

Versuchsergebnisse

I. Verarbeitung eines Teergemisches auf Schwerölüberschuß.

Zunächst wurde ein Teer-Teerölgemisch über 325° geprüft, das in seiner Zusammensetzung mit rd. 7,5 % Benzolbestand und 18,0 % s-Asphalt im Öl ungefähr dem für Pulitz in Betracht kommenden Rohstoffgemisch entsprechen sollte. Es wurde sowohl für sich allein wie in Mischung mit schlesischer Steinkohle K 1197 (Eeinitzgrube) bei 480° verarbeitet. Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

	100:0	100:20	100:28
Teer : Kohle			
Kontakt: Eisen-Grade alkalisiert a. Teer %	2,0	2,0	0
Sulfigran " %	0,3	0,3	0,3
Eisensulfat (aufgetränkt) a. Kohle %	-	1,2	1,0
Leistung	0,51	0,53	0,51
Schweröl im Ölgewinn %	50,4	48,9	42,2
Vergasung %	10,8	11,5	12,5
Abbau v. Asphalt des Teeres %	96,7	94,3	91,7
Schwelöl v. Öl d. Abschlamms %	78,6	87,8	81,7
nach Herabrechnung des Kohleanteils:			
Leistung	0,51	0,49	0,47
Schweröl im Ölgewinn %	50,4	55,0?	47,9
Vergasung %	10,8	8,7	9,6
Festeabbau %	80,5	84,1	82,5
Bilanz Nr.	6	5	4

Das Öl-Teer-Gemisch ergab bei der Verarbeitung ohne Kohlezusatz und mit 2,0 % alkalisiertem Eisen-Grade-Kontakt eine etwas geringere Leistung, als den Eigenschaften des Frischöls nach erwartet werden konnte. Auch die Schwerölsplattung und die Vergasung waren recht niedrig. Die Ölausbeute bei der Schwelung des Abschlamms war unter den gewählten Bedingungen gerade noch ausreichend.

Mit Zusatz von 20 Teilen Kohle (Bilanz 5), die mit 1,2 % Eisensulfat getränkt war, auf 100 Teile Teer bei sonst gleichbleibender Fahrweise, trat eine deutliche Verbesserung der Schwelausbeute aus dem etwas festereicherem, aber auch mehr Asphalt enthaltenden Abschlamms ein. Bei unveränderter Gesamtleistung wurde ein Ölgewinn mit weniger Schwerölanteilen erhalten und die Vergasung nahm etwas zu, was durch den Kohlezusatz ohne weiteres zu erklären ist.

Die Verwertung des Teers ist aber etwas niedriger zu sein, als sich durch Zusammenrechnung aus den Werten der Komponenten für sich errechnen läßt. Immerhin bedarf dieser Befund noch der Bestätigung, zumal in Versuchen zur Verarbeitung von Kohle mit wenig Teer keine derartige Bockverluste festzustellen war. 1)

In Bilanz 4 wurde ohne den Grube-Kontakt gefahren und außerdem die auf die Kohle getränkte Eisenschulfatmenge von 1,2 auf 1,0 % beschränkt; die letztere Änderung wirkte also in gleicher Richtung wie die erste, war aber sicher von untergeordneter Bedeutung. Naturgemäß ergab sich keine Verschlechterung sämtlicher Bilanzwerte, die aber nicht bedeutend bzw. noch tragbar war. Das Teergemisch hätte sich also mit Steinkohle ohne Grubekontakt/verarbeiten lassen. Das Abstrafsiferschweröl war noch ein typisches Steinkohlenteeröl, das geringe Kohlezusatz hatte also keine wesentliche Wirkung auf seine Eigenschaften.

## II Verarbeitung des Teergemisches auf Benzol + Mittelöl.

Von der Fahrweise auf Bi + Mi liegen nur Bilanzen mit Kohlezusatz vor. Die Versuche wurden bei höherer Temperatur durchgeführt, da der Ofen mit der Schwerölrückführung erwartungsgemäß ruhiger lag. Das Verhältnis Kohle : Frischöl blieb unverändert, ebenso die Kontaktmenge (1,0 % FeSO<sub>4</sub> auf Kohle, 0,3 % Sulfigran auf Teer). Die erhaltenen Ergebnisse<sup>4</sup> sind in der nachstehenden Tabelle aufgeführt:

Ofentemperatur °C		464	488
Schwerölrückführung		65:35	65:35
Leistung (Bi + Mi)		0,26	0,27
Schweröl im Ölgewinn	%	8,8	10,2
Vergasung	%	22,5	23,0
Abbau von Asphalt des Teeres	%	89,1	93,1
Schweröl vom Öl des Abschlamms	%	75,2	80,8
nach Herausrechnung des Kohleanteils:			
Leistung		0,25	0,23
Schweröl im Ölgewinn	%	10,1	11,9
Vergasung	%	21,4	22,5
Asphaltabbau	%	74,6	79,6
Bilanz Nr.		1	2-3

1) Zusstellg. 20825i Hupfer vom 12.11.42.

Bei 484° (Bilanz 1) war das Schwelergesamt ungenügend. Durch Steigerung der Temperatur auf 488° (Bilanz 2-3) konnte eine störungsfreie Abschlammung erreicht werden. Das Verhältnis der Ergebnisse von Föhren auf Benzol und Mittelöl zu denen, die beim Feuern im geraden Durchgang erhalten wurden (Bilanz 4) entspricht ungefähr dem, das an anderen Steinkohlenteeren<sup>1)</sup> gefunden wurde. Die Öle ähnelten in ihren Eigenschaften weitgehend den aus anderen Teeren erhaltenen, d.h. auch hier war der Kohlenzusatz nur von geringem Einfluß. Der Versuch hat jedenfalls gezeigt, daß dieses Teergemisch sich mit Steinkohle anstelle von Gradkontakt auch auf Benzol + Mittelöl verarbeiten läßt.

### III Verarbeitung von Steinkohlenteerpech auf Benzol und Mittelöl.

Weitere kurze Versuche wurden mit einem Steinkohlenteerpech von Rütgers, Raunkel (P 318 R) durchgeführt. Dieses ließ sich bei einem Festgehalt von 24 % und einem Asphaltgehalt von 36 % mit dem alkalischen Eisenkontakt (2,0 %) nicht auf Benzol und Mittelöl verarbeiten. Mit 1,5 % Molybdän-Grude schien die Verarbeitung ebenfalls nicht möglich zu sein. Obwohl der Ofen bis zur äußersten Grenze der Beherrschbarkeit (25,7 mV) ausgefahren wurde, fielen über 25 % Neuabschlamm an.

Nach Zusatz von 20 Teilen mit 1,2 % Eisensulfat getränkter Kohle auf 100 Teile Pech (Bilanz 7) lag der Ofen ruhiger und der Abschlamm-anfall verminderte sich. Es wurden folgende Bilanzergebnisse erhalten:

Teer : Kohle		100:20	100:25
Eisensulfat a. Kohle	%	1,2	1,2
Eisen-Grude alkal. a. Teer	%	1,5	1,5
Natriumsulfid a. Teer	%	0,3	0,3
Ofen temperatur	°C	488	488
Gas cbm/kg Teer + Kohle		3,1	3,5
Leistung (Bi + Mi)		0,26	0,25
Schweröl im Ölgewinn	%	3,7	0,2
Vergasung	%	26,4	27,7
Abbau v. Asphalt des Teeres	%	95,5	94,8
Schweröl v. Öl des Abschlammes	%	90,1	85,6
Nach Herausrechnung des Kohleanteils:			
Leistung		0,23	0,22
Vergasung	%	25,7	26,4
Festeabbau	%	93,4	90,1
Bilanz Nr.		7	8

1) z.B. P 1094, Zus.stellg. 20225 vom 7.4.42 und 202401 vom 24.4.42.

Das Teerpech ließ sich demnach in Arbeitssatz seiner analytischen  
Zusammensetzung, bemerkenswert gut mit Kohle verarbeiten. Nur die  
Verasung lag höher als bei den bisher untersuchten Teerückständen.  
Die Schmelze verhielt sich einwandfrei. Der günstige Einfluß des Kohle-  
zusatzes im Hochdruck ist vermutlich durch seine verdünnende bzw.  
asphaltverteilende Wirkung zu erklären. Dabei entstehen leichter  
verfügbare Asphaltis.

Anschließend (Bilanz 9) wurde der Kohlezusatz und die Gasmenge  
erhöht, letzteres um die Verweilzeit im Ofen zu verkürzen und damit  
die Betriebsarbeit des Ofens zu verbessern. Chemisch ergab sich  
hieraus eine geringe Verschlechterung sämtlicher Ergebnisse, woraus  
man mit großer Wahrscheinlichkeit hätte, daß der beabsichtigte Zweck  
erreicht wurde.

Die entfallenden Öle ließen auch hier keine wesentliche Auswirkung  
des Kohlezusatzes auf die Eigenschaften des Anfalls erkennen.

- 6 -

Versuchsordnung

Normaler 10 Ltr-Ofen

Breischlange gelitert zu 1075 ccm Anfahrttag 9.3.41  
1030 " " " 12.5.41  
1020 " " " 27.5.41

Ofen-Reaktionsvolumen gelitert zu 8,16 Ltr.

Umdrehungszahl des Ofenrührers: 38/Min.

Abscheider im Bleibad

Ofen 411 vom 21.4.41 -

Versuchsverlauf.

21.4.41 Angeneist; unter 600 atm, 9000 Ltr Gas über Dach.  
Ab 11,5 mV<sup>1)</sup> mit Einlauf: P 1214 (Hibernia-Antriebsöl von  
Raukel) + P 1416 (Ruhrteergemisch) vom 18.10.40, beide  
getoppt - 325°, 40:60.

22.4. Bei 22,5 mV umgestellt auf Mischung:

K 1197 vom 29.1.41, schles. Steinkohle Heinitzgrube,  
geschrotet, nicht entascht, getränkt mit 1,0 % 1181 getrock-  
net und gemahlen.

+ P 1416 get. + P 1214 get. (60:40); Teer zu Kohle 100:20

+ 0,5 % 6709 koll. 50%ig in Abstreifer-Schweröl (Na<sub>2</sub>S,  
Sulfigran) auf Teer bezogen zum Brei.

+ Rückführung von Abstreifer-Schweröl: Teergemisch = 35:65.  
Zunächst Abstreifer-Schweröl aus der Verarbeitung von  
Pölitzer-Teergemisch im Ofen 411.

+ Rückführung von Abschlamm: Teermischung 0,5 : 1  
Durchsatz: 3,6 kg Teergemisch + Kohle. Gasmenge

2,5 cbm je kg Teer.

Die Temperatur war so zu fahren, daß 15 - 20 % Neuabschlamm,  
bezogen auf Teer, anfielen. Dabei waren folgende Höchst-  
grenzen einzuhalten: Schlange 24,0 mV, Ofen 25,5 mV, Ab-  
scheider 0,7 mV tiefer als Ofen.

Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt. Schwelöl zusammen mit  
dem Abstreifer destilliert auf Benzin = 200°, Mittelöl  
200-325° und Schweröl.

1) Klemmentemperatur 40°

23.4.41 Gasmenge ernüht auf 2,5 cbm/kg Teergemisch + Kohle;  
Abschlammrückführung zurück auf 1:0,2 auf Teergemisch +  
Kohle, S-Ölrückführung vor auf 65:35 auf Teergemisch + Kohle.

Es wird alles auf Teergemisch + Kohle bezogen, weil  
die Kohle als zu verarbeitender Bestandteil des Ein-  
gangs und nicht als Kontaktträger angesehen werden muß.  
Um schärfere Hydratbedingungen zu erhalten, wurde die  
Abschlammrückführung vermindert. Die ruhige Temperaturlage  
des Ofens schien dies zu erlauben.

Abschlammprozente so niedrig wie möglich, jedoch nicht  
unter 15%. Es zeigte sich, daß die angegebene Ofen-  
höchsttemperatur praktisch ausgefahren werden konnte.

24.4. Mit eigenem Abstreiferschweröl.

27.4. ab Bilanz 1

28.4. Ofentemperatur vor auf max. 25,2 nV

Die Abschlammprozente lagen etwas höher als angestrebt  
wurde und der Ofen lag bei 25,5 nV sehr ruhig.

29.4. Druck kurzzeitig zurück auf 230 atm wegen Stromausfalls.

3.5. ab Bilanz 2

6.5. ab Bilanz 3

7.5. Ab 22<sup>15</sup> ohne Abstreifer-Schweröl-Rückführung. Durchsatz  
vor auf 5,4 kg/Std. Teergemisch + Kohle.

Es sollte nun auf Superüberdruck gefahren werden,  
da der Dichtedifferenz nach die Verarbeitung auf Bi +  
Mi mit erheblicher Vergasungsverminderung war und weil  
die Möglichkeit bestand, daß die gemeinsame Verarbeitung  
von Kohle + Teer im geraden Durchgang günstigere Ergeb-  
nisse liefert.

9.5. Druckdifferenz von 30 atm zwischen Gaseingang und Ofen.  
Als Grund dafür mußte eine Verengung der Schlange ange-  
nommen werden. Umstellen auf Öl (P 1214 get.) unter  
Temperaturzurücknahme auf 22,5 nV brachte auch nach 9 Std.  
keinen Erfolg. Daher kaltgefahren und 3 mal entschlammt,  
ging gut.

Der Ofen war den Mengen nach sauber. Schlange ausgebaut  
und gelitert zu 510 gegen 1075 ccm beim Einbau.

Sie hatte also nach 58 Fahrtagen mit Steinkohlenteer,  
davon 40 Tage mit Pöhlitzer Teergemisch mit und ohne Schwer-  
ölrückführung, 53 % ihres Anfangsvolumens verloren, ohne  
daß dies an der Temperaturdifferenz S<sub>1</sub>/M<sub>1</sub> erkennbar gewesen  
wäre. Auch in anderen Versuchen mit Steinkohlenteer hat  
sich beim Fahren mit Schwerölrückführung eine besonders aus-  
geprägte Neigung zu Vorheizerverkrustungen beobachten lassen.  
Außerdem hatten sicherlich die bei Teeren so häufigen  
Pumpenstörungen mitgewirkt.

Neue Schlange eingetaut, gelitert zu 1030 ccm.

12.5.41 angefahren nach Vorschriften mit Einlaß von P 1214 get.  
 Bald nach Anfahren trat eine Verstopfung am Ofeneingang  
 auf. Durch Spülen konnte die Störung nicht behoben werden.  
 Daher 2 x Ofen entschlammt und Störung dadurch beseitigt.  
 Möglicherweise waren Krusten, die sich bei der Temperatur-  
 Änderung des Anheizens selbst hatten, die Ursache.  
 Wieder hochgefahren mit Kohlebrei wie zuvor.

15.5.41 Bilanz 4  
 Mit Zusatz von 2 % 3009 (Eisen-erde alkalisiert) koll.  
 bezogen auf Teergemisch.

Es wurde nun der für Teere übliche Kontakt zugesetzt.  
 Kontakt 1131 (auf die Kohle aufgetränkt) vor auf 1,2 %.  
 Der Kohle wurde damit die übliche Kontaktmenge gegeben.

19.5.41 Bilanz 5  
 Ab 22<sup>00</sup> P 1116 + F 1214 (60:40) ohne Kohle. Durchsatz 5,0 kg,  
 alles andere unverändert.

Um den Einfluß der Kohle zu erfassen.  
 Der Rohstoff-Durchsatz wurde vermindert, um die  
 Abschlaßprozente zu erhalten. Hieraus zeigt sich  
 die bessere Hydrierbarkeit der Kohle im Vergleich  
 zum Teer.

22.5.41 Bilanz 6  
 16<sup>00</sup> Analysen abgehangt, da Ofeninnenelemente nicht richtig  
 anzeigten. Die Ursache davon war, daß der Ofen unten an  
 der druckfesten Hülse undicht geworden war. Kaltgefahren.  
 4 x entschlammt, ging gut.  
 Die Mengen waren in Ordnung.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenanschlam I	2,2	36,7	3,5
Kaltfahröl	0,2	10,0	1,0

23.5.41 Ausbaubefund: Der Ofen war hinreichend sauber; nur im  
 unteren Linsenschluß fand sich etwas harter Ansatz  
 (34,7 % Asche, davon 63,5 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), jedoch war der Eingang  
 frei. Am Rührer war die untere Zackenkrone zusammengestaucht,  
 auch zeigten die Stege in der Mitte eine geringe Verbiegung.  
 Die druckfeste Hülse war in der Höhe der Zackenkrone von  
 dieser einseitig durchgeschliffen worden.  
 Vermutlich sind beim Anfahren am 22.4. besonders viel  
 Sulfidkrusten von der Ofenwand abgeplatzt; gegen sie  
 ist der Rührer aufgestossen und hat dabei die Stauchung  
 erhalten.

Eieraus zeigt sich, daß ein Ofen, der eine längere Fahrzeit hinter sich hat, - dieser hatte eine Betriebszeit von 2800 Stunden - bei Kaltfahren angebaut und von Sulfidkrusten gereinigt werden muß. Da in diesem Ofen vom 5.-7.3.41 mit erhöhtem H<sub>2</sub>S-Partialdruck gefahren worden war, waren möglicherweise besonders starke Krusten entstanden.

Schlange ausgebaut, gelitert zu 850 cm gegen 1050 cm. Die Wunde nach 12 Tagen rd. 20 % ihres Volumens verloren. Was gerade noch als normal anzusehen ist.

21.5. Neuer Ofenrührer eingebaut. Ofen gereinigt und gelitert zu 8,17 ttr. Neue Schlange, gelitert zu 1020 cm, eingebaut.

27.5. Angefahren.

28.5. Ab 12<sup>00</sup> mit Einlauf: Schwefelöl von Ofen 411 aus P 1214 get.

Bei 18 mV umgestellt auf Einspritzmischung: P 316 R (Steinkohlenteerpech von Rütgers, Raunel) vom 7.5.41.

+ Abstreifer-S'Öl von Ofen 411 von vorhergehenden Versuch (1:1)

+ 3 % 6009 koll. in Abstreifer-S'Öl auf Pech bezogen  
3 kg/Sch. Frischöl-Durchsatz.

Ab 22,5 mV umgestellt auf 2 % 6009 + 0,5 % 6709 beide koll.  
3 kg/Sch. Frischöl-Durchsatz. Gas 2,5 cm<sup>3</sup>/kg-Frischöl.  
Abschlammrückführung 1:0,5

Temperaturen wie zuvor. Abschlammpromente möglichst niedrig, jedoch nicht unter 10%.

29.5. Die Abschlammpromente lagen noch sehr hoch, die Temperatur war in der Gegend von 25,4 zunächst noch nicht beherrschbar.

30.5. S'Öl-Rückführung auf Frischöl: S'Öl = 40:60 erhöht.

Um die Temperatur besser anfahren zu können.

31.5. Umgestellt auf 1,5 % 5475 C<sub>6</sub> 12 (Grude Molybdän) koll. in Abstreifer-S'Öl anstelle von 6009.

Mit dem Eisenkontakt konnte das Pech nicht auf Bi + Mi verarbeitet werden.

1.6. Schwefelrückführung zurück auf 50:50.

Die Abschlammpromente lagen auch mit dem neuen Kontakt über 100%, was der bekannten ungünstigen Wirkung des S'Öls zuzuschreiben ist.

2.6. Mit eigenen Abstreiferschwefel.



4.6. Durchsatz wurde auf 2,5 kg Frischbl. Frischbl.: S'01 = 30:40  
Die Abschlammprozente lagen immer noch so hoch.

5.6. Die Maßnahmen des Vorliges hatten keine Wirkung. Durch den  
des Abschlammprozents aus dem Ofen geschiedenen Wasserdampf  
des Abschlammprozents getrieben.

Das Feingut lief nicht über oben bei 250°C. Der  
Durchsatz nicht vermindert, da über 25 % Feingut  
ausfielen und die Ofentemperatur nicht herabgesetzt  
bar war. Der Unterschied zum Eisackkontakt war nicht  
erkennbar, aber auch die Andeutung des Kohlenstoff  
für diesen Rohstoff nicht gut.

6.6. Umgestellt auf neue Mischung: P 316 + K 1197 von 29.1.41  
getränkt mit 1,2 % TSEI (100:20). Frischbl.: Abschlamm-S'01  
= 30:40 wie bisher. Frischbl.: Abschlamm = 1:0,5 unverändert.  
+ 1,5 % 8009 + 0,5 % 3709, beide kalt, von Erel bezogen  
auf Pech. Durchsatz 2,5 kg Frischbl. MIPs andere wie zuvor.

7.6. Der Ofen war nicht mehr so heiß wie vorher. Die Abschlammprozente  
gingen bei der mittleren Ofentemperatur von 25,5  
mV auf 27 % herunter.

10.6. Bilanz 7  
Die Abschlammprozente von 27 % auf 25,5 % sinken, was  
auf 17 % Abschlamm, was die Temperatur des Peches  
beeinträchtigt.

11.6. Sollte Pech von auf 25,5 mV  
Der Ofen war nicht mehr so heiß wie vorher. Die  
Ofentemperatur (25,5 mV) wurde durch die  
Kühlung gehalten, die die Temperatur des Peches  
beeinträchtigt.

14.6. Gas vor auf 1,0 cm³/kg Frischbl. + Erde  
Es sollte durch den Ofen ein Gasstrom  
entfallen vermindert werden. Anzeichen dafür  
der Ofentemperatur des Frischbl. auf 25,5 mV  
sollte der Ofen besser kontrolliert werden.

15.6. Bilanz 8  
Abschließend an die Analyse sollte der ganze Ofen auf 25,0  
mV gehalten werden, während bisher eine Stufe lang von  
24,7 - 25,7 mV vorlag, was eine mittlere Temperatur  
von 25,0 mV ergab, um festzustellen, wie sich der Ofen  
hierbei verhält.

16.6. Temperatur vor auf 25,2 mV  
Zu viel Abschlammprozente.  
Ofen noch auf 27 mV.  
Der Ofen war nicht mehr so heiß wie vorher. Die  
nicht beherrschbar. Der Versuch wurde als beendet angesehen.

zur Vorbereitung eines dringlichen Vorversuchs für Ka 804  
entschieden. Der Versuch wurde entschlossen, ging gut.

Menge	I	II	III	IV
Ofen	6 440	20 050	12 000	11 200
Abschleif	1 200	1 500	1 100	1 200

Wegen des Abschleifens II - IV sind vermutlich noch  
zusätzliche Mengen zu nachgedacht werden; hierdurch  
erklären sich die großen Mengen.

Ofen geladert zu 7,34 gegen 13,17 Ltr. Lein. Einbau. Der Ofen  
war also genügend sauer; ebenso die Schlänge, die nach  
23 Farntagen zu 835 gegen 1020 von geladert wurde.

Tabellen-Verzeichnis

Tabelle 1a - d	Bilanzen
2	Eigenschaften der Rohstoffe
3	Benzinuntersuchungen
4	Untersuchungen der Benzinfractionen
5	Mittelöluntersuchungen
6	Schweröluntersuchungen
7	Heizöluntersuchungen
8	Phenolzerlegung
9	Elementaranalysen
10	Verteilung des als KW vergastem O
11	iso-Butan-Gehalte
12	Im Abwasser gelöste Stoffe

Tabelle 1a

Bilanzen

von der Verarbeitung von Steinkohlenteeren mit Steinkohle (K 1197 v. 29.1.41) bei 600 atm

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Tag 1941	27.4.	3.5.	6.5.	15.5.	19.5.	22.5.	10.6.	15.6.
Schicht	ab	ab	ab	ab	ab	ab I	ab	ab
Ofen	411	411	411	411	411	411	411	411
Kohle : Vorbehandlung								
Teer:								
P 1416 get. v. 18.10.40 + P 1214 get. (60:40) : Kohle	100:20	=	=	=	=	100:0	100:20	100:25
P 515 R v. 7.5.41 : Kohle								
Kontakt: 1121 auf Kohle %	1,0	=	=	=	1,2	-	1,2	1,2
5709 50%ig in Abstr.S'Öl auf Teer %	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
6009 30%ig " " " " " %	0	0	0	0	2,0	2,0	1,5	1,5
Rückführung: Teer+Kohle:Abschlamm	1:0,2	=	=	=	=	=	1:0,5	=
" " :Abstr.S'Öl	65:35	=	=	0	0	0	60:40	=
Fährbedingungen: Temp. Schlange °C	449	448	452	418	417	419	439	440
Ofen " "	484	488	488	480	480	480	488	488
Abscheider °C	473	476	476	469	468	468	475	476
Teer + Kohle Durchsatz kg/Of-Vol/Std.	0,422	0,432	0,425	0,642	0,537	-	0,358	0,369
R. Kohle Teer " " " "	0,362	0,368	0,362	0,546	0,546	0,615	0,304	0,301
R. Kohle " " " "	0,060	0,064	0,063	0,096	0,091	-	0,054	0,068
Eingangsgas m <sup>3</sup> /kg Teer + Kohle	3,28	3,46	3,37	2,85	2,79	2,97	3,07	3,52
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	=	=	=	=	=	=	=

Tabelle 1b

Bilanzen Fortsetzung — Gesamtergebnisse

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Rohbilanz %	99,6	98,7	100,0	99,0 <sup>3)</sup>	100,0	98,9	99,2	100,8
erg. Feste-Abbau %	88,9	91,5	89,7	91,5	91,9	80,5	94,1	92,5
Asphalt- %	89,1	93,5	92,7	91,7	94,3	96,7	95,5	94,8
Ausbeute auf Teer + RK + H <sub>2</sub> -Verbrauch %	98,9	97,1	99,8	98,3	99,9	98,4	97,8	97,6
Ölgeinn a. Teer + RK asche-frei %	67,6	69,5	71,7	73,2	82,5	83,1	62,7	67,7
Prakt. (Bi+Mi) Ölgeinn Leistung kg/Ltr Ofen-Vol/h	0,261	0,276	0,262	0,509 <sup>1)</sup>	0,526 <sup>1)</sup>	0,512 <sup>1)</sup>	0,258	0,249
in prakt. Ölgeinn - 290 <sup>o</sup>	18,0	16,4	18,0	10,3	10,3	10,2	24,9	20,4
200-325 <sup>o</sup>	73,2	75,5	69,7	47,5	40,8	39,4	33,8	79,4
325 <sup>o</sup>	8,8	8,1	12,3	42,2	48,9	50,4	-8,7	0,2
Vergasung / prakt. Ölgeinn + Verg.	22,3	22,2	23,7	12,5 <sup>1)</sup>	11,5 <sup>1)</sup>	10,8 <sup>1)</sup>	26,4	27,7
Verg. C als CO	3,8	3,4	4,4	6,7	6,0	5,3	2,3	3,1
" CO <sub>2</sub>	0,4	0,0	-0,5	0,2	0,3	0	-0,3	-0,5
Wasser a. RK + Teer aschefrei %	6,5	6,5	4,2	4,0 <sup>2)</sup>	4,0	1,0	4,0	4,0
Abschlamm a. TK + Teer %	27,3	19,7	20,3	18,1	18,6	16,8	17,1	18,2
Schwefel auf Öl in Abschlamm %	73,2	81,8	79,8	81,7	87,8	78,6	90,1	85,6
Aschebilanz aus/ein %	81,0	73,0	100,0	81,8	91,5	135,3	51,3	46,8

1) Bi + Mi + S Öl

2) korrigiert

3) " a. Abstreifergewicht

Tabelle 1c

Fortsetzung Gesamtergebnisse nur auf Teer nach Abzug der Werte für Kohle bezogen

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	7	8
Gr. Werte-Aufbau	%	74,6	83,4	75,9	82,5	84,1	93,4	90,1
Anschüsse auf Teer + H <sub>2</sub> -Verbr.	%	99,0	96,4	100,1	100,0	100,1	90,9	107,7
Übergewinn	%	68,2	70,1	73,1	87,0	89,8	42,2	77,5
Prakt. (BI+MI) Übergew. Leistg. kg/Ltr Öl-Vol/h		0,226	0,235	0,227	0,474 <sup>1)</sup>	0,423 <sup>1)</sup>	0,233	0,221
An prakt. Übergewinn - 200°	%	17,7	15,8	17,8	8,7	9,0	24,2	18,9
200-325°	%	72,2	74,6	63,0	43,4	35,0	31,5	75,2
325°	%	10,1	9,5	14,2	47,9	55,0	-6,0	4,9
Verg./prakt. Übergew. + Verg.	%	21,4	21,3	23,2	9,5 <sup>1)</sup>	8,7 <sup>1)</sup>	23,7	26,4
V. verg. C <sub>2</sub> als CO	%	3,4	3,0	4,2	7,5	-6,5	-1,5	2,7
CO <sub>2</sub>	%	0,3	0	-0,8	-0,2	-0,7	-6,7	-0,0
Abwasser	%	6,0	5,9	3,2	-1,7	-1,1	-2,1	-4,3
Neuabschlamm	%	28,8	19,9	20,8	18,2	18,5	16,8	18,4

1) BI + MI + S'Öl

Tabelle 1d

Bilanzen Fortsetzung Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
<u>Abstreifer + Schwefel</u>								
Spez. Gew. / 20°	1,036	1,038	1,034	1,032	1,038	1,036	1,014	1,024
- 200°	7,8	7,4	8,1	7,1	6,9	7,5	9,3	7,8
- 200 - 325°	39,0	40,6	38,2	45,9	38,3	28,2	42,4	40,5
<u>Abschleim</u>								
Spez. Gew. / 50°	1,088	1,095	1,100	1,086	1,096	1,085	1,072	1,122
Benzolunlösliches	16,9	20,1	23,0	21,5	31,6	27,9	27,6	31,7
Asche i. "	50,3	53,3	54,2	53,0	52,7	45,4	40,4	38,7
vom Öl - 325°	20,9	21,4	18,9	24,6	16,6	15,4	31,8	16,4
s-Asphalt	6,8	6,9	6,1	6,1	6,8	4,2	9,1	8,9

Tabelle 2

Eigenschaften der Rohstoffe

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	Mittel 1-6	7	8	Mittel 7-8
Form: K 1.97										
% Wasser	1,6	1,5	1,7	1,6	2,4	-	1,7	2,6	2,2	2,4
% Asche	12,0	11,5	11,2	10,7	12,8	-	11,6	12,2	11,0	11,6
Beur:	P 1416 getoppt -325° + P 1214 getoppt (60:40)						P 316 R			
spez. Gew. / 100°	1,142	1,140	1,120	1,122	1,142	1,134	1,133	-	-	-
Spur	=	=	=	=	=	=	=	2,6	1,9	1,7
% Fester	7,6	8,4	7,0	7,4	7,1	7,6	7,5	23,7	21,3	24,0
% / wne L.F.	6,2	7,0	5,7	5,5	5,1	4,0	5,3	3,9	5,5	4,7
325°	1,5	1,7	2,0	3,3	1,5	2,0	2,0	-	-	-
% Asphalt	17,7	21,2	16,4	17,5	18,9	15,3	18,0	38,2	33,5	35,8
Kohle + Beur (errechnet):										
" Festes	22,3	23,5	22,3	22,6	22,3	-	22,7	36,7	39,4	32,0
" Asche L.F.	10,6	10,3	9,4	9,2	10,9	-	10,1	7,7	8,3	8,0



Tabelle 3

Untersuchungen des Benzins - 200°

Bilanz Nr.	2	3
Rohbenzin + Pentan	99:11	90:20
Roh Spez. Gew. / 20°	0,803	0,808
Ap. °C	4,8	4,6
Phenole %	2,7	3,4
ASTM Siedekurve		
Siedebeginn °C	58	62
70° %	5,5	2,0
80° %	7,5	7,0
90° %	12,5	15,5
100° %	23,0	26,5
10° %	33,5	37,0
20° %	44,0	44,5
30° %	53,0	51,5
40° %	62,0	59,0
50° %	70,5	65,5
60° %	79,0	72,5
70° %	86,0	81,5
80° %	91,5	88,0
90° %	96,5	94,0
200° %	98,5	97,5
R	99,0	
raffiniert Spez. Gew. / 20°	0,797	0,793
I °C	5,0	3,6
Ia "	5,0	3,8
II "	52,0	50,5
ASTM Siedekurve		
Siedebeginn °C	62	64
70° %	2,0	1,5
80° %	6,5	6,0
90° %	14,5	17,0
100° %	26,0	28,5
10° %	37,0	38,0
20° %	48,0	47,0
30° %	57,0	54,0
40° %	64,5	60,5
50° %	71,0	67,0
60° %	79,0	74,0
70° %	86,0	80,5
80° %	92,0	88,0
90° %	97,0	94,5
200° %	98,5	98,5
R	99,0	99,5
Zusammensetzung:		
Paraffine %	22,0	19,0
Naphthene %	31,0	34,0
Aromaten %	43,0	44,5
Ungesätt. KW %	4,0	2,5
Klopffzahl Res.	84,8	88,5

Tabelle 4

Untersuchungen der Benzinfractionen

Benzin - 200 + Pentan mit NaOH beh.

Fraktion	- 90°		90°-150°		150°-180°		180°-200°	
	2	3	2	3	2	3	2	3
Bilanz Hr.								
Gew. %	23,6	18,5	45,9	36,8	20,0	19,5	8,0	7,1
Spez. Gew./20°	0,719	0,700	0,739	0,803	0,856	0,872	0,882	0,895
Ap. I °C	54,0	39,0	1,0	-5,4	-14,4	-29,4	-19,0	-59,4
IIa "	33,8	38,3	3,4	0,6	-14,0	-29,0	-18,4	-39,0
II "	30,5	53,2	51,5	50,3	59,5	54,5	61,0	55,0
KSTM								
Siedebeginn °C	50	40	92	94	153	156	176	176
60° %	15,5	34,0						
70° "	41,5	55,0						
80° "	66,5	71,0						
90° "	89,0	86,5						
100° "	94,3	93,3	3,0	3,5				
108° "	97,0	96,0	26,0	31,0				
20° "			52,5	53,5				
30° "			72,0	71,0				
40° "			86,0	85,0				
50° "			92,5	92,0				
60° "			95,5	96,0	17,5	15,0		
70° "					64,0	63,0		
80° "					90,0	90,0	10,0	7,0
90° "					97,0	98,0	67,0	60,0
200° "							96,0	92,0
10° "							97,5	99,0
R "	98,0	97,0	98,5	98,2	99,0	99,5	99,5	100,0
Zusammensetzung (nur ungefähr)								
Paraffine %	29,0	37,5	25,5	17,5	21,5	9,0	16,5	9,0
Naphthene "	52,5	46,0	16,0	32,5	11,0	10,0	7,0	9,0
Aromaten "	15,5	13,5	33,0	45,0	63,0	74,0	72,0	72,0
Ungesätt. KW "	3,0	3,0	5,5	5,0	4,5	7,0	4,5	10,0
Klopffwert								
Research	75,9	79,5	85,1	83,2	93,0	90,8	91,9	95,8
Motor	75,2	74,8	74,0	73,5	81,5	89,0	81,8	85,0

Tabelle 5

## Untersuchungen des Mittelloils

Bilanz Nr.	2	3
Abstr. 200° + Schwelöl Mittelloil - 325° %	90,5:9,5 41,7	
Roh Spez.Gew./20° Phenole	1,004 2,1	0,992 2,3
Gew. Engler		
Siedebeginn °C	216	225
- 250° %	5,1	13,9
75° %	34,3	44,7
300° %	74,5	78,0
25° %	92,5	96,3
30° %		98,6
40° %	97,7	
R %	100,0	99,9
entphenolisiert		
Spez.Gew./20°	1,002	0,989
Ap. bei 0°	-47,0	-56,5
ungest. KW %	10,5	10,0
Fraktion 240-270°		
Spez.Gew./20°	0,972	0,964
Ap. °C	-52,5	-41,5
Fraktion 280-310°		
Spez.Gew./20°	1,003	0,998
Ap. °C	-39,5	-37,5

Tabelle 6

## Untersuchungen des Schweröls

Bilanz Nr.	2	3
Schweröl 325° %	58, -	52,5
Spez. Gew. / 50°	1,068	1,078
Vak. Dest. bei mm	22	22
- 225° %	33,5	25,7
Spez. Gew. / 40°	1,047	1,048
- 275° %	75,5	78,6
Spez. Gew. / 60°	1,055	1,062
- 325° %	68,3	91,3
Spez. Gew. / 90°	1,062	1,078
R %	99,9	99,8

Tabelle 7

Heizöluntersuchungen

Bilanz Nr.	4	4	5
Schweröl 325°			
aus Prod. + Schweröl 200° %	61,5		60,2
Schweröl : Mittelöl		87:13	
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün
Spez.Gew./50°	1,076	1,082	1,075
Stockpunkt °C	- 8	- 13	- 7
Flammpunkt "	172	146	172
Brennpunkt "	231	198	224
Kokstest %	0,58	0,55	0,52
s-Asphalt "	0,5	0,4	0,6
Asche i.G. "	Spuren	Spuren	Spuren
Heizwert cal.	9179	-	-
Viskosität bei 20° °E	80,2	35,51	72,5
" 50° °E	5,37	3,60	5,1

Tabelle 8

Phenolzerlegung

zu Bilanz 2

Phenole im Abstreiferprodukt	%	2,3
davon Carbonsäure	"	29,9
o-Kresol	"	10,4
p+m- "	"	21,2
Xylenol	"	18,5
höhere Xylenole	"	6,8

Tabelle 9  
Elementaranalyse

Mikans Nr.	Reinmaterial		Mittelteil 200°-325° aus Abstr. + Schmelz		Rückstand > 325° aus Abstr. + Schmelz		Mittel
	2	3	2	3	2	3	
E M O L D	87,43	87,40	89,60	89,51	89,44	90,10	90,27
	12,15	12,03	0,64	0,66	0,75	0,73	0,75
	0,14	0,24	0,84	0,95	1,95	0,70	1,50
	0,27	0,50	0,72	0,51	0,86	0,53	0,36
	0,05	0,053	0,14	0,065	0,17	0,16	0,34
13,37	13,64	9,35	9,42	7,96	7,63	7,68	

Tabelle 10  
Verteilung des als KW vercasten C

Bilanz Nr.		2	8
als C <sub>1</sub> - KW	%	20,9	20,0
" C <sub>2</sub> - "	"	23,5	26,6
" C <sub>3</sub> - "	"	42,8	35,8
" C <sub>4</sub> - "	"	12,8	17,6
angesättigt von C <sub>2</sub> - KW	%	2,9	1,6
" " C <sub>3</sub> - "	"	3,2	1,9
" " C <sub>4</sub> - "	"	2,7	2,4
" " C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> - "	"	2,4	1,5

Tabelle 11  
Isobutanengehalt

Bilanz Nr.		2	8
von Butan im Ofengas	%	11	10
" Prod. Gas.	"	10	10
" Abschl.	"	-	10
" Prod. gel.	"	9	10
von Gesamtbutan	%	10	10

Tabelle 12  
im Abwasser gelöste Stoffe

Bilanz Nr.		3	4	5	6
CO <sub>2</sub>	g/h	3,84	1,35	1,34	0,524
NH <sub>3</sub>	"	-	-	-	5,42
H <sub>2</sub> S	"	-	-	-	3,42
Cl	"	Spur	0,0013	Spur	Spur
Phenole	g/h	-	-	-	0,432

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hochdruckversuche  
Lu 558

8. Juli 1941 Hu/E

(29)

W. Krönig, G.B. von Hartmann und H. Hupfer.

Verarbeitung von  
Schlesischer Kohle " K 1174 "  
Castellengo - Abwehr  
auf Schwerölüberschuss bei 600 at  
im 10 Ltr.-Ofen.

506

Schlesische Kohle " K 1174 "

(v. 2. 10. 1939).

Mischung 1:1 von Nußkohlen der Gruben "Castellengo" (25/10 mm) und "Abwehr" (20/10 mm) der Gewerkschaft Castellengo - Abwehr, Gleiwitz, in Schlesien mit  $\approx$  Cl<sub>2</sub> entascht.

Zusammenfassung.

Die Eignung dieser Kohle für die Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl war bereits untersucht worden. Wie in der Zusammenstellung dieses Versuchs vom 10. 1. 1941 - 18233i - näher ausgeführt worden ist (siehe Zusammenfassung), verhält sich diese Kohle bei der Verarbeitung auf 100 % Benzin und Mittelöl wesentlich ungünstiger als Gelsenbergkohle und zwar in erheblich stärkerem Umfang ungünstiger als sich auf Grund der Kohle-Analysen erwarten ließ.

Es sollte nun das Verhalten der Kohle in der Verarbeitung auf Schwerölüberschuss (Heizöl) geprüft werden, da vermutet werden konnte, dass bei Verzicht auf die vollständige Spaltung der Abbauprodukte in Benzin und Mittelöl, die wie sich gezeigt hat, (vgl. genannte Zusammenstellung) bei den schlesischen Kohlen gleichen C-Gehaltes wie Gelsenbergkohle <sup>relativ</sup> stets mit höherer Vergasung erkauft werden muss, sich die Kohle/günstiger verhalten würde.

Wie die nachfolgende Tabelle der wichtigsten Versuchsergebnissen zeigt, ist dies auch tatsächlich der Fall. In den Spalten 1 und 2 der Tabelle werden die Ergebnissen der K 1174 mit der der K 1090 in der Verarbeitung auf Schwerölüberschuss und in den Spalten 3 und 4 die entsprechenden Zahlen in der Verarbeitung auf Benzin-Mittelöl einander gegenübergestellt.



Verarbeitet auf	Schwerölüberschuss		Bi + Mittelöl	
	K 1174	K 1090	K 1174	K 1090
Temperatur °C	478	477	470	468
Durchsatz (kg RK/l/h)	0,76	0,81	0,47	0,44
Abbau %	95,4	96,4	95,4	96,1
Leistung (errech. Ölgew.)	0,54	0,55	0,26	0,27
Vergasung %	20,8	20,5	28,9	24,7
% Asphalt/RK	17,3	11,5	10,0	7,4

Es zeigt sich demnach, dass der Abbau der schlesischen Kohle grundsätzlich um ein Geringes schlechter liegt als der der Gelsenbergkohle und zwar bei beiden Fahrweisen im gleichen Maß. Während bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl die oberschlesische Kohle bei gleicher Leistung erheblich höhere Vergasung gibt, sind Leistung und Vergasung bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuss gleich.

Nur der Asphaltabbau ist gegenüber dem der Gelsenbergkohle bei der Schwerölfahrweise in etwas grösserem Maße schlechter als bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl. Um trotz dieses bei der schlesischen Kohle schlechteren Asphaltabbaues die Verschmelzung im Kugelofen möglich zu machen, müssten verschärfte Verarbeitungsbedingungen (verringertes Durchsatz) angewendet werden. Hierdurch wurde eine Verbesserung des Asphaltabbaues mit einer Verminderung der Leistung und einer geringen Erhöhung der Vergasung erkauft werden.

Auch unter Berücksichtigung dieser Notwendigkeit bestätigt sich die Erwartung, dass sich diese schlesische Kohle bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuss günstiger verhält als bei der auf Benzin und Mittelöl.

**Versuchsanordnung:**

Gasvorwärmer: Abwärts schlange 6x13x 5000, N8 (150 ccm) <sup>1</sup> in elektrisch beheiztem Luftbad.

Gas- und Brei- <sup>10x23x12800, N8, (z. 975 ccm gelitert) i. elektr. beheiz</sup>  
Aufheizung: Auf- und Abwärts- Breischlange Luftbad mit Luftumwälzung. Von hier durch elektrisch beheizten Übergang aufwärts zum Ofen.

Ofen: 70x140x3500, N8, elektrisch beheizt, mit auf- und abgehendem Ringscheibenrührer (36 Touren), Strömung aufwärts, gelitertem Reaktionsraum 7,96 Ltr. Vom Ofen elektrisch beheizte 10er Leitung abwärts zum Abscheider.

1) Neueinbau am 1.2.40 (vergl. S. 6)

Abscheider 70x140x2700, N8, elektrisch beheizt, Strömung aufwärts mit drehendem Schwertrührer, 26 Umdrehungen pro Minute Standhaltung/Standschauflas. Abschlammen direkt abwärts (ohne Förderschnecke) durch BK-Ventile ins drucklose Gefäß.

Kühler Gas und Produkt durch 10er Leitung abwärts zum Kühler Abwärtsschlange 10x23x6000, V<sub>2</sub>A; weiter abwärts und aufwärts zum Abstreifer.

Abstreifer 85x182x1570, Strömung aufwärts, Standhaltung mit Standschauflas.

Gasabgang Zum Raschigturm (680 ccm) mit Glasringfüllung, kleinen Wasserabstreifer (3000 ccm), dann über Dach entspannen.

-----  
und  
Ofen 451 vom 7.-17.12.39/vom 31.1.-14.2.1940.

Versuchsverlauf:

7.12.39

Nach Beendigung des vorhergehenden Versuches (Fahren d. K 1174 auf Benzin und Mittelöl) wurde unter zeitweiliger Umstellung auf Öl und Zurücknahme von Druck und Temperatur die Umdrehungszahl des Ofenrührers auf 36 U/Min. eingestellt.

Im Vorversuch war (vergeblich) eine Verbesserung der Ergebnisse durch erhöhte Rührg angestrebt worden. Die Kohle zeigte indessen keine Anzeichen besonders starken Absitzens im Ofen, und es wurde angenommen, dass der durch die Umdrehungszahl 36 bewirkte Rührzustand den Verhältnissen der Großtechnik am nächsten kommt.<sup>1)</sup>

Die Tourenzahl des Abscheiderrührers wurde vorsichtshalber auf 26 U/Min. belassen und nicht auf das normale Maß von 13 U/Min. eingestellt, da während des Vorversuches einmal bei Überkochen des Ofens Standstörung im Abscheider eingetreten war.

Umgestellt auf Kohlebrei: K 1174 vom 2.10.39, 90%<sup>2)</sup> technisch neutralisiert, zugleich getränkt mit 1,2%<sup>2)</sup> 1181 (FeSO<sub>4</sub> 7 aqu), getrocknet und gemahlen, +1,5%<sup>2)</sup> 6531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,3%<sup>2)</sup> 6709 (Na<sub>2</sub>S, Sulfigran), beide Kontakte 50%ig in Schweröl aus K1174 kolloidal gemahlen zum Brei gegeben, + Anreibeöl 1:1, + Abschamm 1:0,4. Startöl= Rücklauf aus K 1174 auf Bi<sup>1)</sup>/<sub>4</sub> Mittelöl 200-325<sup>0)</sup> (redestilliert aus Anfall 135-325<sup>0)</sup>) vom Fahren der Kohle auf Benzin und Mittelöl im Verhältnis 70:30 gemischt. Einsatz 475 kg.

<sup>1)</sup> Modellversuche haben später allerdings ergeben, dass die Gasverteilung in Rohren über 300 mm Ø um Größenordnungen besser ist als im 10-Ltr.-Ofen mit Ringscheibenrührer bei Umdrehungszahlen der hier möglichen Höhe.

<sup>2)</sup> Kontaktmengen auf Kohle berechnet.

Im Vorversuch hatte die Neutralisation der Kohle eine geringe Verbesserung der Ergebnisse mit sich gebracht und wurde daher - um die bestmöglichen Werte zu erzielen - beizubehalten. Die Abschlammrückführung wurde abweichend von früheren Versuchen geringer als 1:0,5 gehalten, da es sich gezeigt hat, dass die Kohle verhältnismässig wenig quillt und daher keine starke Verdünnung in der Vorheizung benötigt.

Kohledurchsatz 7,0 kg/h, Gas 3 cbm/kg Kohle. Die Temperatur wurde so gefahren, dass 85-95% Neuabschlamm auf Kohle berechnet, anfielen. Hierbei wurden indessen folgende Höchsttemperaturen<sup>1)</sup> eingehalten: Vorheizer 24,0 mV, Ofen 25,0 mV, Abscheider 24,3 mV.

Die Reaktionstemperatur und entsprechend auch der Durchsatz wurden niedriger gehalten als normal, um zunächst die Ergebnisse bei mässigen Temperaturen kennenzulernen.

Früher war beim Fahren auf Schweröl die Abscheider-temperatur um 1,5 mV niedriger als der Ofen gefahren worden, da befürchtet wurde, dass sonst der Abschlamm zu stark eindickt. Es hat sich inzwischen gezeigt, dass diese Sorge unbegründet ist, sodass dieselbe Temperaturspanne wie beim Fahren auf Benzin + Mittelöl eingehalten werden kann.

Aufarbeitung: Neuabschlamm mit Mittelöl 200-325° im Verhältnis 70:30 verdünnt und geschleudert. Schleuderöl = Anreibeöl. Schleuderrückstand geschwelt. Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl über 325°.

8.12.39

Abschlammprozent zurück auf 80-90. Kohlenpumpe 1 repariert. Während dieser Zeit einige Minuten lang Aussetzen der Kohlenbreipumpe 2. Die Temperaturdifferenz Breischlange/Schlangen-Ausgang vergrössert sich

Es ist möglich, dass die Schlange durch die Pumpenstörung etwas geschädigt worden ist. Zum mindesten teilweise kann diese Erscheinung jedoch als späte Auswirkung der Durchsatzsteigerung angesehen werden.

Mit eigenem Anreibeöl

9.12.39

Unverändert.

10.12.39

Unverändert.

Bilanz Nr. 1

11.12.39

Unverändert.

12.12.39

Abschlammprozent vor auf 85-95, da zu wenig Anreibeöl anfällt

13.12.39

Wegen Anreibeölmangels wurden 50 kg Frischöl ergänzt (Rücklauföl vom Fahren der Kohle 1090 auf Benzin + Mittelöl aus Ofen 411 + eigenes Mittelöl 200-325° im Verhältnis 70:30 gemischt)

1) Klemmentemperatur 40°

510

14.12.39

Die Druckdifferenz<sup>1)</sup> des Hochdrucksystems steigt ständig (anfänglich 0,8 atm, jetzt 1,6 atm), da mit dem Abschlamms und dem Rückführöl der Kohle bei entsprechender Viskositätszunahme<sup>2)</sup> des Abschlamms ständig dicker wurde.

15.12.39

Unverändert.

Bilanz Nr. 2

16.12.39

4<sup>35</sup>. Kurzschluss der Heizwicklung Mitte und Oben vom Luftbad.

17.12.39

Da in Berlin beschlossen worden war, zu C-ärmeren Kohlen überzugehen, wurde der Versuch abgebrochen. Nach kurzzeitigem Umstellen auf die neue Kohle 1160 (Preußengrube) v. 12.12.39 wurde wegen der Störung am Luftbad der Ofen kaltgefahren und 3x abgeschlammt (ginge gut).

Den Mengen nach war der Ofen sauber. Die Analyse<sup>3)</sup> des Ofenabschlammes I zeigt, dass kein Absitzen im Ofen stattgefunden hat.

31.1.40

Den bisherigen Resultaten nach liess sich die K 1174 besser auf Schweröl verarbeiten als die Kohle 1160 (Preußengrube O/S.) Indessen sollten die bisher mit K 1174 erhaltenen Werte noch einmal bestätigt werden. Daher wurde nach Beendigung des vorangegangenen Versuchs die K 1160 auf Benzin und Mittelöl zu fahren, umgestellt auf Kohlebrei wie am 7.12.39. Als Startöl wurde diesmal Rücklauföl vom Fahren der schlesischen Kohle 1160 (Preußengrube) auf Schweröl (aus Ofen 451 vom 3.1.40) verwendet. Einsatz 275 kg.

Es wurde angenommen, dass dieses Startöl, das ein Alter von 320 Betriebsstunden hat, sich nicht anders verhalten wird, als das Rücklauföl aus K 1174 vom 16.12.39.

Im Gegensatz zu früher wurde diesmal Anreiböl statt Abstreiferschweröl in den Ofen unten eingedrückt, um dieses nicht dem Ölgewinn zu entziehen. Durchsatz und sonstige Bedingungen wie am 16.12.39.

Aufarbeitung wie bisher abgesehen davon, dass der Abstreifer mit dem Schweröl auf Benzin -135°, Schwerbenzin 135-200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl über 325° destilliert wurde.

		Differenz		
1)	Gemessen Gaseingang/	Ausgang mit dem Kolbenmanomete		
2)	11.12.39 3960 cst/60°	3)	Testes	Asche i: s-
	12.12.39 4180 cst/60°			Festen Asph.
	13.12.39 5960 cst/60°	Ofenab-		
	14.12.39 6840 cst/60°	schlamm I	10,7	30,1
		Kaltfahr-		
		öl	10,5	22,3
				8,7
				8,0

Das Sumpffphasebenzin -135° soll chemisch raffiniert werden können. Da das Schweröl mit Mittelöl zu Spezialheizöl gemischt werden soll, darf der Siedebeginn des Mittelöls nicht unter 200° liegen, um den Flammpunkt des Heizöls nicht zu sehr drücken. Das Schwerbenzin soll zusammen mit dem Rest des Mittelöls, der nicht zur Heizölherstellung und zur Abschlammverdünnung benötigt wird, benzinisiert werden.

Kurz nach Versuchsbeginn Druckabfall an sämtlichen Manometern. Umgang um Drossel und Filter ohne Erfolg geöffnet. Da der Breiweg frei blieb, musste die Störung im Gasvorwärmer bzw. am Rückschlagventil zu suchen sein. Umgestellt auf Öl und Temperatur zurückgenommen, dann mit 230 atm Nullgas durch den Umgang um die Breischlange gefahren.

Es wurde angenommen, dass die Breischlange durch die Störung und das Fahren ohne Gas nicht geschädigt worden ist.

1.2.40

Ofen und Abscheider 4x abgeschlamm<sup>1)</sup>t, geht gut. Beide sind den Mengen und Analysen nach sauber.

Wie der Ausbau zeigte, war der ganze Gaseg bis 1,50 m vor dem Gasvorwärmer mit festem, bei Erhitzen abfließendem Dreck gefüllt.

Es muss also bei der letzten Kompressorstörung am 20.1.40 (Fahren der Kohle 1160 auf Benzin und Mittelöl) das Rückschlagventil versagt haben und Brei + Gas bis vor den Gasvorwärmer zurückgedrückt worden sein. Der Brei hat sich dann in der Leitung zusammengeschoben und so die Störung verursacht.

Neue Gasvorheizschlange (wie zuvor, zu 180 ccm gelitert) eingebaut, Rückschlagventil und Leitung bis zum Eingang in die Breischlange ausgetauscht. Ofen angeheizt unter 600 atm Nullgas, 8000 Ltr. über Dach. Mit Einlauf.

2.2.40

Umgestellt auf Kohlebrei und Bedingungen wie zuvor. Der Wärmeübergang im Vorheizzer hat sich verschlechtert. Anscheinend hat die Breischlange durch die Störung doch etwas gelitten.

3.2.40

Wegen Anreibeölmangels 80% ergänzt, bestehend aus Rücklauföl von Fahren der K 1174 auf Bi + Mi und eigenem Mittelöl 70:30.

4.2.40

Wegen Auftretens grosser CO-Mengen im Frischgas infolge einer Störung in Oppau wurde zeitweilig mit verminder-

1)

	Festes	Öl	Asche i. Festen	s-Asphalt i. Öl
Kaltfahröl	9,9%	90,1%	19,1%	9,7%
Ofenabschl.	11,7%	88,3%	24,5%	10,7%

- ter Temperatur gefahren, um ein Durchgehen des Ofens zu verhindern.
- 5.2.40 Kohledurchsatz zurück auf 6,7 kg/h, dann auf 6,4 kg/h.  
Es wurde versucht, durch Zurücknahme des Durchsatzes die Vergasung zu rücken, die - nach der Differenz der Gasdichten zu schliessen - höher lag als am 15.12.39.
- 6.2.40 Durchsatz wurde vor auf 6,7 kg/h. Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,6 mV.  
Es wurde versucht, auf diese Weise auf die gleiche Abstreiferleistung wie am 16.12.39 zu kommen.  
Durchsatz wieder zurück auf 6,4 kg/h, da bei ausgefahrener Temperatur die Abschlammprozente nicht zu halten waren.  
Wegen ungenügendem Rücklaufölvorrates wurden 20 kg Frischöl ergänzt (Rücklauföl vom Fahren der K 1174 und eigene Mittelöl 70:30. auf Bl+M1
- 7.2.40 Das Kugellager des Abscheiderrührers war beschädigt. Zur Auswechslung zeitweise umgestellt auf Öl, Temperatur und Druck zurückgenommen.
- Bilanz Nr.3
- 8.2.40 Unverändert.
- 9.2.40 Abschlammmverdünnung (Mittelöl) erhöht auf 65:35, da das Schleuderöl mit 11,2 % zu viel Festen aufweist.
- 10.2.40 Mit dem neuen Rücklauföl.  
Wegen Anreibeölmangels wurden 50 kg Frischöl ergänzt, bestehend aus Rücklauföl vom Fahren der Kohle 1174 auf Benzin und Mittelöl (Ofen 451) + Mittelöl vom laufenden Versuch im Verhältnis 65:35.
- 11.2.40 Unverändert.
- 12.2.40 Unverändert.
- Bilanz Nr.4
- 13.2.40 Unverändert.
- 14.2.40 Durchsatz zurück auf 6,1 kg/h, da bei nahezu ausgefahrener Temperatur die Abschlammprozente nicht zu halten waren.  
Umgestellt auf Öl, Ofen kalt gefahren und 2 x abschlammt (ging gut).  
Auf Grund der Abschlammmengen und der Analyse des Abschlamms<sup>1)</sup> war der Ofen als sauber zu betrachten. Der Versuch wurde beendet, da auf Grund der bisherigen Ergebnisse und Besprechungen im Kohlenrevier die Kohle als Hydrierkohle ausser Betracht gelassen werden kann.

1) Festes Asche i. Festen S-Asphalt i. Öl		
11,6%	21,7%	16,9%

Versuchsergebnisse

A. Bei mässiger Temperatur (473/474°).

Bilanz Nr. 1

Bei der für das Schwerölverfahren mässigen Temperatur von 473° wird zunächst die gleiche Leistung (0,55) und Vergasung (19,6%) wie bei der Verarbeitung der Gelsenberg Kohle K 1090 auf Schweröl erhalten. Die geringe Spaltung des Kohle 1174 zeigt sich im niedrigerem Abbau und in dem höheren Schwerölanteil im praktischen Ölgewinn. Der Scheudereffekt ist ungünstiger, was wohl z.Teil auf den etwas schlechteren Asphaltabbau zurückzuführen, teilweise aber wohl auch durch die geringe Schleuderverdünnung des Abschlamms (70:30 gegen 60:40 bei K 1090) bedingt ist.

Bilanz Nr. 2

Bei unveränderter Fahrweise ist die Leistung infolge höheren Rücklaufölanfalls auf 0,50 zurückgegangen. Auch der Asphaltabbau hat sich verschlechtert, sodass dieser Durchsatz bei gleichbleibender Temperatur wohl nicht gehalten werden konnte.

Bilanz Nr. 3

B. Bei höherer Temperatur (478°)

Nach Wiederanfahren wird bei der auf 478° erhöhten Temperatur die Leistung trotz geringem Durchsatzes auf 0,535 gehoben. Auch der Abbau ist nun mit 95,2 % befriedigend. Die höhere thermische Spaltung hat den Schwerölanteil im Ölgewinn etwas zurückgehen lassen. Eigenartigerweise ist aber jetzt die Asphaltreduktion und damit der Schleudereffekt ungenügend geworden.

Dafür, dass in dieser Hinsicht bei 474° (Bilanz 1 und 2) bessere Ergebnisse erhalten werden sind, kann als Erklärung nur der Unterschied der Anreibeöle herangezogen werden. 3 Tage vor der 2. Bilanz wurde das Anreibeöl mit einem Öl ergänzt, das vom Fahren der K 1090 auf Benzin und Mittelöl stammte und in seinen Eigenschaften sicher besser war als das eigene Rücklauföl. In der gleichen Richtung könnte gewirkt haben, dass die 2. Fahrperiode mit einem Anreibeöl gestartet wurde, das bei der Verarbeitung der Kohle 1160 (Preußengrube) auf Schweröl unter Verwendung von Titankontakten mit ungünstigen Fahrergebnissen erhalten worden ist, und dass 4 Tage vor der 3. Bilanz mit

einem Rücklauf-Öl ergänzt werden musste, das bei dem Fahren der V 1174 auf Benzin und Mittelöl mit Rückführung von Schleuderrückstand unter gleichfalls unbefriedigenden Fahrresultaten angefallen ist. Wie man daraus entnehmen muss, ist die Verwendung fremder Rücklauföle augenscheinlich nicht immer unbedenklich.

#### Bilanz No. 4

Wegen des ungenügenden Schleudereffektes ist die Abschlammerdünnung auf 65:35 vorgenommen worden. Hierdurch wurde wie erwartet der Festgehalt des Rücklauföls auf die noch gerade tragbare Höhe von 8,7 % heruntergebracht. Der Asphaltspiegel hat sich nun unter die Werte der Fahrzeit mit niedriger Temperatur gesenkt. Die Leistung ist bei unveränderter Vergasung infolge des Steigens des Rücklaufanfalles auf 0,46 heruntergegangen.

Wie zu erwarten, bringt also die Erhöhung der Temperatur in Verbindung mit einer geringen Durchsatzzurücknahme eine Verbesserung des Feste- und Asphaltabbaues bei gleichbleibender Leistung mit sich, wobei die Vergasung etwas - von 18,9 auf 20,8 % - ansteigt. Der Asphaltspiegel ist allerdings noch so hoch (14,5 gegen 15,5% im festfreien Rücklauföl), dass eine störungsfreie Verschmelzung im Kugelofen wohl nur bei weiterer Verringerung des Durchsatzes gewährleistet wäre.

#### Eigenschaften der Anfallprodukte.

Die bei höherer Temperatur erhaltenen Öle zeigen gegenüber denen der ersten Fahrperiode merkbare Unterschiede. Sie sind sämtlich schwerer und wasserstoffärmer geworden. Der Sauerstoff der schweren Öle hat sich zugunsten des O-Gehaltes der leichteren Fraktionen vermindert, womit das Steigen des Phenolgehaltes im Benzin und Mittelöl im Einklang steht. Die sauerstoffhaltigen Anteile scheinen also bei erhöhter Temperatur vergleichsweise leichter zu spalten. Der Isobutangehalt der Abgase hat sich der höheren Temperatur vermindert.

Verglichen mit den Produkten, die bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl anfallen, weist das Benzin -135° einen höheren Phenolgehalt auf. Auch das niedrige spez. Gewicht und der höhere Anilinpunkt des Raffinats zeigen die geringere Phenolreduktion. Sämtliche Mittel- und Schweröle sind schwerer und wasserstoffärmer. Die geringere Spaltung beim Schwerölfahren zeigte sich auch in der höheren Viskosität des Abstreiferschweröls, die geringere Asphaltreduktion durch seinen höheren Kokstest. Im Stockpunkt scheint dagegen kein grosser Unterschied zu



bestehen. Der Elementaranalyse nach sind die Öle sauerstoff- und schwefelreicher, dagegen ist eigenartigerweise der Stickstoffgehalt niedriger gefunden worden. Die Abgase enthalten mehr Butan und wesentlich geringe Mengen an organisch gebundenem Schwefel.

Gegenüber der Ölen, die beim Fahren der Konle 1090 auf Schweröl entstehen, ist das raffinierte Benzin in den Fraktionen  $-150^{\circ}$  schwerer und aromatischer in den höhersiedenden Anteilen leichter und wasserstoffreicher. Auf einen niedrigen Aromatengehalt dieser Fraktionen/deuten auch die Klopfwerte hin, die nach der Motor-Methode bestimmt gänzlich sind, während die der Research-Methode um 9 Punkte tiefer liegen. Die Mitte- und Schweröle haben ein höheres spez. Gewicht und niedrigere Anilinpunkte. Das Abstreiferschweröl weist eine höhere Viskosität auf, lässt sich jedoch wie Gelsenberg-Schweröl mit Mittelöl im Verhältnis 60:40 auf  $10^{\circ}\text{E}/20^{\circ}$  stellen. Der Zusammensetzung der Vergasung nach wird mehr Methan abgespalten, während die Bildung von  $\text{C}_3$ - und  $\text{C}_4$ -Kohlenwasserstoffen zurücktritt. Der schlechtere Asphaltabbau führt zu einem geringeren Ausbringen an Schweröl bezogen auf den Ölgehalt des Schwelgutes.

Besondere Beobachtung

Auffallenderweise liegt bei den Bilanzen 1 - 3 der errechnete Asphaltgehalt des festefreien Rücklauföls weit über dem des Anreibeöls. Der Vergleich des Benzolunlöslichen im Anreibeöl mit dem im Betrieb bestimmten Festgehalt des frischen Schleuderöls<sup>1)</sup> lässt auf eine Festeneubildung im Rücklauföl schliessen. Eine nennenswerte Anreicherung der Asphalte im Schleuderrückstand ist weder aus den Betriebsanalysen noch aus den Schwelausbeuten zu erkennen. Der Erscheinung wird bei weiteren Versuchen zur Verarbeitung von Steinkohlen auf Schweröl nachgegangen werden.

Die Versuche wurden ausgeführt v. Dr. Krönig  
gemeinsam mit:

Dr. v. Hartmann  
Dr. Hupfer  
Dr. Scheiner  
Dr. Schiffmann  
Dr. Gieg

gez. Hupfer  
" v. Hartmann

1) Bilanz Nr.	1	2	3	4
Festes i. Schl. Öl	6,5	7,1	7,6	7,2

516

Tabellenverzeichnis.

Tabelle	I	Bilanzen
"	II	Eigenschaften der Kohle
"	III	Benzinuntersuchungen
"	IV	Mittelölanuntersuchungen
"	V	Untersuchungen von Abstreiferschwerölen
"	VI	Anreibedölanuntersuchungen
"	VII	Untersuchungen von Schleudermischung und Abschlamml
"	VIII	Heizölanuntersuchungen
"	IX	Phenolzerlegung
"	X	Elementaranalysen
"	XI	Elementarbilanz
"	XII	Gasanalysen und Verteilung des als KW vergasteten C
"	XIII	Isobutangehalt
"	XIV	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
"	XV	Im Abwasser gelöste Stoffe
"	XVI	Schwelausbeuten

Tabelle I.  
Bilanzen <sup>1)</sup>

Vom Fahren der schlesischen Kohle 1174 (Castellengo-Abwehr) vom  
2.10.39 auf Schweröl bei 600 atm.

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Tag	11.12.39	16.12.39	8.2.40	13.2.40
Schicht	abc	abc	abc	abc
Betriebsstunden	108	228	190	310
Kohle Aschegehalt der Trockenkohle <sup>2)</sup>	5,2	5,3	5,3	4,8
Vorbehandlung	getrocknet	90% neutralisiert		
Kontakt (a. Trockenk. berechnete)	aufgetränkt, dann Kohle getrocknet und gemahlen	1,2% 1181 <sup>3)</sup>	1,2% 1181	1,2% 1181
	kolloidal 50%ig i. eigenem Abstr. Schweröl gemahlen zum Brei gegeben	1,5% 6531 <sup>4)</sup>	1,5% 6531	1,5% 6531
		0,3% 6709 <sup>5)</sup>	0,3% 6709	0,3% 6709
Anreibung	1:1	1:1	1:1	1:1
Art des Anreibeöls	Schleuderöl verdünntem	aus mit Mittelöl 200-325°	Abschlamm	
Abschlamm - Mittelöl	70:30	70:30	70:30	69:36
spez. Gew./50°	1,030	1,052	1,045	1,050
Festes %	8,7	8,7	11,2	8,7
Asche i. Festen %	32,0	20,2	19,6	8,0
im Öl % - 325°	37,2	41,7	44,1	45,2
% s-Asphalt	6,9	6,7	10,8	10,1
Rückführung Kohle:Abschlamm	1:0,4	1:0,4	1:0,4	1:0,4
Fahrbedingungen				
Temperaturen °C Breischlange	437°	437°	437°	439°
Ofen	473°	474°	478°	478°
Abscheider	461°	463°	466°	466°
Durchsatz kg Reinkohle /Ltr. Ofen volumen /Std.	0,803	0,811	0,760	0,763
Eingangsgas cbm/kg Reinkohle	4,29	4,34	4,17	4,28
Umdrehungszahl/Min. d. Ofenrührers	36	36	36	36
1) gerechnet auf butanfreies Bi				
2) mit aufgetränktem Kontakt				
3) FeSO <sub>4</sub> · 7 aqu				
4) geschwefelte Bayermasse				
5) Na <sub>2</sub> S (Sulfigran)				

Tabelle Ia.  
Bilanzen 1)

K 1174

Bilanz Nr.	1	2	3	4
Rohbilanz	98,9	99,3	102,1	101,4
prakt./theoret. Verflüssigung %	99,0	97,8	105,7	103,4
Abbau %	94,4	92,6 <sup>B)</sup>	95,2	95,5
Theoret. Ögew. % a. Reinkohle	78,6	78,4	76,4	78,6
Hochdruckölgew. % a. Reinkohle	73,3	73,3	77,5	78,2
darunter % -135°	17,8	16,5	7,6	8,1
% 135-200°	39,5	36,1	9,5	5,6
% 200-325°	42,7	47,4	39,1	43,5
% über 325°	8,8	15,9	43,8	42,8
% s-Asphalt			11,1	6,5
Prakt. (Bi+Mi+S'Öl)-Ölgewinn-Lst kg/Ltr. Of. Vol. /Std.	0,553	0,500	0,535	0,463
im prakt. Ölgewinn % -135°	19,3	19,1	8,4	10,4
% 135-200°	30,3	31,3	10,5	7,2
% 200-325°	50,4	49,6	35,0	33,5
% über 325°	10,1	12,8	46,1	48,9
im Gesamtbi -200° % Gasbi			9,3	15,1
Anreibeölüberschuss prakt. %	-0,8	8,6	2,2	9,1
" " gerechn. %	6,8	15,8	9,1	22,3
Vergasung %	19,6	19,3	22,3	22,5
Verg. C % v. Reinkohle	14,4	12,6	17,3	15,2
davon % als CO	5,0	4,5	3,5	3,8
" % " CO <sub>2</sub>	1,0	1,3	1,2	1,1
Abwasser neugebildet % a. Reinkohle	6,4	6,6	8,3	7,4
Neuabschlamm % a. Reinkohle	96,2	100,4	97,3	97,4
darunter % s-Asphalt a. Reink.	13,4	18,4	19,3	15,3
" " " a. festfr. Rücklauföl	11,7	15,5	17,0	11,9
Aschebilanz aus/ein	101,4	99,4	101,2	110,3

- 1) gerechnet auf butanfreies Benzin Abstreifer und
- 2) errechnet unter Annahme, dass das Verhältnis Mittelöl:Schweröl sich/im  
Abstreifer + Schweröl nicht wesentlich unterscheidet.
- 3) offenbar infolge Analysenfehlers zu niedrig (zuviel Festes im Anreibeöl  
wie der Vergleich mit den Betriebsanalysen der Rückstandsaufarbeitung  
annehmen lässt.

Bilanzen (Fortsetzung).

<u>Analysen des Anfalls</u>				
Bilanz Nr.	1	2	3	4
<b>Abstreifer + Schwelöl</b>				
spez. Gew./20°	-	0,975	0,976	0,975
% - 135°	10,3	9,7	4,0	4,0
% 135-200°			6,3	3,7
% 200-325°	55,7	58,8	58,5	63,4
<b>Abschlamm</b>				
spez. Gew./100°	1,092	1,086	1,100	1,096
% Festes	23,6	24,3	25,7	22,4
% Asche i. Festen	46,3	38,2	40,0	35,8
% -325°	14,0	14,2	17,5	17,8
% s-Asphalt	18,5	24,2	26,8	20,2
Viskosität i. cst.	-	7350/60°	6180/60°	6320/70°

520

Tabelle II.  
Eigenschaften der Kohle.

	K 1174 v.2.10.39	zum Vergleich K 1090 v.9.8.37
% C	83,48	83,53
% H	5,19	5,88
% O	9,85	7,69
% N	0,03	1,56
% S flüchtig	0,45	1,24
% S gesamt	0,58	1,28
Cl	0,06	0,10
H disp.	4,44	5,40
% Flüchtiges	32,12	37,68
% Urteerausbeute	12,69	13,94
% Bitumen (Benzol)	0,44	0,8
% Bitumen (Benzol-Alkohol)	-	5,5
% Asche a.T.K.	4,8	2,98
Alkalität g H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /kg T.K.	1,09 <sup>1)</sup>	5,65
Aschezusammensetzung % a.R.K.		
SiO <sub>2</sub>	1,63	1,01
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,69	0,90
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,19	0,74
CaO	0,54	0,12
MgO	0,25	0,05
K <sub>2</sub> O	} 0,08	} 0,05
Na <sub>2</sub> O		
SO <sub>3</sub>	0,61	0,09
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,04	0,01
TiO <sub>2</sub>	0,04	0,02

1) 90 % neutralisiert

Tabelle III.  
Benzinuntersuchungen

Zu Bilanz Nr. Siedebereich	2 -200°	4 -135°	4 135-200°
Zusammensetzung	Destillat u. Abstreifer + Gasbi + Butan 680:100:41	Destillat -200° Abstr. + Gasbi + Butan	285:98:19
Rohbenzin spez. Gew./20° A.P. Phenole %	0,784 +28,0° 6,1	0,716 +40,6° 2,2	0,888 +6,5° 15,8
Raffination:	Entphenoliert, m. 5% Dr.-Lösung u. Schwefel behandelt. 2x mit 1% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 96%ig raff. m. NaOH nachgewaschen u. mit Dampf über NaOH redestilliert.	Mit NaOH ausgewaschen, dann mit 5% Dr.-Lösung u. Schwefel behandelt. Mit 2x 1% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 96%ig raff. mit NaOH nachgewaschen u. über Gasöl redestilliert.	Nur mit NaOH behandelt.
Raff. Verl. Vol. % Wasch " " % Redest. " Gew. %	2,9 0,6 2,4	3,5 1,0 12,8	- - -
Raffinat:			
Farbe spez. Gew./20° A.P. I A.P. Ia A.P. II	hell 0,756 +31,0° +31,5° +53,5°	hell 0,703 +44,5° +44,5° +53,5°	- 0,832 +8,5° +12,0° +58,5°
Cu-Reifen Cu-Schale	korrodiert 35 mg Harz	gut 8 mg, Anhauffarben	korrodiert 0,73g. schwarz, Harzrückstand 0,15 mg Harzrückst
Porzellanschale	2 mg Belag	1 mg	
Dr. Test	negativ	negativ	positiv
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2 - 3	unter 2	10
Dampfdruck	0,631	-	-
Fraktion 80-100° spez. Gew./20° A.P. C	0,717 +33,2	0,727 +38,5	- -
Fraktion 100-140° spez. Gew./20° A.P.	0,764 +28,2	0,760 +34,0	0,791 +14,5
Fraktion 150-180° spez. Gew./20° A.P.	0,808 +18,6	-	0,827 +7,0
Fraktion 180-200° spez. Gew./20° A.P.	0,832 +15,5	-	0,855 +4,5

522

Tabelle VIII  
Benzinuntersuchungen (Fortsetzung).

Zu Bilanz Nr. Siedebereich	2 - 200°	4 - 135°	4 135 - 200°
<u>ASTM-Siedekurve</u>			
Siedebeginn	40°	29°	115°
40°C %	-	6,0	-
50°C %	2,0	16,0	-
60°C %	6,0	28,0	-
70°C %	11,0	40,0	-
80°C %	17,5	55,0	-
90°C %	26,0	70,0	-
100°C %	36,0	80,0	-
110°C %	46,0	85,0	-
120°C %	56,0	88,5	1,0
130°C %	64,0	91,0	4,0
135°C %	-	91,5	-
140°C %	70,0	92,0	15,0
150°C %	75,0	93,0	25,0
154°C %	-	94,0	-
160°C %	80,0	-	41,0
170°C %	85,0	-	52,5
180°C %	88,5	-	65,5
190°C %	92,0	-	78,5
200°C %	94,0	-	89,5
210°C %	96,0	-	96,0
220°C %	96,5	-	98,0
228°C %	-	-	99,0
Rückstand %	96,5	94,5	99,5
<u>Zusammensetzung:</u>			
Paraffine %	34,5	40,5	32,0
Naphthene %	41,0	48,0	19,5
Aromaten %	21,0	8,5	40,5
Unges. KW %	3,5	3,0	8,0
Klopffwert	72,0 Research	72,0 Motor	76,0 Research

Elementaranalysen s. Tabelle IX.



Tabelle IIIb  
Benzinuntersuchungen (Fortsetzung).

zu Bilanz Nr. 4

Fraktionen des raffinierten Benzins -200°

Zusammensetzung: Destillat -200° aus Abstreifer + Gasbenzin + Butan  
(285:98:19).

Fraktion Siedebereich Gew. %	I -68° 20,1	II 68-97° 19,6	III 97-134° 20,4	IV 134-174° 19,6	V über 174° 20,2
spez. Gew.	0,646/10°	0,726/20°	0,767/20°	0,806/20°	0,864/20°
Anilinpunkt I	-	+40,0°	+29,5°	+19,0°	+10,0°
" II	-	+49,0°	+51,5°	+57,4°	+62,8°
unges. KW %	-	3,0	3,0	2,5	3,0
Klopfwerte					
Research	81,5	72,5	69,5	71,5	72,5
Motor	82,0	68,0	61,0	60,0	63,5
Motor + 0,12 Pb	100,0	65,5	8,0	75,0	72,5

523

Tabelle IV.

Mittelöluntersuchungen

30 - 325°

Zu Bilanz	2	4
<u>Rohes Mittelöl</u>	Abstreifer über 200° + Schwelöl	
	95,8:4,2	90,5:9,5
Gewichts %	60,2	65,2
spez. Gew./20°	0,962	0,956
Phenole %	15,2	20,4
Gew. Engler-Kurve		
Siedebeginn	200°	214°
-225°C %	13,0	6,3
-250°C %	37,8	35,1
-275°C %	64,5	63,5
-300°C %	85,3	84,6
-325°C %	96,0	93,7
-335°C %	98,8	-
-341°C %	-	97,8
Rückstand	99,8	99,9
<u>Entwässertes Mittelöl</u>		
spez. Gewicht/20	0,944	0,949
A.P. berechn. °C	-17	-23,0
Ungesättigte KW %	11,0	13,0
Fraktion 210-230°		
spez. Gew./20°	0,900	0,912
A.P. berechn.	-15°	-22,5°
Fraktion 240-270°		
spez. Gew./20°	0,930	0,936
A.P. berechn.	-18°	-22,5°
Fraktion 280-310°		
spez. Gew./20°	0,959	0,966
A.P. berechn.	-16°	-21,5°

Elementaranalysen s. Tabelle IX.

Tabelle V.  
Untersuchungen von Abstreifer-Schwerölen.

Zu Bilanz Nr.	2	4
aus Abstr. über 200° + Schwelöl im Verhältnis	95,8:4,2	90,5:9,5
Anteil %	35,8	34,7
spez. Gew. /50°	1,049	1,054
Paraffin %	1,0	-
Schmelzpunkt d. Paraffins	+53,2°	-
Vakuumkurve bei m/m Eg	16	10
Wiedebeginn	175°	180°
Fraktion <math>v225^{\circ}</math> %	41,1	39,2
Aussehen	dunkelgelb, flüssig	gelb flüssig
spez. Gewicht/40°	1,014	1,032
Fraktion 225-275° %	73,1	74,8
Aussehen	gelb, fest	rotgelb, dickfl.
spez. Gewicht/60°	1,038	1,042
Fraktion 275-325° %	90,2	89,0
Aussehen	gelb, fest	rotgelb, fest
spez. Gewicht/90°	1,050	1,056
Rückstand %	99,8	99,8
Aussehen	schwarzbraun, fest	dunkelbraun, fest

Elementaranalysen s. Tabelle IX.

525

Tabelle VI.  
Anreibeöluntersuchungen.

Bilanz Nr.	2	4
<u>Anreibeöl entfestet</u>	1,052	1,050
spez. Gew./50°		
Siedebeginn °C	220	190
%-325°	41,7	45,2
Rückstand	100,0	100,0
<u>Mittelöl roh</u>	42,4	41,6
Gew. %-325°		
spez. Gew./20°	0,978	0,974
Phenole %	11,1	13,6
Gew. Engler-Kurve		
Siedebeginn °C	220	229
- 250°C %	11,6	22,3
275°C %	41,4	54,3
300°C %	72,8	82,3
325°C %	91,4	94,3
331°C %	-	97,5
345°C %	97,4	-
Rückstand	99,8	99,9
<u>Mittelöl entphenolisiert</u>		
spez. Gew./20°	0,964	0,960
A.P. berechnet °C	-20	-25
Ungesättigte KW %	11,0	-
Fraktion 240-270°		
spez. Gew./20°	0,944	0,945
A.P. berechnet °C	-21	-25
Fraktion 280-310°		
spez. Gew./20°	0,968	0,970
A.P. berechnet °C	-22	-24
<u>Rückstand über 325°</u>	1,150	1,130
spez. Gew./100°		
Vakuumkurve b. m/m Hg	16	12
Siedebeginn °C	185	185
Fraktion -225 Gew. %	8,2	8,5
Aussehen	dkl. gelb, flüssig	gelb, flüssig
spez. Gew./40°	1,035	1,025
Fraktion 225-275° Gew. %	26,5	25,6
Aussehen	dkl. gelb, dickfl.	rotgelb, dickfl.
spez. Gew./60°	1,055	1,050
Fraktion 275-325° Gew. %	41,0	38,3
Aussehen	rotgelb, fest	rotgelb, fest
spez. Gew./90°	1,075	1,070
Rückstand Gew. %	99,8	99,8
Aussehen	schwarzbraun, fest	schwarzbrann, fest

Tabelle VII.

Untersuchungen von Schleudermischung und Abschlämmöl.

	Schleudermischung Abschl.+Mittelöl 70:30	Mischung von Ab- schlamm + Mittelöl - 63,8:36,2	Abschlämmöl
Bilanz Nr.	2	2	4
vom Gesamtöl % Öl	82,4	-	-
% Festes	17,6	-	-
% Asche i. Festen	42,2	-	-
Vom Öl spez. Gew.	1,050/50°	-	1,096/100°
Siedebeginn °C	205	-	190
Gew. Engler % -325°	43,2	41,8	17,8
Rückstand	-	99,8	100,0
% s-Asphalt	9,8	-	-
Vom Mittelöl			
spez. Gew./20°		0,966	
Phenole %		13,2	
Gew. Engler-Kurve Sie- debeginn °C		205	
-225 °C %		7,7	
250 °C %		37,3	
275 °C %		66,4	
300 °C %		87,1	
325 °C %		96,3	
330 °C %		98,8	
Rückstand		99,9	
Mittelöl entphenoliert			
spez. Gew./20°		0,950	
A.P. ber. °C		-19	
Unges. Kw %		10,5	
Fraktion 240-270			
spez. Gew./20°		0,938	
A.P. ber. °C		-20	
Fraktion 280-310			
spez. Gew./20°		0,966	
A.P. ber. °C		-20	
Rückstand über 325°			
spez. Gew./100°		1,136	
Vakuumkurve von		Rückstd. üb. 325°	Gesamt
bei m/m Hg		16	10
Siedebeginn °C		160	120
Fraktion -225° Gew. %		14,6	20,3
Aussehen		dkl. gelb, fl.	dkl. gelb, dick
spez. Gew./40°		1,026	0,936

527

Fortsetzung von Seite 22

Fraktion 225-275° % Aussehen		29,1 gelb, flüßig	31,6 dkl. gelb dick- flüssig
spez. Gew. / 60°		1,060	1,060
Fraktion 275-325° % Aussehen		43,0 gelb, fest	39,7 rotgelb, fest
spez. Gew. / 90°		1,080	1,075
Rückstand % Aussehen		99,8 schwarzbraun, fest	99,8 schwarzbraun fest.

Tabelle VIII.  
Heizöluntersuchungen.

zu Bilanz Nr.	2				4		
	Destill.	Schweröl	Destill.	Schwer	Dest.	Destill.	Schwer-
Art des Öles	Öl		Öl	Öl	Öl	Öl	Öl
Mischverhältnis	-	-	85:15	60:40	-	84:16	54:46
entparaffiniert mit	Dichlor- äthan	Methyl- formiat	-	-	Dichlor- äthan	-	-
im Verhältnis	1:1	1:3	-	-	1:1	-	-
bei	-9°	-20°	-	-	-10°	-	-
Paraffin % abgetrennt	1,5	3,3	-	-	3,0	-	-
Schmelzpunkt	+47,8°	-	-	-	-	-	-
Farbe	dkl. grün	dkl. grün	dkl. grün	dkl. grü	dkl. grün	dkl. grün	dkl. grü
spez. Gew.	1,049/50°	1,060/ 50°	1,050/ 80°	1,024/ 20°	1,054/ 50°	1,054/ 20°	1,024/ 20°
Stockpunkt	40°	-2°	-2°	-13°	+1°	-1°	-8°
Flammpunkt	-	162°	120°	102°	178°	130°	108°
Brennpunkt	-	204°	128°	128°	225°	177°	140°
Kokstest %	3,7	1,5	1,3	1,09	1,8	1,55	0,98
s-Asphalt	-	3,5	1,2	1,0	2,0	2,4	1,1
Asche i. Ganzen %	-	0,02	Spuren	Spuren	0,03	0,03	0,01
U. Heiwert /kg	-	-	9270	9277	-	9196	9247
Viskosität E/20°	-	-	72,7	10,31	-	-	10,0
/50°	17,38	10,19	8,14	2,07	17,47	6,10	2,08
/80°	3,27	2,41	-	-	3,19	1,91	-
Gewicht -Engler Kurve	-	-	-	-	-	-	-
Siedebeginn	-	-	249°	222	-	246°	229°
% - 250°	-	-	-	8,0	-	-	8,5
% - 275°	-	-	3,5	17,7	-	3,4	21,1
% - 300°	-	-	8,4	28,9	-	7,7	32,0
% - 325°	-	-	15,4	39,0	-	15,1	41,5
% - 350°	-	-	27,5	50,7	-	25,4	52,0
% - 360°	-	-	36,5	57,1	-	34,4	58,8
Rückstand	-	-	100,0	100,0	-	100,0	100,0

529

Tabelle IX.

Benzolzerlegung.

zu Bilanz Nr.	2 Benzin -200° 1)	4 Benzin +Mittelöl -325°
% Phenole -225°	6,1	13,0
darin % Carbonsäure	27,9	16,53 <sup>2)</sup>
% o-Kresol	11,7	1,68
% p-u.m-Kresol	24,5	29,24
% Xylenol	-	11,59
% höhere Xylenole	-	25,95

1) techn. destill. Benzin redestilliert, Ausbeute 93 %

2) Erstarrungspunkt 25,4°, Phenolgehalt 74,5 %.



Elementaranalyse

K 1174

1231

zu Bilanz Nr. 2		Benzin -200		Mittelöl 200-325		Schwergöl 225 a. Abstr. + Schwergöl 81		Anreiböl 01		Festes		Abschlamm Festes		Dest. Schwergöl + Mittelöl 60:40		Dest. Schwergöl + Mittelöl 05:15	
% C	84,95	86,99	88,49	88,46	89,42	88,00	87,68	88,27									
% H	12,92	9,89	8,07	7,76	3,77	6,21	8,65	8,21									
% O	1,72	2,33	2,57	2,76	0	- 2)	3,11	2,96									
% N	0,38	0,77	0,79	0,94	1,38	1,05	0,54	0,50									
% S flüchtige	-	-	-	-	4,55	8,68	-	-									
% S gesamt	0,051	0,023	0,080	0,081	5,75	12,353)	0,04	0,06									

zu Bilanz Nr. 4

Benzin -135		Schwergöl 135-200		Mittelöl 200-325		Schwergöl 225 a. Abstr. + Schwergöl		Anreiböl entsestet		Abschlamm 01		Dest. Schwergöl + Mittelöl 84:16		Dest. Schwergöl + Mittelöl 54:46		Mischung V. Dest. Schwergöl aus K1174 u. 1160	
% C	84,13	85,73	86,15	89,13	89,37	89,17	87,95	87,69	88,91								
% H	14,51	10,55	9,60	8,39	7,90	6,48	8,22	8,69	8,02								
% O	0,98	5,07	3,42	1,54	1,85	3,22	2,80	2,73	2,07								
% N	0,28	0,63	0,76	0,86	0,83	0,91	0,98	0,84	0,92								
% S	0,05	0,023	0,07	0,08	0,05	0,22	0,05	0,05	0,08								

- 1) an die Marine gesandtes Muster
- 2) Asche sulfathaltig
- 3) der Elementarbilanz nach 71 hoch.

Tabelle XI.  
Elementarbilanz (korrigiert) 5)  
zu Bilanz Nr. 4

	Menge i.g bzw. Ltr.	% C	% H	% O	% N	% ges. S
Ein:						
Reinkohle 2)	1000,0	834,8	51,9	98,5	10,7	7,3
Kontakt 6531	15,5	-	-	-	-	3,7
" 6709	3,1	-	-	-	-	1,3
Anreibeöl: Öl	1005,0	897,5	79,4	18,6	8,3	0,5
" : org. Festes 1)	88,5	79,1	3,3	-	1,2	5,1
Spülmenge Mittelöl	16,5	14,2	1,6	0,6	0,1	-
Öl im Schweröl	41,5	37,0	3,5	0,6	0,4	-
Kat. teil Wasser	20,6	-	2,3	18,3	-	-
Eingangs gas	4285	7,3	75,7	1,9	-	-
<b>Gesamteingang</b>	-	<b>1869,9</b>	<b>211,7</b>	<b>138,5</b>	<b>20,7</b>	<b>17,9</b>
Aus:						
Benzin -135°	62,4	52,5	9,1	0,6	0,2	-
Schweröl 135-200°	42,9	35,9	4,5	2,2	0,3	-
Mittelöl 200-325°	694,5	598,6	66,7	23,8	5,2	0,5
Schweröl	261,3	233,0	21,9	4,0	2,3	0,2
Abschlamm : Öl	746,0	665,4	48,4	24,0	6,8	1,7
" : org. Festes 1)	131,7	116,0	8,2	-	1,4	11,9
Abwasser	98,8	2,3	10,7	80,7	4,4	0,7
Ofengas	2818	128,1	33,7	2,4	-	2,1
Abstreifergas	49,9	28,6	6,4	0,5	-	0,8
Abschlamm gas	46,4	9,5	2,0	0,3	0,1	-
<b>Gesamtausgang</b>	-	<b>1869,9</b>	<b>211,7</b>	<b>138,5</b>	<b>20,7</b>	<b>17,9</b>
<b>% Aus/Ein d. unkorrigierten Bilanz</b>	-	<b>101,3</b>	<b>100,0</b>	<b>98,1</b>	<b>1034</b>	<b>125,5</b>

- 1) Analysen von Bilanz Nr. 2, da das Anreibeölfeste und das Abschlammfeste zu Bilanz Nr. 4 nicht untersucht wurden.
- 2) Analysen der Originalprobe + Schwefel des Aufgetränkten Kat. 1181, da von der gefahrenen vorbehandelten Kohle keine Probe gewonnen wurde.
- 3) Zur Korrektur der C-Bilanz wurden, da Meß- und Analysenfehler nicht zu erkennen sind, sämtliche Posten der Ausgangsseite gleichmäßig vermindert. Die O-Bilanz wurde durch Erhöhung des H<sub>2</sub>O im Abwasser auf 100% gebracht, da sich ein Teil des Wassers als Feuchtigkeit der Abgase der Feststellung entzieht. Die N-Bilanz wurde durch Änderung des Stickstoffgehalts der Kohle abgestimmt, da von der hier verarbeiteten Kohle keine Analyse vorliegt. Die S-Bilanz wurde durch Änderung des Schwefelgehaltes im Abschlamm fest korrigiert, da dieser Wert von einem anderen Bilanztag stammte und ausserdem wohl ungenau bestimmt war.

Tabelle XII.  
Gasanalysen  
und Verteilung des als KW vergastem C.

Bilanz Nr. Gasart	Vol.-%						als KW vergastem C	
	2 Ofengas	2 Prod. Gas	2 Abschl. Gas	4 Ofengas	4 Pro- duktgas	4 Abschl. Gas	2 %	4 %
CO <sub>2</sub>	0,07	1,65	0,57	0,03	0,60	0,20		
H <sub>2</sub> S	0,02	1,65	0,04	0,05	1,11	0,03		
NH <sub>3</sub>	0	0,16	0,57	0	0,06	0,41		
CO	0,36	0,44	0,60	0,52	0,39	0,60		
H <sub>2</sub>	93,26	52,85	76,91	91,91	54,86	76,27		
H <sub>2</sub>	1,79	1,75	1,66	2,69	2,07	2,62		
CH <sub>4</sub>	2,49	6,25	8,72	2,90	6,10	8,46	24,9	26,5
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,76	7,95	3,60	0,81	7,96	3,95	20,3	19,6
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,05	0,24	Spuren	0,03	0,29	0,05	1,2	0,7
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,46	13,19	3,89	0,71	13,02	3,78	24,1	29,7
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	0,05	0,73	0,05	0,03	0,54	0,05	2,1	1,2
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,25	8,92	1,95	0,31	8,96	1,89	20,2	21,2
C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	0,15?	0,58	0,10	0,01	0,74	0,05	7,2?	1,1
C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,00	3,25	1,15	Spur	2,96	1,14		
C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>	0,05	0,29	0,05	0	0,34	Spuren		
höhere Paraffine	0,15	0,73	0,85	0	0	0,50		
" Ungesätt.	0,15	0,05	0,05	0	0	Spuren		
	100	100	100	100	100	100	100	100

533

Tabelle XIII  
Isobutangehalt.

% von Gesamtbutan		
Bilanz Nr.	2	4
im Ofengas	14,6	11,9
im Produktgas	20,5	12,2
im Abschlammgas	31,3	17,2
im Abstreifer gelöst	8,5	8,8
% v. Gesamtbutan	-	12,0

Tabelle XIV

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen  
zu Bilanz Nr. 4

	mg S/obm
im Ofengas	1,95
im Produktgas	8,58
im Abschlammgas	2,95

Tabelle XV.

Im Abwasser gelöste Stoffe.  
g/kg.

Tg 1934/40	Bilanz Nr.	Cl	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	CO <sub>2</sub>	Phenole	HGN
11.12.	1	0,44	-	-	47,8	-	-
16.12.	2	Spuren	60,8	11,2	60,0	10,1	-
8.2.	3	0,19	-	-	63,3	-	-
10.2.	-	-	-	-	-	-	unter 0,001
13.2.	4	0,3	57,1	8,1	63,0	8,8	-

Gelöste Stoffe im Wasser aus dem kleinen Abstreifer.  
g/kg

Tg 1939/40	Bilanz Nr.	Cl	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	CO <sub>2</sub>	Phenole
13.2.	4	Spuren	4,46	11,7	3,5	1,6

535

Tabelle XVI

Schwelausbeuten

Kohle gefahren auf Bilanz Nr.	1174				Bi+Mi Mittelwert <sup>2)</sup>	Schweröl Mittelwert
	1	2	3	4		
i. Schwelgut (Schleuder- rückstand)						
% Festes	60,3	64,5	63,2	59,8	61,4	60,3
% Asche i. Festen	59,2	53,0	52,0	52,0	54,5	52,5
1	39,7	35,5	36,8	40,2	38,6	39,7
Schwelausbeute	Betriebszahlen		Schwel analy- se <sup>1)</sup>	Betriebszahlen		
% Schweröl	35,0	31,4	28,50	32,2	34,4	33,5
% Schwelrückstand	64,2	67,7	69,18	66,6	64,5	64,5
% Schwelwasser	0,8	0,9	1,25	1,2	1,1	2,0
% Gas und Verlust			1,07			
Schweröl % a. l. im Schwelgut	88,2	88,5	80,3	87,5	85,6	86,7
						89,4

1) Ausgeführt in der Fischerretorte, Anheizzeit 1 Stunde auf 550° gehalten.

2) Aus sämtlichen Bilanzen.

Vorläufige Hydrierergebnisse mit elementarem Schwefel bei ver-  
schiedenen Produkten  
(Versuche im Drehautoklaven)

Zusammenfassung.

Die Hydrierversuche mit elementarem Schwefel, der bei 100°C in dem betreffenden Öl vollständig gelöst war, ergaben mit den verschiedenen Produkten folgendes:

- 1) Bei rudnischen Rohöl, das nur ca. 0,5 % Asphalt enthält, gab 5 % elementarer Schwefel im Vergleich zu 1,5% Grudeisenkontakt geringe Spaltungsverbesserung, vor allem zu Benzin. Das Anfallprodukt sah beim Grudekontakt etwas besser (Zeller) aus.
- 2) Formser Rohöl, das ähnlich wie alban. Rohöl reich an Asphalt und Schwefel ist, wurde in Ermangelung von alban. Öl verwendet. Dabei wurden mit 2 bzw. 5 % elem. Schwefel in Spaltung und Asphaltproduktion ungünstigere Daten erhalten, als mit dem Grudekontakt. 5 % Schwefel gab gegen 2 % eine geringe Erhöhung in der Spaltung und etwas geringeren Asphalt, aber auch höheres spez. Gewicht im Rückstand über 325° des Anfallproduktes, was auf polymerisierende Wirkung des Schwefels schließen läßt.
- 3) Bei Brücker Teer, der ebenfalls asphalt- und schwefelreich ist, wurde mit 5 % Schwefel etwas bessere Spaltung, aber kein günstigerer Asphaltabbau erzielt; die Farbe des Anfallproduktes war beim Grudeisenkontakt besser.
- 4) Steinkohlenschwelteer gab, kann bis jetzt nur nach dem Aussehen beurteilt werden; danach waren die Produkte mit 2 und 5 % Schwefel wie beim Grudeisenkontakt.
- 5) Steinkohlenteer gab mit 5 % Schwefel geringere Spaltung, aber etwas besseren Asphaltabbau als Grudekontakt. Der Rückstand über 325° hat wesentlich höheres spezifisches Gewicht als beim Grudekontakt.
- 6) Für oberschlesische Steinkohle mit 4,9 % Asche können nach dem Aussehen mit 2 bzw. 5 % Schwefel mindestens ebensogute Ergebnisse erwartet werden wie mit den üblichen Eisenkontakten.

gez. Grassl

Gemeinsam mit Dr. Schiffmann

Abschlammfiltrationsversuche mit Essigester, Neosolvan und deren Furfurol-Gemisch.

Es wurde beobachtet, daß Essigester und besonders ein Gemisch aus Essigester und Furfurol (1:1) hervorragende Eignung zur Behandlung des Abschlammes aus Kammer 804 vom 19.9.41 besitzen: Die Filtrationszeiten liegen sehr günstig, die Ölausbeuten betragen über 90% und die Rückstände sind trocken und kleinkörnig - pulvrig.

Da Essigester des Preises wegen für technische Zwecke nicht in Frage kommt, wurde ein billiges handelsübliches Gemisch von Äthyl-Propyl-Butyl-Acetat (Neosolvan), das in der Hauptsache aus Essigester besteht, in den Kreis der Abschlammfiltrationsversuche einbezogen. Die Ergebnisse waren fast ebenso günstig wie mit reinem Essigester. Gefordert wurde in erster Linie eine gute Filtrationszeit, die bei Anwendung von 33,3 g Abschlamm nicht über 1 Minute betragen sollte; dabei durfte die Ölausbeute im Filtrat nicht unter 80 % sinken und der S-Asphaltgehalt im Filtratöl nicht weniger als 80 % betragen; ebenso sollte der Rückstand pulvrig-körnig und trocken sein. Diesen Bedingungen genügten Lösungsgemische von 1:1. Stärkere Verdünnungen waren selbstverständlich günstiger in der Filtrationszeit, die Analysenwerte jedoch nicht im selben Verhältnis besser. Untersucht wurden Essigester-Essigester + Furfurol-, Neosolvan-, Neosolvan + Furfurol- (1:1) und Neosolvan + Mittelöl-Gemische. Die Gemische wirkten 1 Stunde bei 80° auf Abschlamm ein, darauf wurde, wie üblich, filtriert. Die Mittelöl enthaltenden Gemische zeigten zwar gute Analysenwerte, hatten aber zu hohe Filtrationszeiten, um für spätere technische Zwecke in Frage zu kommen. Hierfür erwiesen sich in jeder Beziehung besonders günstig folgende Abschlamm-Lösungsmittelgemische:

- 1.) Abschlamm-Neosolvan 1 : 1
- 2.) " " " - Furfurol 1 : 1 : 1
- 3.) " " " " " 1 : 0,5 : 0,5

Die Filtrationszeiten betragen für

1.)	42 Sekunden
2.)	45 "
3.)	60 "

Die Ölausbeuten im Filtrat, das praktisch fasteifrei war, waren für

- |     |         |
|-----|---------|
| 1.) | 102,6 % |
| 2.) | 90,2 "  |
| 3.) | 82,2 "  |

Dabei muß folgendes berücksichtigt werden: Das sogenannte Benzollösliche des Abschlammes, auf das alle angegebenen Werte bezogen wurden, ist 78 %. Neosolvan löst aus dem Abschlamm 85 %, das 1:1-Gemisch Neosolvan-Furfurol löst dagegen nur 60 %. Unter diesen Umständen sind die Ölausbeuten unter 2.) und 3.) besonders günstig. Für eine genaue Bilanzierung wäre es selbstverständlich nötig, die für die einzelnen Lösungsmittel gültigen Zahlen zu Grunde zu legen. Im folgenden Bericht wurde der Übersichtlichkeit halber darauf verzichtet.

Die Asphaltwerte betragen für

1.)	77,1 %
2.)	102,7 "
3.)	101,3 "

Im lösungsmittelfreien Rückstand wurden folgende Werte erhalten



Festes	1.)	55,6	%
	2.)	73,7	"
	3.)	78,6	"
Öl	1.)	11,3	%
	2.)	14,6	"
	3.)	6,8	"
Asphalt	1.)	7,7	%
	2.)	15,4	"
	3.)	4,5	"

Beachtenswert ist, daß bei der höheren Abschlamm-Konzentration bei 3.) die Öl- und Asphaltwerte geringer sind als bei der niedrigeren von 2.).

Die angegebenen Lösungsmittel sind demnach geeignet für einen größeren Versuch.

Zusammenfassung und Schlussfolgerung.

Es wird gezeigt, daß ein Abschlamm gut und unter günstigen Ergebnissen zur Filtration gebracht werden kann, wenn er mit Neosolvan oder noch besser mit einem Neosolvan-Furfurol-1:1-Gemisch behandelt wird. Das Verdünnungsverhältnis Abschlamm zu Lösungsmittel beträgt 1:1. Die Filtrationszeiten liegen unter 1 Minute, die Öl- und Asphaltausbeuten liegen bei 90 %, der Rückstand ist pulvrig-körnig und trocken und enthält nur wenig Öl (bis ca. 10%). Die Versuche sollen unter Zugrundelegen genauer Werte einer Bilanzierung für technische Versuche unterzogen werden.

gez. Lemme  
Leonhardt.

Zurück an  
Vorzimmer Dr. Du Prier

10.11.1942

1 φ

35

10.11.1942

Ergebnisse der Klärfähigkeitsuntersuchungen an Rohölparaffin-  
Rückständen.

Zusammenfassung.

In der Besprechung am 28.10.1942 in Zürich wurde ein Programm für eine Reihe von Klärfähigkeitsuntersuchungen aufgestellt, die zum Klären einleiten und die Filterhilfe bei der Entschlackung von Rohölparaffin-Abstraktionsrückständen bezüglich der Fragen ausgearbeitet werden sollten. Dieses Programm ist durch die im Anhang beigefügten Versuchspläne konkretisiert. Die Versuche hatten folgende Ergebnisse:

Zusammenfassung.

Die Untersuchung der Rohölparaffinrückstände vom 20.10., 30.10., 1.11., 16.11., 23.11., 30.11.1942 und 11.1.1943 ergab, dass diese Rückstände durch verschiedene Destillationsverfahren von Rohölparaffinrückständen (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) sowie verschiedenen Rohölparaffinrückständen (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) sowie verschiedenen Rohölparaffinrückständen (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) gewonnen werden können. Die Rohölparaffinrückstände (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) weisen eine Destillationsrückstandszahl von 1 bis 10 auf. Die Rohölparaffinrückstände (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) weisen eine Destillationsrückstandszahl von 1 bis 10 auf. Die Rohölparaffinrückstände (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) weisen eine Destillationsrückstandszahl von 1 bis 10 auf.

Die Rohölparaffinrückstände vom 30.10.1942 wirken weitestgehend am besten. Die Rohölparaffinrückstände vom 11.1.1943 sind als 10%iger Destillationsrückstand weitestgehend weniger wirksam als die übrigen Rückstände, von denen 3% bis 3% die gleiche Wirkung (S<sub>170</sub> = 0, 100% bis 0,3300) ergeben, die 0,5% Filterhilfe A (Zusatz III). Die Rohölparaffinrückstände vom 3.11., 16.11. und 30.11.1942, 11.1.1943 bzw. 5,3%ige Destillationsrückstände sind, selbst eine 5%, 7% bzw. 10%ige Destillationsrückstandszahl, als sich unter Zugabe einer Paraffinausbeute von 44% und einer Filterhilfemenge von 0,5% in ETK-Abstraktionsrückstand bei der Paraffinabstraktion, aus dem Rohölparaffinrückstand, errechnet (vgl. hierzu Tabelle I, Zeichnungen II-IV).

Es wurde festgestellt, dass bereits verwendete Filterhilfe A beim Abdestillieren des Paraffins nicht geschädigt wird, wenn das Paraffin in Vakuum (10 mm Hg) mit Wasserdampf bis 300° abdestilliert wird, dass eine geringe Schädigung eintritt, wenn das Paraffin in Vakuum (10 mm Hg) bis 300° abdestilliert wird, dass eine Schädigung eintritt, wenn das Paraffin in Vakuum (30 bis 100 mm Hg) bis 410° abdestilliert wird und das die Filterhilfe A praktisch wirkungslos wird, wenn das Paraffin nach dem Abdestillieren bis 410° noch dreimal erneuert abdestilliert und wieder abdestilliert wird (vgl. Tabelle III).

Durch schonendes Abdestillieren des Paraffins kann also die Filterhilfe A vor Schädigung bewahrt werden.

Weiterhin ergibt Vergleichsversuche mit Filterhilfe A, dass die Herstellung mit Filterhilfe A besserer Ergebnisse ist, als die Herstellung mit Filterhilfe B, die gleiche Wirksamkeit als Filterhilfe A hat.

345

Aluminiumchloridstand erwies sich als unwirksam. Dagegen wirkte 2% Lütke-Dorfer und in Lu hergestellter Asphalt und Hienagender Öl hinsichtlich der Paraffinqualität etwa ebenso wie 0,5% Filterhilfe A; das Öl enthält geringe Mengen von Asphaltanteilen (vgl. Tabelle II).

Experimenteller Teil.

I. Untersuchung der von Seite übersandten Rückstandsparaffine auf ihre Wirksamkeit als Filterhilfe.

Als Ausgangsmaterial diente das Produkt aus Kesselwagen 577 126 (Schmelzpunkt  $44^{\circ}\text{C}$   $d_{70} = 0,837$ , Paraffingehalt nach Holde 37,8 Gew.-%). Es wurden jeweils 400 g mit 1600 cm<sup>3</sup> Propan auf  $70^{\circ}$  erwärmt, im Lauf einer Stunde auf  $-40^{\circ}$  gekühlt. Nach dem Filtrieren unter 0,2 atm Stickstoffdruck wurde Kuchenstärke und Schmelzpunkt bestimmt, das Paraffin nochmals mit 1600 cm<sup>3</sup> Propan angemischt, 10 Minuten lang bei  $-40^{\circ}$  gerührt und durch ein frisches Filter filtriert.

Es wurden so folgende Rückstandsparaffine geprüft:

Rückstandsparaffin vom	% des Rohparaffins	Schmelzpunkt	$d_{110}$	$d_{100}$	$d_{90}$	$d_{80}$	$d_{70}$
20.10.42	?	$64^{\circ}$	0,7675	0,773	0,779	0,784	0,7895
30.10.42	?	$58^{\circ}$	0,7645	0,770	0,775	0,781	0,7865
9.11.42	4,2	$70^{\circ}$	0,785	0,790	0,795	0,800	0,805
16.11.42	4,6	$70^{\circ}$	0,7925	0,797	0,8015	0,806	0,8105
23.11.42	?	$71^{\circ}$	0,800	0,805	0,812	0,8175	0,8235
30.11.42	5,9	$68^{\circ}$	0,807	0,811	0,817	0,8215	0,8265
11.1.43	10	$70,5^{\circ}$	0,806	0,812	0,818	0,824	0,830

Die experimentell bestimmten Werte für  $d_{30}$ ,  $d_{40}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{60}$ ,  $d_{70}$  und  $d_{110}$  sowie die daraus errechneten Werte für  $d_{100}$  sind in der Zeichnung I dargestellt.

Auffallend an den Rückstandsparaffine ist ihr zunehmendes spezifisches Gewicht; es steigt von  $d_{70} = 0,7865$  (Rü-Par. vom 20.10.42) bzw.  $d_{70} = 0,7895$  (Rü-Par. vom 30.10.42) bis  $d_{70} = 0,8300$  (Rü-Par. vom 11.1.43). Die Schmelzpunkte steigen von etwa  $60^{\circ}$  auf etwa  $70^{\circ}$ . Dies läßt vermuten, daß sich im Rückstand hochmolekulare Paraffine, vielleicht auch nicht völlig hydrierte und montanwachsähnliche Stoffe anreichern. Um zu verhindern, daß diese schweren Produkte auch ins Destillatparaffin gelangen, wäre es notwendig, mindestens die gleiche Menge, die man als Rückstand zurückführt, aus dem Kreislauf abzuzweigen und in die Hydrierung zurückzugeben.

Die Ergebnisse der Entparaffinierungsversuche mit den oben aufgeführten Rückstandsparaffinen als Filterhilfeszusatz sind aus Tab. I zu ersehen. Die spezifischen Gewichte der erhaltenen Paraffine ( $d_{70}$ ) sind in Zeichnung II in Abhängigkeit von der Menge der zugesetzten

Rückstandsparaffine graphisch dargestellt. Bei Steigerung der Zusatzmenge von 1 auf 3 %, bei dem Rückstandsparaffin vom 11.1.45 von 3 % auf 5 %, fällt das spezifische Gewicht, bei weiterer Steigerung (auf 5 % bzw. 10 %) steigt es bei den Rückstandsparaffinen vom 9.11.42, 23.1 und 30.11.1942 und 11.1.1943 wieder an, was auf das hohe spezifische Gewicht dieser Stoffe zurückzuführen ist.

Berechnet man aus gefundenen spezifischen Gewichten die spezifischen Gewichte des auf den TTH-Abstreifer-Rückstand stammenden Paraffins unter rechnerischer Ausschaltung des Einflusses, den das zugesetzte Rückstandsparaffin auf das spez. Gewicht ausübt, so erhält man die in Zeichnung III dargestellten Werte. Aus diesen Werten lässt sich der Ölgehalt der Paraffine ableiten (Hüheres siehe unten). In Zeichnung IV ist der so errechnete Ölgehalt, bezogen auf das gesamte abgeschiedene Paraffin, in Abhängigkeit von der Menge der zugesetzten Rückstandsparaffine dargestellt (vgl. vorletzte Spalte der Tabelle I).

Die Rückstandsparaffine sind sehr verschieden stark wirksam. Am Schwächsten wirkt das Rückstandsparaffin vom 30.10.1942, das auch bei 5 %igen oder 10 %igen Zusatz keine einigermaßen befriedigenden Ergebnisse liefert. Das Rückstandsparaffin vom 11.1.45, das ein etwa 10 %iger Destillationsrückstand ist und daher verhältnismäßig wenig Filterhilfe enthält, wirkt dementsprechend schwächer als die übrigen geprüften Rückstandsparaffine.

Der Unterschied in der Wirkung der übrigen geprüften Rückstandsparaffine ist gering, sie ergeben, in einer Menge von 3 % zugesetzt, Paraffine mit einem Ölgehalt von 10 bis 11 % und  $d_{70}$  von 0,791 bis 0,7835 (Zeichnungen II und IV); in einer Menge von 5 % zugesetzt liefern sie Paraffine mit etwa 8 bis 10 % Öl ( $d_{70}$  von 0,7815 bis 0,78). Der Zusatz von mehr als 3 % bringt somit bei diesen Rückstandsparaffinen keine wesentliche Verbesserung mit sich.

Für die Feststellung, ob die Filterhilfe in den Rückstandsparaffinen an Wirksamkeit eingebüßt hat, ist zu berücksichtigen, auf wieviel % die Rückstandsparaffine destilliert sind. Nach den Angaben von Zeitz ist

das Rückstandsparaffin vom	9.11.42	ein	4,2 %iger
"	"	"	4,6 %iger
"	30.11.42	"	5,9 %iger
und "	"	"	11. 1.45 " etwa 10 %iger

Destillationsrückstand. Unter Zugrundelegung einer Ausbeute von 44 % Paraffin und einer Filterhilmfemenge von 0,5 % im TTH-Abstreiferrückstand müste das Rückstandsparaffin vom 9.11.42 etwa 27 % Filterhilfe, das Rückstandsparaffin vom 16.11.42 etwa 25 % und das Rückstandsparaffin vom 30.11.42 etwa 19 % und das Rückstandsparaffin vom 11. 1.43 etwa 11 % Filterhilfe enthalten.

Mit 0,5 % Filterhilfe A wird unter den gleichen Arbeitsbedingungen ein Paraffin von  $d_{70} = 0,781$  erhalten, was einer Dichte bei 70° von 0,780 für filterhilfreies Paraffin entspricht (vgl. Zeichnung VI). Da von den drei erstgenannten Rückstandsparaffinen, wie aus Zeichnung III zu entnehmen ist, etwa 3 %, 3,5 % bzw. 4 % benötigt werden, um  $d_{70} = 0,780$  zu erreichen, 1,35 %, 2 % bzw. 2,6 % auf Grund der oben angegebenen Daten aber hierfür ausreichen sollten, ergibt sich, daß diese Rückstandsparaffine um etwa 33 %, 47 % bzw. 55 % weniger wirksam

sind, als sich errechnet. Die nicht befriedigende Qualität des Zeitzer Paraffins dürfte also zum mindesten teilweise auf eine Schädigung der Filterhilfe zurückzuführen sein.

Mit dem 10 %igen Rückstandsparaffin vom 11.1.1945 läßt sich die gleiche Wirkung wie mit 0,5 % Filterhilfe A nicht erreichen. 5 % dieses Rückstandsparaffins kommen aber in ihrer Wirkung dieser Menge Filterhilfe A nahe ( $d_{70} = 0,781$  statt 0,730); größere Mengen dieses Rückstandsparaffins ergeben keine Verbesserung.

Es wurde der Paraffingehalt nach Holde in einem Öl von der Dichte bei 70° von 0,884 bestimmt (2%), das aus einem unter Zusatz von 0,5 % Filterhilfe A mit TTH-Abstreiferückstand aufgeführten Entparaffinierungsversuch stammte, sowie der Reinparaffingehalt des entsprechenden Paraffins von  $d_{70} = 0,781$  (89,7%). Nach Umrechnung dieser Werte auf Volumprozent (2,3 Vol.% Paraffin im Öl, 90,8 Vol.% Reinparaffin im Paraffin wurde eine Gerade festgelegt, die durch diese Werte bestimmt ist (Zeichnung V, unten). Der untere Teil dieser Geraden ist in der gleichen Zeichnung oben nochmals im vergrößerten Maßstab gezeichnet. Diese Gerade ermöglicht eine annäherungsweise Ableitung des Ölgehaltes der Paraffine bzw. des Paraffingehaltes der Öle, die aus dem TTH-Abstreiferückstand durch Entparaffinierung mit Propan hergestellt sind. Die abgelesenen Werte sind Volumenprozent.

Bei der Festlegung des unteren Wertes wurde statt 0,781 der korrigierte Wert von 0,730 für Filterhilfefreies Paraffin zu Grunde gelegt, da 1 % Filterhilfe A den Wert für  $d_{70}$  um nahezu 0,001 erhöht (vgl. Zeichnung VI).

Wie aus der letzten Spalte der Tabelle I zu erschen ist, stimmen die bei zwei-Kont. Bestimmungen nach Holde erhaltenen Werte in guter Annäherung mit den entsprechenden Werten überein, die sich mit Hilfe der Geraden graphisch bestimmen lassen. Die Brauchbarkeit der Geraden wird auch dadurch erwiesen, daß der aus ihr ermittelte Paraffingehalt des TTH-Abstreifer-Rückstandes ( $d_{70} = 0,337$  entspricht 42,5 Vol.% = 59,2 Gew.% Paraffin) mit dem Paraffingehalt nach Holde von 57,8 % verhältnismäßig gut übereinstimmt, obschon dieser Punkt weit vom unteren Teil entfernt liegt, der für die Bestimmung kleinerer Ölgehalte im Paraffin in Frage kommt.

## II. Untersuchungen über die Beständigkeit gebrauchter Filterhilfe A

### Beim Abdestillieren des Paraffins.

Ferner wurde die Wirksamkeit von Filterhilfe A, die bereits in Entparaffinierungsversuche verwendet worden war, nach dem Abdestillieren des Paraffins unter verschiedenen Bedingungen untersucht. Es wurde jeweils die aus einem Versuch erhaltene, die Filterhilfe enthaltende Paraffinmenge auf etwa 5 % Rückstand destilliert; der Rückstand wurde als Filterhilfesatz für einen neuen Kippfilterversuch benutzt. Die Ergebnisse sind in Tabelle III zusammengestellt. Daraus ergibt sich, daß die Filterhilfe teilweise zerstört wird, wenn man das Paraffin bei Temperaturen bis 410° im schwachen Vakuum (80-100 mm Hg) abdestilliert; (Vers. 2) unterwirft man die gleiche Filterhilfe 4 mal einer solchen Destillation, indem man das abdestillierte Paraffin noch dreimal zurückgibt und erneut unter den angegebenen Bedingungen abdestilliert, so ist die Filterhilfe unwirksam geworden (Vers. 1). Diese Verhältnisse können der Zeitzer Arbeitsweise nahe, da die Filterhilfe dort im Kreislauf geführt wird und daher mehrfach solchen Destillationsbedingungen ausgesetzt wird.

Bei vorsichtiger Vakuumdestillation bei Temperaturen bis 360° tritt nur eine geringe Schädigung der Filterhilfe ein (Vers. 4). Destilliert man das Paraffin im Vakuum mit Wasserdampf bei Temperaturen bis 300° ab, so findet keine Schädigung statt (Vers. 5).

III. Untersuchung anderer Zusätze auf ihre Wirksamkeit als Filterhilfe

Es wurden ferner Entparaffinierungsversuche mit anderen Filterhilfeszusätzen gemacht, wobei die Arbeitsweise die gleiche war, wie unter I angegeben. Bei einem Versuch mit Oppauer "Aluminiumchlorid-rückstand" (von Herrn Dr. Heunecke) erwies sich die Unwirksamkeit dieses Mittels als Filterhilfe (Siehe Tabelle II).

Weiter wurden Versuche mit einem in Lu aus Nienhagener Öl erhaltenen Propanasphalt (aus Versuch 59), der einen Erweichungspunkt von 67° und ein spezifisches Gewicht bei 20° von 1,036 hat, sowie mit Lützkendorfer Propanasphalt (E.P. 57°, spez. Gew. bei 20° 1,025) ausgeführt. Die Einzelheiten dieser Versuche sind in Tabelle II angegeben.

Aus der Zusammenstellung auf Seite 6 ergibt sich, daß bei einem Zusatz von 2 % diese Asphalt Paraffin von  $d_{70} = 0,7805$  bzw. 0,7795 (asphaltfrei gerechnet) liefert, also etwa die gleiche Wirkung haben, wie 0,5 % Filterhilfe A. Die Werte in Spalte 11 sind in der Weise berechnet, daß auf 1 % im Paraffin enthaltenen Asphalt 0,0015 von dem gefundenen Wert für  $d_{70}$  (Spalte 10) abgezogen wurde. Dieser Korrekturwert wurde experimentell bestimmt vgl. Zeichnung VI. Die Paraffinausbeuten in Spalte 8 wurden nach der Formel

$$\text{Vol. \% Paraffin} = \frac{d_{70} \text{ Öl} - d_{70} \text{ Ausgangsstoff}}{d_{70} \text{ Öl} - d_{70} \text{ Paraffin}}$$

und durch Umrechnung in Gewichtsprocente berechnet. Berücksichtigt ist in der Zusammenstellung, daß bei den Versuchen mit mehr als 0,5 % Asphalt sich merkliche Mengen von Asphaltanteilen im Öl lösen, was aus dem um 0,001 erhöhten Wert für  $d_{70}$  des Öls zu erkennen ist (0,885 statt 0,884, Spalte 4); diese Erhöhung entspricht, wie festgestellt wurde, einem Gehalt des Öls an Asphaltanteilen von 0,9 % und, da etwa 55 % Öl, berechnet auf TTH-Abstreiferrückstand erhalten werden, 0,5 % bez. auf TTH-Abstreiferrückstand.

Wir beabsichtigen, im Hinblick auf diese günstigen Ergebnisse im Kippfilter einige Drehfilterversuche mit Asphalt als Filterhilfe durchzuführen. Die Untersuchungen mit anderen Asphalten, insbesondere arteiligen, sind noch im Gange.

In die Tabelle II sind ferner einige Versuche mit Filterhilfe A aufgenommen, aus denen hervorgeht, daß Filterhilfe A neue Qualität praktisch zum gleichen Ergebnis führt wie die alte Qualität, und die bekannte Tatsache bestätigt wird, daß 0,5 % erforderlich sind, um gutes Paraffin zu erhalten.

Über die Versuche mit Lützkendorfer Petrolatum als Filterhilfeszusatz wird in Kürze noch berichtet.

gez. Engel  
" Eisenhut

Verzeichnis der ...

	170	170	170	170	170	170	170	170	170	170
	170	170	170	170	170	170	170	170	170	170
Asyls ...	0,5	1,005	0,995	0	0,5	45,5	48,5	1	0,785	0,785
"	1	"	0,995	0,5	0,5	45,5	48,5	1	0,785	0,785
"	1,5	"	0,995	0,5	1	45	48,5	2	0,785	0,785
"	2	"	0,995	0,5	1,5	44	42,5	3	0,785	0,785
Waldenauer	1,5	0,995	0,995	0,5	2	46	44,5	2	0,785	0,785
"	2	"	0,995	0,5	1,5	44,5	42	3	0,785	0,785
B ...	2			5		7	8	9	20	21

Verzeichnis wie in Tabelle I.

Tabelle I.

Paraffin														Berechnetes Paraffin (Gew. % 1)									
Datum	Ist an- festige auf %	Abstr. %	Abstr. Ra. %	Filtrier- zeit (Sek)	Öl. Ger. auf mm-Abstr. Ra.	1. Stufe	2. Stufe	d <sub>70</sub> des Öls aus	Stöckpt. des Öls aus	1. Stufe	2. Stufe	Kuchendicke - in mm	Schmelzpt. 1. Stufe	2. Stufe	Insges. abge- schiedenes Pa- raffin in % d. anger. TTH-Ab- str. Ru.	Vorige Spalte minus angesetztes Ru. Pa.	Berechnetes Paraffin (Gew. % 1)	d <sub>70</sub> des Paraffins	d. d. Par. unter d. zugef. Ru. Paraffine	Vol. % Öl im neuv. Paraff. aus voriger Spalte siehe Zeile V	Gew. % Öl im Paraff. aus vo- riger Spalte	Gew. % Öl in ges. Pa- raffin einschl. zugef. Ru. Pa. ber. a. vor. Sp.	Gew. % Öl in ges. Pa- raffin Holds
20.10.42	-	0,7595	1	210	95	45	10	0,885	-10	-2	50	41	50°	53°	44,5	43,5	45	0,785	0,785	13,4	15,2	14,9	
"	"	"	2	90	60	48	7	0,8835	-11	+3	32	30	51°	54°	46,5	43,5	42,5	0,782	0,781	10,1	11,5	10,8	
"	"	"	3	100	50	51	5	0,884	-10	0	32	28	52,5°	54°	45,5	41,3	42	0,7815	0,780	9,2	10,5	9,5	
30.10.42	-	0,7740	1	135	95	39	11,5	0,885	-11	-3	54	50	51°	53°	49	48	47	0,783	0,788	15,9	17,9	17,5	
"	"	"	2	105	95	42	11,8	0,8835	-10	-2	37	31	50°	54°	47,5	44,5	45	0,786	0,786	14,2	16	15,0	
"	"	"	3	100	80	46	9	0,8835	-10	0	45	41	51°	54°	50	45	43,7	0,784	0,784	12,6	14,3	12,9	12,2
"	"	"	4	90	35	49	6	0,884	-11	-	35	32	52°	55°	53	43	44	0,784	0,784	12,6	14,3	11,7	
11.11.42	4,2	0,800	1	110	100	44	11	0,884	-10	-3	55	50	49°	53°	47,2	46,2	45	0,7875	0,787	15	16,9	16,6	
"	"	"	2	155	120	30,5	6	0,8835	-9	0	34	33	52°	55°	44,2	42,2	42,7	0,7825	0,7815	10,5	11,9	11,4	
"	"	"	3	100	70	52	5	0,884	-10	+4	30	28	52°	55°	45,2	42,2	43	0,781	0,780	9,2	10,5	9,8	
"	"	"	4	100	30	50,5	5	0,883	-11	+4	27	25	52,5°	55°	47,2	42,2	42,5	0,782	0,780	9,2	10,5	9,4	
10.11.42	4,5	0,810	1	130	90	45	10,5	0,885	-11	-3	52	50	49,5°	53°	45,7	44,7	45	0,786	0,785	13,4	15,2	14,9	13,3
"	"	"	2	95	98	47,5	7,5	0,884	-9	+1	27	25	51,4°	54,2°	47,5	44,5	42,5	0,7825	0,781	10,1	11,5	10,8	
"	"	"	3	120	60	52	4	0,884	-	-	28	25	53°	54,5	46,9	41,9	41,5	0,782	0,779	8,4	9,6	8,6	
27.11.42	-	0,822	1	150	140	36	16	0,884	-11,5	-6	52	50	48°	53°	49,5	48,5	45,5	0,788	0,787	15	16,9	16,6	
"	"	"	2	120	90	51	5	0,884	-11	+3	30	28	51,4°	53,6°	45,5	42,5	42,5	0,782	0,780	9,2	10,5	9,8	
"	"	"	3	125	95	32	4,5	0,882	-8	-	28	26	55,5°	56°	47,3	42,3	41	0,7845	0,780	9,2	10,5	9,4	
10.11.42	5,9	0,8285	1	150	110	40	11	0,885	-11	-2	52	50	50°	54°	47,2	46,2	45,5	0,787	0,786	14,2	16	15,6	
"	"	"	2	150	120	43,8	7,8	0,884	-11	+1	37	33	51,5°	54°	46	43	42,8	0,7835	0,7815	10,5	11,9	11,2	
"	"	"	3	120	80	51	6	0,884	-	-	32	28	52°	54°	45	40	41,5	0,784	0,779	8,4	9,6	8,6	
11.1.43	etwa 10	0,830	3	120	55	39	13	0,884	-	-	62	58	48	52	49,2	46,2	46,7	0,792	0,789	16,8	18,9	17,8	
"	"	"	5	100	60	46	8	0,884	-16	-1	35	35	56,8	57,5	47,5	42,5	42,5	0,786	0,781	10,1	11,5	10,3	
"	"	"	10	150	50	48	6	0,884	-11	-1	35	35	51,5	61,8	54	44	43	0,791	0,782	11	12,5	10,2	

1) Berechnet nach der Formel  $\text{Vol. \% Paraffin} = \frac{d_{70} \text{ Öl} - d_{70} \text{ Ausgangsstoff (TTH-Abstr. Ru.)}}{d_{70} \text{ Öl} - d_{70} \text{ Paraffin}}$   
 und umgekehrt in Gew.%. Für d<sub>70</sub> wurden die Werte für das Öl aus der 1. Stufe zu Grunde gelegt, die sich kaum von den Werten für das gesamte erhaltene Öl unterscheiden.



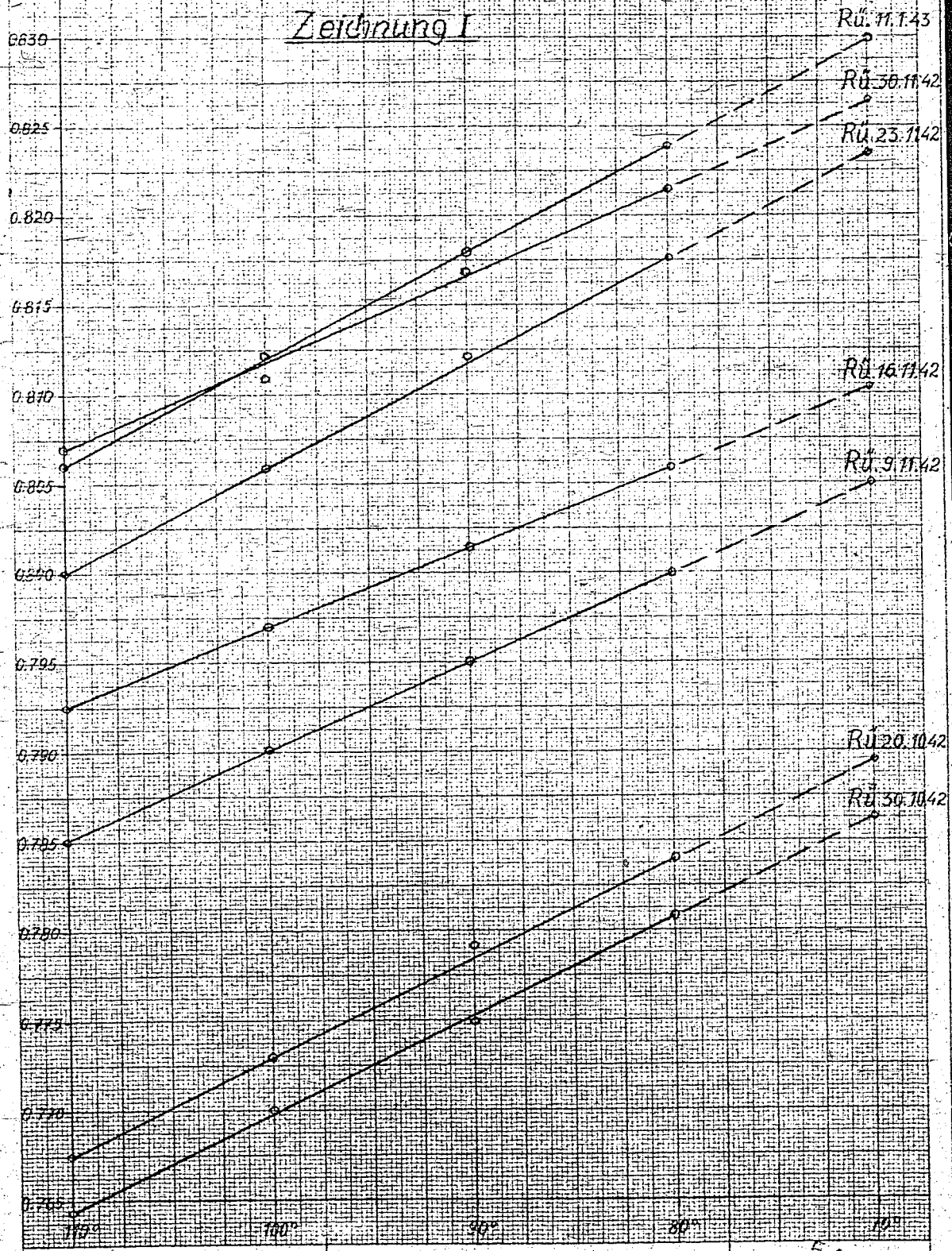
Tabelle II.

Filterhilfezusatz Art	Menge % des TTH- Abstr.Rh.	Filtrierzeit in Sekunden		% Öl aus		d <sub>70</sub> des Öls aus	Stockpunkt des Öls aus		Kuchendicke in mm		Schmelzpunkt Paraffin				% Paraffin ein- schließl. Filter- hilfezusatz
		1. Stufe	2. Stufe	1. Stufe	2. Stufe		1. Stufe	2. Stufe	1. Stufe	2. Stufe	1. Stufe	2. Stufe	d <sub>70</sub> des Paraffins aus Stufe?	Paraffin insgesamt	
Asphalt aus Vers. 59	0,5	330	300	36,3	16,3	0,884	-10	-8	58	55	50	52	0,792	182	45,5
"	1	180	120	41	12,5	0,885	-11	-1	40	38	48,5	53,5	0,786	185	46,2
"	1,5	360	-	47,5	6,5	0,885	-10	-2,5	32	30	50,5	54	0,786	180	45
"	2	200	70	48	7,5	0,885	-12	+2	30	28	51,4	54	0,785	176	44
Lützendorfer Asphalt	1,5	65	35	47	7,3	0,885	-11	-2,5	45	40	-	53,5	0,788	185	46
"	2	100	90	52	6,3	0,885	-15	+5	33	28	51,6	53,8	0,784	178	44,5
ALF-Rückstand Oppau	1,5	100	240	27,3	20	0,886	-13	-6	70	70	46,5	51	0,797	212	53
Filterb.A alte Qualität	0,5	90	70	48,3	6	0,884	-9	0	33	31	53	54	0,781	174	43,5
Filterb.A neue Qualität	0,1	285	240	45,3	8,3	0,884	-10	+1	50	50	50,5	53,5	0,785	184	46
	0,3	240	120	45,3	8	0,8845	-9,5	+3	50	50	51	53,5	0,7855	187	46,8
	0,5	105	80	50,3	5,5	0,884	-9	+4	28	27	51,4	53,6	0,781	175	43,8

Tabelle III.

Nr.	Filterhilfeszusatz Vorbehandlung	angewandte Menge in % des TH- Abstr.Rü.	enthielt vor der Vorbehandlg. % Filterh.A. ber.auf TH	% Öl aus		O e l		Stockpunkt des		P a r a f f i n				Menge %	d <sub>70</sub> des Paraffins 2. aus Stufe	Verwendeter TH-Abstr. Rü aus
				1. Stufe	2. Stufe	d <sub>70</sub> des Öls aus	1. Stufe	2. Stufe	Kuchendicke in mm		Schmelzpunkt					
										1. Stufe	2. Stufe	1. Stufe	2. Stufe			
1	Paraffin 4mal auf 410 im Vak. abdestilliert	2	0,5	37	13	0,821	-16	- 5	70	68	47	51,5	52	0,795	Kesselwg. 577 126	
2	Paraffin 1mal auf 410 im Vak. abdestilliert	2	0,5	38	18	0,832	-14	- 7	52	40	50,3	53,5	46,5	0,785	"	
3	frische Filterhilfe A, nicht vorbehandelt	0,5	0,5	50	6	0,884	- 9	- 4	28	27	51,4	53,6	43,8	0,781	"	
4	Paraffin im Vak. auf 360° abdestilliert	3	0,5	52	7	0,876	-13	-	24	22	52	53,5	44,5	0,783	Kesselwg. 577 100	
5	Paraffin im Vak. mit Wasserdampf auf 300° abdestilliert	2	0,5	55	4	0,870	- 5	-	25	24	54,2	54,5	42,5	0,781	"	
6	frische Filterhilfe A, nicht vorbehandelt	0,5	0,5	55	3	0,871	- 6	-	27	22	51	52,4	43	0,781	"	

# Zeichnung I



IG. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

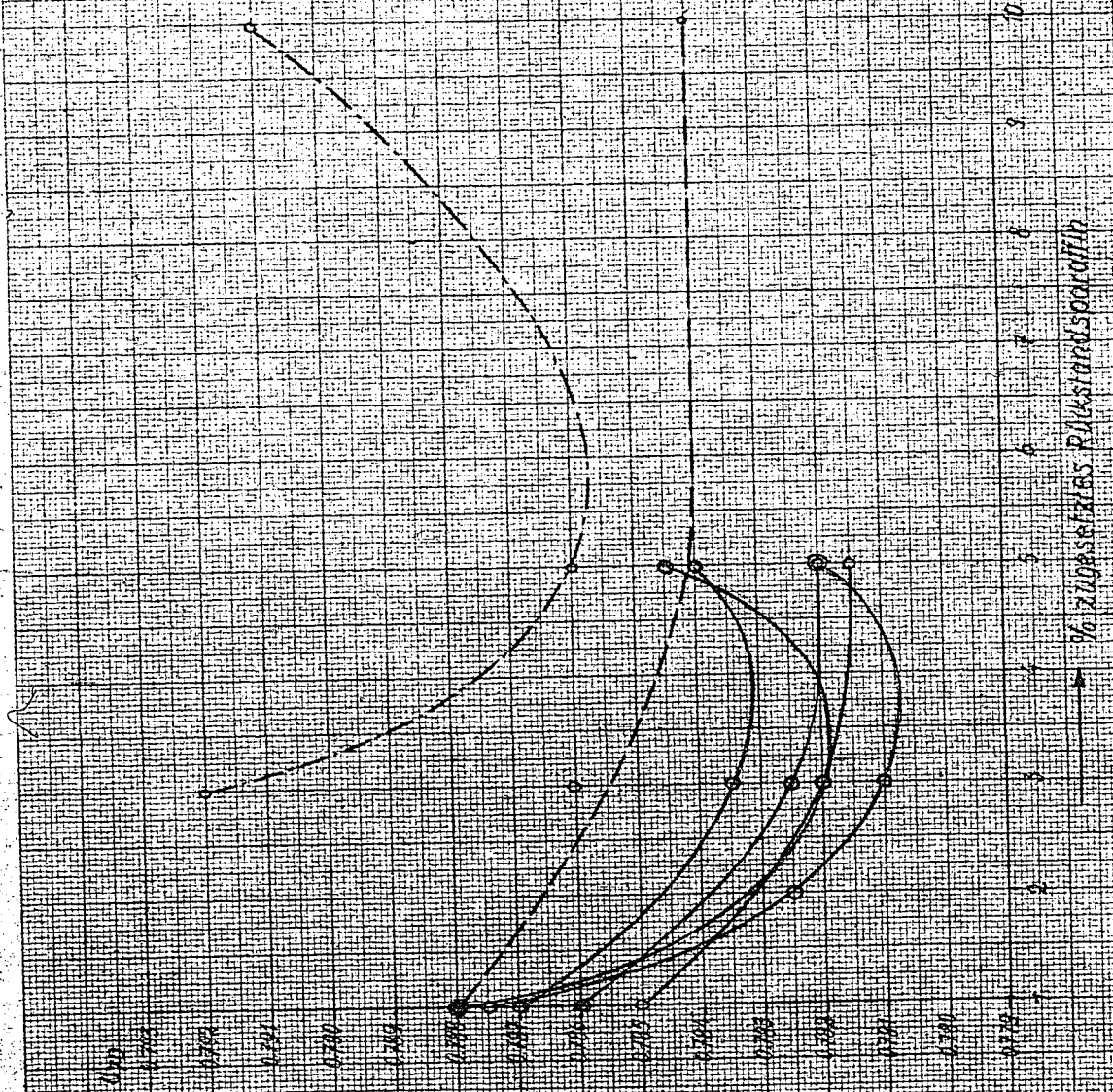
DIN - Format A4 T (210 X 297 mm)

540

Zeichnung II.

Rückstandsparaffin vom 20.10.1942

"	30.10.1942
"	9.11.1942
"	16.11.1942
"	25.11.1942
"	30.11.1942
"	1.12.1942

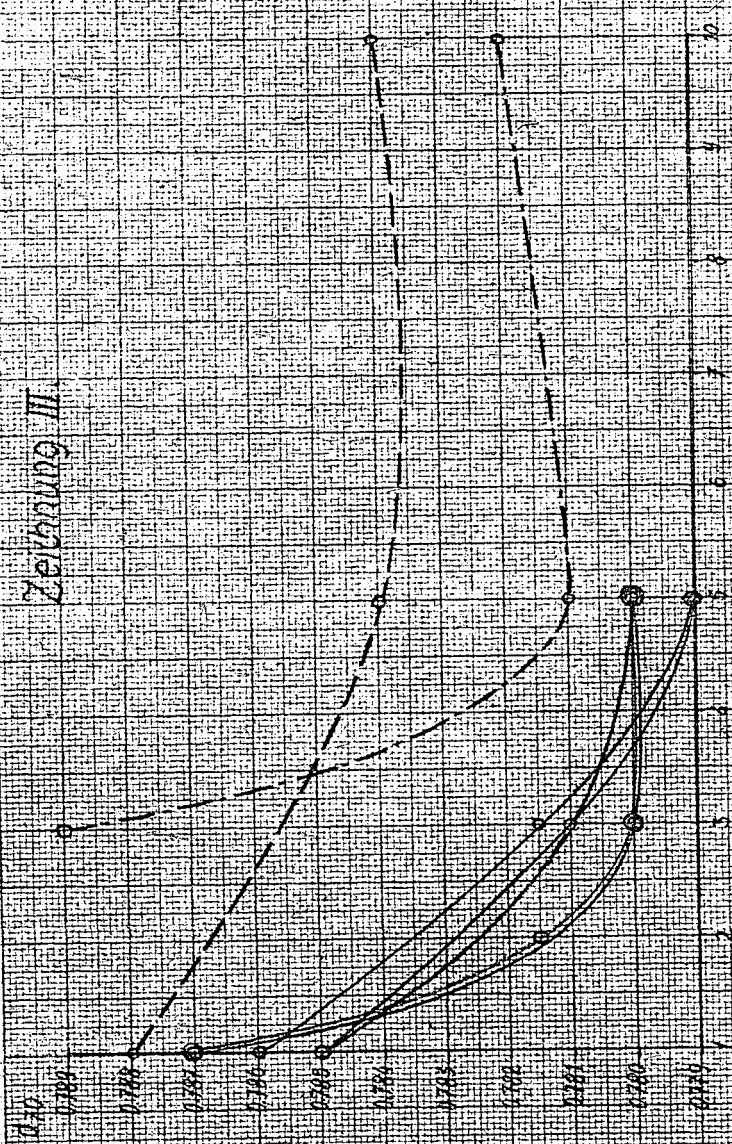


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A4 T (210 X 297 mm)

550

Zählung II



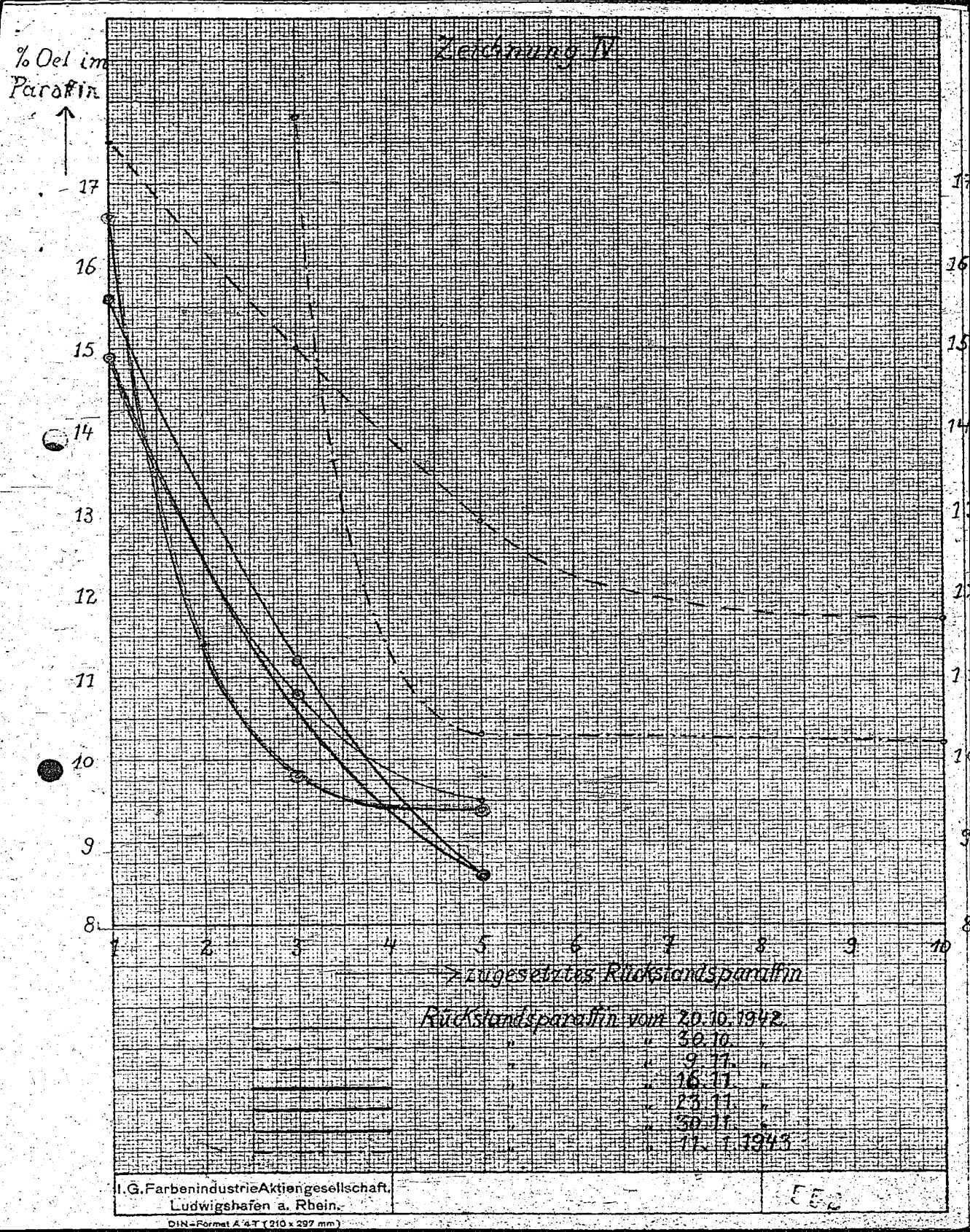
% zugehöriges Rückstandspausen

Rückstandspausen vom	zum
1.10.1930	1.10.1931
1.10.1931	1.10.1932
1.10.1932	1.10.1933
1.10.1933	1.10.1934
1.10.1934	1.10.1935
1.10.1935	1.10.1936
1.10.1936	1.10.1937
1.10.1937	1.10.1938
1.10.1938	1.10.1939
1.10.1939	1.10.1940
1.10.1940	1.10.1941
1.10.1941	1.10.1942
1.10.1942	1.10.1943

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

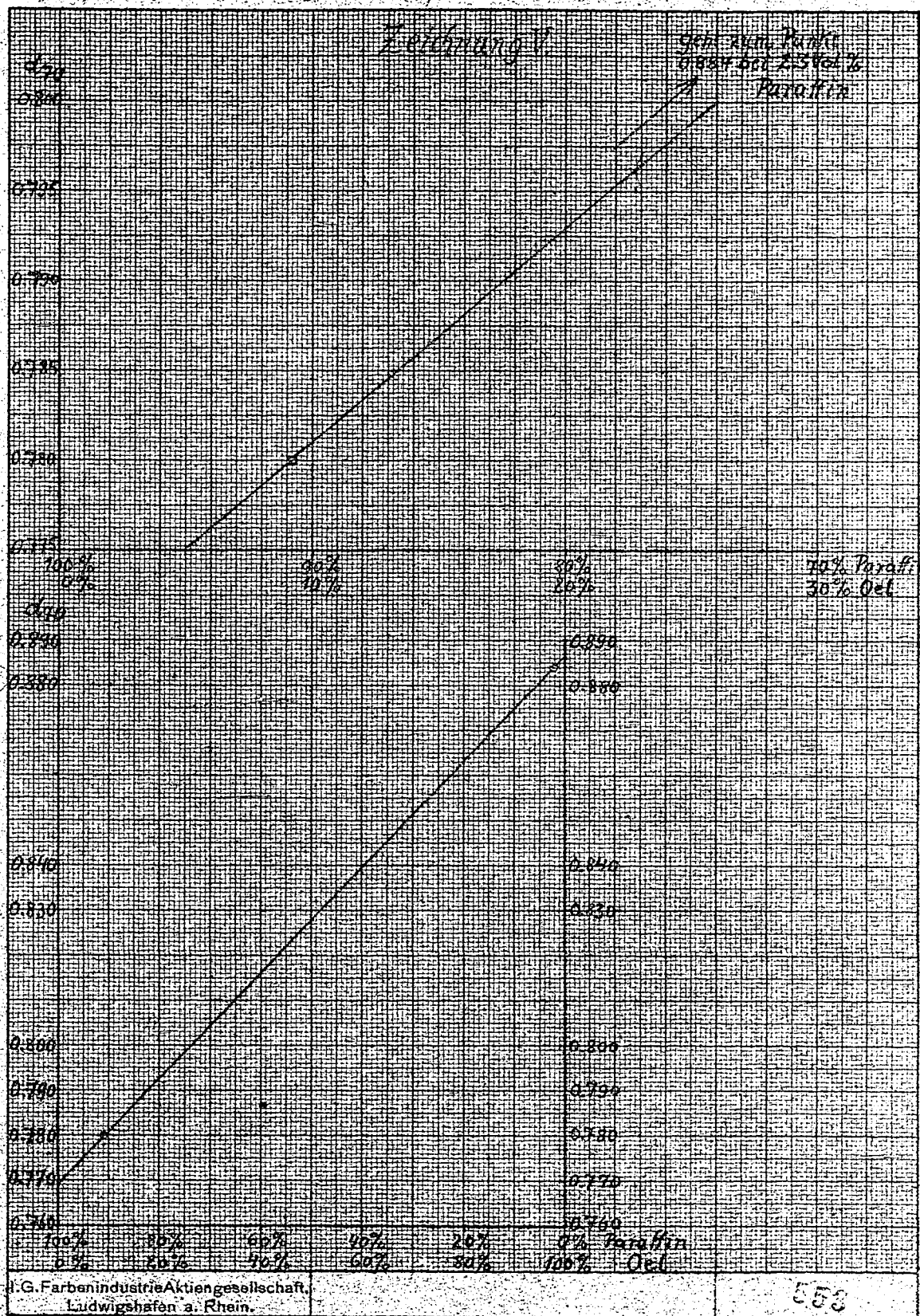
DIN Form AAT (210 X 297 mm)

CT  
CT



# Zeichnung V

50% Paraffin  
50% Öl  
Paraffin

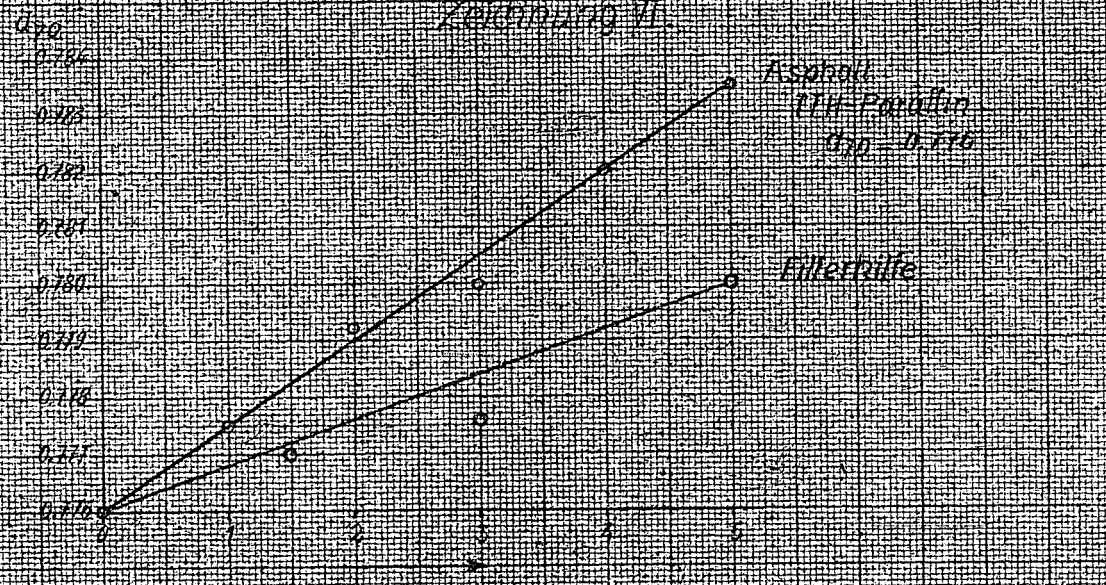


J.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)

IG-Farbenindustrieholding AG  
Ludwigshafen a. Rhein.  
DIN Form A5 (148x210 mm)

### Zeichnung II.



% Zusatzel. Proportionszahl aus Versuchs  
59 bzw. Filterhilfe A neue Qualität



21. April 1945 2/Pe/

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Kippfilterversuche über die Entparaffinierung von  
in der Kleinapparatur hydrierten Bützkendorfer Pa-  
raffinat und Zeitzer TTH-Abstreiferrückstand.

In der Kippfilterapparatur wurden nach dem Propanverfahren Hydrier-  
produkte entparaffiniert, die aus Bützkendorfer Paraffinat (P 1522 von 1.7.1942) und aus Zeitzer TTH-Abstreiferrückstand  
(P 1561, Kesselwagen 577 126) in der Kleinapparatur hergestellt  
worden waren, und zwar nach Angabe der Herren Dr. Peters und Dr.  
Kesse unter folgenden Bedingungen:

Ausgangsstoff	Hydriertemperatur		Kataly- sator	Druck atm	Durch- satz	Gas x
	h	°C				
P 1561 (Zeitzer TTH- Abstr.-Rückst.)	19,5	386	DS76 Füllen	200	0,3	3
"	20,5	401	"	"	"	"
"	21,5	410	"	"	"	"
"	20	394	"	"	2	2,5
"	20	394	"	"	2	1,5
P 1522 v. 1.7.42 (Bützhnd. Par. Rückst.) + 0,4% CS <sub>2</sub>	14,5	308	"	"	0,3	3
"	15,5	324	"	"	"	"
"	16,5	340	"	"	"	"
"	17,5	355	"	"	"	"
"	18,5	371	"	"	"	"
"	19,5	386	"	"	"	"
"	20,5	401	"	"	"	"
"	21,5	410	"	"	"	"
"	22,5	425	"	"	"	"

x) gemessen mit Eisen-Konstantan-Thermo-Element Klemmstelle 40°C

Die Entparaffinierung erfolgte in allen Fällen durch Erhitzen von  
je 300 g des zu entparaffinierenden Materials, in dem 1,5 g =  
0,5 % Filterhilfe A in der Wärme gelöst worden war, zusammen mit  
600 g Propan in der Kippfilterapparatur auf 70°C, Abkühlen auf  
-40°C, Filtrieren unter 0,2 at Stickstoffdruck, Entnahme einer klei-  
nen Paraffinprobe (1-3 g), sofortiges Anmischen des übrigen Pa-  
raffins mit 600 g Propan, 10 Minuten langes Rühren bei -40°C und  
aberauliges Filtrieren bei 0,3 at Stickstoffdruck. Die Versuchs-  
ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Die Entparaffinierung sämtlicher untersuchter Produkte liess sich  
im Kippfilter gut durchführen. Die Filtrierzeiten lagen zwischen  
60 und 130 Sekunden entsprechend einer Filterleistung von 450  
bis 900 kg pro qm Filterfläche und Stunde. Die Filterkuchen waren  
18 bis 35 mm dick.

*Handwritten signature*

554

Die wichtigsten Eigenschaften der Entparaffinierungsprodukte aus den hydrierten Lützkendorfer Paraffingatschen sowie die erhaltenen Paraffinmengen sind in Tabelle 2 zusammengestellt und in Zeichnung 1 in Abhängigkeit von der Hydriertemperatur graphisch dargestellt. Wie sich aus dem oberen Teil der Zeichnung 1 ergibt, liegt die Paraffinmenge bei Hydriertemperaturen von 14,5 bis 20,5 Millivolt zwischen 44,6 und 49 Gewichts-% und fällt bei höheren Hydriertemperaturen ab. Die Schmelzpunkte der Paraffine der zweiten Stufe (nicht graphisch dargestellt) liegen bei Hydriertemperaturen von 14,5 bis 20,5 mV zwischen 56 und 57,4°C und fallen bei höheren Hydriertemperaturen ab. Die Schmelzpunkte der Paraffine der 1. Stufe liegen jeweils 1,5 bis 5° tiefer. Der untere Teil der Zeichnung 1 zeigt, daß mit steigender Hydriertemperatur das spezifische Gewicht ( $d_{20}^4$ ) des Ols (aus der 1. Stufe) stark, dasjenige des Paraffins (2. Stufe) schwach abfällt; bei den höheren Temperaturen wird der Abfall bei Öl und Paraffin stärker. Da das Spülparaffin (durch Ausspülen der Apparatur mit Benzol gewonnen) meist etwas höher spindelt als das Paraffin der 2. Stufe, liegt die  $d_{20}^4$ -Kurve für das Gesamtparaffin etwas höher als für das Paraffin der 2. Stufe. In der Zeichnung sind beide Kurven dargestellt.

Die wesentlichen Daten über die Entparaffinierung der Hydrierungsprodukte aus Zeitzer TTH-Abstreiferückstand und die entsprechenden graphischen Darstellungen sind in Tabelle 3 und Zeichnung 2 enthalten. In die Tabelle 3 sind auch die Angaben für nicht hydrierten Zeitzer TTH-Abstreiferückstand aufgenommen worden. Der Gang in der Änderung der Eigenschaften der Entparaffinierungsprodukte ist bei den drei bei 9,5, 20,5 und 21,5 mV unter sonst gleichen Bedingungen hydrierten Produkten nicht so deutlich zu erkennen wie bei den Hydrierprodukten aus Lützkendorfer Paraffingatsch. Das spezifische Gewicht ( $d_{20}^4$ ) des Paraffins der zweiten Stufe ist bei diesen drei Produkten 0,781 bei einem Schmelzpunkt von 51,8 bis 53° ( $d_{20}^4$  des Paraffins 2. Stufe aus unbehandeltem TTH-Abstreiferückstand 0,781 beim Schmelzpunkt 53,6°). Eine wesentliche Änderung in den Eigenschaften des Paraffins ist also nicht erzielt worden. Dagegen liegt die Paraffinmenge (48 bis 49,7 %) über der aus unbehandeltem TTH-Abstreiferückstand erhältlichen Menge (43,5%). Das Öl zeigt mit steigender Hydriertemperatur abnehmende Dichte ( $d_{20}^4$ : 0,8555 bis 0,836 gegen 0,834 bei nicht hydrierten TTH-Abstreiferückstand).

Schliesslich wurden noch zwei bei 20 mV bei höherem Durchsatz und geringerer Gasmenge hydrierte Produkte aus TTH-Abstreiferückstand entparaffiniert. Das Öl war spezifisch schwerer als bei den drei zuvor besprochenen Produkten; das Paraffin zeigte dagegen niedrigeres spezifisches Gewicht ( $d_{20}^4$ : 0,778 gegen 0,781). Die Paraffinausbeute lag bei 47,7 und 45,4 %.

Ob die Werte für die Paraffinmengen noch eine Änderung infolge verschieden hohen Gehalts der Paraffine an Reihparaffin erfahren, hängt von den Ergebnissen der Halde-Bestimmungen ab, die Herr Dr. Peters ausführt.

gez. Engel

Year	Month	Day	Time	Location	Temperature	Humidity	Wind	Clouds	Pressure	Notes
1953	10	20	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	21	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	22	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	23	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	24	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	25	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	26	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	27	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	28	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	29	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	30	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	10	31	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	01	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	02	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	03	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	04	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	05	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	06	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	07	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	08	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	09	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	10	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	11	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	12	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	13	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	14	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	15	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	16	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	17	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	18	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	19	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	20	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	21	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	22	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	23	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	24	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	25	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	26	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	27	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	28	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	29	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	11	30	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	01	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	02	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	03	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	04	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	05	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	06	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	07	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	08	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	09	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	10	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	11	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	12	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	13	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	14	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	15	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	16	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	17	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	18	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	19	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	20	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	21	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	22	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	23	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	24	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	25	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	26	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	27	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	28	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	29	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	30	08:00	...	...	...	...	...	...	...
1953	12	31	08:00	...	...	...	...	...	...	...

1953

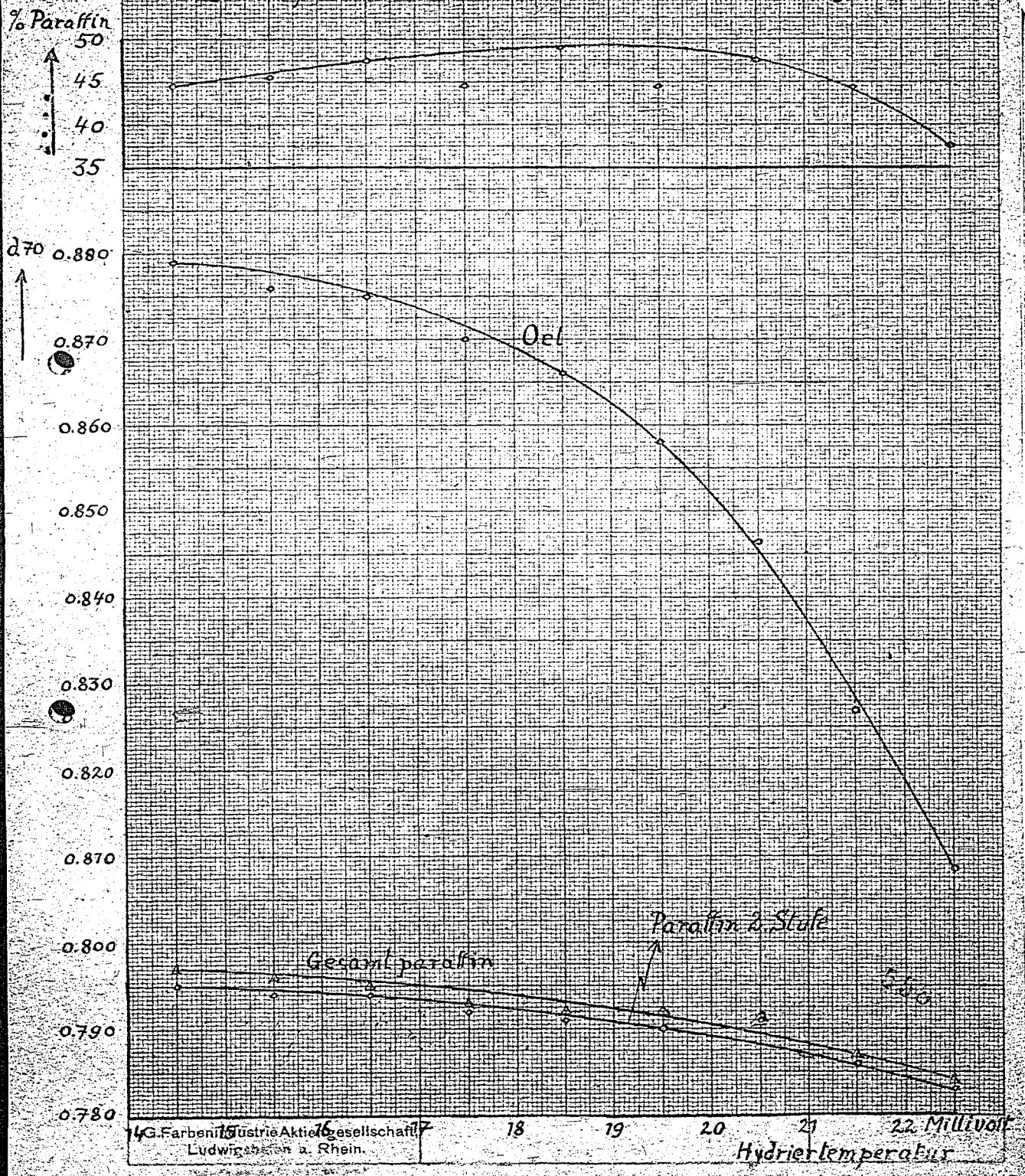
Table 2.

Wärmer- temperatur Millivolt	d. 70 01	d. 70 Pa- raffin S. 3. Stufe	d. 70 Se- rent- paraffin	% Gesamt- paraffin	Schmelz- punkt Pa- raffin S. 3. Stufe	Schmelz- punkt Pa- raffin S. 3. Stufe
24,5	0,878	0,795	0,797	44,8	55	56,5
25,5	0,878	0,794	0,798	45,4	55	57
26,5	0,875	0,794	0,798	46,7	54,5	57,4
27,5	0,870	0,792	0,798	44,3	54,6	56,5
28,5	0,868	0,791	0,798	49	53,5	56,2
29,5	0,868	0,790	0,798	44,3	55	57
20,5	0,8465	0,791	0,791	47,4	58	56
21,5	0,827	0,788	0,787	44,8	54,5	55
22,5	0,8008	0,782	0,784	37,7	52,5	54

Table 3.

Wärmer- temperatur Millivolt	d. 70 01	d. 70 Pa- raffin S. 3. Stufe	d. 70 Se- rent- paraffin	% Gesamt- paraffin	Schmelz- punkt Pa- raffin S. 3. Stufe	Schmelz- punkt Pa- raffin S. 3. Stufe
Hydriert	0,804	0,781	0,785	45,3	55	54
20,5	0,8558	0,781	0,788	40,8	48	48
21,5	0,846	0,782	0,787	48	48	48
22,5	0,855	0,781	0,783	49,7	47,0	41,8

Zeichnung 1  
Hydrierprodukte aus Lützkendorfer Paraffingatsch

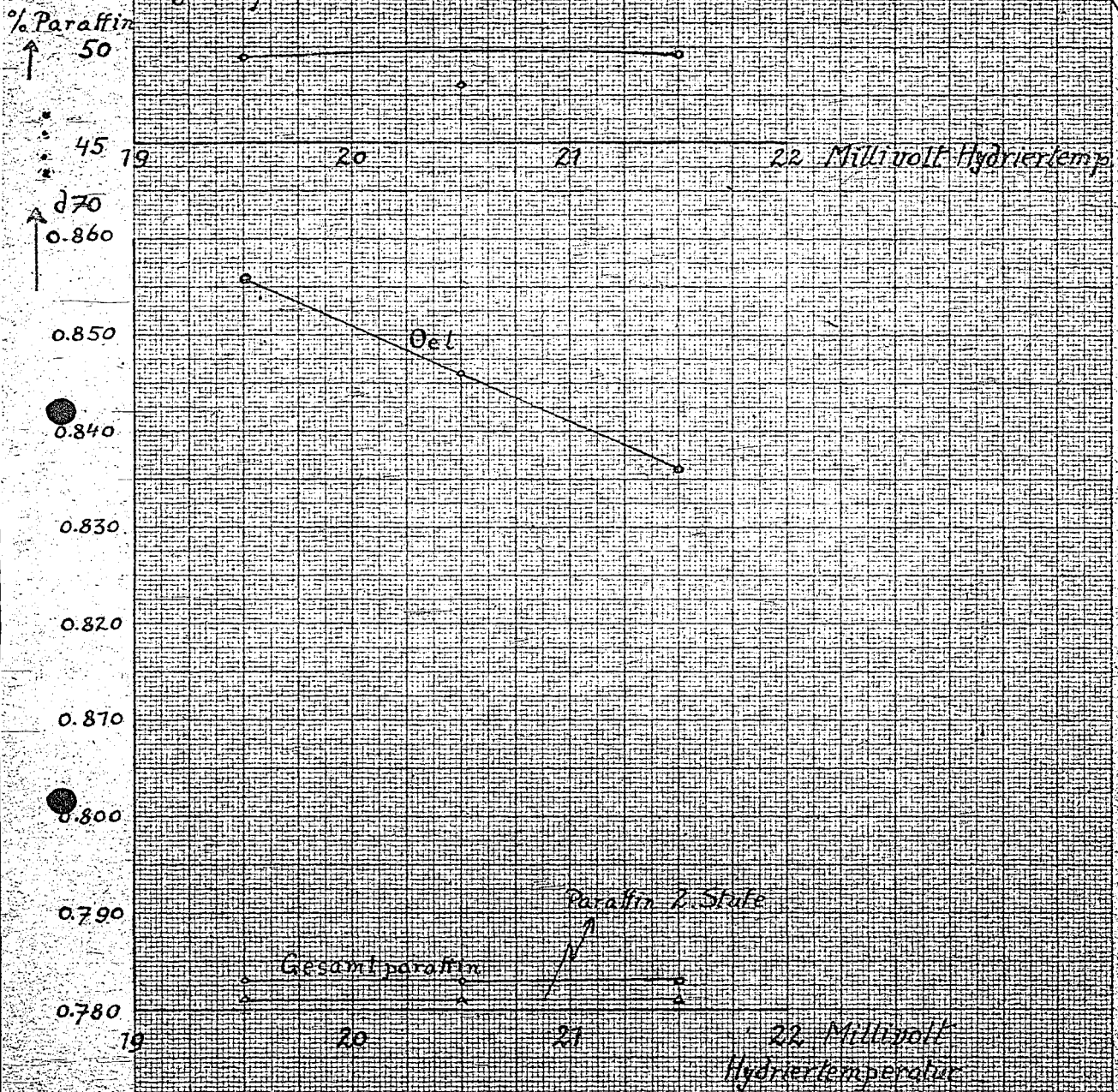


AG. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

Hydriertemperatur

# Zeichnung II

Hydrierprodukte aus Zeltzer T.H. Abstreiferückstand.



Lφ  
37

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Wasserdampfdestillation mit Zeitzes FFB-Anstreifen-Rückstand.

Einleitung

In Erledigung des seinerzeit aufgestellten Versuchsprogramms sollten in der Ludwigshafener Zentralfilterversuchsanlage nochmals Versuche mit einem aus der FFB-Hydrierung Zeitzes stammenden Produkt durchgeführt werden mit dem Zweck, die früher erhaltenen Leistungszahlen nochmals nachzuprüfen und die jetzt erhaltene Qualität des Paraffins mit der zu vergleichen, die damals bei der Entparaffinierung eines aus der Hydrierung Zeitzes stammenden FFB-Anstreifen-Rückstandes erhalten wurde. Die jetzigen Versuche wurden zunächst wie damals mit 0,5 % Paraffin-Filterhilfe durchgeführt und die 2. Stufe durch Wiederauflösen des Paraffins der Stufe I. An Grund der in unserem Bericht vom 11. 11. 43 erwähnten günstigen Ergebnisse mit Propansphat im Apparatur wurde auch die Wirkung von Propansphat auf den Druckfall bei einer und zweistufiger Fahrweise untersucht.

Experimentelles Teil

Als Ausgangsprodukt diente das Produkt aus Tesselwagen 1077 100 kg. C 8290 Smp. 42,6 Paraffin Gehalt nach Holde 96,79% Gew. Smp. 37,3°. Bei der Ludwigshafener Anlage gleich kontinuierlich zu betreiben ist wurden wie früher 3 Chargen je 3 Chargen zu je 84 bis 100 kg Einsatzprodukt, d.h. bei Versuchsaufbau von 200 bis 250 kg durch die Apparatur durchgeleitet. Das Filterversuch wurde hierüber nur gewünscht, wenn Umstellung von Fahrweise Stufe I auf Stufe II erfolgte. Das Abblenden der kalten Chargen auf das Filter wurde mit Saugstoffsdruck von 1 bis maximal 2 atm durchgeführt. Nach Beendigung der Filtration des 1. Gefäßes wurden Filtergehäuse der Druck weggenommen, wobei sich das Filter im Kern der Fauna bis zum Wie derbeginn der nächsten Filtration am folgenden Tag drehte. Auf diese Weise trat keine Schädigung des Filtertuches ein. Das Paraffin der ersten Stufe wurde in allen Fällen durch Wiederauflösen im Verhältnis 1:1 entfernt. In der folgenden Tabelle 1 sind sämtliche Versuche zusammengestellt. Aus ihr sind sowohl die Leistungen der ersten Stufe und der zweiten Stufe zu entnehmen, wie auch die Leistungen des Paraffins der zweiten Stufe. Wie ersichtlich, schwanken die Leistungen bei Anwendung von Filterhilfe 2 unabhängig von Verd. Vor allem in verhältnismäßig weiten Grenzen zwischen 70 l/m<sup>2</sup>/h und 210 l/m<sup>2</sup>/h, die der zweiten Stufe zwischen 110 und 250 l/m<sup>2</sup>/h. Ein anschauliches Bild der erhaltenen Durchschnitteleistungen zeigt die Zeichnung 1. Hier sind für beide Stufen die Schnittleistungen gezeichnet und daneben die erhaltenen Durchschnitteleistungen für jedes paraffinfreie Versuchsgefäß. Das Ergebnis zeigt eine Verhältnisse zu

21382i

560

erzielte Leistung klar, bei Verd. Verhältnis 3:1 und 3 1/2 : 1  
 die Sollleistung überschritten ist, während sie bei Verd. Verhältnis  
 4:1 nicht ganz erreicht wurde. Bei der zweiten Stufe wird die Soll-  
 Leistung (Durchschnittsleistung) jedoch zu einem erheblichen Be-  
 trag überschritten (ca. 120 l/m<sup>2</sup> An gegenüber 100 l/m<sup>2</sup> An).

Im Vergleich zu diesen Versuchen mit 0,5% Filterhilfe A  
 zeigen die Versuche mit 2% Propenasphalt aus Wienhagener Erdb.  
 als Filterhilfsmittel, dass die Leistungsabweichungen weit geringer  
 sind und dass, wie die Tabelle 1 veranschaulicht, die bei Verd. Ver-  
 hältnis 4:1 und 5:1 erzielten Durchschnittsleistungen weit oberhalb  
 der Sollleistung liegen. Bei den Versuchen mit 2% Propenasphalt und  
 Verd. Verhältnis 3:1 wurde die Sollleistung in der ersten Stufe nicht  
 ganz erreicht. 3% Asphaltzusatz dürfte somit zu viel sein. Das  
 gleiche Bild zeigt sich hinsichtlich der Leistung der zweiten Stu-  
 fe. Letztere übersteigt die Sollleistung um etwa das Doppelte und  
 liegt damit noch beträchtlich höher als bei Filterhilfe A. In dem  
 Versuch mit Propenasphalt als Filterhilfe ist noch weiter zu be-  
 merken, dass auch das äußerliche Bild der Ausbildung und der Form  
 des Filterkuchens sich von dem des Filterkuchens mit Filterhilfe A  
 im günstigen Sinne abhebt, dass er als der Kuchen mit Asphalt  
 weit stabiler ist. Er besitzt offenbar ein dichteres Gefüge, das  
 auch bei grosser Bespülung mit Wasserpropen gut am Filterkuch  
 fest bleibt, hängt wohl auch die bei den Asphaltversuchen in der  
 ersten Stufe festgestellte Unreinheit des Paraffins der Stufe 1  
 zusammen. Demnach kommen wir auf die Qualitäten der anfallenden von  
 schmelzbaren Paraffinproben (Paraffin Stufe 1 und 2 mit Paraffin  
 und Asphalt gewonnen) zu sprechen. Wie die Tabelle zeigt, sind  
 liegen die spez. Gewichte der Paraffine bei 10°C im Inneren mit der  
 angeführten Versuche, die unter den gleichen Bedingungen des Ver-  
 dünnungsgrades durchgeführt sind, gewissen Schwankungen, was wohl  
 der Kleinheit der Ludwigshafener Versuchsanlage und deren Beson-  
 derheiten zuzuschreiben ist. Um ein klares Bild zu erhalten, war  
 den Assayen die Tabelle 2 die Durchschnitts spez. Gewichte der  
 einzelnen Versuchsstufen herangezogen.

In der Tabelle 2 sind ausserdem die jeweils erhaltenen  
 Durchschnittsleistungszahlen eingetragen.

Tabelle 2.

	Filterhilfe A 0,5 %			Propen Asphalt			
	Stufe 1			Stufe 1			
Verd. Verh.	4:1	5,5:1	5:1	4:1	5:1	5:1	
Leistung l/m <sup>2</sup> /a	139	200	180	215	240	139	
80 Paraffin	0,799	0,801	0,807	0,795	0,805	0,802	
70 Paraffin Kern	0,798	0,800	0,806	0,789	0,797	0,798	
		Stufe 2			Stufe 2		
Verd. Verh.		6:1			6:1		
Leistung l/m <sup>2</sup> /a		175 l/m <sup>2</sup>			207 l/m <sup>2</sup>		
80 Paraffin Kern		0,792			0,788		
		0,792			0,789		



Tabelle 2 zeigt deutlich den günstigen Einfluss von Asphalt auf das erzielbare spez. Gewicht des Paraffins der ersten Stufe im Vergleich mit dem Paraffin der ersten Stufe, das mit Hilfe von Filterhilfe A erzeugt wurde (siehe Reihe 3 Tabelle 2, Spalte 1). Die korrigierten Dichten sind hierbei mit Hilfe des Korrekturfaktors  $V_1$  um einen Prozentsatz von 13,545 ermittelt, in einigen Fällen bei der Asphalt-Versuchen auch durch Abdestillieren des gesamten Paraffins im Rückraum unter Abscheidung des zugesetzten Asphalts experimentell bestimmt und die Richtigkeit bestätigt. Die relative großen Unterschied der Dichten des Paraffins bei Filterhilfe A gegenüber Asphalt der 1. Stufe (0,789 gegen 0,789 bei 4:1 und 0,806 gegen 0,806 bei Verd. Verhältniss 3:1) verschwinden bei der Stufe II fast völlig wie auch die Leichtung 2 zeigt, in der die Dichten der jeweils an gewendeten Paraffins der Stufe 2 im Bestehen gebracht sind mit den Dichten des aus ihnen gewonnenen Paraffins der Stufe II wie der zweiten Stufe bringt also Asphalt hinsichtlich Qualität des Paraffins keine wesentlichen Vorteile, jedoch ist die Leistung noch geringer als bei Filterhilfe A. Sie erreichte im Durchschnitt nahezu 100 % der Sollleistung.

Versuche unter Anwendung von 3 % Asphalt ergaben noch kein anderes Bild. Die Leistung in Stufe I war geringer als bei Anwendung von 2 % Asphalt, die Leistung in Stufe II dagegen wieder sehr hoch (100 % bei 1:1 und 1:2). Die Dichte des erzielten Paraffins Stufe II war 0,783 mit Asphalt und 0,779 ohne Asphalt wobei letzteres durch destillative Entfernung des Asphalts erhalten wurde.

Weiter wurde die Frage geprüft, ob eine Filtration von Paraffin Stufe I bei höherer Temperatur (-20° und 2° C) ein flüchtigeres Paraffin der Stufe II liefert. Auffallend war die erzielte hohe Leistung bei diesen Versuchen (300-500 l/m<sup>2</sup> h). Versuche 372/374 zeigen schied eine Qualitätsverbesserung des Paraffins abgesehen von kleineren Schmelzpunkt (53,5-54°) nicht oder nur unwesentliche Unterschiede des Grades der Destill. Fraktion 3,35 % beträgt 0,777 bei 10° C. Dies deutet bei dem relativ höheren Schmelzpunkt von 53,5° auf geringeren Gehalt hin. Diese Ergebnisse sind zwar als vorläufig zu betrachten. Auch lassen sich die Resultate, die durch einen Wiederaufbereitungsprozess gewonnen wurden, nicht ohne Weiteres auf die Fortweise mit Ansetzen des Paraffinsatzes der Stufe I übertragen.

Weitere Untersuchungen erstreckten sich auf die verschiedenen Paraffins der 1. und 2. Stufe, die sowohl mit Hilfe von Filterhilfe A als auch mit Asphalt schütten wurden. Die Paraffins wurden durch Destillation bei 7 mm Hg in Fraktionen zerlegt und deren Dichte bestimmt. Bei den Versuchen mit Asphalt wurde ausserdem die Dichte des asphaltfreien Gesamtparaffins ermittelt. In folgenden (Tabelle 3) sind die Daten für ein mit Filterhilfe A erhaltenes besonders gutes Paraffin der Stufe II und die Daten der Durchschnittsfraktion aus statistischen Versuchen mit Filterhilfe A wiedergegeben.

0,5 % Filterhilfe A (Tabelle 3)

Stufe II Paraffin			Ges. Durchschnitt			
	Vers. 330	d <sub>70</sub> 0,781 <sup>5</sup>				
	%	d <sub>70</sub>	Sp. G.	%	d <sub>70</sub>	Sp. G.
Vorlauf	3,1	0,785	41,2	4	0,788	59
Fr. I	20,5	0,774	45	21,3	0,775	44
II	21,4	0,774	49	16,9	0,775	53,2
III	21,6	0,777	54	16,4	0,778	55
IV	19,4	0,782	58,4	29,2	0,782	60
V	15,4	0,797	61,1	11,8	0,785	62
Vak. Rü.	3,6	0,838	6	4,1	0,840	67
Frakt. 2-4		0,777			0,778	
Paraffin nach Ab-		0,778 <sup>5</sup>			0,780 <sup>5</sup>	
scheidung des Vak.-						
Rückstands						

Zwei in gleicher Weise destillierte Paraffine der Stufe II aus Asphaltversuchen zeigen folgendes Bild:

Tabelle 4

	Vers. 357 d <sub>70</sub> 0,787			Vers. 357 d <sub>70</sub> 0,784 <sup>5</sup>		
	%	d <sub>70</sub>	Sp. G.	%	d <sub>70</sub>	Sp. G.
Vorlauf	2,6	0,790	-	2,2	-	-
Fr. I	14,6	0,775	45,5	21,6	0,775	42
II	16,2	0,774	49	22,2	0,774	49
III	20,7	0,7765	54,5	20,2	0,7765	54
IV	28,9	0,7825	59,5	19,8	0,781	59
V	12,0	0,796	63,5	7,0	0,791	61
Vak. Rü.	5,0	-	-	5,1	-	-
Fraktion 2-4		0,7783			0,7775	51
Ges. Paraff. Dest. omm.						
Asphalt Rü. 0,93 %		0,781			0,779	51

Wie diese Vak. Destillationsergebnisse lassen, besitzen die ersten Fraktionen nach Abtrennung eines spez. schweren Vorlaufs bis zu etwa 50 % d. Ges. Destillats eine relativ niedrige Dichte, während weitere 50 % in spez. Gewicht höher liegen. Für die sich jetzt anschließenden 10-12 % zeigt sich aber eine sprunghafte Erhöhung der Dichte, ein Hinweis, dass hier entweder schlecht hydrierte Paraffine vorliegen, oder dass diese konstitutionell anders geartet sind als die vorangehenden Paraffine. Das spez. Gewicht dieser hochsiedenden Paraffine steigt bis zu 0,796-0,800. Vom Standpunkt der Herstellung eines Paraffindestillats mit möglichst niedriger Dichte wäre es also

richtig, die Fraktion 83 bis 85 % als zur Oxydation geeignetes Paraffin zu isolieren und die darauf folgende Fraktion von 10,12 % in die Hydrierung zurückzugeben. Durch diese Massnahme wurden im spez. Gewicht des Destillatparaffins etwa 2 Einheiten in der dritten Dezimale gewonnen.

Im einzelnen ist also das Bild folgendemassen:  
Aus einem Paraffin der Stufe II mit Filterhilfe A gewonnen von spez. Gewicht 0,7815 im Rohanfall = 0,7835 Filterhilfefrei kann man nach Wegnahme eines Vorlaufs von ca. 3 % 85,2 % Paraffin destillat von spez. Gewicht 0,777 erheben. Eine Paraffinprobe von spez. Gewicht 0,784 bei 70° C liefert ca. 50 % eines Destillatparaffins mit einer Dichte von 0,773.

Ein Rohparaffin der Stufe II mit 2% Asphaltpit als Filterhilfe gewonnen mit einer spez. Gewicht von 0,7834 bei 70° liefert nach Wegnahme von 2,2 % Vorlauf 85,2 % Destillatparaffin mit einer Dichte von 0,7775 bei 70° eine andere Probe mit 0,787 gibt 85,2 % Destillatparaffin mit einer Dichte von 0,7735, d.h. der Reinheitsgrad dieser Paraffine ist praktisch der gleiche wie der mit Filterhilfe A gewonnene. Die jeweils durch Vak. Destillation von angesetzten Asphalten hergestellten Gesamtparaffine einschliesslich Vorlauf hatten eine Dichte von 0,779 bei 70° bzw. 0,782 bei 70°. Die Werte decken sich damit mit dem mit Hilfe der Kurve VI unseres Berichtes von 15,24 bis 15,34 mittelten korrigierten Werte für den asphaltfreien Gesamtanfall. Letzteres konnte auch durch eine Reine-wetterer Vak. Destillation von mit Asphalt gewonnenen Paraffinen der Stufe I bestätigt werden. Hierbei wurden erhalten aus

Paraffin Vers. 353 d., Rohanfall 0,803 (2% Asph.)  
95 % Ges. Destillat mit einer Dichte von 0,797 bei 70°

Paraffin Vers. 369/364 d., Rohanfall 0,800 (3% Asph.)  
94 % Ges. Destillat mit einer Dichte von 0,791 bei 70°

Paraffin Vers. 361/362/365/366 d., Rohanfall 0,804 (2% Asph.)  
94 % Ges. Destillat mit einer Dichte von 0,795 bei 70°

Aufgrund der Korrekturkurve sind abzumessen bei 2 % Asphalt 6 Einheiten in der 3. Dezimale und bei 3 % Asphalt 9 Einheiten in der 3. Dezimale. Die Brauchbarkeit der Kurve ist damit experimentell bestätigt.

Um ein Bild über den Reinheitsgrad der in unserer Anlage erhaltenen Paraffine der zweiten Stufe zu erhalten, wurden verschiedene Versuche durchgeführt. Einmal wurde ein Paraffin der zweiten Stufe nach einer Raffination mit 3 %  $AlCl_3$  (aus Vers. 343) nachfolgend auf seinen Ölgehalt untersucht und der Wert verglichen mit dem Ölgehalt von 2 Tafelparaffinen, die wir von Herrn Dr. Christmann erhalten konnten. Das eine war Messeler Tafelparaffin und ein weiteres ein galizisches Tafelparaffin. Letzteres wurde als besonders rein bezeichnet und von uns sowohl im Rohzustand als auch nach einer  $AlCl_3$ -Behandlung auf Ölgehalt untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind folgender Tabelle 5 zu entnehmen.

Tabelle 5.

	Paraffin-Destillat Stufe II Verz. 34,3-3% A161g	Messeler Tafelparaffin	Galizisches Tafelparaffin	Gal. Tafelparaffin 3% A161g
d <sub>70</sub>	0,775	0,770	0,775	0,772
Sp. G.	52,4	50,6	50,6	52
Ölgehalt nach Holde	4,7-4,8%	6,7-7%	5,1-5,9%	5,2-6,0%

Darnach hat das Zeitzer Paraffin trotz des höchsten spez. Gewichts den geringsten Ölgehalt. Es erhebt sich also die Frage, ob man aus dem uns gelieferten TTH-Abstreifer-Rückstand überhaupt ein Reinparaffin gewinnen kann, das hinsichtlich seiner Dichte der Anforderung von Oppan entspricht. Zu diesem Zweck wurde folgender Versuch durchgeführt. Im Kippfilter wurde TTH-Abstreifer-Rückstand ohne jede Filterhilfe zweistufig entparaffiniert und das anfallende Paraffin, das eine Dichte von 0,813 b. 70° hatte, nach Holde solange weiter entölt, bis die Waschbläufe völlig ölfrei waren. Es resultierte schliesslich ein Paraffin mit einer Dichte von 0,777 als Gesamtparaffin, entsprechend einer Dichte von 0,775 für ein Destillatparaffin von 4 - 90%. Dass das so gewonnene Paraffin absolut ölfrei war, wurde dadurch festgestellt, dass bei einer nochmaligen Behandlung nach Holde einer Senkung der Dichte des Paraffins nicht mehr eintrat, obwohl 2,2% Anteile herausgelöst worden waren, deren Schmelzpunkt bei 36,5° lag und die offenbar nur aus Weichparaffin bestanden. Dieser Versuch zeigt eindeutig, dass aus dem jetzigen TTH-Produkt von Zeitz ein Paraffindestillat mit einer Dichte von 0,774 bei 70° überhaupt nicht erhalten werden kann. Weiterhin lässt sich folgern, dass die hier erhaltenen Ergebnisse auf dem Kippfilter, die Destillatparaffin mit einer Dichte von 0,777 bis 0,778 geliefert haben, sicher das Optimum darstellen, das bei zweistufiger Fahrweise erreichbar ist. Dieses Paraffin kann höchstens noch 3-4% Öl enthalten. Würde also Oppan auf seiner Forderung mit 0,774 bei 70° bestehen bleiben, so müssen zusätzliche Massnahmen ergriffen werden, da dieser Wert auch durch völlige Entölung des jetzigen TTH-Paraffins nicht erreicht werden kann. Dass durch Entölung allein tiefere spezifische Gewichte nicht erreicht werden können, geht auch aus folgenden Versuchen hervor. Es wurde TTH-Abstreifer-Rückstand aus Kesselswagen 577 150 mit 0,5% Filterhilfe A im Kippfilter entparaffiniert und das Paraffin 8 mal mit Propan angemischt und filtriert. Hierbei ergab sich, dass das spezifische Gewicht der Filtrate stark abnimmt. Von der 5. Filtration ab sind die herausgelösten Produkte festes, sind offensichtlich Weichparaffine. Das endgültige spez. Gewicht des Paraffins betrug 0,7796 b. 70°, d.h. 0,778 filterhilfefrei. Die Einzelheiten über diese Versuche sind aus Tabelle 5 zu ersehen.

Tabella 6c

Filtration Nr.	g Propan	g Filtrat	Konzi- stanz des Fil- trats	d <sub>70</sub> des Filtrats	Stoßpkt. bzw. Schmelzpkt. d. Filtrats	g Paraffin	g Spülpar- raffin	g Gesamt- paraffin	Schmelzpkt. des Paraf- fins	d <sub>70</sub> des Spül- paraf- fins	d <sub>70</sub> des Paraf- fins	Art der Pro- zessbehand- lung
A	800	138	flig	0,872	-9	7			48			Aufheizen, Kühlen, Annaischen
	650	51	"	0,868	0	10			49,5			
	790	23	"	0,8								
	750	7	"									
	860	18	"						53,5			
	840	18	halbfest									
	800	6	fest									
insgesamt	7169	240,7				119 144	15	39,8	53,8	57	0,779	
B	720	165	flig	0,872	-9	9			49			Aufheizen, Kühlen, Annaischen
	570	42	"	0,868	-1	8			53			
	600	23	"	0,850								
	600	2	"	0,800								
	615	2	fest			12			53,8			
	500	1,5	"									
	490	0,5	"	0,790	+30,5							
insgesamt	5110	252,5				123 142	18	40	54	54,3	0,779	

566

In diesem Zusammenhang ist es von Interesse, die Ergebnisse der früheren Versuche, die mit FTH-Abstreifer-Rückstand von Leuna durchgeführt wurden, mit den jetzigen zu vergleichen. Bei den damaligen Versuchen konnten die jeweiligen Sollleistungen im allgemeinen erreicht werden. Die Qualität des Paraffins der ersten Stufe war jedoch besser. Der Rohanfall zeigte damals eine Dichte von 0,780-0,781 im Durchschnitt, 90 % Paraffindestillat hatte ein spez. Gewicht von 0,776, was wohl auf ein besser bedrihtes Produkt hindeutet.

#### Zusammenfassung

In der Ludwigshafener Drehfilterversuchsanlage wurden mit einer von Zeitz zur Verfügung gestellten FTH-Abstreifer-Rückstand Versuche durchgeführt mit dem Zweck, die früher erhaltenen Leistungsdaten zu bestätigen und gleichzeitig die zu erreichende Paraffinqualität zu ermitteln. Die Versuche wurden wie früher diskontinuierlich durchgeführt, wobei als Filterhilfe sowohl Filterhilfe A (Paraflow) als auch Propansphalt aus Nienhagener Öl zur Anwendung kamen.

Die Versuche ergaben, dass die Soll-Leistung pro  $m^2/h$  von 170 l in der ersten Stufe bei Filterhilfe A namentlich bei Verd. Verhältniss 3 bis  $3 \frac{1}{2}$  ohne Weiteres erreicht werden kann und bei Anwendung von Asphalt noch übertroffen wird. Die Leistungen in der zweiten Stufe liegen für beide Filterhilfen über dem Sollwert. Sie sind bei Filterhilfe A etwa  $155 l/m^2/h$  = 160 % der Sollleistung, bei Asphalt über 200  $l/m^2/h$  = 190 % der Sollleistung.

Das durchschnittliche spez. Gewicht bei den Filterhilfe A-Versuchen lag beim Rohanfall Stufe II bei 0,7835 oder Filterhilfe B 0,7825, bei den Asphaltversuchen 0,788 oder asphaltfrei 0,782, d.h. die Reinheit bei den Asphaltversuchen ist ebensogut als bei den Versuchen mit Filterhilfe A. 80-82 % Destillatparaffin hat eine Dichte von 0,777-0,778.

Untersuchungen an einem FTH-Paraffin der zweiten Stufe ergaben, dass für beide Fälle dieses nach völliger Entölung eine Dichte von 0,777 in seiner Gesamtheit hat, während 80-90 % Destillat eine solche von 0,775 aufweist.

Die von Oppau aufgestellte Forderung von 0,774 für Destillatparaffin kann somit bei Verarbeitung des derzeitigen FTH-Abstreifer-Rückstandes durch zweistufige Entparaffinierung selbst bei völliger Entölung des Paraffins nicht erfüllt werden.

Ein Vergleich der erreichbaren Dichte für völlig ölfreies Paraffin aus dem jetzigen FTH-Abstreifer-Rückstand zeigt mit 0,773 im Destillatparaffin gegenüber dem erreichten Wert von 0,777 bis 0,778 zeigt, dass dieses Ergebnis als sehr günstig zu bezeichnen ist. Der Ölgehalt des techn. erhaltenen Paraffins maximal 3 % betragen kann.

Eine völlige Entfärbung des Paraffins konnte auch nicht erreicht werden; dass die zweite Stufe unter hohem Druck (10 at) d.h. also bei hohen Temperaturen (-20°) durchgeführt wurde. Die erhaltene Menge des Paraffindestillatfraktion 3-3,5 % hatte eine Dichte von 0,7775 allerdings bei höherem Schmelzpunkt (55,5°). Sie dürfte somit noch etwas weniger Öl enthalten, als die normal gefällten Paraffindestillate mit 0,777-0,778 mit Schmelzpunkt 51,0°. Ein grösserer Effekt bei diesen Versuchen wurde hinsichtlich der Leistung erzielt, die zwischen 300 und 500 l/m<sup>2</sup>/h erreichte.

Aus den Versuchen lässt sich ableiten, dass die Entparaffinierungsanlage Zeitz genügend Filteroberfläche besitzt für die Bewältigung der geplanten Mengen KHI-Abtrenner-Rückstand. Wenn die Gesamtleistung in Zeitz z.B. noch nicht 100 % beträgt, muss beachtet werden, dass dort die zweite Stufe, die dort durch Ammoniak erfolgt, besonders geringe Leistung zeigt, während sie bei unseren Versuchen unter Wiederauflösen des Paraffins Stufe I. nahezu 200 % der Sollleistung erzielt. Diese geringe Filterleistung in Zeitz in der 2. Stufe hängt wahrscheinlich ursächlich mit dem dort gelübten Ammoniakprozess zusammen.

Der Vergleich der jetzigen Ergebnisse mit Zeitzer Material mit den Ergebnissen des früheren Materials aus Leuna zeigt hinsichtlich Gesamtleistung eine Steigerung, hinsichtlich Qualität des Paraffindestillats eine Verschlechterung, da das Leunamaterial ein Destillatparaffin mit 0,776 lieferte, was wohl auf bessere Hydrierung hinweist.

gez. Eisenhut

Dauer	Vers. Nr.	Verarbeitetes Material	Durchsatz		Stm. No.	Filterhilfsmittel		Verd. Verh.	Kg Anfa.			St. lann	Filterzahl		Paraffin		Kuchen	Filterleistung	Bemerkungen
			kg	Ltr.		Filter	Prop. Asphalt		01	Par	Flislog		St. Pkt.	St. Pkt.	St. Pkt.				
1	309	TH-Abstr. Rückstand	338	400	1	0	0	2:1	115	20	13	102	0,873	-12	0,797	47	3	150	
2	312	"	200	240	1	0	0	3:1	72	12	11	99	0,873	-	0,807	40	3	150	
3	315	"	282	340	1	0	0	3:1	117	12	11	101	0,870	-	0,798	40	3	150	
4	321	"	292	340	1	0	0	3:1	110	13	11	100	0,870	-11	0,804	40	3	150	
5	324	"	282	340	1	0	0	3:1	133	13	11	99	0,873	-	0,801	40	3	150	
6	325	"	168	202	1	0	0	4:1	70	10	16	98	0,872	-10	0,789	40	3	150	
7	326	"	252	305	1	0	0	4:1	126	11	11	100	0,872	-10	0,798	40	3	150	
8	331	"	252	305	1	0	0	4:1	70	11	11	99	0,873	-10	0,806	40	3	150	
9	334	"	252	305	1	0	0	4:1	103	11	11	99	0,873	-10	0,802	40	3	150	
10	335	"	252	305	1	0	0	4:1	98	11	11	100	0,873	-10	0,786	40	3	150	
11	337	"	252	305	1	0	0	4:1	120	11	11	99	0,873	-10	0,800	40	3	150	
12	338	"	252	305	1	0	0	4:1	102	11	11	99	0,870	-10	0,792	40	3	150	
13	339	"	252	305	1	0	0	4:1	115	11	11	100	0,870	-10	0,797	40	3	150	
14	340	"	252	305	1	0	0	4:1	111	11	11	100	0,873	-10	0,801	40	3	150	
15	341	"	252	305	1	0	0	4:1	122	11	11	100	0,870	-10	0,800	40	3	150	
16	342	"	252	305	1	0	0	4:1	112	11	11	100	0,872	-10	0,798	40	3	150	
17	344	"	252	305	1	0	0	4:1	104	11	11	97	0,871	-10	0,792	40	3	150	
18	328	Paraff. Stahl d.	0,807	168	210	2	0	6:1	85	48	29	100	0,873	-13	0,784	51	3	150	
19	328	"	0,804	168	210	2	0	6:1	70	40	26	100	0,873	-13	0,784	51	3	150	
20	329	"	0,804	168	210	2	0	6:1	63	40	25	99	0,869	-13	0,784	51	3	150	
21	330	"	0,798	168	210	2	0	6:1	93	35	23	200	0,868	-13	0,782	51	3	150	
22	343	"	0,797	168	210	2	0	6:1	63	40	16	99	0,851	-13	0,783	51	3	150	
23	344	"	0,797	168	210	2	0	6:1	75	25	21	68	0,868	-13	0,783	51	3	150	
24	345	"	0,797	168	210	2	0	6:1	28	10	4	100	0,868	-13	0,783	51	3	150	
25	346	"	0,797	168	210	2	0	6:1	40	30	6	100	0,869	-13	0,783	51	3	150	
26	347	"	0,798	168	210	2	0	6:1	34	42	26	100	0,869	-13	0,783	51	3	150	
27	348	"	0,798	168	210	2	0	6:1	45	29	10	112	0,869	-13	0,784	51	3	150	
28	349	"	0,798	168	210	2	0	6:1	90	36	23	100	0,869	-13	0,782	51	3	150	
29	350	"	0,798	168	207	2	0	6:1	90	31	27	98	0,864	-13	0,782	51	3	150	
30	351	"	0,787	168	210	2	0	6:1	45	25	4	93	0,864	-13	0,781	51	3	150	
31	352	TH-Abstr. Rückstand	252	305	1	0	0	4:1	45	100	24	100	0,871	-10	0,793	50	3	150	
32	353	"	252	305	1	0	0	4:1	100	57	20	75	0,872	-10	0,803	47	3	150	
33	354	"	252	305	1	0	0	4:1	80	102	31	101	0,872	-10	0,791	50	3	150	
34	355	"	252	305	1	0	0	4:1	75	152	10	100	0,872	-10	0,791	51	3	150	
35	359	"	300	362	1	0	0	3:1	70	123	12	97	0,872	-10	0,799	50	3	150	
36	360	"	300	362	1	0	0	3:1	65	124	6	100	0,874	-10	0,799	49	3	150	
37	361	"	300	362	1	0	0	3:1	75	110	7	95	0,873	-10	0,810	49	3	150	
38	362	"	300	362	1	0	0	3:1	115	113	17	97	0,871	-10	0,808	49	3	150	
39	363	"	300	362	1	0	0	3:1	120	148	14	105	0,873	-10	0,802	49	3	150	
40	364	"	300	362	1	0	0	3:1	120	138	19	97	0,872	-10	0,788	49	3	150	
41	365	"	300	362	1	0	0	3:1	85	132	10	101	0,869	-10	0,803	49	3	150	
42	366	"	300	362	1	0	0	3:1	85	133	11	110	0,871	-10	0,801	49	3	150	
43	356	Asph. Paraff. Stahl d.	0,793	166	207	2	0	6:1	75	25	13	100	0,870	-10	0,784	52	3	150	
44	357	"	0,793	168	210	2	0	6:1	70	15	13	100	0,866	-10	0,785	52	3	150	
45	358	"	0,811	162	203	2	0	6:1	40	25	11	100	0,866	-10	0,789	51	3	150	
46	367	"	0,799	162	203	2	0	6:1	65	92	8	99	0,857	-10	0,787	51	3	150	
47	368	"	0,799	112	136	2	0	6:1	35	24	7	118	0,862	-10	0,787	51	3	150	
48	369	"	0,806	165	205	2	0	6:1	48	30	27	97	0,864	-10	0,791	51	3	150	
49	370	"	0,806	140	180	2	0	6:1	28	16	2	100	0,866	-10	0,790	51	3	150	
50	371	"	0,806	112	141	2	0	6:1	32	26	7	100	0,869	-10	0,790	51	3	150	
51	373	Vers. Asph.	0,864	112	142	2	0	6:1	35	26	5	102	0,870	-10	0,784	51	3	150	3 <sup>1</sup> / <sub>2</sub> Asphalt-Paraffine
52	372	"	0,799	112	142	2	0	6:1	18	29	4	100	0,866	+6	0,787	53,5	20-30	300	Branch-Filtration bei 20°
53	374	"	0,802	112	142	2	0	6:1	29	35	6	100	0,836	+19	0,782	54	10-30	200	
54	356	TH-Abstr. Rückstand	114	138	1	0,5	0	9:1	85	64	10	100	0,871	-	0,787	50	2-5	25	

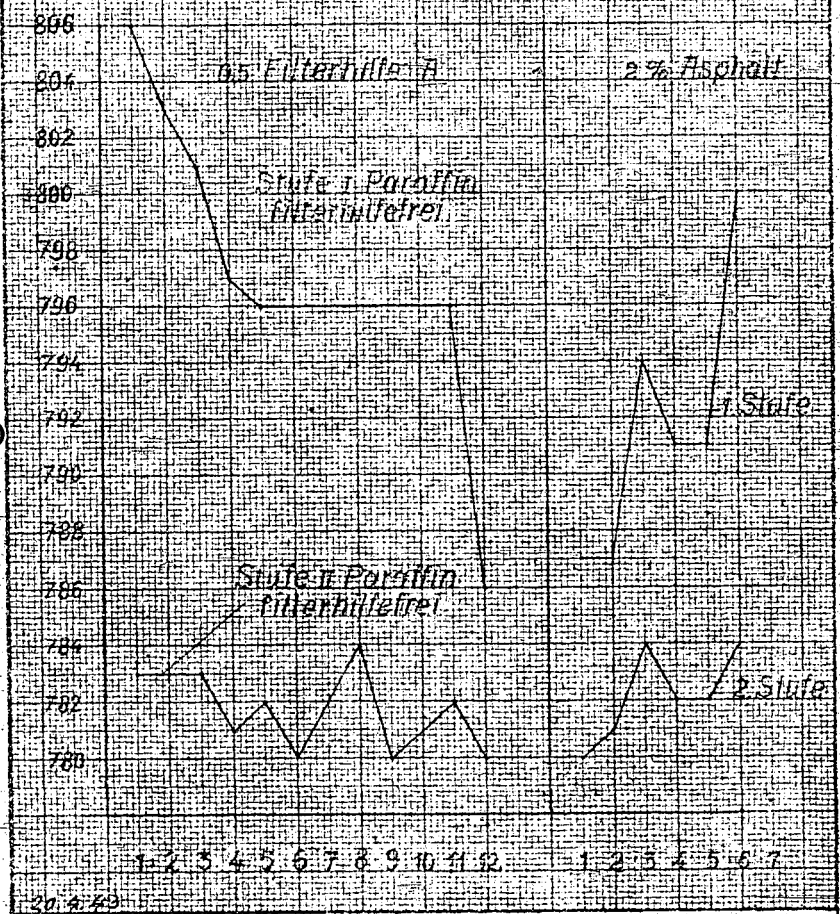
Handwritten notes in German, including "Handwritten notes" and "Branch-Filtration bei 20°".





ZIEHDURCH

Beziehung d 70 Paraffin 1. Stufe zu d 70 2. Stufe



Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

RSK 6428

Hochdruckversuche  
Lu 558

10. Juni 1941 Rk/R

38

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hydrierung alter Kohlen  
(Versuche im 10 Ltr.-Ofen)

Im 10 Ltr.-Ofen wurden alte Kohlen auf Benzin und Mittelöl bei 300 atm mit Snox und Chlor verarbeitet. Die Verarbeitung bereitet keine Schwierigkeiten und ist entsprechend dem C-Gehalt in den Ergebnissen (Leistung und Vergasung) etwa um 10-20% schlechter als bei jungen Kohlen. Ohne Snox und Chlor sind im 10 Ltr.-Ofen nur Versuche auf Heizöl (Schwerölüberschuss) gefahren worden. Es liegen von junger und alter Gelsenbergkohle einigermaßen vergleichbare Zahlen vor.

	alte Gelsenbergkohle	junge Gelsenbergkohle
% C in R.K.	86,8	83,5
Druck atm	600	600
Temperatur	479°	477°
Katalysator	Eisenkat.	Eisenkat.
Abbau	94	96
Theor.Hochdr Ölgewinn /R.K.	71	75
Leistung (Bl+Heizöl)	0,40	0,50
Vorgasung	25	20
Asphalt i. festefr. Anrei- beöl	12	9

Die zugrundegelegten Zahlen stammen aus den Heizölversuchen der ersten Zeit und sind daher wahrscheinlich etwas ungünstiger, als sie sich heute ergeben würden. Allgemein ist zu sagen, dass die Verarbeitung alter Kohlen von 87-88 % C-Gehalt bei Heizölfahrweise keine Schwierigkeiten bietet.

gez. Rank

572

Motoren

39

T-T-Hydrierung von Deubener Schwelteeer mit Tonerde-  
Molybdänkontakt 7846 und 5058 + 7846 bei 250 atm.

Zusammenfassung.

Filtrierter Deubener Schwelteeer läßt sich über Tonerde-Molybdänkontakt (7846) ohne Aeklingen nach dem T.T.H.-Verfahren auf gutes Dieselöl, Rohschmieröl und Paraffin verarbeiten.

Vorschalten von gleichem Volumen von 5058 bringt gegenüber 7846 allein etwas höhere Schmierölausebeute und eine um einige Einheiten bessere Cetanzahl des Gasöls.

In Tabelle I sind die mit Tonerdekontakt erhaltenen Daten mit früheren Ergebnissen, die mit 5058 bzw. 6719 bei Böhlener Tee erhalten wurden, gegenübergestellt. Mit Deubener Tee, der paraffinreicher ist als Böhlener Tee, wurde entsprechend mehr Paraffin erhalten. Sieht man davon ab, so ergibt sich, daß Kontakt 7846 bei gleicher Reaktionstemperatur mindestens gleiche Produktqualitäten und Ausbeuten gibt wie Kontakt 6719. Das Gasöl und Schmieröl sind beim 7846 besser raffiniert, der Sauerstoff ist in den 7846-Produkten wesentlich geringer (vergl. Tab. III). Gegenüber 5058 ist die Reaktionstemperatur um ca. 40°C höher. Die Schmierölausebeute dürfte beim 5058 etwas höher liegen, ebenso die Cetanzahl des Gasöls.

Gemeinsam mit

Dr. Peters  
Günther  
Trofimow  
Dr. Schiffmann  
Fürst.

Gas. Graf.

### Versuchsverlauf:

Mit Kontakt 7846 liegt ein Versuch von ca. 600 Stunden im 200-ccm-Ofen vor (Ofen 22, Blatt 3643a) bei 210 atm, Durchsatz 0,6 und 20-21 MV gestaffelt war das Anfallprodukt mit spez. Gew. 0,830/50 etwas zu schwer. Nach Erhöhung des Druckes auf 250 atm und der Temperatur auf 20<sup>5</sup>-21<sup>5</sup> MV wurde ein hellgelbes Produkt mit spez. Gewicht 0,820/50 erhalten. Die Produkterlebung ergab 62 % Gasöl mit Cetanzahl 44 und nur 4,5 % Rohschmieröl mit V.I. 74. Da die Farbe des Anfallproduktes noch nicht ganz genügte, wurde der Durchsatz auf 0,85 und die Gasmenge etwas erhöht, worauf ein hellgelbes bis weißes Produkt bei unverändertem spezifischen Gewicht erhalten wurde. Die Produktzusammensetzung war jedoch unverändert. Um die Spaltung etwas zu vermindern und eine bessere Schmierölschleure zu bekommen, wurde die Temperatur auf 20-21 MV zurückgenommen, was zur Folge hatte, daß die Anteile bis 52<sup>5</sup> von ca. 56 % auf ca. 49 % zurückgingen und die Schmierölschleure auf 12,3 % bei V.I. 46 stieg. Das dabei erhaltene Gasöl (50 % vom Anfall) lag mit Cetanzahl 42,5 etwas niedriger. Nach 614 Betriebsstunden lief der Ofen bei höherer Temperatur auf raffinierende Spaltung von Braunkohlenschwelter. (

Ein kurzer Versuch, bei welchem ein gleiches Volum 5058 dem 7846 im Ofen vorgelegt war, lief mit Durchsatz 0,45 bei 18,5 - 20,5 MV und 250 atm an (Of. 15, Bl. 3711). Der Ofenanfall spindelte anfangs 0,818/50°.

Das spezifische Gewicht stieg im Verlauf von 120 Stunden auf 0,830/50° an. Gleichzeitig änderte sich die Produktfarbe von fast weiß nach gelb. Temperaturerhöhung auf 19 bis 21 MV brachte nur vorübergehende Verbesserung. Der hellgelbe Ofenanfall hatte 47 % Gasöl mit Cetanzahl 45,5 und 15,7 % Rohschmieröl V.I. 50. Um die Farbe des Paraffins, das braun aussah, noch zu verbessern, wurde die Temperatur in der unteren Ofenhälfte (Kat. 7846) um 1 1/2 MV erhöht. Die Farbe des Anfallproduktes wurde heller und das Produkt enthält 54,5 % Gasöl mit 45 Cetanzahl und 9,6 % Rohschmieröl bei V.I. 65. Es ist durchaus möglich, daß es vorteilhafter ist, die beiden Kontakte auf 2 Ofen zu verteilen, da man dann die für jeden Kontakt notwendige Reaktionstemperatur besser einstellen kann.

Die genaueren Untersuchungsdaten enthält Tabelle II.

In Tabelle III sind Elementaranalysen von F.C.S.-Produkten die mit Kontakt 6719 und 7846 erhalten wurden, verglichen. Daraus ergibt sich, daß mit 7846 besser raffinierte Produkte erhalten werden als mit 6719. Während im C- und H-Gehalt fast kein Unterschied vorhanden ist, liegt der Sauerstoff-, Schwefelgehalt und auch ein Teil des Stickstoffgehalt der 7846-Anfallprodukte niedriger, was vor allem in dem geringeren Phenolgehalt des Mittellole (0,02%) deutlich zum Ausdruck kommt.

Table 1

Table 1. The observed and estimated values of the parameters of the model.

Parameter	Observed	Estimated	Standard Error
$\mu$	0.0	0.0	0.0
$\sigma^2$	0.45	0.5	0.05
$\lambda$	2.0	2.0	0.1
$\alpha$	0.1	0.1	0.01
$\beta$	0.2	0.2	0.02
$\gamma$	0.3	0.3	0.03
$\delta$	0.4	0.4	0.04
$\epsilon$	0.5	0.5	0.05
$\zeta$	0.6	0.6	0.06
$\eta$	0.7	0.7	0.07
$\theta$	0.8	0.8	0.08
$\iota$	0.9	0.9	0.09
$\kappa$	1.0	1.0	0.10

Tabelle II

Kontakt	3058 + 7846 (1 ; 1)		7 8 4 6		
Datum	15.12.40	17.12.40		18.11.40	27.11.40
Betriebsstunden	157	253	182	398	614
Durchsatz	0,45	0,45	0,6	0,53	0,55
mittl. Temperatur °C	391	400	408	408	409
<b>Gesamtprodukt:</b>					
Farbe	gelb	hellgelb	gelb	fast weiß	gelb
Spez. Gew. b. 50°	828	825	820	824	830
Phenolgehalt %	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Siedebeginn °C	140		114	120	140
% - 350°	53,3	54,0	65,6	57,9	52,8
<b>Gasöl %</b>					
Farbe	hellgelb	gelblich	hellgelb	hellgelb	hellgelb
Spez. Gew./20°	0,852	0,856	0,860	0,862	0,859
Anilinpunkt	+ 61,5	+ 63	+ 57	+ 57,3	+ 54
Stockpunkt °C	- 17	- 16	- 15	- 17	- 16
Viskosität °E/26°	1,18	1,12	1,20	1,21	1,16
°C/38°	1,09	1,10	1,10	1,10	1,08
Siedebeginn	178	176	167	178	16
% - 325°	88,5	89,7	78,9	77,2	85,8
% - 350°	96,6	89,3	89,5	86,1	97,3
Getannehl	43,5	43,5	44	45	42,5
<b>Rohparaffin (hart)</b>					
Farbe	braun	gelblich	hellbraun	fast weiß	hellbraun
Spez. Gewicht/70°	0,785	0,782	0,776	0,780	0,790
Schmelzpunkt °C	+ 53,2	+ 54	+ 54,4	+ 53,2	+ 53
<b>Rohparaffin (weich)</b>					
Farbe	braun	hellbraun	braun	fast weiß	dunkelgelb
Spez. Gewicht b. 70°	0,804		0,760	0,780	0,802
Schmelzpunkt °C	+ 32,4	+ 36	+ 36	+ 36	+ 34
<b>Rohschmieröl</b>					
Farbe	blaugrün	blaugrün	grün	blaugrün	blaugrün
Spez. Gew./20°	0,911	0,902	0,903	0,904	0,918
Anilinpunkt	+ 89	95	94	96,5	+ 86
Stockpunkt °C	- 9	- 10	- 7	- 12	- 8
Flammpunkt °C	ca. 200	ca. 210	ca. 213	ca. 215	ca. 195
Viskosität °E/33°	9,76	8,86	8,29	9,12	10,0
°C/50°	5,2	ca. 5	ca. 4,8	ca. 5	ca. 5,5
°C/99°	1,60	1,59	1,58	1,60	1,60
V. J.	50	65	74	65	46
Ofen	15	15	22	22	22
Ofenblatt	3711	3711	3643a	3643a	3643a



Tabell III.

Elementar-Analysen von T T H - Produkten  
 über Kontakt 5719 und 7846.

Kontakt	6 7 1 9						7 8 4 6					
	Böhlener Schalteer						Deubener Schalteer					
Elementar-Analyse	C	H	O	N	S	g H/ 100gC	C	H	O	N	S	g H/ 100gC
Anfallpro- dukt	85,1	13,2	0,65	0,05	0,025	15,5	86,6	13,2	0,15	0,02	0,01	15,5
Hartparaffin	85,8	14,2	--	0,02	0,011	16,5	84,8	14,4	0,72	0,03	0,01	17,0
Weichparaf- fin	85,6	14,25	0,12	0,01	0,015	16,7	84,9	14,3	0,78	0,01	0,01	16,9
Gasöl	86,7	12,8	0,44	0,04	0,042	14,8	87,1	12,8	0,07	0,02	0,01	14,7
Schmieröl	86,5	12,8	0,66	0,04	0,015	14,8	86,8	13,1	0,07	0,03	0,02	15,08

(40)

Verarbeitung der alten Gelsenbergkohle (K 1086) bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl.

Die Ruhrkohle K 1086, die einen C-Gehalt von 86,8 % aufweist, wurde in älteren Versuchen im 10 Ltr-Ofen bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. Als Kontakt wurden 3 % geschwefelte Luxmasse verwendet. Mit diesem Katalysator, der in seiner Aktivität von der heute benutzten Formalkombination (Eisensulfat, Lux- bzw. Bayermasse, Natriumsulfid) etwas übertroffen werden dürfte, konnte die Kohle störungsrei verarbeitet werden, abgesehen davon, daß der Chlorgehalt des Abwassers mangels Neutralisation zu hoch lag.

Die Kohle ließ sich sehr gut abbauen, war aber in Leistung, Vergasung und Asphaltreduktion der jungen Gelsenbergkohle K 1090 unterlegen. Die anfallenden Öle waren aromatischer, sodaß das Sumpfbenzin einen höheren Klopffwert aufwies.

In einem kurzen Versuch wurde mit 1,5 % Luxmasse, 0,03 % Snox und 0,1 % Ammonchlorid bei gleichbleibender Leistung und Vergasung eine erhebliche Verbesserung des Asphaltabbaues erhalten.

gez. Kupfer  
gez. Leonhardt  
gez. Fürst

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig  
Dr. Schneider  
Dr. Hermann

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg

Untersuchungen: Dr. Schiffmann  
Dr. Meier  
Dr. v. Fünser

570

### Versuchsergebnisse

Die alte Gelsenbergkohle K 1086, die einen C-Gehalt von 86,8 % und einen Gehalt an disp. H von 4,7 aufweist, wurde bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeitet. Als Kontakt fand abgesehen von einem kurzen Versuch mit SnO<sub>2</sub> und Chlor nur geschwefelte Luzmasse in Menge von 3 % a.T.K. Verwendung. Die heute übliche Kontaktkombination (1,2 % Eisensulfat, 1,5 % Eisenoxyd bzw. Sulfid, 0,3 % Na<sub>2</sub>S) ist nach den bisherigen Erfahrungen etwas wirksamer. Abgesehen vom ersten Versuch wurde eine etwas höhere Gasmenge als in den neueren Versuchen (4,5 gegen 4,0 cbm/kg R.K.) gefahren, um einen mittelöl-armen Abschlam zu erhalten.

#### Bilanz 1

Zunächst wurde unter Beibehaltung eines Teiles der Bedingungen, unter denen die Kohle zuvor auf Schwerölüberschuß verarbeitet worden war, bei relativ hoher Ofentemperatur (476°), tiefer Abscheider-temperatur (450°), hoher Abschlamrückführung (1:0,5) und normaler Gasmenge (3,7 cbm/kg R.K.) gearbeitet. Der Kontakt wurde hinter dem Vorheizer eingedrückt. Dabei wurde zwar eine für diese Kohle sehr gute Leistung (0,29) bei niedriger Vergasung und ein guter Abbau erhalten. Aber der Asphaltspiegel lag derartig hoch, daß die Rückstandsaufarbeitung im Großen nicht möglich gewesen wäre.

#### Bilanz 2

In den weiteren Versuchen wurde der Kohledurchsatz vermindert auf 0,32 - 0,35. Da hierbei der Ofen sich nur noch schlecht beherrschen ließ, mußte die Reaktionstemperatur auf 470° zurückgenommen werden. Um möglichst wenig Mittelöl in den Abschlam zu bekommen, wurde die Gasmenge auf 4,5 cbm/kg R.K. erhöht und die Temperaturspanne zwischen Ofen und Abscheider von 1,5 auf 0,7 mV vermindert. Außerdem wurde die Abschlamrückführung auf 1:0,3 verringert.

Unter diesen Bedingungen wurde eine Leistung von 0,24 und ein gleichfalls noch guter Abbau (98,3 %) erhalten. Die Vergasung dürfte nach den späteren Ergebnissen zu urteilen, mit 24,0 % zu niedrig bestimmt sein. Die Asphaltreduktion war zwar etwas verbessert, aber immer noch nicht genügend. Auffällig ist bei den Bilanzen 1 und 2 der hohe Abbau und die niedrige Vergasung trotz ungünstiger Bedingungen (Abschlamrückführung und teilweise hoher Durchsatz). Gründe dafür sind nicht zu finden, wenn nicht auch hier wie in vielen früheren Versuchen Ergänzungen des Rücklauföls durch Teeröl mitgespielt haben sollten.

#### Bilanz 3

Nunmehr wurde auf die Abschlamrückführung ganz verzichtet, der Durchsatz etwas erhöht und der Kontakt mit durch den Vorheizer gefahren. Hierbei senkte sich die Leistung noch etwas (0,2 %) bei gleichbleibendem Durchsatz, der Asphaltspiegel senkte sich deutlich und die Vergasung stieg nun auf 26,4 % an.

Bilanz 4

In diesem Versuch wurde die Hälfte der Luxmasse durch 0,03 % SnO<sub>2</sub> und 0,1 % Ammonchlorid ersetzt, um die Rückstandsaufarbeitung zu entlasten. Gleichzeitig wurde der Durchsatz wieder auf 0,32 zurückgenommen. Mit dieser neuen Kombination wurde bei gleichbleibender Leistung und Vergasung eine weitgehende Verbesserung des Asphaltabbaues erzielt. Der Reinkohleabbau senkte sich etwas. Der hohe Chlorgehalt des Abwassers hätte eine Neutralisation nötig gemacht.

Bilanz 5

Es wurde wieder zu der Verwendung von 3 % Luxmasse ohne SnO<sub>2</sub> und Chlor übergegangen und je die Hälfte des Kontaktes zum Drei gegeben und in den Ofen direkt eingefahren. Das Fortlassen des Chlors bewirkte wieder ein Ansteigen des Asphaltspiegels, während die Leistung nicht beeinflusst wurde. Die Vergasung nahm noch zu. Da nur 3 Tage ohne Chlor gefahren wurde, lag der Ofen wahrscheinlich noch nicht im Gleichgewicht.

Die Versuche erlauben infolge ihrer Kürze kein eindeutiges Urteil über den Einfluß der Kontaktzugabestelle. Aus den Bilanzen 1 und 2 geht der ungünstige Einfluß der Abschlammrückführung auf die Asphaltreduktion hervor. Die nachstehend aufgeführten Mittelwerte aus Bilanz 3 und 5 dürften für die Verarbeitung dieser Kohle bei 600 atm mit Eisenkontakten einigermaßen repräsentativ sein.

	K 1086	K 1090
Leistung	0,22	0,27
Vergasung	27,2	24,7
Abbau	97,2	96,1
Asphalt a.R.K.	11,2	7,4
" a.festefr.Rü'öl	9,9	6,0
" im Anreibeöl	10,7	6,7

Der Vergleich mit der jungen Gelsenbergkohle, die mit der etwas aktiveren normalen Kontaktkombination verarbeitet wurde, zeigt, daß die ältere Ruhrkohle sich zwar gut abbauen läßt, aber in den übrigen Resultaten der jungen Kohle unterlegen ist. Daß die Schwelung noch ausreichende Ergebnisse liefert, ist zu vermuten, müßte aber durch weitere Versuche bestätigt werden.

Gegenüber den Ölen aus K 1090 ist das Benzin -215° aus K 1086 in siedegleichen Fraktionen aromatischer, was im spez. Gewicht, Anilinpunkt und im Klopffwert zum Ausdruck kommt, der den sehr guten Wert von 74 Res. gegen rd. 71 bei Benzin aus K 1090 erreicht. Auch das Mittelöl ist wenig H-reich. Benzin und Mittelöl enthalten weniger Phenole, was mit dem geringen Sauerstoffgehalt der Kohle in Einklang steht. Das Gesamtschweröl aus Abstreifer + Abschlämme bzw. Anreibeöl enthält mehr leichtsiedende Anteile und etwas mehr Vakuumrückstand. Die Rücklauföle waren stets stabil.