich der Gasdichtedifferenzen zeigt. Der Asphaltgehalt im Anreibeöl liegt bei Bilanz Nr. 20 aus unbekanntem Gründen im Verhältnis zu den übrigen Werten zu hoch. Auch der Asphalt im Abschläm (% a.R.K.) ist in beiden Bilanzen unverhältnismäßig hoch bestimmt.

Verglichen mit Gelsenbergkohle gibt die K 1197, wenn man die Unterschiede zwischen Groß- und Kleinapparatur vernachlässigt, bei gleicher Leistung etwa gleichem Abbau und etwa bessere Asphaltreduktion. Die Vergasung der schlesischen Kohle liegt bei der hohen Ofentemperatur natürlich noch viel ungünstiger als bei 471°.

- 1) Bilanz Nr. 20.
- 2) Bilanz Nr. 18.

Bilanz Nr. 18 - 19.

Eine Erhöhung des Durchsatzes zeigt auch bei 474° die gleichen Folgen wie bei niedrigen Temperaturen: Die Leistung steigt bei einer gewissen Verschlechterung des Asphalt- und Kohleabbaues, die Vergasung bleibt gleich.

Bilanz Nr. 9.

Optimum von Durchsatz und Temperatur.

Eine weitere Steigerung des Durchsatzes scheint keinen Vorteil mehr zu bringen, auch wenn Leistung und Abbau vielleicht etwas zu ungünstig bestimmt sein mögen. Die obere Grenze des Durchsatzes liegt also in fast gleicher Höhe wie die der sehr ähnlichen Kohle 1180 (Euthengrube).

Weiter zeigt es sich, daß ebenso wie bei der Kohle 1180 eine Temperatursteigerung über 471° hinaus wegen des starken Anwachsens der Vergasung nicht von Nutzen ist.

Eigenschaften des Anfalls.

Die bei Leistung 0,3 und 471° sowie 474° erhaltenen Öle (Bilanzen 7 und 9) sind miteinander innerhalb der Fehlergrenzen identisch. Lediglich die schwersten Fraktionen sind bei der höheren Temperatur etwas weiter dehydriert, was sich im spez. Gewicht schwach bemerkbar macht. In den Elementaranalysen und in der Zusammensetzung der Vergasung ergeben sich kleine ins Auge fallende Unterschiede. Die kurz nach dem Anfahren mit Teeröl-anreicherung erhaltene Bilanz Nr. 2 hat erwartungsgemäß schwerere Öle mit tieferem Anilinpunkt und ein Benzin mit deutlich höherem Klcpfwert geliefert.

Die Öle ähneln auch den aus der Kohle 1180 gewonnenen außerordentlich. Die schweren Öle aus K 1197 scheinen etwas C-reicher und O-ärmer zu sein. In der Vergasung ergibt die Kohle 1197 etwas mehr Propan und weniger Butan; der iso-Butangehalt der C₄-Kohlenwasserstoffe liegt dafür wahrscheinlich etwas höher

II. Z 1197 vom 25.6.40 bei 46a.

In der Annahme, daß die neue Sendung der bisher gefahrenen Kohle gleich sei, wurde sie nicht unter genau den bisherigen Versuchsbedingungen verarbeitet, sondern bei niedriger Temperatur (468°) und mit dem geringen Durchsatz 0,45 hydriert.

In den letzten Bilansen 31 und 32 wurde die Rückstandsaufarbeitung geändert. Der Rückstand aus der Heineschleuder wurde nun nicht mehr wie bisher im Originalzustand des Anfalls, d.h. mit rd. 60 % Festes, geschwelt, sondern vor dem Schwelen mit Schleuderröl auf 40 % Festes verdünnt und damit dem Rückstand angeglichen, den die Lavalschleuder im Großbetrieb liefert. Mit dieser Annäherung an die Technik wird fast die vierfache Menge an Öl und damit an Asphalten dem Schwelofen zugeführt. Als Vorteil ergibt sich eine Entlastung des Hochdrucks von schwerverdaulichen Asphalten, als Nachteil ein höherer Ölverlust in der Rückstandsaufarbeitung.

Schleuderrückstand	nicht verdünnt	verdünnt auf 40 % Festes
Abbau %	94,9	95,6
Leistung	0,268	0,265
Vergasung %	26,9	27,1
Asphalt a.R.E. %	10,5	11,2
Asphalt im Anreiböl %	8,5	8,0
Festes " %	6,4	5,7
Bilanz Nr. 1)	29/30	31/32

1) Bilanz 23 war nicht einwandfrei, da das Anreiböl infolge der Undichtigkeit einer Dampfleitung 13 % Wasser enthielt. Die Vergasung wurde z.B. an 30,1 % bestimmt.

Die in vorstehender Tabelle zusammengefaßten Ergebnisse lassen erkennen:

- 1.) Die neue Kohlesendung ist der bisher gefahrenen vom 13.3.40 sehr ähnlich. Auf Grund der Kohleanalyse könnte man vermuten, daß sie sich etwas weniger leicht hydrieren lassen würde, denn sie enthielt etwas weniger disp. H und flüchtige Bestandteile und ein wenig mehr Sauerstoff.

Tatsächlich schließen sich die Hydrierergebnisse zwanglos an diejenigen, die mit der älteren Sendung bei höherer Temperatur und höherem Durchsatz erhalten worden sind. In der Spaltung scheint sich die Sendung vom 25.6.40 eher etwas günstiger zu verhalten.

- 2.) Die aus der neuen Kohlesendung gewonnenen Öle unterscheiden sich von den früher erhaltenen kaum. An Unterschieden zu bemerken ist nur bei den Ölen von 200° an ein etwas geringerer Sauerstoff- und höherer O-Gehalt, was damit übereinstimmt, daß im Mittelöl etwas weniger Phenole gefunden wurden. Der größere O-Gehalt der neuen Sendung ließ eher das Gegenteil vermuten, sodaß trotz der großen Ähnlichkeit der beiden Kohlen gewisse Strukturverschiedenheiten nicht ganz ausgeschlossen erscheinen. Ein Einfluß der Ofentemperatur ist wenig wahrscheinlich, da die bei 471 und 474° erhaltenen Öle sich hinsichtlich ihrer Elementaranalysen und ihres Phenolgehaltes praktisch gleich waren.

Die KW-Vergasung enthielt weniger Methan und mehr Propan. Augenscheinlich nimmt die Methanbildung mit sinkender Temperatur etwas ab, wie auch der Unterschied zwischen Bilanz 7 und 9 vermuten läßt.

- 3.) Die Änderung der Rückstandsaufarbeitung erbringt die erwartete Verbesserung des Schleudereffektes und Senkung des Asphaltspiegels, wenn dies auch ^{nur} im Asphaltgehalt des Anreibedagegen öls/im „Asphalt a.R.K.“ wegen des zu hohen Wertes der Bilanz Nr. 32 nicht zum Ausdruck kommt. Auch hat sich der Abbau etwas erhöht.

- 4.) In Bilanz 29 war die Wandtemperatur der Abscheidermitte auf 454° gehalten worden gegen 456° bei den übrigen Bilanzen. Dies führte zu einem etwas größeren Anfall von Abschläm, der

ein geringeres spezifisches Gewicht aufwies, sich dagegen von den übrigen Abschlämmen im Mittelölgehalt kaum unterschied. Auch das Anreibeöl hatte sich nicht geändert und die chemischen Fahrerergebnisse wichen von den übrigen nicht erkennbar ab. Es ist nicht überraschend, daß Änderungen der Abscheider-Temperatur, soweit sie nicht den Mittelölgehalt des Abschlaumes und damit des Rücklauföls beeinflussen, beim Fahren auf Benzin und Mittelöl auf die Ergebnisse praktisch ohne Einfluß sind.

B. Versuche mit anderen Kontakten.

I. Mit 5512.

Eine Reihe von Versuchen wurde durchgeführt, um festzustellen, ob die normal verwendete geschwefelte Bayermasse (6531) durch den billigeren ungeschwefelten Kontakt ersetzt werden kann.

Temperatur	°C	468	469	469	471
Durchsatz		0,44	0,48	0,55	0,56
Abbau	%	95,8	96,1	94,5	95,9
Leistung		0,25	0,26	0,28	0,31
Anreibeölüberschuß	%	19,0	20,4	27,3	16,7
Vergasung	%	28,0 ¹⁾	27,8 ²⁾	28,4	28,0
s-Asphalt a.R.K.	%	9,6	9,2	10,3	10,8
Asphalt % im Anreibe- öl %		7,4	7,2	8,1	7,8 ³⁾
Bilanz Nr.		22/23	14/15	23	24

- 1) Bilanz 23
- 2) Bilanz 15
- 3) geschätzt.

1.) Bei 468°.

Bilanz Nr. 22 und 23.

Bei der verhältnismäßig tiefen Temperatur von 468° und niedrigem Durchsatz wurde ein Abbau erreicht, der höher liegt, als der bei gleicher Temperatur und ähnlichem Durchsatz, aber geschwefeltem Kontakt erzielte (Bilanz 29/30). Auch die Asphaltreduktion schien hier mit schwefelfreiem Kontakt eher etwas besser zu sein, selbst wenn man berücksichtigt, daß der Durchsatz etwas niedriger lag, als bei den Vergleichsversuchen, die allerdings mit einer anderen Kohlesendung durchgeführt wurden. Dagegen lag die Vergasung deutlich höher; allerdings muß man die der Bilanz 22 mit 29,4 % auf Grund des Vergleichs mit der Gasdichtedifferenz als Fehlbestimmung ansehen.

2.) Bei 469°.

Bilanz Nr. 14 und 15.

Bei 469° und etwas höherem Durchsatz wurden in Abbau, Leistung und Asphalt ein wenig bessere Werte erzielt. Die Vergasung schien etwa ebenso hoch wie bei 468° zu sein; die Wert von Bilanz 14 (26,0 %) muß wohl als Ausreißer bewertet werden.

Bilanz Nr. 25.

Der Durchsatz von 0,55 ist für diese Temperatur offensichtlich zu hoch, da Abbau und Asphaltspiegel sich erheblich verschlechtert haben. Der Anreibeölüberschuß hat sich stärker vermehrt als die Leistung. Auch die Vergasung ist möglicherweise etwas ungünstiger geworden, wenn auch wohl nicht so hoch wie der Bilanzwert ergibt, da die Gasdichtedifferenz gleichgeblieben ist.

3.) Bei 471°.

Bilanz Nr. 24.

Die Steigerung der Temperatur zeigt sich für den hohen Durchsatz 0,56 vorteilhaft. Alle Ergebnisse lagen besser, der Asphaltgehalt vom Anreibeöl mit 6,8 % allerdings wohl zu gut als Folge einer mengenmäßig bedeutenden Ergänzung des

Rücklauföls mit Steinkohlenteeröl am Vortage. Dagegen ist der Asphalt im Abschläm zu hoch gefunden worden.

4.) Vergleich mit geschwefelter Bayermasse.

Die Ergebnisse, die mit den beiden Kontakten erhalten wurden, wichen nur wenig voneinander ab. Mit schwefelfreiem Katalysator wurde Abbau und Leistung etwas höher gefunden, allerdings auch die Vergasung. Im Asphaltabbau konnte im großen ganzen kein Unterschied erkannt werden.

Die mit ungeschwefelter Bayermasse gewonnen Öle waren etwas schwerer und dem Anilinpunkt nach wasserstoffärmer. Die Abgase enthielten mehr Methan und weniger $C_2 - KW$.

Alles deutet somit darauf hin, daß ungeschwefelte Bayermasse im Vergleich zu geschwefeltem Kontakt etwas stärker spaltet, dagegen nicht ganz die gleich-hohe Hydrieraktivität besitzt. Ob die geringen chemischen Vorteile des geschwefelten Kontaktes seine höheren Kosten rechtfertigen, läßt sich nur durch Kalkulation des Einzelfalles feststellen. Möglicherweise liegen die Verhältnisse bei anderen Kohlen eindeutiger.

II. Mit 6512 und aufgetränktem 6719.

In diesen Versuchen wurde das Natriumsulfid nicht wie üblich kolloidal in Schweröl gemahlen zum Brei gegeben, sondern ebenso wie das Eisensulfat (1181) auf die Kohle aufgetränkt, da Drehautoklavenversuche hiervon eine Verbesserung der Kontaktwirkung erwarten ließen. Bei höheren Temperaturen als in den vorhergehenden Versuchen mit 6512 wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Temperatur	°C	473	474
Durchsatz		0,440	0,433
Abbau	%	95,0	96,5
Leistung		0,23	0,24
Anreibeölüberschuß	%	15,3	6,6
Vergasung		27,7	28,4
Asphalt a.R.K.	%	8,5	9,6
Asphalt im Anreibeöl	%	7,2	6,3
Bilanz Nr.		16	17

1.) Bilanz Nr. 16 und 17.

Die Temperatursteigerung um 1° hat die üblichen Auswirkungen: Erhöhung von Abbau, Leistung, Spaltung und Asphaltreduktion 1), aber auch der Vergasung. Die sprunghafte Verbesserung des Kohleabbaues ist wohl nicht ganz reell; vermutlich ist der Wert der Bilanz 16 etwas zu niedrig.

2.) Beurteilung der Kontaktwirkung.

Leider ist ein exakter Vergleich mit dem bisher verwendeten Kontaktkombinationen nicht möglich, da hier mit sehr niedrigen Durchsätzen gefahren wurde. Die graphische Extrapolation scheint indessen zu zeigen, daß die erhaltenen Werte sich denen der "normalen" Kontaktkombination anschließen, d.h. es kann vermutet werden, daß das Auftränken des Natriumsulfids auf die Kohle die Ergebnisse mit ungeschwefelter Bayermasse etwa auf diejenigen verbessert, die mit geschwefelter Bayermasse und kolloidal zugegebenem Na₂S erhalten werden. Dieser vorläufige Hinweis bedarf noch der Bestätigung durch weitere Versuche.

III. Mit 7678.

Der Kontakt 7678 besteht aus Bayermasse, die mit 5 % Titansulfat getränkt und dann geschwefelt wurde. Er wurde in der üblichen Kombination anstelle der normalen Bayermasse verwendet. Nachstehend sind die Ergebnisse, die in den Bilanzen 12 und 13 erhalten wurden, denen gegenübergehalten, die bei der gleichen Temperatur (473°) und ähnlichem Durchsatz mit geschwefelter Bayermasse ohne Zusatz erhalten worden sind:

1) jedenfalls der zuverlässigsten Asphaltzahl des Rücklauföls nach.

Kontakt		7678	6531
Durchsatz		0,48	0,49
Abbau	%	94,8	96,6 2)
Leistung		0,26	0,27
Vergasung	%	27,8	27,2
Asphalt a. R.K.	%	8,2	5,7 3)
Asphalt im Anreibeöl	%	7,5	7,4 1)
Bilanz Nr.		12/13	1/2

Hiernach haben sich Abbau und Vergasung empfindlich durch den Titansatz verschlechtert. Damit erscheint wieder einmal, wie nun schon mehrfach 4) bewiesen, daß Titan als Kontaktbestandteil für die Steinkohlehydrierung nicht geeignet ist.

IV. Mit 2175.

Während der Bilanzen 26 und 27 wurden die Bedingungen angewendet, unter denen frühere Versuche mit der Gelsenbergkohle zur Schaffung von Planungsunterlagen gefahren worden sind. Sie unterscheiden sich von den bisherigen durch den Kontakt (ungeschwefelte Luxmasse anstelle von Bayermasse), die größere Gasmenge (4 cbm/kg Kohle gegenüber 3 cbm) und die niedrige Temperatur von 464°.

Leider sind die Ergebnisse nicht einwandfrei, da das Anreibeöl infolge der Undichtigkeit einer Dampfleitung bis zu 15,8 % Wasser enthielt, die durch den Ofen gingen. Außerdem wird weiteres Wasser beim Verdampfen aus dem Anreibeölgefäß Öldämpfe mitgerissen haben, wodurch das Rücklauföl in nachträglich nicht mehr zu kontrollierender Weise verändert wurde. Von einer Auswertung der Resultate muß daher abgesehen werden.

1) geschätzt

2) Bilanz Nr. 1

3) Anfahrwerte

4) 19 1711 v. 18.8.41,
28 7022 " 21.5.41.

Besondere Beobachtungen.

1.) Vergleich der Öfen 411 und 451.

Die Versuche wurden teils im Ofen 411, teils im Ofen 451 angestellt. Zeitweise liefen beide Öfen parallel, um Hinweise auf etwa bestehende Apparaturkonstanten zu gewinnen. Wie die bisherigen Ausführungen gezeigt haben, ließen sich diese Ergebnisse aus beiden Öfen ohne besondere Schwierigkeiten zu einem einheitlichen Gesamtbild zusammenfügen. Damit bestätigt sich die bereits früher mit der Kohle 1180¹⁾ gemachte Feststellung, wonach die Resultate bisheriger Versuche miteinander ohne weiteres vergleichbar sind, gleichgültig, in welchem 10 Ltr.-Ofen sie gewonnen wurden.

Dies ist deshalb besonders bemerkenswert, weil die Art der Beheizung des Abscheiders bis den einzelnen Versuchen z.T. recht verschieden war. Es wurden verwendet

	Bilanz-Nr.
a) Abscheider im Bleibad / stehend	5-17
b) Abscheider elektrisch beheizt, Fuß wenig isoliert	1-4
c) " " " Fuß gut isoliert	18-21
d) " " " mit elektrisch beheiztem Bleifuß	22-32

Während an Ofen 451 anfänglich, d.h. bei verhältnismäßig kaltem Abscheiderfuß, im Vergleich zu Ofen 411 mehr Abschläm von geringer Viskosität anfiel, glich sich der Abschläm bereits mit besserer Isolierung des unteren Abscheiderteils dem an Ofen 411 gewonnenen weitgehend an. Weder die Beschaffenheit des Rücklauföls noch die Bilanzresultate wurden durch die Abscheiderunterschiede merkbar beeinflusst. Man kann danach sagen, daß Verschiedenheiten der Abscheidertemperaturen innerhalb gewisser Grenzen, innerhalb deren sich der Mittelölgehalt des Rücklauföls praktisch nicht ändert, bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl ohne merklichen Einfluß auf die chemischen Ergebnisse sind.

1) 19 8131 v. 2.1.42.

2.) Berichtigung von Bilanzwerten.

Die für eine Versuchsreihe große Zahl der Bilanzen ermöglicht es, über die Genauigkeit der Ergebnisse und über die Zulässigkeit ihrer Korrektur besondere Erfahrungen zu gewinnen, die sich aus kurzen Versuchsreihen nicht ohne weiteres ergeben. Insbesondere wurden in dieser Hinsicht Abbau, Leistung und Asphaltreduktion untersucht.

a) Abbau. In einer Reihe von Fällen standen die Abbauzahlen mit der Grunderfahrung der Hydrierung nicht von vornherein in Einklang, wonach sich der Reinkohleabbau bei Erhöhung der Ofentemperatur oder Verringerung des Durchsatzes unter sonst gleichen Verarbeitungsbedingungen nicht verringert, sondern eher verbessert. Die Abbauzahlen fügten sich dagegen gut in ein in sich stimmendes Gesamtbild, wenn ^{die} als Rechnungsgrundlagen dienenden Analysenwerte folgender Kontrolle anhand der Betriebsanalysenzahlen standhielten:

Der Festgehalt des Anreibeöls soll sein gleich dem Durchschnitt des Festgehaltes vom frischen Schläuderöl am Anfalltag und an den beiden Nachbartagen + einer Konstanten, die die Festenaubildung im Anreibeöl ausdrückt und die hier rd. 1,5 % ausmacht. Streuung ± 1 %. Die Abweichungen von dieser Kontrollzahl waren im allgemeinen nicht erheblich, die Zahl der hiernach vorzunehmenden Berichtigungen 8 (von 32 Werten), davon 1 Fall, in dem die Korrektur zu einem unbrauchbaren Wert führte.

Der Festgehalt des Abschlammes, wie er vom Laboratorium bestimmt wird, soll mit dem vom Betriebslaboratorium bestimmten Wert innerhalb ± 1 % übereinstimmen. Die Zahl der hiernach erforderlichen Berichtigungen betrug 8, davon führten 2 zu offensichtlich unrichtigen Abbauwerten. Die Höhe der Abweichungen war beim Abschlammfesten erheblich - bis zu 10 %, was vermuten läßt, daß wohl nicht immer ganz einwandfreie Produkte des Abschlammes genommen wurden.

Die Aschenbilanz ging im Durchschnitt zu 110 % auf. Die Asche wird durch Oxydation des Na_2S scheinbar vermehrt. Als zulässige Streuung wurden ± 10 % angesehen. Die Berichtigungen, die den Abbau nicht erheblich beeinflussen, werden

bei jeweils demjenigen Analysenwert vorgenommen, der von den benachbarten am meisten abwich.

b) Leistung.

Wie sich herausstellte, bilden die Ergebnisse der technischen Destillation keinen zuverlässigen Kontrollmaßstab für die Siedeanalyse des Abstreifers, nach der sich Leistung und Anreibedlüberschuss beim Fahren auf Benzol und Mittelöl bestimmen. Die für die Zukunft geplante Zerlegung des Abstreifers in der Kolonne wird die an sich wohl nicht große Zahl der Fehlbestimmungen noch vermindern.

c) Asphaltspiegel.

Der Asphaltabbau muß sich erfahrungsgemäß ebenso wie der Reinkohleabbau mit dem Übergang zu höherer Temperatur oder zu kleinerem Durchsatz eher verbessern als gleichbleiben. Mit dieser allgemeinen Erfahrung stimmten fast immer - abgesehen von nur 2 fraglichen Werten und den Zahlen der Anfahrtilanzen - die in Anreibedl bestimmten Asphaltgehalte überein, dagegen viel weniger gut die aus dem Asphaltgehalt des Abschlamms errechneten Kennzahlen „Asphalt auf Reinkohle“ und „Asphalt auf festes Rücklauföl“. Dies gibt einen erneuten Hinweis darauf, daß der Probenahme des Abschlamms ganz besondere Sorgfalt zu schenken ist.

gez. Hupfer

Tabellen:

I	Bilanzen Ia - Ib
II	Eigenschaften der Kohle
III	Benzinuntersuchungen
IV	Benzinfraktionen
V	Mittelöluntersuchungen
VI	Untersuchungen von Schweröl aus Abstreifer+Schwefelöl
VII	Untersuchungen von Anreibeöl und Gesamtschweröl
VIII	Reisöluntersuchungen
IX	Elementaranalysen
X	Elementarbilanzen
XI	Paraffingehalt der Öle
XII	Phenolserlegungen
XIII	Abstreifersiedekurven
XIV	Verteilung des als KW vergastem C
XV	Isobutangehalt
XVI	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
XVII	Im Abwasser gelöste Stoffe
XVIII	Schwelausbeuten
XIX	Schwelgasanalysen
XX	Asphaltzerlegungen
XXI	Zusammensetzung des Gasbenzins
XXII	Molekulargewichte des Mittelöls und seiner Fraktionen
XXIII	Petrographische Untersuchung der Kohle

Tabelle I

Bilanzen

von Laufen der Kohle 1187, in Ludwigshafen entascht, auf Benzol und Mittelöl bei 500 ata.

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Ofen	451	451	451	451	411	411	411	411	411	411	411
Tag 1949	30.3.	3.4.	7.4.	12.4.	17.4.	21.4.	21.4.	30.4.	4.5.	9.4.	13.4.
Rechenart	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc	abc
Betriebsstunden ¹⁾	208	303	399	507	620 ⁵⁾	716	788	932 ⁶⁾	1028	1148	1244
Kohle											
Aschegehalt d. Fr.Kohle	2,7	2,7	3,4	3,2	3,9	2,1	2,0	2,5	2,6	2,0	1,8
Lieferung tag d. Kohle					13.3. 1949						
C in Reinkohle					81,3						
Vorbereitung d. Kohle					geschrotet, technisch mit CaCl ₂ entascht						
Kohle					Kohle mit 1,2% 1181 ²⁾ getränkt, gewaschen und gemahlen						
(Mengen auf Fr.K. bezogen)					1,5% 6551 ³⁾ beide 50%ig in Abstreiferwechsel vom Ofen 45, bzw. 411 0,3% 5709 ⁴⁾ kolligial gemahlen zum Ersatz gegeben.						
Anreicherung	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Art des Anreicherung	Schleuderschlamm-Abschlamm der mit Schweröl über 325° mit Abstreifer + Schweröl auf 16 % festes verdünnt wurde, + Rest des Schweröls.										
spez. Gewicht/50°	1,094	1,082	1,082	1,080	1,074	1,072	1,072	1,070	1,070	1,068	1,064
% Festes	5,7	4,2	4,9	8,0	6,3	7,2	7,2	7,2	7,6	7,4	6,7
Asche in Festen	28,1	22,2	24,4	24,4	22,0	31,0	24,5	21,1	18,3	22,9	17,6
% B-Asphalt	6,2	6,0	5,9	6,7	7,7	7,7	7,2	7,6	7,1	7,8	6,8
Rückführung											
Kohle: Abschlamm	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1
Vorbereitungen											
Temperaturen											
Reisochlange °C	446	446	447	447	449	449	446	449	446	452	452
Ofen °C	475	473	473	473	473	471	471	473	474	471	471
Abscheider °C	461	461	461	461	461	459	459	461	462	459	459
Reinkohledurchsatz kg/Ltr Ofen-Vol./Std.	0,500	0,490	0,545	0,584	0,550	0,565	0,565	0,563	0,567	0,483	0,485
Wärmeabgabe (bzw./kg R.K.)	4,20	4,05	3,91	4,20	4,09	3,93	4,01	4,01	4,01	3,87	3,90
Wärmeabgabe des Ofen-Abstrahers/Min.	36	36	36	52	38	38	38	38	38	38	38

1) nach Abzug der Reparaturstunden.

2) FeSO₄ · 7 H₂O

3) geschwefelte Bayermasse

4) Na₂S₂O₃ Sulfigran

5) Es wurde mit Rücklaufsl von Ofen 411 weitergeführt

6) Anreicherung mit Rücklaufsl. aus Kohle 1180 (Beuthengrube) 50:50 ergänzt

Tabelle I a

Bilanz

vom Fahrstr. der Kohle 1197, in Ludwigshafen entsaft, auf Benzol und Mittelöl bei 600 atm.

Bilanz Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Ofen	411	411	411	411	411	411	451	451	451	451	451
Tag 1940	18.5.	22.5.	26.5.	30.5.	11.6.	15.6.	2.5.	5.5.	9.5.	12/13.5.	10.6.
Schicht	abc	abc	abc	abc	ab	ab	abc	abc	abc	abc	ab
Betriebsstunden ¹⁾	1364	1460	1556	1652	1674	1962	941 ⁵⁾	1013	1103	1190	1432
Kohle											
Aschegehalt d. Tr.K. %	2,2	1,9	2,3	2,7	3,0	2,8	2,0	2,3	2,1	2,5	2,9
Anlieferungstag d. Kohle					13. 3. 1940						
C in Reinkohle %					81,3						
Vorbehandlung d. Kohle					geschrotet und technisch mit CaCl ₂ entsaft						
Kontakt aufgetränkt	1,2 %	1,181			1,2 %	1,181			1,2 %	1,181	
kolloidal 50%ig in Abstreifer-schweröl gemahlen zum Brei	1,5 %	7678 ³⁾			1,5 %	6512 ⁴⁾			1,5 %	6531	1,5 %
	0,3 %	6709						0,3 %	6709		6512
Anreibung	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Art des Anreibes	Schleieröl aus Abschlamm, der mit Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schweröl auf 16% Festen verdünnt wurde, + Rest des Schweröls.										
spez. Gewicht/50°	1,072	1,072	1,070	1,066	1,072	1,072	1,068	1,064	1,060	1,066	1,072
Asche im Festen %	17,2	19,2	16,2	14,4	11,2	10,1	17,6	22,1	19,2	16,7	17,9
im Öl % -325°	5,0	4,0	4,5	3,6	4,7	4,5	6,0	7,3	6,8	7,8	3,4
% s-Asphalt	7,4	7,7	7,1	7,2	7,2	6,3	7,1	7,5	7,8	6,7	7,6
Rückführung											
Kohle : Abschlamm	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1
Bährbedingungen											
Temperaturen											
Breischlange °C	452	442	446	449	452	454	446	446	449	452	444
Ofen °C	473	473	469	459	473	474	474	474	474	474	468
Abscheider °C	461	461	458	458	461	452	452	462	462	462	456
Reinkohledurchsatz kg/Ltr. Ofen-Vol./Std.	0,463	0,484	0,485	0,471	0,440	0,433	0,555	0,542	0,471	0,464	0,444
Eingangsgas cbm/kg R.K.	3,88	3,94	3,99	4,09	4,07	3,79	3,97	4,16	4,00	4,07	4,10
Umdrehn. gezahl des Ofenrührers/Min.	38	39	38	38	38	38	36	36	36	36	36

- 1) nach Abzug der Reparaturstunden
- 2) korrigiert nach Betriebsanalyse
- 3) Bayermasse + 5 % Titansulfat geschwefelt
- 4) ungeschwefelte Bayermasse
- 5) Rücklauföl aus Ofen 411 mit solchem aus K 1180 50:50 ergänzt.

Tabelle I b

Bilanz

vom Fahren der Kohle 1197, in Ludwigshafen entsäuft, auf Luft und Mittelöl bei 600 atm.

Bilanz Nr.	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
Ofen	451	451	451	451	451	451	451	451	451	451
Tag 1940	14.5	18.6	26.6	30.6	5.7	2.7	12.7	16.7	22.7	26.7
Schicht	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab
Betriebsstunden ¹⁾	1528	1624	1746	1842	1962	2058	2130	2226	2370	2466
Kohle										
Ashengehalt d.Tr.K. %	3,2 ?	2,5	3,3	2,4 ?	2,4 ?	2,9	2,7	2,7	2,9	3,0
Anlieferungstag d.Kohle			13. 5. 1940					25. 6. 1940		
C in Reinkohle			81,3					81,3		
Vorbehandlung d.Kohle			geschrotet und technisch mit CO_2 entsäuft							
Kontakt										
aufgetränkt				1,2 % 1191						
kolloidal im Abstreifen	1,5 % 6512			1,5 % 2175 ²⁾			1,5 % 6531			
Schweröl gewaschen zum				0,3 % 6709						
Breite										
Anreibung	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1
Art des Anreibes	Schleuderschlamm aus Abschlamm, der mit Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schweröl auf 16 % Festes verdünnt wurde. Rest des Schweröls.								Rest des Schweröls, aber Schleuderschlamm aus Schleuderschlamm auf 40 % Festes verdünnt.	
Spez. Gewicht/50°	1,076	1,084	1,078	1,078	1,074	1,072	1,070			
Festes %	7,4	7,3	6,8	6,8	6,8	6,2	6,6	6,2	6,1	5,3
Asche im Festen %	11,3	14,9	16,0	20,6	11,9	18,3	18,0	13,2	7,7	7,4
in Öl % - 325°	5,5	5,1	3,9	5,2	5,4	5,0	4,7	7,4	4,1	5,2
s-Asphalt	7,1	6,8	8,1	6,9	7,9	6,9	8,1	6,8	7,9	8,1
Rückführung										
Kohle : Abschlamm	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1	1:0,1
Fahrbedingungen										
Temperaturen										
Breischlange °C	442	442	446	446	441	446	447	451	447	449
Ofen °C	468	471	469	464	464	468	462	460	468	468
Abscheider °C	456	459	452	452	456	456	454	453	451	456
Reinkohledurchsatz kg/ltr. Ofen-Vol./Std.	0,435	0,558	0,548	0,458	0,478	0,447	0,454	0,431	0,447	0,448
Eingangsgas cbm/kg Tr.K.	4,23	4,08	4,08	4,67	4,82	4,06	5,88	4,22	4,26	4,16
Umdrehungszahl des Ofenrührers/min.	36	36	36	36	36	36	36	36	36	36
				5,2	19,8	13,3	1	0,1		

1) nach Abzug der Reparaturstunden
2) Luxmasse ungeschwefelt.

Tabelle I c

Bilanzen

Ergebnisse¹⁾

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6 ²⁾	7	8	9	10	11
Rohbilanz	101,1	101,9	101,5	101,0	101,3	101,0	100,5	99,0	100,5	97,1	96,7
Prakt./theor. Verflüssig. %	104,0	102,7	101,2	98,9	102,4	103,4	99,2	94,5	102,4	91,5	89,9
Abbau	96,6	95,5	96,2 ²⁾	95,2 ²⁾	96,3	94,0 ³⁾	93,9 ²⁾	95,5 ²⁾	95,6 ⁴⁾	94,8	95,5
Theoret. Ölgewinn % a. R. K.	69,0	67,8	71,5	69,5	71,5	71,6	71,5	70,2	69,9	72,7	72,5
Hochdruckölgewinn % a. R. K.	71,7	68,9	71,6	67,6	72,9	74,0	69,9	65,2	71,0	63,5	62,7
Prakt. (Bi+Mi)-Ölgewinnleistung kg/Ltr. Of. Vol. Std.	0,312	0,306	0,314	0,338	0,314	0,312	0,308	0,288	0,297	0,245	0,237
-135° i. prakt. Ölgew.	10,3	10,7	12,8	13,5	13,8	13,2	13,6	15,1	16,1	14,8	15,0
Gastbenzin % v. Ges. Bi	18,9	29,6	23,5	19,5	18,2	19,8	23,0	23,3	18,6	30,5	25,2
Anreibeölüberschuß % v. Hochdruckölgewinn	12,7	9,2	9,4	14,3	21,7	25,5	22,3	21,5	26,2	20,3	22,0
Vergasung % v. prakt. Ölgewinn + Vergasung	27,1	27,3	25,1	27,9	26,3	26,9	25,7	21,8	28,8	25,2	27,4
davon % als CO	5,7	5,5	7,2	6,0	6,3	6,0	6,4	6,2	6,1	6,9	6,8
% als CO ₂	1,1	1,2	1,4	0,8	1,0	0,9	1,2	0,7	1,0	1,0	1,0
Abwasser % a. R. K.	9,3	9,8	11,2	12,7	10,4	8,6	9,2	10,5	8,4	9,5	8,8
Neuabschlamm % a. Tr. K.	86,5	87,0	94,4	89,6	84,7	80,7	88,9	86,4	87,3	85,4	85,0
darin s-Asphalt % a. R. K.	5,5	5,8	6,7	6,7	8,1	7,8	7,8	8,0	7,8	7,2	7,1
s-Asphalt % a. festefreiem Rücklauföl	4,7	4,8	5,4	5,7	6,5	6,1	6,3	6,6	6,2	6,0	5,9
Aschebilanz Aus/Ein	92,8	127,3	105,3	106,6	105,9	105,8	115,6	112	112,4	104,8	121,6

1) berechnet auf butanfreies Benzin

2) berichtigt

3) geschätzt

4) berichtigt; der Elementaranalyse nach (s. Anhang zu Tabelle X) war der Abschlammanteil zu hoch gemessen worden.

Tabelle 5 d

Bilanzen

Ergebnisse¹⁾

Bilanz Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Rohbilanz	98,5	97,3	98,5	98,0	97,2	97,2	99,3	101,0	98,5	100,4	100,7
Prakt./theor. Verflüssigung %	92,9	90,5	93,5	92,5	93,0	91,6	95,7	99,5	96,2	96,2	100,1
Abbau	94,8	94,7 ²⁾	96,1	96,1	95,0 ²⁾	95,5 ²⁾	96,1	95,9	96,4	97,0	95,6
Theoret. Ölgewinn % a. R.K.	69,9	71,2	70,1	71,5	69,5	67,4	68,6	66,3	68,6	71,4	68,5
Hochdruckölgewinn % a. R.K.	62,4	61,7	66,3	63,9	61,9	59,3	63,7	68,6	64,4	71,0	67,6
Prakt. (E1+K1) - Ölgewinn- Leistung kg/Ltr. Of. Vol./Std.	0,262	0,253	0,256	0,246	0,229	0,236	0,317	0,298	0,275	0,271	0,245
%-155° i. prakt. Ölgewinn	13,5	14,1	14,3	14,1	14,4	15,3	13,4	13,4	13,3	14,3	14,1
Gasbenzin % v. Gesamtbenzin	19,9	28,4	18,3	19,4	30,0	28,5	27,1	23,2	22,8	26,0	26,9
Antriebsüberschuß % v. Hochdruckölgewinn	13,8	15,4	20,4	20,5	15,9	6,6	10,1	19,9	9,1	16,7	17,4
Vergasung % v. prakt. Ölgewinn + Vergasung	27,9	27,7	26,0	27,8	27,7	29,4	28,8	28,3	28,5	26,4	29,4
festes C % v. G.d.L.A.	10,0	10,2	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
davon % als CO	8,5	6,8	7,1	5,9	4,8	5,3	5,8	6,0	5,2	7,4	5,0
% als CO ₂	1,1	1,3	1,7	1,2	1,6	1,5	1,1	1,2	0,9	1,0	1,6
Abwasser % a. R.K.	10,5	9,8	9,6	10,6	9,4	8,3	10,6	11,2	8,7	10,7	10,8
Neuabschluss % a. R.K.	83,9	82,9	80,2	83,2	81,7	84,1	85,4	91,9	84,6	91,7	90,2
darin s-Asphalt % a. R.K.	8,2	8,2	8,4	10,0	8,5	9,6	7,7	9,0	9,1	9,8	9,5
s-Asphalt % a. feste- freien Rücklauföl	7,0	7,1	7,6	8,3	7,5	8,4	6,8	7,3	8,0	8,1	8,3
Asphaltanzug Aus/Ein	122,1	113,4	127,9	110,0	76,9	111,7	113,2	108,8	111,3	110,0	108,8

1) berechnet auf butanfreies Benzin
berichtigt.

FHS

Tabelle I a

Bilanzen

Ergebnisse¹⁾

Bilanz Nr.	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
Rohbilanz	101,5	101,2	101,4	101,2	100,7	101,2	99,4	99,0	100,5	99,9
Prakt./theor.Verflüssigung %	105,7	98,2	100,0	96,2	97,7	98,8	93,9	96,1	97,5	98,5
Abbau	96,0 ²⁾	95,9	94,5 ²⁾	95,0 ²⁾	94,8	95,3 ²⁾	95,2	94,6	95,6	95,5
Theoret.Ölgewinn % a.R.K.	69,6	69,8	68,6	68,9	69,9	65,6	69,3	68,9	69,5	69,3
Hochdruckölgewinn % a.R.K.	74,1	67,2	66,9	64,2	66,6	62,7	62,6	64,1	66,2	66,9
Prakt. (Bi+Ni)-Ölgewinn- Leistung kg/Ltr.Of.Vol./Std.	0,255	0,312	0,279	0,237	0,235	0,255	0,271	0,265	0,264	0,265
% -135° i.prakt.Ölgewinn	15,5	13,2	12,1	13,3	12,7	13,5	13,0	12,8	13,7	13,1
Gasbenzin % v.Gesamtbenzin	35,2	34,5	27,9	26,0	24,5	30,3	32,0	28,1	22,3	30,1
Anreibeüberschuss % v.Hochdruckölgewinn	20,7	16,7	27,3	19,4	26,0	9,1	4,7	8,1	10,6	11,6
Vergasung % v.prakt.Ölgewinn + Vergasung	28,0	28,0	28,4	29,0	29,7	30,1	26,8	26,9	27,0	27,1
Vergastes C % v.C. d.R.F.	24,1	23,0	21,3	22,4	22,0	25,9	23,0	22,0	23,1	23,2
davon % als CO	4,5	5,2	6,3	7,2	7,1	5,6	6,1	5,9	5,2	5,6
% als CO ₂	1,1	1,2	1,4	1,3	1,3	1,1	1,1	1,4	0,9	1,2
Abwasser % a. R.K.	9,3	9,7	11,7	13,5	10,6	12,1	12,4	9,5	9,7	9,9
Neuabschlamm % a. R.K.	90,3	91,1	93,6	88,2	81,3	82,1	85,0	83,6	83,4	84,5
darin s-Asphalt % a. R.K.	9,6	10,8	10,3	10,7	9,8	9,0	10,3	10,7	10,8	11,5
s-Asphalt % a.feste freiem Rücklauföl	7,7	8,8	8,2	9,2	8,8	7,8	9,2	9,3	9,0	9,4
Aschebilanz Aus/Ein	90,5	84,2	112,1	125,6	136,4	115,3	109,5	108,6	108,7	112,8

- 1) berechnet auf butanfreies Benzin
2) berichtigt.

Tabelle I f
Bilanzen
Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Abstreifer + Schwelöl											
spez. Gewicht/20°	0,992	0,987	0,984	0,989	0,983	0,983	0,984	0,980	0,982	0,983	0,980
% - 135°	4,7	4,1	5,3	5,9	5,6	5,2	5,2	5,5	6,1	4,9	5,2
% 135 - 325°	52,1	51,0	49,6	49,1	45,1	44,7	45,0	42,7	41,0	43,1	42,0
Abchlamm											
spez. Gewicht/50°	1,080	1,084	1,094	1,092	1,086	1,084	1,102	1,094	1,098	1,088	1,082
Benzolunlösliches %	15,5	17,4	16,5	19,6	19,0 ¹⁾	17,0	18,8	20,4	20,4	19,9	19,1
Asche im Festen %	42,5	46,0	45,4	42,8	50,0 ¹⁾	42,3	39,3	37,4	36,8	34,1	36,1
im Öl % - 325°	15,1	15,7	16,4	16,1	-	15,8	13,8	11,3	10,0	11,0	12,5
% s-Asphalt	7,4	7,8	8,2	9,0	11,0 ¹⁾	10,2	10,6	11,3	10,9	10,3	10,2

1) Analyse fehlt, da Probe verwechselt. Mittlere Werte der letzten Ergebnisse der Rückstandsaufarbeitung eingesetzt.

Tabelle I g

Bilanzen

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Abstreifer + Schwelöl											
spez. Gewicht/20°	0,977	0,982	-	0,982	0,986	0,986	0,978	0,974	0,976	0,975	0,982
% - 135°	5,4	4,9	5,3	5,3	4,7	5,4	5,4	5,4	6,0	5,8	4,6
% 135 - 325°	45,0	44,3	41,2	42,7	42,7	44,6	48,8	47,6	48,7	49,6	47,6
Abschlamm											
spez. Gewicht/50°	1,100	1,090	1,102	1,100	1,094	1,106	1,088	1,084	1,080	1,084	1,098
Benzolunlösliches %	21,4	20,5	22,7	19,8	22,0	24,3	19,5	16,9	17,2	16,1	17,6
Asche im Festen %	35,7	35,4	38,8	38,0	23,1	27,6	41,3	39,0	36,6	38,0	35,6
im Öl % - 325°	10,7	10,1	9,7	11,0	7,0	7,0	11,7	11,8	13,0	13,9	12,5
% s-Asphalt	12,1	12,1	13,7	14,6	13,0	14,7	10,9	11,5	12,8	12,4	12,8

458

Tabelle I h

Bilanzen

Analysen des Anfalls.

Bilanz Nr.	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
Abstreifer + Schwefelöl										
spez. Gewicht/20°	0,984	0,986	0,986	0,984	0,984	0,984	0,982	0,978	0,984	0,984
% - 135°	5,3	4,7	4,2	4,9	4,6	4,7	4,9	4,8	5,4	4,6
% 135 - 325°	47,2	45,7	44,4	45,7	44,4	45,6	50,8	47,8	4,64	46,3
Abschlamm										
spez. Gewicht/50°	1,096	1,104	1,100	1,098	1,100	1,092	1,080	1,094	1,096	1,092
Benzolunlösliches %	17,1	22,6	22,0	20,9	21,7	23,1	19,8	20,6	19,3	18,8
Asche im Festen %	34,0	47,8?	33,5	37,4	38,9	38,6	38,8	35,6	36,0	38,6
im Öl % - 325°	9,3	12,0	10,7	9,7	10,4	11,8	12,8	14,4	12,2	12,6
% s-Asphalt	12,4	14,9	13,6	15,0	15,1	13,8	14,7	15,7	15,6	16,2

Tabelle II.

K 1197

Eigenschaften der Kohle.

	K 1197 v. 13.3.40 entascht	K 1197 v. 25.6.40 entascht	K 1180 v. 5.3.40 entascht	K 1090 v. 29.7.37	
Elementaranalyse					
% C	81,22 1)	81,37	81,80	83,34	
% H	5,02 1)	4,83	5,07	5,53	
% O	11,63 1)	12,07	10,51	6,98	
% N	1,77 1)	1,17	2,31	2,50	
% S flüchtig	0,26 1)	0,23	0,31	1,12	
% S gesamt	1,44 1)	0,47	0,43	1,20	
% Cl	0	0,04	0,019	0,12	
H disponibel	3,88	3,74	3,97	4,87	
Flüchtige Bestandteile	37,40	37,54	38,74	37,92	
Urteer	9,68	9,50	12,80	14,97	
Bitumen (Benzol-Alkohol- Methode)	6,54	4,1	—	—	
Bitumen (Benzolmethode)	0,32	0,48	0,36	—	
Alkalität g H ₂ SO ₄ /kg T.K.	9,8	10,1	11,50	4,64	
Asche % a.T.K.	1,97	2,61	3,47	3,2	
Ascheanalyse					
SiO ₂	—	% a.R.K. 26,67	% a.R.K. 29,46	% a.R.K. 1,17	% 36,58
Fe ₂ O ₃	—	0,22 8,58	0,40 11,62	0,92	28,64
Al ₂ O ₃	—	0,66 25,19	1,05 30,23	0,83	25,90
CeO	—	0,32 12,26	0,29 8,25	0,06	1,83
MgO	—	0,11 4,15	0,14 4,00	0,04	1,29
K ₂ O	—	} 0,06 2,35	0,02 0,48	} 0,07	} 2,13
Na ₂ O	—		0,06 1,83		
SO ₃	—	0,43 16,28	0,40 11,38	0,04	1,33
P ₂ O ₅	—	0,03 1,26	0,05 1,57	0,01	0,46
TiO ₂	—	0,02 —	0,04 1,20	0,03	1,00

1) Mittelwert aus 5 Analysen.

Tabelle III.

K 1197

Benzinuntersuchungen.

Bilanz Nr.	2	7	9	15	30	32
Benzin -- 135° + Gasbenzin	181 : 76	245:73	297:73	212:51	197:77	195:84
Spez. Gew./20°	0,720	0,726	0,730	0,728	0,740	0,728
Anilinpunkt °C	+ 36,5	+ 36,5	+ 35,6	+ 35,8	+ 33,8	+ 36,5
Phenole %	0,7	0,5	1,5	0,43	1,0	1,5
Raffination	Mit NaOH entphenoliert, 1x mit 10 % H ₂ SO ₄ 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH + 0,1 % Schwefel behandelt und über Gasöl redestilliert					
Raffinationsverlust Vol.-%	1,4	1,2	1,7	1,0	1,0	0,9
Redestillationsverlust Gew.-%	9,8	7,6	8,0	8,6	10,5	9,0
Raffinat:						
Spez. Gew./20°	0,718	0,722	0,720	0,722	0,730	0,720
Anilinpunkt I °C	+ 40,0	+40,2	+40,6	+39,5	+37,6	+40,4
" " Ia °C	+ 40,6	+42,0	+42,1	+40,8	+38,5	+40,6
" " II °C	+ 52,5	+52,5	+52,1	+52,0	+50,2	+51,5
Cu-Streifen mg	gut	gut	korrod.	schwache Anlauf-farben	schwach korrod.	gut
Cu-Streifen mg	4; schwach korrod.	3; gut	3; regenbogenfarb.	6	2,4; Anlauf-farben	8; gut
Dr.-Test	negativ	negativ	positiv 1)	negativ	negativ	negativ
Carbon-Test	gut	kein Abfall	—	—	—	—
H ₂ SO ₄ -Test	unter 2	unter 2	2	unter 2	unter 2	unter 2
Glasschale vorher mg	1,1	2,2	—	—	—	—
nachher mg	7,1	26,7 (etwas hoch)	—	—	—	—
Jodsahl	44,2	—	33,5	20,75	22,2	—

1) Das Gasbenzin war ungewöhnlich schlecht.

Tabelle *Ellen*
Benzinuntersuchungen.

K 1197

Balanz Nr.	2	7	9	15	30	32
ASTM-Siedekurve						
Siedebeginn °C	40	46	45	46	47	46
- 50° %	3,5	1,0	1,0	2,0	—	—
- 60°	15,0	6,0	8,0	7,5	2,0	6,0
- 70°	29,0	20,5	24,5	21,0	5,5	21,5
- 80°	46,0	41,0	42,0	37,5	26,5	39,0
- 90°	64,0	61,5	61,5	55,5	51,0	58,0
- 100°	79,0	78,5	77,0	73,0	72,0	77,0
- 110°	87,5	87,0	87,0	86,0	85,0	87,5
- 120°	92,5	93,0	92,0	92,0	92,0	92,0
- 130°	95,0	96,0	95,0	95,5	95,5	95,5
- 135°	95,5	97,0	95,5	97,0	97,0	96,5
- 140°	96,5	—	96,0	—	—	—
- 142°	—	98,0	—	98,0	99,0	98,0
- 150°	—	—	97,0	—	—	—
R	97,0	98,5	97,5	99,0	98,5	98,5
Fraktion 80-100° spez. Gew./20°	0,737	0,730	0,730	0,736	0,726	0,726
Anilinpunkt °C	+ 34,5	+ 36,8	+ 36,5	+ 36,5	+ 36,6	+ 37,4
Fraktion 110-140° spez. Gew./20°	0,770	0,768	0,760	0,756	0,758	0,767
Anilinpunkt °C	+ 29,5	+ 33,6	+ 33,5	+ 31,4	+ 31,4	+ 32,2
Zusammensetzung:						
Paraffine %	35,5	36,0	35,0	35,0	58,5 ?	38,5
Naphthene %	49,0	49,5	51,0	51,0	28,0 ?	47,5
Aromaten %	11,0	9,5	9,0	10,5	11,0	10,5
Unges. KW. %	4,5	5,0	5,0	3,5	2,5	3,5
Klopffwert Motor	70,0	68,0	69,0	68,0	71,5	69,5

Tabelle IV.

K 1197

Untersuchungen von Benzinfractionen

Zu Bilanz Nr. 2

Raff. Benzin - 200° + Gasbenzin 181 : 76.

Fraktion	1	2	3	4	5
Siedegrenzen °C	- 61	61 - 93	93 - 125	125-159	über 159
Gewichts-%	20,0	20,1	21,0	19,5	19,2
Spez. Gew./20°	0,643	0,727	0,761	0,796	0,835
Anilinpunkt I °C	—	+40,2	+28,6	+ 18,4	+ 17,0
" II °C	—	+49,6	+49,6	+ 56,2	+ 59,6
Ungesättigte KW. %	—	6,0	5,5	5,0	5,0
Klopffwerte:					
Research	82,0	74,0	71,0	70,0	66,5
Motor	80,5	72,0	67,5	63,0	59,5
Motor + 2b	102,0	86,0	83,0	78,5	74,5

Tabelle IV a.

K 1197

Untersuchungen an Benzinfraktionen.

zu Bilanz Nr. 32

Raff. Benzin - 200° + Pentan 2000 : 875

3 x mit 1% H₂SO₄ 96%ig raffiniert, mit NaOH ausgewaschen
und redestilliert.

Fraktion	1	2	3	4	5
Siedegrenzen °C	- 66	66 - 89	89 - 122	122 - 163	über 163
Gewichte-%	20,3	19,8	19,8	20,4	19,6
Spez. Gew./20°	0,664	0,726	0,763	0,802	0,844
Anilinpunkt I °C	+ 47,4	+ 59,8	+ 50,5	+ 19,0	+ 15,8
" IX °C	—	+ 49,0	+ 49,5	+ 56,0	+ 60,0
ungesättigte KW.	—	3,0	3,0	3,5	3,5
Klopffwerte:					
Research	78,0	73,0	70,0	—	—
Motor	73,0	68,0	64,0	61,0	59,0
Motor + Pb	94,5	86,0	82,0	73,5	68,0

353

Tabelle V.

K 1197

Mittelöluntersuchungen.

Dilanz-Nr.	2	7	9	19	50	52
Abstreifer über 135° + Schwefelöl	93,4: 6,6	93,6: 6,4	93,5: 6,5	94,0: 6,0	92,8: 7,2	89,2: 11,8
spez. Gew./20°	—	1,012	—	—	—	—
daraus Mittelöl + 325°	52,7	43,5	42,8	45,8	50,6	44,3
Rel: spez. Gewicht/20°	0,955	0,956	0,956	0,956	0,958	0,960
Phenole	16,6	21,8	17,7	24,8	24,7	17,5
Gew.Engler Siedebeginn°	159	156	160	150	160	165
- 200°	14,4	7,5	12,8	11,7	8,5	4,3
- 225°	32,6	25,6	29,0	27,9	24,0	18,4
- 250°	47,6	44,6	44,0	43,9	40,5	38,1
- 275°	67,1	63,0	61,3	61,9	58,2	59,7
- 300°	84,7	82,9	80,3	80,4	79,5	82,7
- 325°	95,1	93,9	93,3	92,9	94,5	96,4
- 350°	—	—	—	—	—	99,0
- 370°	—	97,5	—	—	—	—
- 338°	99,1	—	—	—	—	—
- 340°	—	—	98,8	—	99,0	—
- 348°	—	—	—	98,6	—	—
E	100,0	100,0	99,9	99,9	99,9	99,9
Entphenolisiert:						
spez. Gew./20°	0,936	0,939	0,936	0,936	0,938	0,942
Anilinpunkt ber. °C	-18,0	-18,0	-17	-19,5	-15	-13
unges. KW.	13,3	14,0	12,5	13,0	11,0	12,0
Frakt. 180-210°						
spez. Gew./20°	0,861	0,857	0,860	0,866	0,852	0,865
Anilinpunkt ber. °C	- 4,0	0	- 1	- 5,0	+ 2,0	- 3,0
Fraktion 210-230°						
spez. Gew./20°	0,888	0,882	0,888	0,892	0,880	0,885
Anilinpunkt ber. °C	-10,0	-5,0	- 5	-7,5	-4,0	-9,0
Fraktion 240-270°						
spez. Gew./20°	0,935	0,928	0,930	0,932	0,932	0,932
Anilinpunkt ber. °C	-22,0	-17,0	-17	-16,0	-16,0	-18,0
Fraktion 280-310°						
spez. Gew./20°	0,976	0,965	0,964	0,966	0,962	0,964
Anilinpunkt ber. °C	-31,0	-24,0	-21	-21,5	-20,0	-22

Untersuchung von Schwäröl
aus Abstreifer + Schwäröl.

Bilanz-Nr.	2	7	9	15	50	32
spez. Gewicht/50°	1,043	1,035	1,040	1,040	1,040	1,032
Vakuumkurve bei mm Hg	15	17	12	12	22	—
Siedebeginn °C	178	183	175	185	180	—
- 225° %	47,3	36,7	37,3	36,7	28,3	—
spez. Gew./40°	1,022	1,007	1,012	1,010	1,010	—
- 275° %	85,2	77,8	82,7	77,7	77,9	—
spez. Gew./60°	1,045	1,028	1,032	1,032	1,028	—
- 325°	95,3	91,2	96,1	91,7	90,4	—
spez. Gew./90°	1,060	1,043	1,042	1,050	1,052	—
B %	100,0	100,0	99,6	99,8	99,9	—

Untersuchungen
von Anreibeöl und Gesamtschweröl.

Bilanz	2	32	
Ölart	Anreibeöl	Anreibeöl	Gesamtschweröl
Schweröl aus Abstreifer u. Schwelöl + Abschlammlöl	—	—	42,5 : 57,5
Spez. Gew. / 50°	1,082	1,068	1,084
Vakuumkurve	mm	22	22
Siedebeginn	°C	138	140
- 225°	%	38,8	29,1
spez. Gew./40°		1,029	0,998
- 275°	%	68,0	59,5
spez. Gew./60°		1,063	1,034
- 325°	%	79,6	72,2
spez. Gew./90°		1,076	1,058
R	%	100,0	99,8

Heißöluntersuchungen

zu Bilanz Nr. 32

Ölart	Schweröl über 325° aus Ab- streifer + Schwefelöl	Schweröl + Mittelöl 95 : 5	Schweröl + Mittelöl 72 : 28
Farbe	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelgrün
spez. Gewicht/50°	1,040	1,034	1,011
Stockpunkt °C	+ 5	- 1	- 9
Flammpunkt "	162	158	107
Brennpunkt "	227	198	145
Kokatest %	0,90	0,83	0,62
s-Asphalt %	1,1	0,9	0,7
Asche i. G.	Spuren	Spuren	Spuren
Viskosität bei 20° cP	—	—	12,80
" " 50° "	7,80	5,97	2,40
" " 80° "	2,02	1,87	—

Tabelle II.

K 1197

Elementaranalysen
von Kohle und Schwelrückstand.

Bilanz-Nr.		7	9	18	30	32
<u>Kohle, getränkt mit FeSO₄</u>						
C	% a.R.K.	80,24	79,49	79,81	78,94	78,01
H	" " "	5,07	5,04	5,17	5,12	5,10
O	" " "	13,03	13,47	12,38	14,32	13,44
N	" " "	1,27	1,72	2,28	1,40	1,25
S flüchtig	" " "	0,39	0,28	0,36	0,22	0,20
S gesamt	" " "	0,49	0,50	0,47	0,49	0,51
Cl	%	—	0,078	0,041	0,042	0,033
<u>Schwelrückstand</u>						
Asche	%	47,33	44,73	44,08	39,03	39,86
Wasser	%	0,24	0,13	0,49	0,38	0,96
C	%	51,32	54,40	55,59	58,34	59,84
H	%	1,02	1,27	1,27	1,72	1,87
O 1)	%	—	—	—	—	—
N	%	0,41	0,52	0,55	0,65	0,54
S flüchtig	%	2,76	2,54	2,43	2,09	1,56
S gesamt	%	5,69	5,45	4,91	5,07	4,08
Cl	%	—	0,48	0,426	0,584	0,524

1) Asche sulfathaltig.

Elementaranalysen
von Benzin und Mittelöl.

Bilanz-Nr.		7	9	15	30	32
<u>Benzin - 135°</u>						
C	%	84,96	84,63	84,98	85,07	84,77
H	%	14,60	14,25	13,77	14,13	14,44
O	%	0,09	0,77	0,98	0,53	0,49
N	%	0,34	0,32	0,25	0,27	0,27
S	%	0,014	0,035	0,021	0,036	0,03
Cl	%	—	0	0,013	0,003	unter 0,01
<u>Mittelöl - 325°</u>						
C	%	85,79	85,11	85,20	86,48	87,03
H	%	9,67	9,86	9,74	9,96	9,74
O	%	3,76	3,23	3,21	2,78	2,42
N	%	0,75	0,77	0,74	0,75	0,79
S	%	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
Cl	%	—	Spuren	—	0,019	unter 0,01

Tabelle IX b.

K 1197

Elementaranalysen
von Schweißöl und Anreibeöl.

Bulanz-Nr.		7	9	15	50	52
<u>Schweißöl</u>	Art:	Schweißöl aus Abstreifer + Schweißöl				Gesamt-Schweißöl
C	%	88,98	88,51 ?	89,69	89,57	90,59
H	%	8,24	9,82 ?	8,40	8,30	7,81
O	%	1,88	3,90 ?	1,11	1,58	0,80
N	%	0,75	0,75	0,77	0,52	0,76
S	%	0,03	0,024	0,03	0,035	0,04
Cl	%	—	Spuren	unter 0,01	0,016	unter 0,01
<u>Anreibeöl</u>						
C	%	88,14	88,70	89,58	90,03	89,47
H	%	7,27	7,45	7,26	7,27	7,34
O	%	3,68	2,92	2,32	1,46	2,48
N	%	0,70	0,68	0,72	0,85	0,66
S	%	0,21	0,27	0,12	0,095	0,082
Cl	%	—	0,019	0,014	0,011	0,012

360

Tabelle X.

K 1197

Elementarbilanz

zu Bilanz Nr. 7

	g O	g H	g O	g H	g S
Ein:					
Reinkohle, getränkt mit 1181	3 461,0	219,0	563,0	43,8	23,6
Kontakt 6531	--	--	--	--	15,8
Kontakt 6709	--	--	--	--	5,3
Eingangsgas	34,8	312,5	11,5	--	--
Eingang	3 495,8	531,5	574,5	43,8	44,7
Aus:					
Gesamtbenzin	270,2	46,4	0,3	1,1	0
Mittelöl	1 735,3	195,8	76,1	15,2	0,6
Anrohm	388,2	32,1	16,3	3,1	0,9
Abwasser	8,7	46,9	355,8	20,6	4,4
C ₂ -u. C ₄ -KW im Abstreifer gelöst	20,2	4,3	--	--	--
Ofengas	616,0	150,1	73,9	--	3,6
Abstreifergas	146,5	32,9	4,2	0,4	5,5
Abschlammgas	35,5	9,1	0,6	1,3	0,1
Schmelrückstand	267,1	5,3	37,0	2,1	29,6
Schmelwasser	--	0,9	7,4	--	--
Schmelgas	8,1	7,7	2,9	--	--
Ausgang	3 495,8	531,5	574,5	43,8	44,7
% Aus/Ein der un- korrigierten Bilanz	100,2	100,0	93,7	87,6	104,8

Tabelle Ia.

K 1197

Elementar-
zu Bilans

	EG	EH	EO	EN	ES	EOI
Ein:						
Reinkohle, getrunkt mit 1161	5 438,6	217,3	562,1	42,9	30,2	2,68
Kontakt 6531	--	--	--	--	25,8	--
Kontakt 6709	--	--	--	--	5,3	--
Eingangsgas	33,9	530,4	13,9	--	--	--
Gesamteingang	5 472,7	547,7	576,0	42,9	51,3	2,68
Aus:						
Benzin + Gasbenzin	308,9	52,0	2,8	1,2	0,1	--
Mittelöl	1 627,5	186,9	61,3	14,6	5,7	--
Antriebsüberschuss	559,8	30,1	11,8	2,8	1,1	0,03
Abwasser	8,0	51,4	389,0	19,6	9,9	--
Im Abstreifer gelöstes gasförmige KW	21,0	4,4	--	--	--	--
Ofengas	638,1	158,7	53,7	--	2,6	--
Abstreifergas	155,3	22,1	4,3	0,5	2,4	--
Abschlammgas	61,6	12,6	4,2	1,8	--	--
Schmelrückstand	294,1	6,9	43,0	2,6	29,5	2,60
Schmelwasser	--	0,7	5,2	--	--	--
Schmelgas	8,4	8,9	0,7	--	--	--
Gesamtausgang	5 472,7	547,7	576,0	42,9	51,3	2,68
Δ Aus/Ein der un- korrigierten Bilans	105,9	100,0	80,6	-71,9	120,9	87,3

Tabelle X b.

K 1197

Elementarbilanz
zu Bilanz Nr. 15

	g O	g H	g O	g H	g S	
Ein:						
Reinkohle, gewärmt mit 1181	2 856,2	165,3	444,0	40,0	29,3	2,19
Kontakt 6709	--	--	--	--	4,5	--
Eingangegas	27,2	262,3	9,8	--	--	--
Gesamteingang	2 883,3	427,6	453,8	40,0	33,8	2,19
Aus:						
Benzin einschl. Gas- benzin	223,4	36,2	2,6	0,7	0,1	0,03
Mittelöl	1 382,2	156,5	51,6	11,9	4,8	0,30
Anreibölüberschuss	272,3	22,0	7,1	2,2	0,4	0,04
Abwasser	9,2	40,3	301,6	21,7	7,2	--
Im Abstreifer gelöste gasförmige KW	12,6	2,7	--	--	--	--
Ofengas	596,8	145,4	36,1	--	--	--
Abstreifergas	119,0	26,5	1,3	0,2	0,3	--
Abschlaggas	27,9	7,0	0,4	1,0	--	--
Schmelrückstand	237,1	5,4	24,9	2,3	21,0	1,82
Schmelwasser	--	0,7	5,8	--	--	--
Schmelgas	4,8	4,9	2,4	--	--	--
Gesamtausgang	2 885,3	447,6	453,8	40,0	33,8	2,19
% Aus/Ein der unkorri- gierten Bilanz	99,3	100,0	94,3	62,0	148,0	135,6

1) geschätzt, da Analyse in Oppau
verlorengegangen.

363

Elementarbilanz

zu Bilanz K

	g C	g H	g O	g N	g S	g Cl
Ein:						
Reinkohle, getränkt mit 1181	2879,0	187,2	524,0	41,1	20,3	3,28
Kontakt 6531	—	—	—	—	13,3	—
Kontakt 6709	—	—	—	—	5,3	—
Eingangsgas	28,6	279,7	4,0	—	—	—
Gesamteingang	2907,6	466,9	528,0	41,1	38,9	3,28
Aus:						
Gesamtbenzin	233,0	38,7	1,5	0,7	0,1	0,01
Mittelöl	1611,0	185,6	51,8	14,0	0,6	0,22
Anreiberschlüberschub	57,1	4,5	1,1	0,3	0,1	0,01
Abwasser	7,5	47,5	358,3	19,9	8,6	—
Im Abstreifer gelöste gasförmige KW	10,7	2,3	—	—	—	—
Ofengas	579,0	140,0	61,1	—	—	—
Abstreifergas	120,5	27,3	2,9	0,9	3,1	—
Abschleimbil	28,5	7,1	0,4	0,8	0,1	—
Schwelrückstand	304,0	6,9	43,0	4,3	26,4	3,04
Schwelwasser	—	0,7	6,0	—	—	—
Schwelgas	5,8	6,3	1,9	—	—	—
Gesamtausgang	2907,6	466,9	528,0	41,1	38,9	3,28
% Aus/Ein der unkorri- gierten Bilanz	100,6	100,0	78,3	88,4	106,3	189,3

Tabelle X d.

K 1127

Elementarbilanz

zu Bilanz Nr. 32.

	g C	g H	g O	g N	g S	g Cl
Ein:						
Reinkohle, getränkt mit 1181	2 893,0	185,1	488,1	44,4	19,6	2,49
Kontakt 6531	—	—	—	—	13,5	—
Kontakt 6709	—	—	—	—	4,5	—
Anreibechunterochuß	47,0	3,5	1,2	0,3	—	—
Eingangsgas	31,7	301,4	8,1	—	—	—
Gesamteingang	2 971,7	490,0	497,4	44,7	37,6	2,49
Aus:						
Gesamtbenzin	237,4	40,3	1,4	0,8	0,1	—
Mittelöl	1 614,2	180,6	44,9	15,9	0,4	—
Abwasser	9,5	45,7	344,0	24,6	15,9	—
Im Abstreifer gelöste gasförmige KW	12,2	2,6	—	—	—	—
Ofengas	627,9	164,9	56,3	0,6	—	—
Abstreifergas	151,2	34,0	2,8	1,4	1,7	—
Abschlammgas	30,4	7,5	0,7	0,8	0,1	—
Schmelrückstand	284,3	8,9	40,0	2,6	19,4	2,49
Schmelwasser	—	0,7	5,8	—	—	—
Schmelgas	4,6	4,8	1,5	—	—	—
Gesamtausgang	2 971,7	490,0	497,4	44,7	37,6	2,49
% Aus/Ein der unkorri- gierten Bilanz	100,7	100,0	81,4	99,3	103,4	177,9

Korrektur der Elementarbilanzen.

C-Bilanz. In den Bilanzen zu Nr. 7, 30 und 32 wurden, da Fehler nicht zu erkennen waren, der Einfachheit halber sämtliche Eingangsposten so geändert, daß die C-Bilanz auf 100 % aufging. In Bilanz Nr. 9 war der KW-Gehalt des Ofengases viel zu hoch gefunden worden; möglicherweise war bis zur Ausführung der Stockanalysen in Oppau H_2 herausdiffundiert. Es wurden deshalb die Werte für die Gesamtvergasung der Bilanz Nr. 7 unter Berücksichtigung der Vergasungsänderung auf Grund der Bilanz Nr. 9 umgerechnet und die Ofengaswerte der Elementar-Bilanz 9 entsprechend geändert. Daß die C-Bilanz auch dann noch einen Ausgangssaldo aufweist, konnte durch Prüfung der Rohbilanz darauf zurückgeführt werden, daß der Abschlammanfall zu hoch gemessen wurde; die Rückstandsaufarbeitung dagegen stimmt in sich recht gut, wie die Kontrolle anhand einer Aschebilanz ergab. Deshalb wurde der Anfall an Anreibeöl und Schwelrückstand in anteiligen Verhältnis zur Überbrückung des Restsaldos vermindert.

Die C-Bilanz Nr. 15 wurde durch Änderung des C-Gehaltes in Ofengas zum Stimmen gebracht. Verglichen mit den übrigen Bilanzen war der KW-Gehalt des Gases zu niedrig. Dies erklärte sich dadurch, daß die Gasprobe vor der Untersuchung 50 % Luft enthielt, was die Gensuigkeit der Stockanalyse stark verminderte.

O-Bilanz. Der Sauerstoffgehalt des Schwelrückstandes ist nicht direkt bestimmbar, da seine Asche Sulfat enthält. Da das Gesamt-schweröl aus Abstreifer und Schlamm einen geringeren O-Gehalt aufweist als das Anreibeöl einschließlich Festem (vergl. Elementaranalysen zu Bilanz Nr. 32), und da bei der Schwelung relativ wenig Wasser und O-haltige Gase entstehen, muß das organisch Feste des Schwelrückstandes ziemlich viel O enthalten und zwar, da es zur Hauptsache aus nicht abgebanter Kohle besteht, annähernd ebensoviel wie diese.

Im Anreibeöl kommen auf 100 Teile C 8 Teile O
 In der Kohle " " 100 " O 16-17 " O.

Daneben wurde das Verhältnis C : O im Schwelrückstand hier auf 100 : 14 geschätzt und entsprechende O-Werte in die Elementarbilanzen eingesetzt. Nähere Untersuchungen des O-Gehaltes in Schwelrückständen sind in Aussicht genommen zu dem Zweck, Hinweise auf Zusammenhänge zwischen O-Gehalt und Abbaufähigkeit der Kohle zu erhalten.

Der dann zum Aufgehen der O-Bilanz noch fehlende Sauerstoff ist aller Wahrscheinlichkeit nach als Feuchtigkeit der Abgase verloren gegangen. Der Abwasseranfall wurde entsprechend berichtigt.

N-Bilanz. Wie bereits früher mitgeteilt, geht der Stickstoff, der hauptsächlich bei der Trocknung an die Kohle adsorbiert wird, keine chemische Reaktion ein. Der N-Gehalt der Kohle, der hier nicht nach Kjeldal bestimmt worden war, mußte dementsprechend berichtigt werden.

S-Bilanz. Nachdem sich herausgestellt hat, daß die Bestimmung des Schwefelgehaltes der Kohle in einem Maße streuen, das den Unstimmigkeiten der S-Bilanzen entspricht, wurden diese Eingangsposten zur Berichtigung der Bilanzen verwendet.

Cl-Bilanz Das gleiche gilt für den Chlorgehalt der Kohle.

Paraffingehalt der Öle

zu Bilanz Nr. 30

	Paraffin nach Holde
Abstreifer + Schweißöl	0,5
Aareißöl entfestet	0,8
Abschlammöl	0,4

Phenolverlegungen.

Bestandteil	2	30	32
Rohphenole 150-250° redest. im Abstrahier %	6,3	6,6	6,2
darin Carbonsäure %	22,6	21,1	18,7
o - Kresol %	8,3	6,6	6,5
p- u. m - Kresol %	17,1	22,6	21,2
Xylole %	22,7	18,2	21,7
höhere Xylenole %	17,1	19,6	19,2

Abstreifersiedekurven

Bilanz-Nr.		1	2 1)
Debutan Abstreifer + Schwefel		94,5 : 5,5	93,4 : 6,6
spez. Gewicht / 20°		0,992	0,987
Gew. Engler			
Siedebeginn	°C	70	73
- 80°	°	0,6	0,7
- 100°	°	1,6	—
- 120°	°	2,7	3,6
- 140°	°	3,7	—
- 160°	°	5,1	5,6
- 180°	°	7,3	—
- 200°	°	9,9	10,3
- 220°	°	13,8	—
- 240°	°	18,9	20,1
- 260°	°	25,3	—
- 280°	°	31,3	32,8
- 300°	°	38,6	—
- 320°	°	48,4	49,8
- 340°	°	60,4	—
- 360°	°	74,7	72,3
Rü	°	99,9	99,6

1) Mittelwerte aus 2 Siedekurven.

Verteilung des als KW vergasten G.

Bilanz-Nr.		2	7	9	15	30	32
als C ₁	%	25,5	25,7	28,0	29,1	23,7	24,8
" C ₂	%	23,9	23,0	20,0	20,8	23,2	22,0
" C ₃	%	31,8	32,3	32,9	31,7	33,9	34,3
" C ₄	%	18,8	19,0	19,1	18,4	19,2	18,9
		100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Ungesättigte							
% v. C ₂		1,9	6,3?	3,0	2,3	1,7	1,7
% v. C ₃		2,9	3,7	3,2	3,1	3,1	3,6
% v. C ₄		4,9	5,0	5,1	7,7	5,8	5,4
% v. C ₁ -C ₄		2,3	3,6?	2,6	2,9	2,6	2,6

Tabelle XV.

K 1197

Isobutangehalte.

Bilanz-Nr.	2	7	9	15	30	32
im Ofengas % Ges.-Butan	—	—	13,15	—	13,6	15,1
" Abtrei-fergas " " " "	12,5	18,5	19,0	11,0	12,5	11,0
" Abschlammgas " " " "	—	—	—	11,6	12,0	13,6
" Abstreifer gelbst " " " "	8,8	10,8	13,20	10,7	6,7	7,0
	—	—	—	—	12,3	12,2

Tabelle XVI.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

mg S/cbm

zu Bilanz-Nr.	2	32
im Ofengas	2,37	7,75
" Abtreifergas	—	6,71
" Abschlammgas	78,94 ?	—

372

Tabelle XV.

K 1197

Isobutangehalte.

Bilanz-Nr.	2	7	9	15	30	32
im Ofengas % v. Ges.-Butan	—	—	13,15	—	13,6	15,1
" Abstreifergas	12,5	18,5	19,0	11,0	12,8	11,0
" Abschlammgas	—	—	—	11,6	12,0	13,6
" Abstreifer gelöst	8,8	10,8	13,20	10,7	6,7	7,0
	—	—	—	—	12,3	12,2

Tabelle XVI.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

mg S/cbm

zu Bilanz-Nr.	2	32
im Ofengas	2,57	7,75
" Abstreifergas	—	6,71
" Abschlammgas	78,94 ?	—

372

Tabelle XV.

K 1197.

Isobutangehalte.

Bilanz-Nr.	2	7	9	15	30	32
im Ofengas $\frac{1}{2}$ v. Ges.-Butan	—	—	13,15	—	13,6	15,1
" Abstreifergas	12,5	18,5	19,0	11,0	12,8	11,0
" Abschlammgas	—	—	—	11,6	12,0	13,6
" Abstreifer gelöst	8,8	10,8	13,20	10,7	6,7	7,0
	—	—	—	—	12,3	12,2

Tabelle XVI.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

mg S/cbm

zu Bilanz-Nr.	2	32
im Ofengas	2,37	7,75
" Abstreifergas	—	6,71
" Abschlammgas	78,94 ?	—

372

Tabelle XVII.

K 1197

Im Abwasser gelöste Stoffe
g/kg

Bilanz-Nr.	Cl	NH ₃	H ₂ S	CO ₂	Phenole
1	0	—	—	72,1	—
2	0,013	34,8	13,89	29,5	5,5
3	0	—	—	50,2	—
4	0	—	—	30,67	—
5	0	—	—	52,0	—
6	0	18,0	9,97	46,3	—
7	0	50,1	9,48	48,8	5,4
8	0	—	—	45,9	—
9	0	52,80	23,00	49,90	5,3
10	0	—	—	40,8	—
11	0	—	—	56,8	—
12	0	—	—	56,8	—
13	0	—	—	52,6	—
14	0	—	—	63,58	—
15	Spur	60,0	17,5	63,5	4,7
16	0,027	—	—	46,7	—
17	0	—	—	61,2	—
18	0	—	—	46,7	—
19	0	—	—	48,8	—
20	0	—	—	47,2	—

378

Tabelle XVIIa.

K 1197

Im Abwasser gelöste Stoffe.

Bilanz-Nr.	Cl	NH ₃	H ₂ S	CO ₂	Phenole
21	0	—	—	52,8	—
22	Spur	—	—	51,2	—
23	0	—	—	52,2	—
24	Spur	—	—	53,3	—
25	0	—	—	46,7	—
26	0	—	—	45,1	—
27	0,103	—	—	50,2	—
28	0	—	—	38,6	—
29	0	—	—	50,1	—
30	0	63,42	23,85	56,05	5,8
31	Spur	—	—	50,0	—
32	0	70,2	39,7	65,6	5,9

Im Abwasser aus dem kleinen Abstreifer
gelöste Stoffe

9	0	6,63	1,15	4,30	—
15	0	9,70	2,04	5,06	0,5

Tabelle XVIII.

K 2197

Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr.	7		9		15	
	Schlenderrückstand					
% Öl	40,5		39,5		40,2	
% s-Asphalt 1. Öl	6,5 1)		6,2 1)		21,0	
Asphalt : Festes	1 : 23,5		1 : 24,7		1 : 13,5	
Schwelausbeute	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor
% Koks	65,4	60,3	64,3	60,1	64,2	63,1
% Öl	33,6	38,3	34,0	36,3	34,8	34,3
% Wasser	1,0	1,0)	1,7	1,1)	1,0	1,6
% Gas + Verlust		0,4)		2,5)		1,0
Itr. Schwelgas/kg Einfüllung	—	47	—	104	—	80
% Ölausbringen v. Öl der Einfüllung	83,0	94,6	86,1	91,8	86,6	85,3

1) lt. Bilanz % Asphalt im festfreien Rücklauföl.

Tabelle XIX.

K 1197

Schmelgasanalysen.

Bilanz-Nr.		7	9	15	Mittel
CO ₂ , H ₂ S, NH ₃	Vol.-%	2,3	0	2,8	1,7
O ₂	" "	2,1	0	0,9	0,7
H ₂	" "	86,3	88,4	87,4	87,3
CO	" "	0,8	1,2	0,6	0,9
KW	" "	9,5	10,4	8,3	9,4
Zunahme	" "	5,5	6,8	4,5	5,6
Zahl der Untersuchungen		2	1	2	5

316

Tabelle XX.

K 1197

Asphaltzerlegungen

zu Bilanz-Nr. 32

		Abschlamm	Anreiböl
% Festes		18,0	5,2
vom Benzollöslichen			
Erdölanteil	%	50,8	45,5
Asphaltharz	%	8,8	4,0
Hartasphalt	%	40,4	50,5

Tabelle XXI.

K 1197

Zusammensetzung des Gasbenzins aus den
Stockanalysen errechnet.

Bilanz-Nr.		2	7	9	15	30	32	Mittel
Pentan	%	80,3	74,4	88,9	76,4	72,6	80,4	78,9
Penten	%	2,8	4,2	5,1	10,1	8,4	6,3	6,1
Hexan 1)	%	15,2	20,4	5,2	11,4	16,3	11,2	23,3
Hexen 1)	%	1,7	1,0	0,8	2,1	2,7	2,1	1,7

1) Höhere KW als C₅

377

Tabelle XXII.

K 1197

Molgewichte des Mittelöls und seiner Fraktionen.

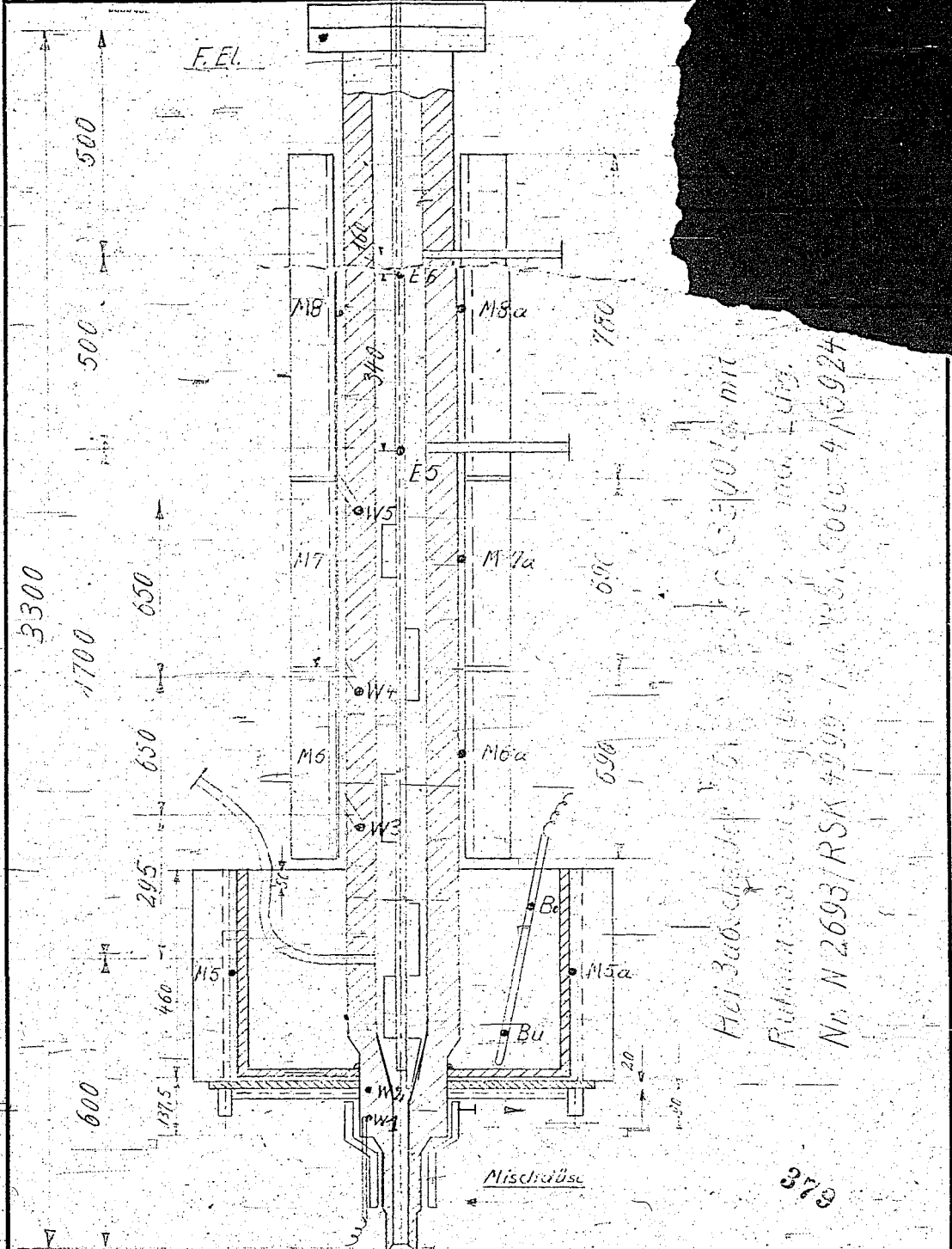
Ofen 411 v. 20.4.40

	% vom Mittelöl	Molgewicht
Mittelöl	100	157
Rückstand über 160°	3	158
" " 180°	91,8	152
" " 200°	84,6	165

Tabelle XXIII.

Petrographische Untersuchung der Kohle.

Kohle-Nr.		1197	1180
Tag der Probenahme 1940		12.3.	26.6.
Glanzkohle	%	84,0	80,0
Mattkohle	%	10,0	15,0
Faserkohle + Asche	%	6,0	5,0



Hei 300-... mit
 R... ..
 Nr. N 2693/RSK 4990-1... .. 4/5924

379

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	RSK 5632-16
Ludwigshafen am Rhein			
Tag 11. 2. 40. Name			

Pass. Nur abzeichnen

(9)

Einwirkungsfähigkeit von Ammonchlorid bei der Hydrierung
von Anthracen.

(Mittlere Versuchsergebnisse)

Ammonchlorid

Ammonchlorid lässt sich praktisch vollwertig ersetzen durch äquivalente Mengen elementares Chlor, sowohl gasförmig als auch in Form von chloriertem Anthracen wie auch als mäßig chlorierte Kohle; ebenso durch Chlorwasserstoff. Ähnliche Ergebnisse erhält man mit organischen Chlorverbindungen, z.B. Tetrachlorkohlenstoff. Als Ersatz für Ammonchlorid kann ferner Schwefelchlorür in Betracht, während Schwefelsäure oder Ammonchlorid wesentlich ungünstiger ist. Mit Prozeduren wurden bei 7% höherer Reaktionstemperatur bis auf die Spaltung etwa gleiche Ergebnisse erhalten wie mit Ammonchlorid. Bei Anwendung von Metallsilber (Eisen, Aluminium, Zink, Zinn usw.) konnte die Chlormenge auf die Hälfte bis ein Drittel reduziert werden, doch ist hierbei zur Erzielung einer ebenso günstigen Spaltungssituation wie bei H_2 eine gewisse Temperaturerhöhung notwendig. Versuche mit chlorhaltiger, wasserlöslicher Lösung wie auch mit wässriger bzw. gebrauchtem Aluminiumchlorid erscheinen nach den ersten Ergebnissen nicht aussichtslos und werden weiter verfolgt.

gez. Graßl

Ammonchlorid¹⁾ hat im Vergleich zu Ammonchlorid etwas bessere Löslichkeit und in der Verflüchtigung; die Spaltungssituation scheint aber etwas ungünstiger zu sein.

Chlor in Form von elementarem Anthracen¹⁾ besitzt geringe Vorteile in Spaltungssituation und Verflüchtigung, während der Anthracenabbau ein wenig niedriger liegt. Bei der Chlorierung des Anthracens wird Chlor organisch gebunden und tritt dabei deutliche Wärmetönung auf. Der Feststoffgehalt steigt von 4,7 auf 14,2 %, während der Asphaltengehalt sich nur von 6,9 auf 9,5 % erhöhte. Die Chlorierung geschah bei 300°C und das Anthracen erreichte einen Chlorgehalt von 14,2 %²⁾. Bei der Behandlung des Anthracens mit Chlor wird rund zehnmal soviel Benzol gebildet wie bei der Behandlung mit Chlorwasserstoff³⁾; im letzteren Falle wird kein Chlor organisch gebunden. Ammonchlorid zeigte im Gegensatz zu elementarem Chlor und Tetrachlorkohlenstoff bei 200°C noch keine polymerisierende Wirkung auf das Anthracen⁴⁾.

- 1) Zusammenstellung Nr. 125931 vom 19. 11. 48 Graßl und Nr. 207334 vom 19. 10. 48 Hüpper.
- 2) Das für die Hydrierversuche verwendete Anthracen wurde durch Verdünnen mit unbehandeltem Öl auf ca. 0,8 % Chlor eingetrübt.
- 3) Zusammenstellung Nr. 70721 vom 15. 3. 54 König.
- 4) Zusammenstellung Nr. 75141 vom 25. 4. 54 König.

Die Anwendung von Chlor in anderer Form als Cl_2 würde wegen stärkerer Korrosionsweis. besondere apparative Schutzvorrichtungen notwendig machen.

Flüssige Chlorierung der Kohle⁵⁾ in wässriger Suspension kommt in der Wirkung etwa Ammonchlorid gleich. Stärker chlorierte Kohle gab geringeren Abbau; die Asche war vermutlich bei der Behandlung mit Chlor anoxidiert worden. Eine in Tetrachlorkohlenstoff chlorierte Kohle war im Asphaltabbau etwas günstiger.

Tetrachlorkohlenstoff und Chlorwasserstoff⁶⁾ ist in äquivalenter Menge ebenso günstig wie Ammonchlorid.

Ähnliche Ergebnisse wurden mit Schwefelchlorid⁷⁾ erhalten, das bei sulfidbildenden Metallen, wie Eisen, Zinn usw. besonders im Asphaltabbau etwas günstiger ist.

Ersatz von Ammonchlorid durch Ammonfluorid⁸⁾ war vor allem in Abbau und Asphaltgehalt wesentlich schlechter.

Ebenso konnten mit schwefliger Säure oder mit elementarem Schwefel⁹⁾ nicht annähernd die Zahlen von Chlor erreicht werden.

NaCl + Phosphorsäure¹⁰⁾ war im Asphalt und Abbau ungünstig, gegenüber ohne Chlor zeigte sich jedoch eine deutliche Verbesserung, die in erster Linie auf die Säurewirkung der Phosphorsäure zurückzuführen sein dürfte. Die Umsätze zu Cl_2 scheint demnach nicht stattgefunden zu haben.

Phosphorsäure¹¹⁾ brachte sowohl bei Snax als auch bei Eisenkontakten einen deutlichen Effekt. Bei $7/2$ MW höherer Temperatur konnten mit 0,5 bzw. 1 % Phosphorsäure, die auf die Kohle getränkt war, besonders in Kombination mit geschwefelter Turbine, im wesentlichen die Zahlen von Snax + Chlor erreicht werden.

Ebenso wurden mit 2 % saffranen Aluminium¹²⁾ bei $7/2$ MW höherer Temperatur in Spaltung und Asphaltreduktion nur wenig ungünstigere Zahlen erhalten als bei Chlor.

Bei Anwendung von Katalysatoren¹³⁾, wie Zinn-, Aluminium- und Zinnstaub, konnte der Chloreffekt so verstärkt werden, daß es in den meisten Fällen möglich war, die Chlormenge bis auf die Hälfte bis ein Drittel herabzusetzen. In der Asphaltreduktion wurden manchmal die Werte von Snax + Chlor nicht ganz erreicht, doch würde die hierbei erhaltene niedrigere Vergasung eine geringfügige Temperaturerhöhung erlauben.

Versuche, Ammonchlorid durch chlorhaltige wasserlösliche Tonarten (Tonolen, Blankorol) zu ersetzen, erscheinen nach einem früheren Abwägen erfolgversprechend; Ergänzungsversuche sind im Angriff.

- 5) Zusammenstellung Nr. 7014 i vom 14. 11. 35 Simon-Graßl
- 6) Zusammenstellung Nr. 6649 i vom 23. 6. 35 Simon-Graßl
- 7) Zusammenstellung Nr. 20 7031 vom 20. 10. 43 Graßl
- 8) Zusammenstellung Nr. vom 23. 9. 35 Krönig
- 9) Zusammenstellung Nr. 7378 i vom 2. 6. 34 Schmitt
- 10) Zusammenstellung Nr. 2041 i vom 23. 9. 34 Simon-Graßl
- 11) Zusammenstellung Nr. 13 461 i vom 20. 5. 37 Graßl
- 12) Zusammenstellung Nr. 19 965 i vom 22. 12. 36 Graßl-Simon
- 13) Zusammenstellung Nr. 3041 i vom 28. 9. 34 Simon-Graßl, und Zusammenstellung Nr. 6410 i vom 8. 1. 35 Donath, Zusammenstellung Nr. 3411 i vom 8. 1. 35 Krönig.

genommen. Koense soll versucht werden, Ammonchlorid durch wein-
saures oder gewaschenes Aluminiumchlorid aus der Alkylierung des
Benzolchlorids zu ersetzen. Diese Substanzen lassen jedoch gegen
Ammonchlorid den Nachteil, dass sie aschekaltig sind und die Nach-
schneidung belasten, da sie in etwa 2%iger Konzentration,
auf welche bezogen, angewendet werden müssen.

10
20. Oktober 1943. Scha/Le.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Erfahrungsaustausch 5. Ofen.

Besprechung in Frankfurt am 22. Oktober 1943.

Die letzte Besprechung am 22. März 1943 wurde einberufen, um generell die Entlastung des Vorheizers zu erörtern.

Selbst wenn das N 10-Material nicht der unmittelbare Anlass zu jener Besprechung gewesen wäre, so hätte man sich doch schon aus Gründen der Energieeinsparung gelegentlich diesem Problem zuwenden müssen.

In jener Besprechung wurden einige Wege aufgezeigt, den Vorheizer der Sumpphase zu entlasten, d.h. sowohl die pro kg Brei aufzubringende Wärme zu reduzieren als auch besonders die Materialtemperatur der Haarnadeln zu senken.

Man muss nun zwischen Anlagen unterscheiden, die bisher ohne Brei-Regeneration arbeiten und solche, die mit Breiregeneration arbeiten bzw. für welche die Breiregeneration vorgesehen ist.

Für die ersteren, welche also wie Gelsenberg noch ohne Breiregeneration fahren, wurde empfohlen, diese nunmehr einzuführen, wobei wir uns natürlich bewusst sind, dass dies nicht schlagartig gehen kann. Es dürfte allgemein bekannt sein, dass Pöhlitz mit der dort ausgeführten Regeneration von dünnem Brei sehr zufrieden ist. Sie setzt einen etwas höheren Aufwand an Apparaten voraus. Wir hätten aber auch keine Bedenken gehabt, den Gesamtbrei bis etwa 320° oder 330° zu regenerieren, besonders bei einer bereits eingelaufenen Anlage, bei der man besonders die Mahlanlage vollkommen in der Hand hat. Diese Temperaturgrenzen von rd. 320° wurden durch besonders Viskositätsmessungen bestätigt, die Herr Dr. Hupfer durchführte und über die er später berichten wird. Gelsenberg hat auch daraufhin die Gesamtbrei-Regeneration in einer oder 2 Kammern mit Erfolg ausgeführt. Sie brachte besonders in Verbindung mit einem Gasregenerator den erwarteten Erfolg.

Bei Anlagen jedoch, die bereits mit Regeneration arbeiten, sollte durch einen zusätzlichen Gasregenerator an kältester Stelle

weitere Wärme regenerativ gewonnen werden. Hiervon sollte man überall dort Gebrauch machen, wo man noch mit hoher Temperatur in den Produktkühler geht. Gewiss bedingt ein solcher Vorschlag einen zusätzlichen Regenerator pro Kammer. Es zeigt sich aber, dass ein solcher Regenerator sich sehr rasch amortisiert. Für Blechhammer gingen wir sogar noch einen Schritt weiter. Wir wollen auch den Dickbrei bis etwa 250° regenerieren, was auch nach den Versuchen von Herrn Dr. Kupfer ohne weiteres möglich ist.

Den grössten Teil unserer Besprechung vom 22.3. jedoch nahm die Diskussion über den 5ten Ofen in Anspruch. Wie kamen wir überhaupt zu diesem Vorschlag? Auf eine frühere Anfrage an die Hydrierwerke, welches die wirkliche Ofeneintrittstemperatur oder was dasselbe ist, die Vorheizeraustrittstemperatur sei, erhielten wir eine sehr ausführliche Antwort von Gelsenberg in dem Brief vom November 1942. Daraus ging eindeutig hervor, dass bei den dortigen 4-fach Kammern bei voller Belastung die Vorheizeraustrittstemperatur ziemlich weit heruntergefahren werden kann, z.B. auf 20 MV. Bei anderen Kammern lag diese Temperatur höher. Wir sagten uns daraufhin, dass wir mit der Forderung in jedem Fall auf z.B. 22,5 MV. hochzuheizen, zu weit gehen. Wir wollen lieber die untere Grenze natürlich mit einer gewissen Sicherheit einhalten, also 20-21 MV. selbst wenn ein Teil des ersten Ofens noch weitgehend der Aufheizung dient. Man kann ja einen Ausgleich bringen, wenn man einen zusätzlichen Ofen also bei einer 4-fach-Kammer den fünften Ofen anhängt. Eine Verschlechterung dürfte dies auf keinen Fall bringen. Dass natürlich bei der Vergrösserung des Reaktionsraums und damit der Verweilzeit - wenn man den Durchsatz nicht auch entsprechend erhöht - ein Augenmerk auf die Temperaturlage besonders auch der letzten Ofen richten muss, ist klar. Auf alle Fälle würde eine solch starke Temperaturabsenkung den Vorheizers ganz wesentlich entlasten. Man könnte eine neue Kammer - soweit die Pumpen ausreichen und der Widerstand es noch zulässt - entsprechend höher belasten und mit der Zunahme der Verkrustung des Vorheizers den Durchsatz allmählich zurücknehmen, sodass der fünfte Ofen sich in jeder Richtung bezahlt macht.

Über den Strömungsvorgang im Sumpfofen hatten wir seit langem eine bestimmte Vorstellung, dass nämlich der heissere Rücklauf auf das Frischprodukt eine Aufheizwirkung ausübt. Wir wussten jedoch noch nicht genau, ob ein bestimmter Ofentyp z.B. der 1000er-Ofen bei einem bestimmten Durchsatz ausgelastet ist und auch nicht, ob die von Gelsenberg angegebene Fahrweise: mit der Temperatur Ofeneingang stark herunterfahren zu können, auch für sehr hohe Durchsätze gilt.

Wir begrüßten es daher, als sich die beiden Werke Gelsenberg und Pöhlitz bereit fanden, in einer Kammer einen fünften Ofen einzubauen und die notwendigen Versuche auszuführen. Dass sich natürlich ein grosser Teil dieser Fragen besonders die Abhängigkeit der Ofeneintrittstemperatur vom Durchsatz auch an der 4-fach Kammer klären lassen, ist selbstverständlich. Nur würde man hier, falls der erste Ofen ganz als Vorheizofen arbeitet, eine gewisse Produktionsminderung in Kauf nehmen müssen.

Es wird daher zweckmässig sein, wenn nunmehr die Vertreter der beiden Werke über ihre Versuche berichten.

Gez. Schappert