

Im Verlauf der Versuche wurde die bis dahin verwendete Breischlange von 5 m Länge durch eine solche von 10 m ersetzt, da die Temperaturdifferenz Bad/M. sehr unruhig war. Damit wurde das Gebiet der Quellung mehr in die Mitte des Vorheizers verlegt, was den Verhältnissen der Großapparatur besser entspricht.

Die Bilanzen wurden nach der heute üblichen Methode auf Butan-freies Benzin gerechnet. Die nicht vorhandenen Werte von Propan und Butan des im Produkt gelösten Gases wurden geschätzt.

#### Versuchsordnung

Vorheizschlange: K 11, 10 x 23 x 6000, V<sub>2</sub>a, 510 ccm gegen 540 neu, Anfahrtag: 2.12.36.

Zwischen Schlange und Ofen: S-Bogen mit T-Stück für 2. Gaseingang und Kontakteingang.

Ofen: Inhalt 11,57 Ltr; Birne zwischen Ofen und Abscheider.

Abscheider im Bleibaß mit Förderschnecke.

Ofenrührer 30 Umdrehungen/Min.

#### Ofen 451 vom 6.2.37 bis 3.3.37.

##### Versuchsverlauf

6.2. Ofen angeheizt, langsam unter Druck, 600 at Nullgas: 8000 Ltr über Dach.

Einlauf 5 kg Rücklauföl von vorhergehendem Versuch auf Bi + Heizöl.

7.2. Umstellung auf Kohlebrei: K 1086 vom 30.11.36 getrocknet.

+ Rücklauföl 1:1

+ Rückführabschlamm 1:0,75

Die hohe Rückführung erschien nötig, da zunächst mit dem mittelölhaltigen Rücklauföl vom vorhergehenden Heizölversuch gefahren wurde.

+ 3 g 6539<sup>2)</sup> kolloidal in Rü-Öl + Abschlamm (1:1) in S-Bogen verdünnt auf 1000 g/h mit Rücklauföl.

Temperaturen: Vorheizer<sup>1)</sup>: 23,5 - 24,5 mV, Ofen 26,0 mV, Abscheider 24,5 mV.

1) Klemmentemperatur: 20°

2) geschwefelte Luxmasse

Kohledurchsatz 5,5 kg

Gas: 3,2 m<sup>3</sup> auf kg R.K. Es wird ohne Rücksicht auf Abschlammpromente gefahren.

Rückstandsaufarbeitung: Das Produkt wird zerlegt in Bi - 215°, Mi-Öl - 325° + Schweröl > 325°. Der Schlamm wird mit S'Öl und Schweröl verdünnt und geschleudert. Schleuderöl = Rü-Öl. Der Schleuderrückstand wird geschwelt.

Abschlammrückführung allmählich auf 1:0,5 zurück.

Diese Maßnahme ist gerechtfertigt, da das Anreibeöl nun nur noch wenig Mi-Öl enthält.

9.2. Bilanz 1

10.2. Zeitweilig mit Öl zwecks Erneuerung der Packungen der Breipumpen.

Kohledurchsatz zurück auf 4,8 kg.

Um die Pumpen zu schonen, die häufig repariert werden mußten.

Die Schlange (A 4) ist sehr unruhig. Deshalb ist die Ofentemperatur schlecht zu halten. Die Schlange ist für den vorliegenden Durchsatz und den asphaltreichen Brei offenbar zu klein.

11.2. Umstellung auf Anreibeöl und Kaltfahren nach Vorschrift.

Es soll eine 10 m lange Schlange eingebaut werden.

Das 3-malige Abschlammen ging gut. Die Mengen waren einwandfrei  
Ofenabschlamm I: 10,2 % F mit 89,8 % Asche und 12,2 % s-Asphalt in Öl.

12.2. Ausstaubefund der Schlange: Die Schlange ist sauber; Literung 540 gegen 510 cm. Das ungünstige Verhalten der Schlange war also nur bedingt durch ihre Kürze bzw. durch den besonders schlechten Wärmeübergang bei dieser Kohle, denn bei Braunkohle reichte die Schlange selbst für weit größere Durchsätze aus.

Der Ofen wurde zwecks Reparatur des Heizkreises 2 ausgebaut. Befund: Ofenrührer war unten etwas verkockt.

Dreck: 90,1 % F (Bzl) mit 80,4 % Asche. bzw. 80,6 % F (CS<sub>2</sub>-Pyr) mit 100 % Asche. Neben Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ist typisch der hohe Na- und Cl-Gehalt der Asche. Im unteren Linsenanschluß befand sich etwas Koks; offenbar reichte der Rührer nicht ganz hinunter. Der Führungsring des Rührers war einseitig durchgeschliffen, ebenso war die druckfeste Hülse an den entsprechenden Stellen stark angeschliffen. Dreck aus Linsenanschluß: 87,9 % F (Bzl) mit 88,4 % Asche bzw. 85,7 % F (CS<sub>2</sub>-Pyr) mit 93,9 % Asche.

Abscheiderförderschnecke: Befund: etwas Dreck: 68,6 % F (Bzl) mit 92,2 % Asche bzw. 78,2 % F (CS<sub>2</sub>-Pyr) mit 89,3 % Asche.



- 13.2. Neueinbau der Schlange: K 14 10 x 23 x 10 000 H<sup>3</sup>, 780 ccm Inhalt.
- 14.2. Es wird in den S-Bogen ein 2. Gaseingang eingeführt.  
Dieser sollte die Möglichkeit schaffen, das Gas zu teilen, um damit die Breischlange wärtemäßig zu entlasten.
- 16.2. Ofen wieder angeheizt und unter Druck. 600 at 8000 Ltr Nullgas über Dach.  
Einlauf 5 kg Rü-Öl.
- 17.2. Kohlebren wie zuvor. Kohledurchsatz zurück auf 4,5 kg.  
Mit dem höheren Durchsatz schien die Bi + Mi-Leistung zu gering zu sein.  
Gas vor auf 4 m<sup>3</sup>/kg R.K.  
Die Destillationswirkung des Abscheiders war mit der geringeren Gasmenge zu klein (zu viel Mi-Öl in Abschlam).
- 18.2. Infolge ungeschicktenfahrens geht der Ofen auf 27 mV hoch.  
Ofentemperatur zurück auf 25,7 mV  
Zur Vorsicht und zur Vermeidung des Durchgehens.  
Kohledurchsatz entsprechend auf 3,8 kg zurück.  
Abschlammrückführung zurück auf 1:0,3  
um allmählich von der Abschlammrückführung abzukommen.
- 19.2. Abscheidertemperatur vor auf 25,0 mV  
um möglichst wenig Mittelöl im Abschlam zu haben.  
Die Konzentration des K 6539-Breies wird auf 15 % erhöht.  
Dadurch soll eine bessere Pumpbarkeit erreicht und vor allem eine zu starke Abkühlung im Ofen unten vermieden werden.
- 20.2. Bilanz 2
- 21.2. 6539 jetzt koll. zum Brei statt im S-Bogen.  
Diese Zugabe des Kontaktes hat sich bei einer ähnlichen Kohle im Ofen 455 als nicht nachteilig erwiesen. Außerdem soll die Fahrweise dadurch vereinfacht werden.  
Die Abschlammrückführung wird auf 1:0,2 zurückgenommen.  
Diese Maßnahme ist gerechtfertigt, da die Breibeschaffenheit gut ist.
- 22.2. Kohledurchsatz vor auf 4,2 kg;  
es ist wahrscheinlich zuviel Bi + Mi im Ölgewinn.  
(Besserung durch die Verminderung der Abschlammrückführung).  
Die Abschlammrückführung wird ganz unterlassen.  
Brei und Schlange sind gut.

24.2. Bilanz 3

25.2. Kohledurchsatz zurück auf 3,6 kg;

zur Einstellung des Rücklaufölgleichgewichts.

Statt 3 % 6539: 1,5 % 6539 + 0,03 % 5146<sup>1)</sup> + 0,15 % 5976<sup>2)</sup>  
alle koll. zum Brei.

Durch diese Maßnahme soll die bei der Aufarbeitung lästige große Menge von 6539 eingespart werden, wobei erwartet wird, daß die geringe Menge 5976 ohne Neutralisation gefahren werden kann.

Versuchsweise wird E<sub>2</sub> vom Ofen 0,5 mV tiefer gefahren als E<sub>3</sub>.  
Man hofft durch diese Staffelung das schwierige Fahren etwas zu erleichtern.

26.2. Die Temperaturänderung aus E<sub>2</sub> hat sich nicht bewährt, da der Heizkreis 1 stark belastet werden muß, um E<sub>3</sub> auf Temperatur zu bringen. Es wird jetzt, um Heizkreis 1 zu entlasten, E<sub>2</sub> versuchsweise durch entsprechende Erhöhung der Flanschen-temperatur auf 25,7 mV gebracht.

Statt 0,15 % 5976: 0,1 %.

Die bisherige Menge war zu groß, um ohne Neutralisation gefahren werden zu können.

27.2. E<sub>2</sub> wird jetzt auf 25,2 - 25,7 mV gehalten;

es ist nicht einwandfrei gelungen, E<sub>2</sub> auf 25,7 mV zu bringen.

Kurzzeitig Ölfahren bei 200-at, um Heizkreis 1 vom Ofen zu reparieren.

28.2. Bilanz 4

1.3. Ohne 5146 und 5976, dafür 1,5 % 6539 verd. in Anreibeöl + Abschläm 1:1 im S-Bogen.

Auch die verminderte Menge 5976 kann ohne Neutralisation nicht beibehalten werden. Die neue Kombination hat sich im Ofen 455 bewährt.

3.3. Bilanz 5

Versuch damit beendet, anschließend Umstellung auf K 1090.

1) SnO<sub>2</sub>  
2) NH<sub>4</sub>Cl

Tabellen-Verzeichnis

- 1 a-b Bilanzen
- 2 Eigenschaften der Kohle
- 3 Benzinuntersuchungen
- 4 Mittelöluntersuchung
- 5 Schweröluntersuchung
- 6 Anreibeöluntersuchung
- 7 Gasöluntersuchung
- 8 Elementaranalysen
- 9 als KW vergastes C
- 10 Abwasseranalysen
- 11 iso-Butan-Gehalt
- 12 organisch gebundener Schwefel in Abgasen

Tabelle Ia  
Bilanzen

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5
Ofen Tag 1937	451 9.2.	= 20.2.	= 24.2.	= 28.2.	= 3.3.
Kohle K 1086 vom % C in R.K. % Asche i. T.K.	30.11.36 86,76 4,8	= = 5,2	= = 4,7	= = 5,4	= = 3,5
Vorbehandlung	getrocknet und gemahlen =				
Anreibeöl Art	Rü-öl > 325	=	=	=	=
% Festes	13,9	11,6	14,8	9,6	9,4
% Asche i.F.	30,1	37,1	34,0	34,3	36,9
% 215°-325°	18,2	14,0	14,4	9,0	7,7
% s-Asphalt	16,4	15,0	11,8	7,9	9,5
Kohle : Öl	1:1	=	=	=	=
Kohle : Abschlamm	1:0,5	1:0,3	0	0	0
Kontakte					
% 6539 <sup>1)</sup> koll. in Rü-Öl + Abschl. 1:1 in S-Bogen		=			1,5
% 6539 koll. in Abstr. S'öl 50%ig zum Brei			3	1,5	=
% 5146 <sup>2)</sup> " " " " "				0,03	=
% 5976 <sup>3)</sup> " " " " "				0,1	=
Bedingungen Druck at	600	=	=	=	=
Vorheizertemp. °C	458	450	=	=	=
Ofen " "	476	470	=	=	=
Abscheider " "	450	458	=	=	=
Durchsatz kg/Ltr/h	0,46	0,32	0,35	0,32	0,32
Gas m <sup>3</sup> /kg R.K.	3,68	4,50	4,38	4,60	4,45
Umdrehungen des Ofenrührers	30	=	=	=	=
Ergebnisse Rohbilanz %	98,2	98,8	97,9	98,0	98,0
Hochdr.-Ölgewin. a.R.K. %	78,5	79,2	79,4	72,9	69,2
Abbau %	99,5	98,3	98,3	95,5	96,2
Hochdr.-Ölgew./theor. Verfl. %	98,2	103,0	104,5	99,4	99,1
Prakt. Ölgew. Leistung	0,29	0,24	0,22	0,21	0,22
davon Bi -170 %	17,5	21,6	23,6	19,5	18,1
Bi 170-215 %	12,3	11,9	14,0	13,8	14,0
Mi 215-325 %	70,2	66,6	63,4	66,7	67,9
ger. Anreibeöl-Übersch. %	19,4	7,7	21,6	12,5	1,0
Vergasung/prakt. Ölgew. + Verg.	23,8	24,0	26,4	26,4	27,9
Verg. C v. C d. R.K. %	19,7	23,0	22,3	22,6	26,5
davon CO %	3,5	3,2	2,6	2,4	3,5
" Co <sub>2</sub> %	0,5	0,2	0,2	0,3	0,1
Abwasser a.R.K. %	3,5	2,1	3,0	3,5 <sup>4)</sup>	2,8
Neuabschlamm a.T.K. %	100,0	88,6	90,8	86,2	90,6
darin s-Asphalt a.R.K. %	18,8	13,6	11,4	8,0	11,0
" " " a.festefr. Rü-Öl %	16,4	11,8	10,0	7,1	9,8
Aschebilanz aus/ein %	74,2	80,7	101,3	99,5	100,2

- 1) Luxmasse geschwefelt
- 2) Snox
- 3) NH<sub>4</sub>Cl
- 4) kofrigiert



Tabelle 1b  
Bilanzen, Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5
<u>Abschlamm</u>					
Spez. Gew./100°	-	-	-	-	1,072
Benzolfestes	20,1	22,6	25,4	24,4	23,1
Asche i. "	45,5	52,0	50,0	49,1	50,5
-325°	14,4	13,7	18,8	14,3	11,7
s-Asphalt	22,4	18,8	16,0	11,7	15,3
<u>Abstreifer</u>					
Spez. Gew./20°	-	-	-	-	0,976
Wasser	-	-	0	0,5	0,1
-215°	16,6	17,0	17,8	17,3	18,1
215-325°	50,8	44,7	41,2	41,2	44,4

Tabelle 2  
Eigenschaften der Kohle

% H <sub>2</sub> O	8,09
% Asche i. T.K.	5,13
% C i. R.K.	86,76
% H	5,24
" O	5,54
" N	1,83
" S fl.	0,63
" S ges.	0,85
u.H. -cal	8281
% H disp.	4,74
Bitumengehalt	0,49
Alkalität H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	7,95
Schwefelanalyse	nicht ausführbar, da die Kohle sehr stark bläht

**Tabelle 3**  
**Benzinuntersuchungen**

Bilanz Nr.		1	3
<b>Rohbenzin - 215°</b>			
	Spez.Gew./20°	0,826	0,821
	AP. °C	12,8	16,2
	Phenole %	19,2	13,0
	Raff.-Verl. %	3,0	4,7
	Wasch- " %	1,0	1,5
	Red.- " %	4,0	4,5
<b>Benzin - 215° raffiniert</b>			
	Spez.Gew./20°	0,796	0,788
	AP. I °C	15,8	20,5
	AP. Ia " °C	16,5	20,5
	AP. II " °C	52,0	52,1
	Dr.-Test	- schwach +	schwach +
	Cu-Streifen	gut	gut
	" Schale	Spur	Spur
<b>ASTM</b>			
	Siedebeginn °C	61	65
	80 " %	3,5	3,0
	90 " " %	10,5	10,0
	100 " " %	20,0	20,9
	10 " " " %	32,5	30,8
	20 " " " %	41,5	42,2
	30 " " " %	49,5	51,8
	40 " " " %	55,0	60,0
	50 " " " %	60,5	65,5
	60 " " " %	67,5	72,5
	70 " " " %	75,5	78,8
	80 " " " %	81,5	85,9
	90 " " " %	87,0	91,0
	200 " " " %	92,5	95,0
	10 " " " %	96,0	97,5
	15 " " " %		98,2
	22 " " " %	98,5	
	R " " " %	100,0	99,7
	Fraktion 80-100 Spez.Gew./20°	0,724	0,724
	AP. °C	36,5	38,6
	" 110-140 Spez.Gew./20°	0,774	0,780
	AP. °C	22,5	24,2
	" 150-180 Spez.Gew./20°	0,824	0,828
	AP. °C	5,0	7,5
	" 180-210 Spez.Gew./20°	0,862	0,862
	AP. °C	28,4 mit Lö-Bi	- 2,4
		1:1	
<b>Zusammensetzung:</b>			
	Paraffine %	26,0	27,5
	Naphtene " %	38,0	40,0
	Aromaten " %	32,0	30,0
	unges. KW " %	4,0	2,5
	Klopfwert Res.	74,0	74,0

Tabelle 4

## Mittelöluntersuchungen

Bilanz Nr.	1	3
<u>Mittelöl - 350°</u>		
Spez. Gew. / 20°	0,979	0,972
Phenole %	13,1	10,6
Ap (Mischung mit Lö-Bi 1:1) °C	16,5	17,0
Ap ber.		-28,3
Gew. Engler Siedebeginn °C	198	213
- 225° %	9,5	2,1
50 "	27,0	25,6
75 "	49,7	22,7
300 "	70,9	21,2
25 "	87,4	16,5
50 "	96,9	9,5
58 "	98,9	2,0
R "	100,0	1,1
		100,0
		1,4
<u>Mittelöl entphenoliert</u>		
Spez. Gew. / 20°	0,972	0,964
Misch Ap (mit Lö-Bi 1:1) °C	17,0	17,2
Unges. KW %	18,3	15,3
Fraktion 240-270: Spez.Gew./20°	0,940	0,946
Misch Ap °C	16,0	17,3
Ap ber. °C		-27,7
" 280-310 Spez.Gew./20°	0,970	0,977
Misch Ap °C	15,5	14,5
Ap ber. °C		-33,3

Tabelle 5

zu Bilanz 3

Schweröluntersuchung

Abs treifer-Schweröl	35,9 %		
Abschlammöl	64,1 %		
Spez. Gew. / 50°	1,082		
Vak. Kurve bei	9 mm		
92 - 200°	27,9 %	4	Spez. Gew. 1,007 / 20°
- 25°	45,7 "	15,8	" " 1,032 / 40°
- 75°	61,8 "	18,1	" " 1,048 / 60°
- 325°	70,9 "	9,1	" " 1,068 / 90°
R	99,7 "	28,8	" "

Tabelle 6

zu Bilanz 3

Anreibeöluntersuchung

Spez. Gewicht / 50°	1,100		
220-325°	14,4 %		
R	100,0 %		
Vak. Kurve bei	9 mm		
102-200°	26,7 %	18,9	
25°	45,6 "	19,8	
75°	65,4 "	9,9	
325°	75,3 "	24,5	
R	99,8 "		



Tabelle 7  
zu Bilanz 3  
Gasöl-Untersuchung

	<u>Mi-Öl 215-350°</u>	<u>Mi-Öl 215-350° entphenoliert</u>
Farbe	dunkelrot	dunkelrot
Spez. Gew. / 15°	0,981	0,973
Ap. °C	Berechn. = -27,3°	Berechn. = -27,3°
Phenole %	9,4	-
unges. KW %	-	16,1
Cu-Streifen	gut	gut
Getrenzahl	= 2	+ 3
Jodzahl	53,7	37,9
S %	0,078	0,11
Stockpunkt	tiefere als - 30°	tiefere als - 30°
Viskosität 20°	1,77°E	1,56°E
" 38°	1,31°E	1,24°E
Gew. Engler	205°	212°
- 225 %	5,3	2,3
50 "	21,0 15,7	14,2 11,9
75 "	40,7 19,7	34,8 20,6
300 "	60,9 20,2	59,0 24,2
25 "	82,2 21,3	81,5 22,5
50 "	96,2 14,0	94,1 12,6
R "	100,0	100,0

Tabelle 8  
Elementaranalysen

Produkt	% Asche	% Wasser	% C	% H	% O	% N	% S fl	% S ges.	WE. U.H.W.	% disp. H
<u>Kohle</u> Orig. Probe	4,63	0,67	81,02	4,99	6,67	1,27	0,75	0,77	7760	-
Reinprobe			85,55	5,27	7,05	1,34	0,79	0,81		4,72
<u>Festes aus Anreibeöl</u>	32,35	2,28	59,51	2,23	-	0,84	3,70	4,25	5423	-
<u>Anreibeöl</u>			90,23	7,25	2,23	0,7	-	0,12	9077	7,64
<u>Festes aus Abschläm</u>	48,23	0,90	44,03	1,75	-	0,57	4,74	4,96	4210	-
<u>Benzin - 215°</u>	-	-	84,50	12,25	1,95	1,27	-	0,035	9712	13,90
<u>Mittelöl - 325°</u>	-	-	87,78	9,73	1,77	0,68	-	0,043	9436	10,68
<u>Absir. S'Öl + Abschl. Öl</u>	-	-	89,65	7,77	2,18	0,28	-	0,12	9204	8,50

592

Tabelle 9  
zu Bilanz 3  
als KW vergastet C

als C <sub>1</sub>	%	22,2
" C <sub>2</sub>	"	21,2
" C <sub>3</sub>	"	29,5
" C <sub>4</sub>	"	27,1
Ungesättigte von C <sub>2</sub>		4,3
	C <sub>3</sub>	6,2
	C <sub>4</sub>	3,7
	C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>	5,1

Tabelle 10  
Abwasseranalysen

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5
CO <sub>2</sub>	g/kg	49,5	7,55	3,66	26,0	32,6
Cl	"	2,38	0,28	0,14	3,95	1,01
NH <sub>3</sub>	"	-	-	19,4	-	-
H <sub>2</sub> S	"	-	-	5,0	-	-

Tabelle 11  
iso-Butangehalt

Bilanz Nr.	1	2
% iso-Butan von Gesamt-Butan im Ofengas	34	15

Tabelle 12  
zu Bilanz 4  
organisch gebundener Schwefel in Abgasen

mg/m <sup>3</sup> Ofengas	1,58 entspr. 33	mg/m <sup>3</sup> KW
" Atschlammgas	9,86 "	50,4 "
" Produktgas	10,5 "	27,2 "



Tax. Petrol  
+ Oil Hydrog

5. Februar 1943. Hb/Pa

Zurück an  
Verzinsmer, Dir. Dr. Ph.

(41)

Versuchsbericht

W. Krimm, E. Hoyer und P. Leonard

Vorbereitung des Versuches

M. 10-11-1943

Offen von 10.9.33 bis 22.9.33

594





Beim Vergleich der Katalyse ergibt sich abgesehen von der beträchtlichen Um-  
lagerung des Moleküls über Wasser, daß die Abgabe von Wasserstoff-  
aktivierter Größe anstelle der Aktivierung durch Wasser-  
ringere Katalysierung des Asphaltenes, und dieses nach der Spaltung  
des Nichteiniger Öle verbleibt, daß diese Vorteile aber mit einer  
von 10 bis 20 höheren Verflüchtigung einhergehen, während in diesen Fällen  
reiner, jedoch die Verwendung des sauren Katalysators nicht

Ergebnisse im Vergleich mit Steinkohlensäure, die durch die Abgabe von  
mit Wasserstoff verunreinigt werden kann, bei Temperaturen von 200 bis  
300 Grad Celsius, wobei die Katalysierung durch Wasserstoff und  
Oxidation des Asphaltenes - ausgeführt wurde. Die Katalysierung des  
Vorwärtsgangenthaltenen Verflüchtigung durch die Katalysierung  
reinerer des Asphaltenes durch die Katalysierung durch Wasserstoff  
bei Temperaturerhöhung nach dem durch die Katalysierung durch  
Verflüchtigung durch die Katalysierung durch Wasserstoff

Gründlich wurde die Katalysierung durch die Katalysierung durch Wasserstoff  
des Asphaltenes durch die Katalysierung durch Wasserstoff

Die Katalysierung durch Wasserstoff  
von Dr. H. H. H. H.  
ausgeführt wurde  
Dr. H. H. H. H.  
Dr. H. H. H. H.

Ergebnisse der Katalysierung durch Wasserstoff  
Unterschiede in der Katalysierung durch Wasserstoff  
Dr. H. H. H. H.  
Dr. H. H. H. H.  
Dr. H. H. H. H.



Vergasungsversuche.

Vergasungsversuche.

Die folgenden Versuche, am 1. u. 2. September, hatten zum Zweck, das Verhalten bei der Vergasung von 500 g. und 200 g. Braunkohle bei verschiedenen Temperaturen und verschiedenen Gasarten zu untersuchen. Die Versuche wurden in der Weise durchgeführt, dass die Kohle in einem mit Wasser gefüllten Kolben erhitzt wurde, wobei die Gase durch einen Wasserwanne geleitet wurden. Die Versuche wurden bei 0,2 bis 0,3 Atmosphären durchgeführt.

Vergasungsversuche bei 1000°C

Die folgenden Versuche wurden am 1. September bei 1000°C durchgeführt. Die Kohle wurde in einem mit Wasser gefüllten Kolben erhitzt, wobei die Gase durch einen Wasserwanne geleitet wurden. Die Versuche wurden bei 0,2 bis 0,3 Atmosphären durchgeführt. Die Gase wurden in einem Gaszähler gemessen, wobei die Wasserdampfdampfmenge durch einen Wasserdampfbildner entfernt wurde.

	1a	1b	1c
Wasserdampf	0,1	0,3	0,5
Wasserdampf gesamt	0,2	0,3	0,5
Wasserdampf + Schwefelwasserstoff	0,200	0,300	0,500
Kohlendioxid	0,1	0,1	0,1
Wasserdampf gesamt	0,79	0,79	0,79
Wasserdampf gesamt + Frischluft	0,79	0,79	0,79
Wasserdampf gesamt + Frischluft + Wasserdampf	1,00	1,00	1,00
Wasserdampf gesamt + Frischluft + Wasserdampf + Kohlendioxid	1,10	1,10	1,10
Wasserdampf gesamt + Frischluft + Wasserdampf + Kohlendioxid + Schwefelwasserstoff	1,10	1,10	1,10

Die folgenden Versuche wurden am 2. September bei 1000°C durchgeführt. Die Kohle wurde in einem mit Wasser gefüllten Kolben erhitzt, wobei die Gase durch einen Wasserwanne geleitet wurden. Die Versuche wurden bei 0,2 bis 0,3 Atmosphären durchgeführt. Die Gase wurden in einem Gaszähler gemessen, wobei die Wasserdampfdampfmenge durch einen Wasserdampfbildner entfernt wurde.



600 atm

Vergleichen mit der Bilanz 1c des Wiener Öles, das den gleichen Bedingungen herrschen, zeigt sich an der niedrigeren Leistung; das das Wiener Öl schwerer spaltet. Die Verflüchtigung war ein wenig geringer; der Asphaltengehalt etwas höher.

250 atm

Die Versuche die seitens für die Verarbeitung von Braud in Frage kommen, wurden bei niedrigen Druck verwandt, wurden mehrere Versuche bei 250 atm unternommen.

Bei 250 atm bei dem niedrigen Druck wurde die Olfenempfindlichkeit herabgesetzt. Es war indessen möglich, mit 476° eine Temperatur zu erreichen, die im wesentlichen Öfen im starken Absinken von 7 bis 8% die Viskositätsabnahme des Ölfenolins bedingt. Bei 250 atm einen ausreichenden Asphaltgehalt zu erzielen, ist im wesentlichen Hydroxydbedingungen anzunehmen, wurde ein Öl bei 250 atm (höher 350°) gearbeitet und dementsprechend ein Öl bei 250 atm (höher 350°) verarbeitet. Auf dem gleichen Grund wurde es demselben Kontakt 0,15 übergegangen. Unter diesen Bedingungen wurde gleicher Versuch 2a bei 600 atm dem Durchsatz im Vergleich zu 250 atm, die Leistung. Die Leistung der Maschine zeigte sich in der Richtung der Verflüchtigung von 250 atm (höher 350°) des Asphaltengehalts. Im Verlauf des Versuches zeigte es sich, das eine Erzeugung von ca. 2,5% ölige Asphaltengehalt im wesentlichen Destillation im Abschieden.

Bei 600 atm wurde ein Öl bei 476° Temperatur bei 600 atm (höher 350°) auf 400° verarbeitet. Es war indessen möglich, die gleiche Leistung zu erreichen, die bei 250 atm (höher 350°) verarbeitet. Die Leistung der Maschine zeigte sich in der Richtung der Verflüchtigung von 250 atm (höher 350°) des Asphaltengehalts. Im Verlauf des Versuches zeigte es sich, das eine Erzeugung von ca. 2,5% ölige Asphaltengehalt im wesentlichen Destillation im Abschieden.

Vergleichen mit dem in diesem Versuch erhaltenen Öl mit dem bei 250 atm (höher 350°) bei 600 atm (höher 350°) und gleichem Asphaltengehalt, es zeigt sich folgendes:

Das Öl bei 600 atm (höher 350°) enthält einen geringeren Asphaltengehalt als das Öl bei 250 atm (höher 350°). Dies mag sich aus dem niedrigeren Viskositätswert des Öls erklären. Das Öl bei 600 atm (höher 350°) enthält einen geringeren Asphaltengehalt als das Öl bei 250 atm (höher 350°). Dies mag sich aus dem niedrigeren Viskositätswert des Öls erklären.

Bei 600 atm und tieferer Temperatur geht über die Aufarbeitung des Öls eher vollendet als bei 250 atm.

Die paraffinreichere Struktur des Wiener Öls zeigt sich an der verhältnismäßig wenig wasserstoffreichen Öle an.

600

Man wird annehmen können, daß bei diesen Ölen, die im Ofen im dampfförmigen Zustand vorherrschen, sich ein Endzustand verhältnismäßig rasch einstellt, und daß wieder bei der tieferen Temperatur trotz des niedrigeren Druckes mehr nach der Hydratseite hin verschoben ist. Die schwereren Öle reagieren dagegen so langsam, daß die schweren Endprodukte dem Ausgangsprodukte etwas ähnlicher sind, je tiefer die Reaktionstemperatur gewählt wird. Diese Annahmeung läßt also die Temperatur als das wichtigste Moment hervortreten und nicht in der Erhöhung des Druckes im ersten Sinne das Mittel, höhere Reaktionstemperaturen und damit raschere Umsetzung zu erreichen zu können.

Nach auch allgemein die Dehydratation die Dehydratation begünstigt, so besteht doch kein Grund dafür, anzunehmen, daß in diesen Versuchen Dehydratation in nennenswerten Umfang stattgefunden haben, und daß dadurch die Unterschiede in den Gasanalysen bei 250-600 atm zu erklären sind. Abstreifgeschwindigkeit und Abstrahlwinkel entziehen wohl vorwiegend mit der wasserstoffärmeren und dadurch schwerer spaltbaren Bestandteilen des Rohöls. Diese, die sich z.B. in den Fraktionen konzentrieren lassen, weisen einen niedrigeren Gehalt an dem Wasserstoff als die Abstrahl- und Abstrahlungsfraktionen auf (10,3 bei Fraktion 1, 11,4 bei Fraktion 2, 12,4 bei Fraktion 3). (niedrigster Wert bei Abstrahlend).

Ein gewisser Vorteil der 600 atm für die katalytische Spaltung der Kohlenwasserstoffe, nämlich wegen der höheren Temperatur und den höheren H<sub>2</sub>-Teildruck ein größeres Verbleiben, läßt sich in seiner Auswirkung nicht abschätzen, da Kenntnis über den F<sub>2</sub>ungsgrad der 10-Ltr.-Fraktionen vorliegt. Im vorliegenden Falle verhielten sich die bei 250 und 600 atm pro Zeiteinheit durchgesetzten Volumina in einem Verhältnis etwa wie 4:5.

Die geringen Unterschiede der Eigenschaften, die hier wurden auch bei der Hydrierung von Steinöl bei 250 und 600 atm gefunden.

Gegenüber den Steinsöl-Produkten aus derselben Zeit waren die hier erhaltenen Öle etwas schwerer und wasserstoffärmer, was aus keiner besseren Ortsumzahl und höherer Sauerstoffgehalt des Rohöls, sowie in einer niedrigeren Gesamtzahl des Diesels zum Ausdruck kam. Am größten waren die Unterschiede bei niedrigeren Fraktionen des Steinsöls.

Bilanz 2d. Es sollte noch festgestellt werden, ob sich bei 250 atm die bei 600 atm auch auf einem Gewinn -350° arbeiten läßt. Demzufolge wurde der Frakt. 1550° getropft. Da die Atschlammfarbe mit dem Grade-Ilsen-Kontakt Ch 12 auch bei Steigerung der Zugabe auf 2,0 % sehr schlecht geworden war, wurde an dem aktivierten Kontakt (1,5 %) gegriffen. Da auf nicht so hohe Spaltung gefahren wurde, stellte sich bei gleichbleibender Temperatur eine merklich höhere Wassertung und eine niedrigere Vergasung ein. Dabei wurde der Asphalt nur etwa zur Hälfte abgebaut, so daß die Schwefelabgabe großenteils kaum noch genügt hatte.

Bilanz 2e. Man wurde versucht, die Kontaktzugabe dadurch zu verbilligen, daß nur noch 0,5 % Ch 16 und dazu 1,5 % Ch 12 verwendet wurden. Auch hier zeigte sich wieder die ein wenig geringere Aktivität der Charge 12 in der Leistung und der Vorteil ihrer



Anwendung im Sinken der Vergasung. Der gegenüber Bilanz 2d bewertete Asphaltabbau, der mit dem Anstieg der Schwelausbeute korrespondiert, läßt vermuten, daß die ungünstige Abschlammszusammensetzung der Bilanz 2d als Zufallsergebnis - möglicherweise würde dort die Temperatur etwas zu hoch gemessen - anzusehen ist.

Die anfallenden Öle waren denen aus dem Versuch 2c (bei 325° abgeschnitten) sehr ähnlich. Das verschiedene Abschneiden hat demnach auf die Eigenschaften siedetechnischer Produkte nur geringen Einfluß. Abstreiferaschewöl und Abschlamöl zeigten eine höhere Viskosität und einen höheren Stockpunkt. Die Gase enthielten weniger Nage-sättigte.

#### Versuchsreihe 3 F 1338 geteilt.

Es wurde Kopprückstand über 325° aus Fellbrock-Rohöl bei 250° abgegriffen. Den Analysen nach lag dieser im selben Eigenschaftenbereich der Mitte zwischen Niernagener und schwerem Frotzer Kopprückstand. Als Kontakt fand Molybdän mit-Grunde in Mengen von 2,0 % Anwendung, da vermutet wurde, daß das Fellbrocköl sich schwerer verarbeiten lassen würde. Die Ofentemperatur lag in allen Versuchen bei 410°. Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Bilanz Nr.	3a	3b	3c
Frischöldurchsatz	0,77	0,65	0,68
Gasmenge cbm/kg Frischöl	3,2	2,5	2,7
Bi + Mi - Gesamtleistung	0,52	0,55	0,58
" " - Houleistung	0,59	0,53	0,56
Schwefelüberschuß a. Reinfischöl %	4,1	5,0	3,9
Vergasung a. grapt. Ölgew. + Verg. %	12,9	12,0	12,0
" " a. Neubildung " %	13,4	12,5	12,5
Asphaltabbau %	97,6	98,1	98,2

#### Bilanz 3a.

Da das erste Rückführschwefel aus den vorhergehenden Versuchen mit Böhlener Teer stammte, wurde zunächst eine zu günstige Leistung erhalten.

#### Bilanz 3b.

Um eine höhere Bi- + Mi-Konzentration im Abstreifer zu erhalten, wurde die Gasmenge reduziert. Der Durchsatz mußte vermindert werden, da sich nun die eigene Rückführung auswirkte. Gegenüber Bilanz 2a mit Niernagener Öl ergaben sich sowohl bezüglich der Leistung wie der Vergasung und des Asphaltabbaues günstigere Werte. Dies ist vor allem, wenn man von eventuellen strukturellen Unterschieden der Erdöle absieht, dem besseren Kontakt zuzuschreiben. Möglicherweise hat sich aber auch die Verminderung der Gasmenge vorteilhaft auf den Füllungsgrad des Ofens ausgewirkt.







- 22.6. Lager der Antriebswelle ausgewechselt. Hoch gefahren wie zuvor.  
Durchsatz stufenweise vor auf 9,0 kg/Std.  
Der Abschlammanfall war bei ausgefahrener Temperatur zu niedrig.
- 23.6. Frischladdurchsatz stufenweise weiter vor auf 11,0 kg/Std.  
Der Abschlammanfall war zu niedrig und die Temperaturlage des Ofens ruhig. Die Abschlammsätze war gut (Note 120).  
Das Produkt zeigte eine gewisse Trübung und Fluoreszenz.  
Temperaturen vor auf Schmelze max. 23,5 mV, Ofen max. 23,2 mV.  
Um den Durchsatz weiter steigern zu können.  
Demnach Durchsatz vor auf 11,0 kg/Std.
- 24.6. Spünlösung hergestellt auf eigenes s-Mittelöl und Abstreiferschweröl.
- 25.6. Bei Schwerölrückführung 30:10  
Frischladdurchsatz zurück auf 11,0 kg/Std.  
Zur Erhaltung der Abschlammsätze, Auswirkung der Rückführung.
- 26.6. Temperatur vor auf Ofen max. 25,4 mV, Mantelelemente der Vorheizung max. 26 mV.  
Um auch bei höherer Schwerölrückführung den Durchsatz halten zu können.  
Schwerölrückführung vor auf 80:20.  
Der Schlammanfall war zu hoch.  
Demnach Frischladdurchsatz zurück auf 10 kg/Std.  
Die Temperaturerhöhung hatte zum Ausgleich der geringeren Spaltung des Abstreiferschweröls nicht genügt.  
Der Ofen hat sich durch die Schwerölrückführung beruhigt.
- 27.6. Bilanz la
- 28.6. Schwerölrückführung vor auf 70:30  
Es fiel zuviel Schweröl an.  
Demnach Durchsatz zurück auf 9,5 kg/Std.  
Schwerölrückführung weiter vor auf 52:58  
Um dem Gleichgewicht noch näher zu kommen.  
Überkötzen des Abscheiders, durch verstärktes Spülen und Entleeren des Abscheiders auf Gas behoben. Auch das 10-Liter-Gefäß wurde zur Reinigung auf Gas entschlammt.  
Es würde Kontaktabsätzen in der Förderschnecke vermutet, da der Kontakt der Handprobe nach zu groß gemahlet und der Abschlammsatz sehr öfter war. In der Handprobe war Sand im Abschlammsatz festgestellt worden.

29.6. Frischöldurchsatz stufenweise zurück auf 9,0 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente

Der Ofen ist im unteren Teil mit 24,6 mV recht kalt, daher springt schlecht an, obwohl die Vorheizung (S<sub>1</sub>) voll ausgefahren ist. Bei starker Erhöhung der Temperatur des Ofens unten neigt er oben zum Durchschmelzen.

30.6. Schlängentemperatur vor auf 25,0 mV durch Ausfahren der Mantelelemente auf 28 mV.

Auf diese Weise gelang es, den bisher im unteren Teil schlecht arbeitenden Ofen auf 25 mV (E<sub>2</sub>) zu bringen und somit die Temperaturettafelung auf 0,4 mV zu beschränken. Dadurch lagen nun die Abschlammprozente innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen. Immerhin war die Reaktion im Ofen unten auch jetzt noch viel schwächer als bei Kohle.

Schwerölrückführung vor auf 65:35

Es fiel ein Schwerölüberschuß an.

Gleichzeitiger Ausfall bei der KBP. Da mit der KP zu wenig Öl eingedrückt wurde, ging der Ofen kurzzeitig hoch auf 26 mV. Vermutlich wurde er hierbei nicht geschädigt. In den Ventilen der KBP wurde "Sand" gefunden, obwohl die Kontaktmahlung einwandfrei war. Die Ventile waren etwas ausgeschlagen. Es wurden daraufhin engere Siebe zur Einfüllung des Breies in die Ausgangsgefäße verwendet.

1.7.8 Bilanz lb

2.7.8 ab

Anschließend Frischöldurchsatz zurück auf 8,5 kg/Std.

Es fiel zuviel Abschlamman.

3.7. Standstörung an Abscheider, durch Entschlammung auf Gas und Spülen behoben.

Vermutlich lag wieder eine Verstopfung der Förderschnecke wie am 23.6. vor.

Ofentemperatur vor auf max. 25,6 mV.

Um weniger Abschlamman zu erhalten. Infolge der hohen Schwerölrückführung lag der Ofen auch bei dieser Temperatur ruhig.

Frischöldurchsatz vor auf 9,0 kg/Std.

Auswirkung der Temperaturerhöhung.

4.7. Mit 1,0 % 6612 Ch 12 anstelle der 1,5 % 6612 Ch 16.

Der Asphaltabbau war der Abschlammanfarbe nach so weitgehend, daß es möglich erschien, den billigeren Kontakt in geringerer Menge zu verwenden.

Abschlammanprozente zurück auf 4 - 12 %.

Da weniger Festes aus dem Ofen zu entfernen war.

6.7. Gasvorwärmer vorauf 19 mV.  
 Der Vorheizker sollte entlastet und die Differenz S/M<sub>1</sub> vermindert und dadurch der Ofen unter besserer auf Temperatur gebracht werden.  
 Frischölverbrauch wurde auf 6,7 kg/Std.

7.7. Schwachlaufprüfung vorauf 60:40  
 Zur Erzielung des Röhrengleichgewichts. Auch hierin ist die Verbesserung der Kontaktwirkung zu erkennen.  
 Frischölverbrauch wurde auf 8,1 kg/Std.  
 Infolge der Erhöhung der Schwachlaufprüfung war wieder Abschleifung erreicht worden.

7.7. Frischölverbrauch wurde auf 7,3 kg/Std.  
 Zum Abschleifen der Abschleifproben.  
 Gasvorwärmer für Gasheizung vorauf 19 mV, entsprechend Gasvorwärmer vorauf 19 mV.  
 Bei mittlerer Entlastung der Hochschlange (v. 5.7.7)

8.7. Gasvorwärmer vorauf 21 mV, Gasvorwärmer vor auf max.  
 Die Vorbereitung des Gases sollte sich bewährt.

9.7. Ammoniak  
 10.7. Abschleifproben wurde auf 4 - 10.  
 Der Feststoffgehalt des Abschleifens ließ dies zu.  
 Der Vorheizker sollte durch Umstellen auf ein neues Öl beheizt.

11.7.1933 (Niemeyer's E-491).

Die Anlage umgestellt auf Niebergader Öl P 1393, getoppt bis 350° vom 5.7.1933, weil dieses Öl von weitaus größerem Interesse ist als P 225.  
 Bedingungen unverändert. Die Abschleifproben stiegen stark an auf 24 %.

11.7. Durchsatz wurde auf 7,9 kg Frischöl.  
 Die Abschleifproben sollten dadurch besser eingeleitet werden.  
 Die Differenz S/M<sub>1</sub> hat sich gegen vorher etwas gebessert, was auf die geringere Viskosität des neuen Öles zurückzuführen ist. Auch die zur Erreichung des Wertes niedriger.



13.7. Durchsatz weiter auf 7,2 kg Feinschl. Die Abschlammpresse-lager noch immer zu hoch.

14.7. Bilanz 2a

15.7. Der Ofen konnte aus unbekanntem Grund über. Durch Entschlammung des Abschlammpressur Gas und verstärktes Spülen konnte die Störung beseitigt werden. Möglicherweise hatte wieder Kontaktabsitzer stattgefunden.

Der Deckel des Rückschlagventils am Gaszugang hielt, wohl wegen Hp-Angriffs, der hohen Temperatur (s. 3.7.) nicht stand und wurde undicht, sodass Gas herausströmte. Der Ofen wurde halt gefahren.

16.7. Die Entschlammung des Ofens ging nicht, weil das Ventil 1 verstopft war. Es wurde nach Entpannen des Ofens Ventil 1 und die Abschlampleitung abgeschraubt. Dabei zeigte sich eine Verstopfung des Abschlammsitzens. Sie wurde ausgebohrt.

Auch diese Störung deutet auf Kontaktabsitzer hin. Da auch für möglich gehalten wurde, das das in dem Ofen unten eingepaßte Erlsöl leicht verkohlt, wurde S P 1 von nun ab auf Abstracker-Sensertöl umgestellt.

Nach Reparatur der Abschlammsitzens wurde der Ofen wieder unter Druck vollgestellt und entbläht, was gut ging. Die Ofenabschlamm-Mengen waren mit 6360 g (einige kg gingen verloren) und 7720 g etwas knapp. Trocknen wurde der Ofen als sauber angesehen.

Ofen unter 250 atm gestellt.

Die meisten Großanlagen, die bisher mit zur Hydrierung von Erdöl in Frage kamen, arbeiteten mit einem  $H_2$ -Druck von 250 atm.

Ab 11 mV mit Einspritzung: 5 kg Feinschl + 1,0 % 6612 Oh 12, 5000 Ltr Gas. Vorgeschriebene Temperaturen: Schlange max. 24,5 mV, Ofen max. 24,8 mV; Gasmenge 1,8 obm/kg.

Temperatur und Durchsatz wurden entsprechend dem niedrigen Druck vermindert. Die Gasmenge wurde zurückgenommen, da es sich im bisherigen Verlauf des Versuchs gezeigt hatte, daß die Gasvorwärmung auf 21 mV am Gaszugang (entsprechend 23 mV der Schlange) erhöht werden mußte. Für diese hohe Temperatur waren die Gasvorwärmer der 10 Ltr-Ofen nicht gebaut. Es wurde beschlossen, in Zukunft alle Heizkreise so zu bemessen, als ob mit ihnen bis zur Reaktions-temperatur aufgeheizt würde.

17.7. Kontakt: 1 % 6612 Oh 16 (Eisensulfat auf mit Wasserdampf aktivierter Grude).

Um bei 250 atm noch einen genügenden Asphaltabbau zu erzielen, wurde der bessere Kontakt gewählt.

P 1393 get. bis 325° (v. E-7,39).

Da nicht sicher war, ob mit P 1393 get. bis 350° bei 230 atm ein genügender Asphaltabau erzielt werden kann, wurde wie in früheren Versuchen das Erööl jetzt bis 325° geteilt. Außerdem wurde das Produkt nun bis 325° abgeschnitten, weil eine höhere Fraktionierung enthaltendes Mittelöl in der Gasphase Schwierigkeiten verursachen kann.

Durchsatz zurück auf 4,7 kg.

Die Abschläm-Prozente waren zu hoch.

18.7. Durchsatz weiter zurück auf 3,2 kg.

Grund wie oben.

Der Wärmeübergang war etwas schlechter als bei 600 atm.

19.7. Gas vor stufenweise auf 2,5 cm<sup>3</sup>/kg.

Das ist die Menge, die bei 600 atm gefahren wird. Entgegen den früheren Erfahrungen destillierte Gas spezifisches Gewicht des Produktes nach bei 230 atm um 1,3 cm<sup>3</sup> Gas weniger über als bei 600 atm und 2,5 cm<sup>3</sup> Gas. Deshalb wurde die Gasmenge erhöht. Eine weitere Durchsatzverminderung hätte die Leistung auf einen nicht mehr interessierenden Wert sinken lassen.

20.7. Ofentemperatur vor auf nun 23,0 mV, Vorheizer auf 24,7 mV. Durchsatz stufenweise vor auf 4,5

Die hohen Abschlämprozente machten eine Temperatursteigerung nötig. Diese ließ eine Erhöhung des Durchsatzes zu.

Mit 25,0 mV wurde erstmalig die Temperatur überschritten, die früher in den Öfen ohne Rührer als maximal zulässig erkannt worden war, da oberhalb von 24,8 mV die Viskosität so stark abnimmt, daß Absitzen von Festen im Ofen eintrat. Der Rührerofen verhindert dagegen scheinbar die Anwendung von durch Asphalt verklebten Festen, weshalb die Anwendung einer höheren Temperatur erlaubt erscheint. Auch war die Abschlämfrakte bei 24,8 mV noch sehr gut, so daß auch von dieser Seite einer Temperatursteigerung keine Bedenken entgegengestellt werden könnten.

21.7. Durchsatz vor auf 4,7 kg.

Die Abschlämprozente lagen noch zu niedrig.

23.7. Bilanz 20

- 24.7. Schließengleichspannung vor auf 25,0 mV.  
Der Ofen liefen war trotz Einstellung eines Manteltemperatur von 0,5 mV schwer auf Temperatur zu bringen.  
Ungewollt auf vom billigeren Elektrolyt-Groß-Kontakt 6612, Gk 12. Die Kontaktmenge wurde auf 1,5 % erhöht. Der Abschleiß wurde auf 1,5 zurückgenommen.  
Die geringere Aktivität des neuen Kontaktes ließ 3.3% notwendig erscheinen.
- 27.7. Filmas 2c
- 28.7. Sidspritsprodukt: jetzt bis 350° getoppt (F 1393 get. - 350° von 6.7.)  
Es sollte Versuchs werden, ob sich auch bei 250 atm ebenso wie bei 500 atm das bis 350° getoppte Öl fließen läßt.
- 29.7. Die Rückführung wurde auf 70:30 geändert.  
Durch das Einsetzen des bis 350° getopptes Öl wird weniger Ausdehnungsöl an.  
Dareinsatz vor auf 5,5 kg (stufenweise).  
Durch das neue Rückführungsverhältnis ging die Abschleimmenge zurück.
- 30.7. Dareinsatz weiter vor auf 6,0 (stufenweise).  
(Grund wie oben).
- 31.7. Die Mörtzpumpe 1 (Ofen neben) hatte Überdruck und wurde abgestellt werden. Die Ofenabdeckungsleitung war verstopft. Es wurde tropfenweise weiter gefahren.  
Die Verwendung von Abstrahlerschweröl (s. 16.7.) sollte also nicht geübt. Ursache der Störung war durch die schlechte Kontaktverhältnisse.  
Die Kontaktmenge wurde auf 2,0 % erhöht.  
Die Abschleimfarbe war schlecht geworden.  
Die Abschleimmenge wurden auf 5 - 12 % erhöht gegen 4 - 10 %.  
Es sollte eine zu große Fettkonzentration, die durch die Erhöhung der Kontaktmenge eintritt, vermieden werden.  
Rückführung jetzt mit Schweröl > 350°.  
Entsprechend dem bis 350° getoppten Frischöl.
- 1.8. Umstellung auf Kontakt 6612 Gk 16 (1,5 %).  
Die Abschleimfarbe war mit dem weniger wirksamen Kontakt der Gk 12 sehr schlecht trotz der Erhöhung auf 2 %. Der Asphaltabbau enthält dabei keine Reserve mehr für die Großapparat.

Die Abschlampprozente wurden auf 5 - 11 % zurückgenommen.

Die durch die geringere Kontaktmenge verursachte geringere Festkonzentration im Abschlamme erlaubt diese Maßnahme.

3.9. Bilanz 2a

4.8. Umgestellt auf 0,5 % 6612 Ch 16 + 1,5 % 6612 Ch 12.

Abschlampprozente vor auf 6 - 12 %.

Beim Fahren mit 1,5 % des guten Kontaktes Ch 16 war die Abschlamffarbe sehr gut. Es soll deshalb versucht werden, durch die Kombination die Kontaktzugabe zu verbilligen und trotzdem gute Wirkung zu erzielen.

Durchsatz zurück auf 5,7 kg.

Es fiel etwas zu viel Abschlamme an.

Durchsatz wieder vor auf 6,0 kg.

Die Abschlampprozente waren wieder zu niedrig geworden.

7.9. Durchsatz zurück auf 5,8 kg.

Die Abschlampprozente konnten bei ausgefahrener Temperatur nicht gehalten werden. Anscheinend ist die Kontaktkombination doch etwas schlechter als die Ch 16.

Bilanz 2b

8.8. Umstellung auf neuen Versuch mit P 1298. + P 1393

III. P 1393 (Reitbrook) get. - 325°

6.9. P 1393 get. - 325°

+ Kontakt 1,5 % 5475 Ch 12 30 % im Abstreiferschweröl

Frischöldurchsatz: 6,2

Rückführung: Frischöl : Abschlamme = 1 : 0,3

" : Abstreiferschweröl = 57 : 45

Orienttemperatur 25,0 mV, Schlange 24,6 mV.

Druck seitweise zurück auf 230 atm wegen Arbeiten an der 250er Leitung. Die Temperatur wurde deshalb auf 24,5 mV zurückgenommen, nach Anschluß an die 250er Leitung jedoch wieder auf 25 mV hochgefahren.

Kontakt erhöht auf 2 %.

Die Abschlamffarbe war schlecht.

7.9. Seitweise Umstellung wie an-Vortage.

611



1.9. Teilweise Umstellung auf die Vorlage.  
Reinigung erfolgt nach 50: 4  
Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

2.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe.  
Die 1. und 2. Stufe sind in der oberen Grenze.

Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

10.9. Bilanz

11.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

Die 1. und 2. Stufe sind in der oberen Grenze.  
Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

12.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

13.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

14.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

15.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

16.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe

Bei Seite 11 Absatz 1 und 2

17.9. Durchgang durch die 1. und 2. Stufe  
Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

Die Temperaturerhöhung von 5, 5 bis 8, 5 ist durch die Anwesenheit eines bestimmten von Erhaltung der Stoffe  
sind. So sind die Anzeichen der Temperaturerhöhung  
wird in der ersten Mill. beobachtet. Es ist möglich, dass die  
höhere Temperaturerhöhung genau schick ist, wahrscheinlich  
liegt die 1. Stufe bei 11, 5 bis 12, 5.

Cl 12 19



19.9. Elektrizitätswerk auf 98:12

Zu Ende der gewöhnliche Menge Schmelze, verhältnißmäßig  
weit über die veranschlagte Grenze hinausgewachsen.  
Brennstoffverbrauch 3,2 kg.

Die im Experimente, weniger von dem schwer erhaltene  
Anspruchbarkeit, weshalb, nachfolgender Anschlag 10.

20.9. Versuch 10

Die Vertheilung der Temperaturkurve war,  
während der Beobachtung nicht abgelesen wurde, nicht sehr  
abgelesen. Die Verteilung der Schmelze bereits abgelesen  
mit der Hochdruckpumpe, konnte mit dem Feuchtigkeits  
nachfolgender.

21.9. Zur Beobachtung der Versuch wurde auf 10:00 mit folgenden

Die die Temperaturkurve vertheilt war, wurde der  
Abbruchzeitpunkt des Gases freigegeben.

Die Temperaturkurve wurde mit der Hochdruckpumpe  
nachfolgender.

Die Temperaturkurve wurde mit der Hochdruckpumpe  
nachfolgender.

Die Schmelze wurde mit der Hochdruckpumpe  
nachfolgender. Die Schmelze wurde mit der Hochdruckpumpe  
nachfolgender. Die Schmelze wurde mit der Hochdruckpumpe  
nachfolgender.

Einzelne Zusammenhänge

- 1. ...
- 2. ...
- 3. ...
- 4. ...
- 5. ...
- 6. ...
- 7. ...
- 8. ...
- 9. ...
- 10. ...
- 11. ...
- 12. ...
- 13. ...
- 14. ...
- 15. ...
- 16. ...
- 17. ...
- 18. ...
- 19. ...
- 20. ...

614



Tabelle 15

Einheit	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Benzenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	99,6	99,2	99,3	100,2	99,1	99,3	99,5	99,9	99,9	99,9	99,3
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	97,9	97,4	97,9	98,1	97,9	97,1	96,5	96,4	97,3	97,4	96,4
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	0,79	0,81	0,85	0,76	0,49	0,77	0,5	0,6	0,62	0,65	0,5
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	0,23	0,75	0,18	0,73	0,42	0,77	0,5	0,55	0,55	0,55	0,55
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	28,5	28,3	27,3	28,3	28,1	28,0	28,7	28,4	28,1	28,1	28,1
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	19,7	20,4	20,5	20,6	20,9	21,1	20,8	20,5	20,5	20,5	20,5
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	14,8	14,1	13,3	14,2	14,7	14,1	14,5	14,7	14,1	14,1	14,0
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	10,8	10,5	11,0	10,9	11,1	11,1	11,1	11,1	11,0	11,0	11,0
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	12,3	11,3	12,6	12,2	12,5	12,3	12,3	12,4	12,4	12,5	12,5
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	7,7	7,6	10,4	7,5	7,5	10,2	10,1	10,3	10,2	10,3	10,0
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	3,5	3,0	6,9	7,4	7,7	7,2	6,8	6,8	6,7	6,8	6,8
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	0,2	1,5	12,0	2,2	0,7	6,3	0,3	0,3	0,3	1,3	0,5
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	97,4	97,07	97,7	97,3	97,1	97,4	97,5	97,5	97,5	97,1	97,2
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	12,4	21,5	12,8	13,4	13,5	13,6	13,7	13,7	13,8	13,8	13,9
Phenol (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH) %	0,4	0,3	0,4	0,4	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3

1) berechnet auf butanfreies Benzin-

915



Analysis of Quality

Sample	1a	1b	1c	2a	2b	2c	2d	2e	2f	2g	2h	2i
Sample 1	0,822					0,872						
- 200°	0,4	0,3				0,2						
- 250° (325°-+)	15,1					11,2						
- 300°	21,0					12,2+						
Sample 2	0,824	0,827	0,824	0,822		0,821	0,821	0,817	0,815	0,812	0,809	
- 200°			0,2	0,9		0,1	0,1	0,5	0,3	0,1	0,2	
- 250° (325°-+)	14,3	14,4	12,6	14,1		17,5	17,4	16,3	15,7	14,3	13,5	
- 300°	21,0	20,4	18,2	20,0		22,7+	22,0	20,7	20,0+	18,4+	17,0+	
Sample 3	0,850					0,854						
- 200°	33,6	34,0	33,8	33,5		18,2+						
Sample 4	0,850	0,852	0,850	0,854	0,852	0,874	0,864	0,850	0,846	0,830	0,854	
Benzolfeiles	15,3	7,1	17,7	10,5	10,5	17,7	19,5	20,6	18,2	24,7	19,4	
+ in Benzolfeiles	43,2	47,0	52,8	40,2	47,5	33,7	39,4	40,1	43,0	30,3	36,7	
- 200°	2,5	0,2	1,9	1,1	1,0	1,2			0,9	1,3	1,4	
- 250° (325°-+)	24,9	15,0	21,0	22,4	14,3+	14,5+	10,7	10,0	15,2+	20,3+	23,0+	
- Asphalte	0,7	0,2	1,0	0,3	1,2	1,4	3,0	1,5	0,8	0,5	0,6	

619



1930  
1931  
1932  
1933  
1934  
1935  
1936  
1937  
1938  
1939  
1940  
1941  
1942  
1943  
1944  
1945  
1946  
1947  
1948  
1949  
1950  
1951  
1952  
1953  
1954  
1955  
1956  
1957  
1958  
1959  
1960  
1961  
1962  
1963  
1964  
1965  
1966  
1967  
1968  
1969  
1970  
1971  
1972  
1973  
1974  
1975  
1976  
1977  
1978  
1979  
1980  
1981  
1982  
1983  
1984  
1985  
1986  
1987  
1988  
1989  
1990  
1991  
1992  
1993  
1994  
1995  
1996  
1997  
1998  
1999  
2000  
2001  
2002  
2003  
2004  
2005  
2006  
2007  
2008  
2009  
2010  
2011  
2012  
2013  
2014  
2015  
2016  
2017  
2018  
2019  
2020  
2021  
2022  
2023  
2024  
2025  
2026  
2027  
2028  
2029  
2030  
2031  
2032  
2033  
2034  
2035  
2036  
2037  
2038  
2039  
2040  
2041  
2042  
2043  
2044  
2045  
2046  
2047  
2048  
2049  
2050  
2051  
2052  
2053  
2054  
2055  
2056  
2057  
2058  
2059  
2060  
2061  
2062  
2063  
2064  
2065  
2066  
2067  
2068  
2069  
2070  
2071  
2072  
2073  
2074  
2075  
2076  
2077  
2078  
2079  
2080  
2081  
2082  
2083  
2084  
2085  
2086  
2087  
2088  
2089  
2090  
2091  
2092  
2093  
2094  
2095  
2096  
2097  
2098  
2099  
2100

618

Bureau-Unterwuchungsprotokoll

Ergebnisse	1	2	3	4	5
...	30:5:10	31:5:15	30:5:5	39:5:5	31:5:5
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...

Alle Angaben sind in Gramm, alle Maße in cm und Sekunden angegeben.  
 Die Angaben sind in der Reihenfolge: 1. Masse, 2. Länge, 3. Breite, 4. Dicke, 5. Dichte.  
 Die Angaben sind in der Reihenfolge: 1. Masse, 2. Länge, 3. Breite, 4. Dicke, 5. Dichte.

Ergebnisse	1	2	3	4	5
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	...	...

619

Undergraduate Data on Education

University of California

	P 225 W. 1946-55				P 1330 W. 1947-55				P 1300 W. 1950-55	
	1a	2a	3a	4a	1a	2a	3a	4a	5a	6a
1. Total	330	330	330	330	330	330	330	330	330	330
2. Male	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
3. Female	180	180	180	180	180	180	180	180	180	180
4. Total	330	330	330	330	330	330	330	330	330	330

618





Untersuchung der Benzinfractionen

Tabell. 4

Stilanz Nr.	1b	2c	3b	1b	2c	3b	1b	2c	3b	IV	2c	3b	1b	2c	3b
Dist. Benzol = 20	200	=	100	200	=	100	200	=	100	200	=	100	200	=	100
Praktionen Nr.	I	=	=	II	=	=	III	=	=	IV	=	=	V	=	=
von bis °C	27-103	-72	-57	103-118	72-112	67-116	103-140	116-142	116-137	140-166	142-168	137-159	156	168	159
Gew. %	21,5	20,0	20,6	19,3	20,2	19,8	19,2	20,2	20,1	20,0	19,6	20,0	20,2	20,0	19,1
Spez. Gew. / 20°	0,675	0,635	0,635	0,723	0,704	0,697	0,751	0,736	0,732	0,772	0,762	0,735	0,755	0,733	0,719
Arzt				50	52,8	55,4	49	51,5	53	48	52,0	54,8	49	52,0	55,0
II				61,5	62,8	61,0	64,5	63,8	63,4	65	66,3	66,6	69	69	69,7
ungeb. KW	4,5			4,9	6,0	5,0	4,8	3,0	2,5	3,9	4,0	2,5	4,2	3,0	2,5
KW. gewichte Red.	71,5	79,5	77,5	56,0	56,5	51,5	50,0	46,5	42,0	42,0	30,0	28,0	40,0	19,0	27,0
gewer	67,5	80,0	75,0	53,0	57,0	50,0	47,0	47,0	44,5	42,0	40,0	37,0	39,0	10,0	25,0

620









Heft 11-Jr. Versuchsberichte

Tabelle 8

Bilanz Nr. Produkt	1b		1c	2a			2e			
	Abschlammöl	Frischöl > 350°	Abschlammöl	Abschlammöl	Schwefelöl	Frischöl > 325°	Frischöl > 350°	Schwefelöl > 350°	Schwefelöl > 350°	Schwefelöl > 350°
Farbe	braun	schwarz	braun	dunkelgrün	dunkelbraun	dunkelgrün	dunkelgrün	dunkelbraun	dunkelgrün	dunkelgrün
Spez. Gew. / 20°	0,956	0,970	0,954	0,954	0,974	0,972	0,929	0,959	0,967	0,977
Stockpunkt	9	7	3	7	21	13	21	18	25	24
Flammpunkt								225	196	166
Brennpunkt								266	240	187
Kokstest	4,1	3,6	3,6	5,5	4,8	1,6	5,5	6,8	0,3	3,0
Heizwert ca.	9756	9744		711	9635		9912		9635	9317
Viskosität bei 20°	20,7		8,3	89		9,20				
" " 50°	3,61		2,29	94	2,88	2,00	25,33	45,50	3,03	1,98
" " 80°		9,95			1,48		6,19	9,35	1,50	1,72
Festes %		0,5								0,3
Asche im Ganzen %		0,3						0,49	Spur	0,18
n-Asphalt %		2,3						0,5	0,3	1,8
Paraffin %		1,2								
Wendekurve bezw.										
Gew. Engler bei mm	760	18	760							
Beginn °C	180	238	155							
275° %	4,7	3,0	9,8							
Spez. Gew. / 40°		0,896								
275 - 325° %	11,5	30,2	19,0							
Spez. Gew. / 60°		0,895								
R %	100,0	100,0	100,0							
Spez. Gew. / 90°		0,952								







Tabelle 10

Verteilung der Kohlenhydrate

Bilanz Nr.		1b.	2c	2e	3a
in C <sub>1</sub>	K <sub>1</sub>	21,0	17,0	31,0	21,5
"	C <sub>2</sub>	19,2	15,0	18,7	16,2
"	C <sub>3</sub>	22,7	22,8	26,3	20,2
"	C <sub>4</sub>	31,2	30,4	26,4	32,1
von C <sub>2</sub> - K <sub>1</sub> unges.		5,0	3,9	0,5	2,1
"	C <sub>3</sub> " "	11,2	10,8	10,4	10,0
"	C <sub>4</sub> " "	15,8	25,9	7,3	7,3
"	C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub> "	3,3	16,1	6,2	3,5

Tabelle 11

iso-Butan-Gehalt

Bilanz Nr.		1b.	2c	2e	3a
in Ofengas	%	45,0	44,0	50,0	40
in Produktgas	%	59,0	48,0	29,0	29,0
in Abschlammgas	"	21,5	32,0	24,0	26,0
in Produkt gelöst	"	19,5	17,0	14,0	12,0
Von Gesamtbutan	%	29,0	24,0	17,0	14,0

Tabelle 12

## Abschlussschnelung

Stilanz F	1a	1a	1b	1c	1c	1a	2a	2b	2c	2c	2e	3a	3b	3c	3c
Cal im Abschleiss %	84,7	=	92,9	=	82,5	=	89,5	89,4	88,5	80,5	79,4	84,8	85,3	80,6	=
Asphalt:Feinabw. %	21,8	=	7,9	=	17,7	=	35,0	8,8	8,4	5,9	13,1	19,0	29,4	32,4	=
Schwelen, ethis.															
Schwelen %	70,3	78,5	77,2	85,9	81,6	77,0	81,0	84,5	81,0	61,0	69,6	66,7	74,0	65,0	73,7
Koks %	20,0	21,5	11,8	16,3	21,7	15,2	12,5	17,0	34,8	29,2	20,0	23,5	30,0	25,5	
H <sub>2</sub> O %	2,0	0,8	0,8	0,8	0,4	0,4	3,8	3,0	-2,0	4,2	1,2	0,3	2,5	5,0	0,4
Gas + Verlust %		0,7		1,5		0,9									0,6
Leber +		*		*		*									*
Schwelen auf Öl in Abschleiss %	85,1	92,7	85,0	92,5	92,3 <sup>1)</sup>	93,5	90,7	94,6	91,7	75,8	87,7	78,6	85,7	80,7	91,4

1) lt. Betriebsergebnis

229

Tabelle 12

In Abwasser gelobte Stoffe

Bilanz Nr.	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> S	O <sub>2</sub>	Phenole
1a	0,15				0,05
1b	0,15				0,05
1c	0,15	10,0	10,0	0,00	0,05
1d	0,15			0,04	
1e	0,15			0,04	
1f	0,15	10,0	10,0	0,00	0,05
1g	0,15			0,04	
1h	0,15			0,04	
1i	0,15			0,04	
1j	0,15			0,04	
1k	0,15			0,04	
1l	0,15			0,04	
1m	0,15			0,04	
1n	0,15			0,04	
1o	0,15			0,04	
1p	0,15			0,04	
1q	0,15			0,04	
1r	0,15			0,04	
1s	0,15			0,04	
1t	0,15			0,04	
1u	0,15			0,04	
1v	0,15			0,04	
1w	0,15			0,04	
1x	0,15			0,04	
1y	0,15			0,04	
1z	0,15			0,04	

Tabelle 13

Chemische Stoffe im Abwasser

Bilanz Nr.	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> S	O <sub>2</sub>	Phenole
1a	1,70			0,10	7,00
1b	1,70			0,10	7,00
1c	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1d	1,70			0,10	7,00
1e	1,70			0,10	7,00
1f	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1g	1,70			0,10	7,00
1h	1,70			0,10	7,00
1i	1,70			0,10	7,00
1j	1,70			0,10	7,00
1k	1,70			0,10	7,00
1l	1,70			0,10	7,00
1m	1,70			0,10	7,00
1n	1,70			0,10	7,00
1o	1,70			0,10	7,00
1p	1,70			0,10	7,00
1q	1,70			0,10	7,00
1r	1,70			0,10	7,00
1s	1,70			0,10	7,00
1t	1,70			0,10	7,00
1u	1,70			0,10	7,00
1v	1,70			0,10	7,00
1w	1,70			0,10	7,00
1x	1,70			0,10	7,00
1y	1,70			0,10	7,00
1z	1,70			0,10	7,00

Tabelle 14

Abwasserfraktionen

Bilanz Nr.	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> S	O <sub>2</sub>	Phenole
1a	1,70			0,10	7,00
1b	1,70			0,10	7,00
1c	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1d	1,70			0,10	7,00
1e	1,70			0,10	7,00
1f	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1g	1,70			0,10	7,00
1h	1,70			0,10	7,00
1i	1,70			0,10	7,00
1j	1,70			0,10	7,00
1k	1,70			0,10	7,00
1l	1,70			0,10	7,00
1m	1,70			0,10	7,00
1n	1,70			0,10	7,00
1o	1,70			0,10	7,00
1p	1,70			0,10	7,00
1q	1,70			0,10	7,00
1r	1,70			0,10	7,00
1s	1,70			0,10	7,00
1t	1,70			0,10	7,00
1u	1,70			0,10	7,00
1v	1,70			0,10	7,00
1w	1,70			0,10	7,00
1x	1,70			0,10	7,00
1y	1,70			0,10	7,00
1z	1,70			0,10	7,00

Tabelle 15

Fraktionbestimmung

Bilanz Nr.	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> S	O <sub>2</sub>	Phenole
1a	1,70			0,10	7,00
1b	1,70			0,10	7,00
1c	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1d	1,70			0,10	7,00
1e	1,70			0,10	7,00
1f	1,70	10,0	10,0	0,10	7,00
1g	1,70			0,10	7,00
1h	1,70			0,10	7,00
1i	1,70			0,10	7,00
1j	1,70			0,10	7,00
1k	1,70			0,10	7,00
1l	1,70			0,10	7,00
1m	1,70			0,10	7,00
1n	1,70			0,10	7,00
1o	1,70			0,10	7,00
1p	1,70			0,10	7,00
1q	1,70			0,10	7,00
1r	1,70			0,10	7,00
1s	1,70			0,10	7,00
1t	1,70			0,10	7,00
1u	1,70			0,10	7,00
1v	1,70			0,10	7,00
1w	1,70			0,10	7,00
1x	1,70			0,10	7,00
1y	1,70			0,10	7,00
1z	1,70			0,10	7,00

Aktennotiz

zum Erfahrungsaustausch in Pöhlitz (17.8.22-29.8.22)

Übersicht über die Kammern.

In Betrieb waren:

Sumpfhase Kohle	Kammern 13, 14, 15
Sumpfhase Erster Teer	Kammer 12
Sumpfhase Erdölrückstand	Kammer 11
Verhydrierung	Kammern 5, 6, 7, 8
Benzinierung	Kammern 2, 3, 4
Benzinraffination	Kammer 1
EE 110	Kammer 1a.

1) Kohle Sumpfhase (Kammern 13, 14, 15).

Die 3 Kammern 13, 14, 15 laufen mit gleichmässiger Belastung. Der Kohleabstreifer wird gemischt mit dem Abstreifer aus der Brüner Teerkammer destilliert, sodass die Teerkammer Kohleabstreiferschweröl mit verarbeitet. Bezüglich des Abstreifer-Schweröl-Spiegels liegen die Kammern nicht ganz im Gleichgewicht, es wird ein kleiner Überschuss von Abstreiferschweröl erzeugt, der von der Teerkammer verarbeitet wird.



Lage der Kammer (z.B. 24.8.1942.)

Lage des Elements	Element	Kammer 13	Kammer 14	Kammer 15
Vor Gashaarnadel	13	70°	69°	60°
Vor Reg. III	13a	5,0 m <sup>2</sup>	-	-
Vor Reg. II	13a	14,6	4,5	4,1
Vor Reg. I	13a	19,8	16,6	16,1
hinter Reg. I	15	22,2	20,9	20,4
Übergang Vorheizer → Ofen I	144	21,4	22,2	21,6
an I innen	101	23,8	23,9	23,5
	102	23,8	24,5	23,6
	103	23,9	24,3	23,7
	104	24,0	24,4	23,9
	105	24,4	24,5	24,6
	106	24,4	24,5	24,3
	107	24,6	24,9	24,4
	108	24,8	24,9	24,6
	109	24,8	25,0	24,7
	110	24,7	24,9	24,8
	111	24,9	25,1	24,9
112	24,9	25,1	24,9	
113	25,5	25,2	25,3	
Ofen I Isolierung oben	114	8,7	6,6	19,0
Ofen I im Deckel oben	115	25,1	24,8	25,1
Ausgang Ofen I	244	24,5	24,5	24,6
Übergang Ofen I → Ofen II	201-212	25,1	25,1	25,1
Ofen II innen	213	25,6	25,0	25,0
Ofen II Isolierung oben	215	24,1	24,7	24,7
Ausgang Ofen II	344	24,1	24,7	24,4
Übergang Ofen II → Ofen III	501-508	24,9-24,8	24,9	24,9
Ofen II innen	313	24,8	24,7	25,0
Ofen III Isolierung oben	315	24,5	24,4	24,6
Ausgang Ofen III	444	24,1	24,3	24,2
Übergang Ofen III → Ofen IV	401-408	24,7-24,6	24,3-24,6	24,8-24,6
Ofen IV innen	413	24,4	24,5	24,8
Ofen IV Isolierung oben	415	24,2	24,3	24,4
Ausgang Ofen IV	15a	23,0	23,0	23,0
Ausgang Reifabscheider oben	16	23,0	22,8	22,6
Eingang Reg. I Rückweg	17a	20,8	19,8	18,3
" Reg. II "	17b	17,2	-	-
" Reg. III "	17c	10,2	12,9	11,3
Ausgang Reg. III	545	21,2	21,2	21,7
Abscheider Ausgang unten				
Druck Eingang atm		638	640	634
" Ausgang "		608	611	607
" Differenz "		30	29	27
Z-Partialdruck "		652	557	554
Gas m <sup>3</sup> Eingang		30000	30000	30000
" " Breigas		2000	2000	2000
" " Kühlgas Abscheider		2000	2000	2000
" " Kühlgas "		4000	4000	4000
" " Kaltgas Ofen I		3500	5400	5000
" " Kaltgas Ofen II		5900	8300	6500
" " Kaltgas Ofen III		3000	5500	5500
" " Kaltgas Ofen IV		7000	9300	8000

1) bei Kammer 15: El. 13b 2) Bei Kammer 14 u. 15 Ausgang Reg. II Rückweg  
 3) Reg. III 2 atm. Reg. II 1,5 atm. Reg. I 1 atm. Vorheizer 23,2 atm. Vorheizer 23,2 atm.



	Kammer 13	Kammer 14	Kammer 15
Dichte Eingang	0,221	0,227	0,218
Ausgang	0,283	0,292	0,276
Dünnbrei: 2 Anzeilbeöl	6000	6000	6000
1 Dickbrei	8000	8000	8000
Dickbrei: 1 Dickbrei	17 500	17500	17500
1 Teer	1 000	1000	1000
Wasser vor kalten Regenerator	500	-	-
vor Kühler	1 300	1800	1800
Abschlamm 1	22 200	20000	17800
Temperatur des Abschlammes	234°	240°	240°

Die Dünnbreikomponente wird durch Mischen von Dickbrei mit Anzeilbeöl auf der Druckseite der Pumpen erzeugt (Mischstrecke ca. 50-60 m). Die eigentliche Dünnbreierzeugung in der Kohlevorbereitung mit dem nach Vorschlag von Ludwigshafen eingebauten Mischgefäß (Höschrührer) ist noch nicht in Tätigkeit.

Die Kohlemahlanlage arbeitet unbefriedigend insofern, als bei grösserer Belastung (3-4 Kammern) die Mahleinheit beeinträchtigt wird. Nach Ansicht von Pölitz ist der verhältnismässig schlechte Abbau auf schlechte Kohlemahlung zurückzuführen, was sich z.B. beim Ausfallen von Schwingsieben sofort auswirkt. Pölitz beabsichtigt ein Mahlaggregat nach Gelsenberg-Art zusätzlich aufzustellen.

- Kohle: 6,5 % Asche/TR
- Dickbrei: 52-55 % Festes
- Katalysatoren: 1,2 % FeSO<sub>4</sub>  
2,7 % Bayermasse  
0,15 % Sulfigran
- Anzeilbeöl: 8-9 % Festes  
25 % Asche im Festen

Für den Dickbrei (52 % Festes) errechnet sich ein Gehalt von  
 und ca. 48 % FK + Kat.  
 ca. 43 % Reinkohle.

Siebanalyse des Kohlebreies:

	gute Mahlung	schlechte Mahlung
> 0,3 mm	1,5 %	> 3 %
> 0,1 mm	14-15 %	> 20 %
Durchgang 10000 Maschen-Sieb	> 70-75 %	65 % 631
Trockenkohle vor Konzentrat-Mühle	25-30 %	> 1 mm

Für den Dünnbrei errechnet sich ein Gehalt von:

- a. 30-35 % Gesamt-Festes
- und b. 25-26 % Reinkohle.

Der Reinkohledurchsatz beträgt somit (bei 35,5 m<sup>3</sup>-Reaktionsraum pro Kammer) ca. 0,37 kg/l/Std.

Abbau: 92 %  
 Leistung: 0,25  
 Vergasung: 25 %

Abtreifereigenschaften: 39,5 - 42 % -325°  
 Abschlammeigenschaften: 22 % Festes  
 38 % Asche im Festen  
 2,5 - 3 % -325° im Öl  
 18-19 % Asphalt im Öl

In der Schleuderei<sup>1)</sup> wird der Abschamm mit ca. 50 % Schweröl verdünnt auf 15 % Festes. Die Schleuderei arbeitet auf 8-9 % Festes im Schleuderöl und 41 % Festes im Schleuderrückstand. Durchsatz pro Schleuder 3-4 Tonnen. Von 40 Schleudern laufen für 3 Kammern zur Zeit 20<sup>2)</sup>.

Schmelzen<sup>2)</sup>: Erreichter Maximaldurchsatz 4500 kg. Ausbeute 75 % (Angabe der Betriebskontrolle). Der Schmelzrückstand enthält 0,3-0,4% Öl.

Schmelzgas/Tonne Einspritzung: 30 m<sup>3</sup> (früher 76-80 m<sup>3</sup>)  
 Als Katalysator wird S + Na<sub>2</sub>S zugesetzt. Der Schmelzrückstand wird verkauft an die Industrie.  
 Von 10 Kugelöfen liefern 6 für 3 Kammern.

Die Kammer 15 liegt aus ungeklärten Gründen etwas unruhiger wie 13 und 14 und produziert bei gleichen Bedingungen weniger Abschamm.

Die 4. Kohlekammer 16 wurde am 5.9.42 gepresst und wird etwa am 15.9. einspritzen.

Für die 4 Kohlekammern wurde eine gemeinsame Zusatz-Abschammgruppe erstellt, die vor 1 Woche in Betrieb genommen wurde.

Regeneration Kammer 13:

Datum:	K-Werte		
	Reg. I	Reg. II	Reg. III
31.7.	272	440	282
5.8.	259	350	265
11.8.	390	294	246
20.8.	276	502	252

1) Angabe Dr. Horn. Bei 20 m<sup>3</sup> Abschamm pro Kammer ca. 108 t Schmelzergut/Stunde, entsprechend 5,4 t Durchsatz pro Schleudereinheit.

Die Elemente 113, 213, 313, 413 der Ofen liegen am Rande der Isolation der Ofen oben und zeigten bei schnellem Hochfahren der Ofen Übertemperaturen bis 35 mV. Bei langsamen Hochfahren der Ofen werden diese Temperaturen nicht erreicht, doch liegen die Elemente anfangs immer höher als die Ofen-Innentemperaturen. Nach längerer Fahrzeit sinken sie dann langsam ab (Verkühlung in der Isolation) und liegen schliesslich tiefer als der Ofen innen.

Kammerwände: Die Rückenwand der Kammer 16 (gegen den Kammergang) wurde bis zur Höhe der Seitenwände hochgezogen und darüber eine schräge Schirmwand errichtet. Die Wand zwischen Kammer und Vorheizofen wurde auf 15 cm verstärkt, die Zwischenwand Kammer 16/25 durch ein Eisenkreuz gesichert. Ähnliche Massnahmen sind für die übrigen Kammern vorgesehen.

2) Brüher Test Dampfphase (Kammer 12)

Blaspreissprodukt Brüher Test + Abstreifer-Schweröl 70 : 30. Das Abstreifer-Schweröl stammt etwa zu 3 Teilen aus Kohle, 1 Teil aus Brüher Test. Die Kammer ist als Kohlekammer mit Dichtrei und Dämmbrunnen gebaut. (4 Ofen, 3 Regeneratoren).

Lage der Kammer an 3.5.1942.

Lage des Elements	Element	Temperatur
vor Gasheissnadel	15	70°
vor Reg. III Hinweg	13a	4,0 mV
vor Reg. II "	13b	9,7 mV
vor Reg. I "	13c	16,1 mV
Ausgang Reg. I	15	22,4
Übergang Vorheizofen - Ofen I	144	22,0
Ofen I innen	101	23,2
	102	23,2
	103	23,4
	104	23,6
	105	23,4
	106	23,8
	107	24,0
	108	24,1
	109	24,0
	110	24,0
	111	24,1
	112	24,0
Ofen I Isolierung oben	113	28,0
Ofen I im Deckel oben	114	5,4
Ausgang Ofen I	115	23,5
Übergang Ofen I-Ofen II	244	23,7
Ofen II	201-212	24,2
Ofen II Isolierung oben	213	24,7
Ofen II Ausgang	215	23,0
Übergang Ofen II-Ofen III	344	24,0
Ofen III	301-308	24,2 mV
Ofen III Isolierung oben	313	24,2 mV
Ofen III Ausgang	315	24,0 mV

Ort des Elements	Element	Temperatur
Ubergang Ofen III=Ofen IV	444	23,7 mV
Ofen IV innen	401-408	24,1 mV
Ofen IV Ausgang	415	24,0 mV
Ausgang Abscheider oben	15a	27,2 mV
Eingang Reg. I Rückweg	16	22,6 mV
Eingang Reg. II "	17a	19,7 mV
Eingang Reg. III "	17 b	16,1 mV
Ausgang Reg. III "	17c	12,1 mV
Ausgang Abscheider unten	544	21,8 mV
<hr/>		
Druck Eingang	620 atm	
" Ausgang	595 "	
H <sub>2</sub> -Partialdruck	546 atm	
Druckdifferenz	27 "	
Gas Eingang	26000 m <sup>3</sup>	
Kaltgas Ofen I	0	
" Ofen II	2400	
" Ofen III	4200	
" Ofen IV	4950	
Dichte Eingang	0,208	
Ausgang	0,240	
Dünnschichtweg (Reg.)	10000	
Dichtschichtweg	15500	
Rückf. Abschlamm	8000	
Katalysator	1150	
Wasser vor Reg. III	250	
vor Prod. Kühler	800	
im Kreislauf	1200	
Abschlammfall	10575	
<hr/>		
K Werte:	Reg. I	245
	Reg. II	107
	Reg. III	63



Vorheizger

Datum		23.8.1942	3.9.1942.
Lage des Element	Element Nr.		
Kalte Gasse Eingang im Hauswerk	142	78°	76°
	18	462°	452°
	17	443°	442°
	15	455°	455°
1. Haarnadel 2. Gasse vor Dick- brei und Dünndarleitungs- zusammentritt	NE 2	298°	290°
vor Zusammentritt an Krümmer ausßen	142b	270°	265°
2. Gasse Gaselmente	18a	470°	475°
	18b	477°	477°
Ende Gasse 2, aufgebunden	NA 2	409°	409°
Übergang Mittelgasse 2 → heis- se Gasse 1			
Krümmer aussenhalb	142c	408°	405°
Heisse Gasse 1. Fallrohr aufge- bunden	NE 1	432°	428°
Heisse Gasse letztes Steigrohr aufgebunden	NA St	477°	475°
" " letztes Fallrohr aufgebunden	NA 3	463°	458°
Ausgang aussen aufgebunden	143	445°	442°
Übergang Vorheizger-Ofen I	144	424°	427°
Hauswerk zwischen mittlerer und heisser Gasse	15	551°	552°
	14	527°	527°
	15	555°	551°
Neuelemente heisse Gasse	19		
	20	ca. 599°	ca. 599°
	21		
	22		
Einseritzung Dünndarweg		10000 m	10 000 m
" Dickdarweg		15000 m	14 500 m
Elektr. Abschleim		7000 m	8 000 m
Eingangsgas		26000 m	25 000 m
Breigase Dickdarweg		4000 m	4 000 m

Die aufgebundenen Ne-Elemente sitzen etwa in halber Höhe der Haarnadeln.

Der Wärmeübergang im Vorheizger hat sich in der Zeit vom 23.8. - 3.9.1942 kaum verändert.



Regeneration K-Werte:

Datum	23.8.42.	3.9.1942.
Reg. I.	279	255
Reg. II	136	216
Reg. III	108	76

Einspritzprodukt:

(Erdöl + Teer + Abstreifer-Schweröl 70:30)

spez. Gewicht	1,02/20°
Festes	1,6 %
Siedebeginn	290°
% >325°	20-25 %
Asphalt	9-11 %

Abstreifer:

spez. Gewicht	0,960-0,970/20°
Benzin <150°	3-4 %
Mittelöl 150-325°	39-40 %
Anfangspunkt des Mittelöls:	<10-12, spez. Gewicht 0,930

Abschlamm:

% Festes	18-22 %
Asche i. Festen	45-50 %
im Öl <325°	12-15 % !!
Asphalt	0,5-1 %
Vak. Röh. >325°/10 mm	8-12 % Farbe: braun.

Es werden ca. 8-10 % Neuabschlamm auf Frischteer herausgegeben. Als Katalysator werden 1,5 % Leinölkontakt und 0,5 % Schwefelblumen verwendet, die in 50 % festhaltiger Paste zugesetzt werden (Anreibemittel ist Abstreiferschweröl). Der Neuabschlamm geht zusammen mit dem Abschlamm der Redölkammer in die Vakuumdestillation.

Gesamtleistung	0,52
Vergasung	14-16 %
Asphaltabbau	99-100 %

Die Kammer lief früher mit Heissumlauf (4 m<sup>3</sup>/Std.), seit Beginn wird wegen Anfallen des Heissumlaufs ohne Heissumlauf gefahren. Bis jetzt traten keine Störungen auf.

Es wird demnächst versucht werden, den Frischteer in Gemisch mit Abstreifer zu destillieren, um mittelölfreies Einspritzprodukt zu erhalten und dadurch die Leistung zu verbessern.

3.) Erdölrückstand Summphase Kammer II.

Einspritzprodukt Rückstand aus Euzän-schem Erdöl über 500° & Abstreifer Schwerölrückführung 70 : 30. Das gesamte Einspritzprodukt läuft über die Regeneration (3 Ofen, 3 Regeneratoren).

Lage der Kammer am 25.5.:

Lage des Elements	Element	Temperatur
Vor-Gashaarnadel	13	57°
Gashaarnadel Ausgang	141	67°0 mV
Vor Reg. III Hinweg	13a	404 mV
Vor Reg. II Hinweg	13b	909 mV
Vor Reg. I Hinweg	13c	1708 mV
Ausgang Reg. I	15	1809 mV
Übergang Vorheizer-Ofen I	144	2307 mV
	101	2403
Ofen I innen	102-104	2407
	105-108	2404
	109-112	2403
Ofen I Isolierung oben	113	1809
Ofen I im Deckel	114	609
Ausgang Ofen I 1)	115	2402
Übergang Ofen I - Ofen III	344	2309
Ofen III innen	301-304	2404
	305-308	2405
Ofen III Isolierung oben	323	2306
Ausgang Ofen III	315	2308
Übergang Ofen III-Ofen IV	444	2304
Ofen IV innen	401-408	2309-2400
Ofen IV Isolierung oben	413	2306
Ausgang Ofen IV	415	2300
Ausgang Abscheider oben	16a	2207
Eingang Reg. I Rückweg	16	2306 ?
" " II Rückweg	17a	1702
" " III "	17b	801
Ausgang Abscheider unten	544	2203
Druck Eingang	628	atm
" Ausgang	605	"
" Differenz	23	"
Gas Eingang	26000	m <sup>3</sup>
Kaltgas Ofen I	0	"
" Ofen III	0	"
" Ofen IV	4650	m <sup>3</sup>
Dichte: Eingang	0,227	"
Ausgang	0,247	"
Feer + Rückführ S <sup>o</sup> 01	19000	Liter
Rückführabschl.	8000	"
Frischkatalys. Paste	1820	kg
Wasser		
hintere Prod. Kühler	400	kg
Abschlamm	13000	kg

637

K Wert Reg. I	155
Reg. II	150
Reg. III	161

Einspritzprodukt.

(Erdölrückstand → Abstr. Schweröl 70:30)

spez. Gewicht	0,915/50°
Siedebeginn	370
Vakuum-Rückstand 325°/10 mm	15 %
Festes	0,3 %
Asche i. F.	50 %
Asphalt	1 %

Abstreifer

spez. Gewicht	0,890/20°
Benzin -160°	4 %
Mittelöl 160-370°	55,1 % - 56 %
A.P. des Mittelöls	50 - 60
spez. Gewicht d. Mittelöls	0,860/20°

Abschlamm

spez. Gewicht	0,960/100°
Festes	15 - 23 %
Asche i. Festen	48 - 50 %
im Öl % -370°	20 - 25 %
kein Asphalt	
Vak. Rückst. i. Öl:	10-15 % > 325°/10 mm; Farbe: blau

Katalysator 1,5 % Leunakontakt/Frischöl im Abschlamm (Trägerwirkung) angerieben in 30 %iger Paste (10 % Katalysator). Früher wurde der Katalysator wie in der Teerkammer mit Kohleabstreifer-Schweröl angerieben. Dabei zeigte sich Ausscheidung höherer Aromaten im Ausgangsweg der Kammer.

Es werden 3 - 6 % Neuabschlamm herausgezogen, welche gemeinsam mit dem Abschlamm der Teerkammer zur Vakuumdestillation gehen. Dort werden ca. 50 % Äte abdestilliert, der Rückstand wird zur Heizung eines Dampferzeugers verwendet (Düsen).

Der Erdölrückstand ist infolge seines geringen Asphaltgehaltes und niedrigen Vakuumrückstandes bei 700 atm sehr leicht zu verarbeiten. Zudem wird mit einer hohen Katalysatormenge (1,5 %) gearbeitet. Schon eine geringe Erhöhung der Ofentemperatur bewirkt zeitweises Verschwinden des Abschlammes. Der Abscheider muss entsprechend tiefer gehalten werden 1) (Drücken des Ofens IV), dadurch höherer Mittelölgehalt im Abschlamm (ähnlich Frührertee-Kammer) und schlechtere Ausnutzung der Regeneration. Letzterer Umstand begrenzt wiederum die Möglichkeit, durch Erhöhung des Durchsatzes mehr Abschlamm zu erhalten, da der Vorheizler ziemlich ausgefahren ist.

Die Kammer läuft ohne Heissumlauf und Rührgas.  
Bei 26,7 m<sup>3</sup> Reaktionsraum errechnet sich ein Frischöldurchsatz von ca. 0,45 - 0,46.

Bei 15-17 % Vergasung wird 0,33 Leistung bis 370° erreicht.

1) sonst Austrocknung bei Wegbleiben des Abschlammes.

4.) Wäsche des Sumofphasenkreislaufes:

5. Wascher.

		Gas	Waschöl
Belastung der Wascher:	Wascher I	40 000 m <sup>3</sup>	28 m <sup>3</sup>
	" II	40 000 m <sup>3</sup>	28 m <sup>3</sup>
	" III	46 000 m <sup>3</sup>	28 m <sup>3</sup>
	" IV	4 000 m <sup>3</sup>	28 m <sup>3</sup>
	" V	45 000 m <sup>3</sup>	28 m <sup>3</sup>

Dichte Eingang: 0,269      Temperatur Eingang 41°  
 "      Ausgang: 0,248      Temperatur Ausgang 42°

Druck Eingang 520 atm  
 "      Ausgang 580 atm

Waschölverbrauch/m<sup>3</sup> Gas: 0,60-0,70 Ltr. Waschöl.

5.) Vorhydrierungskammern.

Kammer 1, 5, 6, 7, 8.

Kammer I Benzinaraffination.

1 Ofen 5058, 2 Ofen 7846, 2 Regeneratoren, Reaktionsvolumen 8 + 16 m<sup>3</sup>.

Schaltung: Regeneration -5058-Gasbeheizter Vorheizer -7846.

Einspritzprodukt: 40 % Kohle s-Benzin + 30 % a + s-Benzin Bräuer  
 Teer + 30 % Erdöl a + s-Benzin.

639



Lage der Kammer am 27.8.1942.

Lage des Elements	Element	Temperatur	
vor Reg. II Hinweg	13a	32°	
vor Reg. I Hinweg	13a	3,8 mV	
Ausgang Regeneration	15	16,8 mV	
Übergang Reg. I - Ofen I 5058	144	16,8 "	
	103	17,1	
	102	19,9 ?	
	103	17,3	
	104	17,6	
	105	17,7	
	106-107	18,0	
	108-110	18,2	
	Ausgang Ofen I	115	17,9
	Vorheizter Eingang	142a	17,8
" Ausgang	143	28,6	
Übergang Vorheizter Ofen II	244	18,2	
Ofen II 7846	201-214	18,5-19,2	
Ausgang Ofen II	215	18,8	
Übergang Ofen II-Ofen III	344	18,1	
Ofen III 7846	301-312	19,0-19,2	
Ausgang Ofen III	315	19,1	
vor Reg. I Rückweg	16	19,0	
Ausgang Reg. I Rückweg	17a	11,1	
Ausgang Reg. II "	17e	4,2	
Druck Eingang:	299 atm		
" Ausgang:	278 "		
" Differenz:	21 atm		
Gas Eingang:	32000 m <sup>3</sup>		
Kaltgas Ofen I:	9800 m <sup>3</sup>		
" Ofen II:	9360 m <sup>3</sup>		
" Ofen III:	4200 m <sup>3</sup>		
Dichte Eingang:	0,176		
" Ausgang:	0,178		
Einspritzung	32000 Ltr. (spez. Gew. 0,774)		
H <sub>2</sub> O vor Reg. II:	1200 kg		
H <sub>2</sub> O vor Prod. Kühlert:	2000 L		
Austreiber + Wasser:	ca. 38000 Ltr. (spez. Gewicht 0,747)		

	spez. Gewicht	A <sub>0</sub> P <sub>0</sub>	Phenole
Einspritzprodukt:	0,779	+37,3°	5,5 %
hinten Ofen I:	0,759	+44,5°	2,4 %
hinten Ofen III:	0,747	+52,5°	0,62 %

640

Kammer 5 Vorhydrierung.

Schaltung: 2 Regeneratoren-Ofen I 5058 - Gasbeheizter Vorheizofen - Ofen II und III 7846. Reaktionsvolumen 8 + 16 m<sup>3</sup>.

Einspritzprodukt: 55 % s-Mittelöl Kohle + Teer + 15 % α-Mittelöl Brücker Teer + 30 % Erdöl α + s-Mittelöl.

Legende der Kammer am 1.9.1942.

Lage der Elemente	Elemente	Temperatur
vor Reg. II Hinweg	13a	43,0
vor Reg. I Hinweg	13c	5,5
Ausgang Reg. I	15	16,1
Übergang Reg. I - Ofen I	144	16,0
Ofen I 5058	101-114	16,9-18,4
Ausgang Ofen I	115	17,2
Vorheizofen	142a	17,6
	142b	20,0
	143	21,6
Übergang Vorheizofen Ofen II	244	21,3
Ofen II 7846	201-214	21,6-23,0
Ausgang Ofen II	215	22,7
Übergang Ofen II-Ofen III	344	22,4
Ofen III 7846	301-314	22,9-23,5
Ausgang Ofen III	315	23,0
vor Reg. I Rückweg	16	22,1
vor Reg. II "	17a	13,0
hinter Reg. II "	17c	7,2
<hr/>		
Druck: Eingang:		298 atm
" Ausgang:		272 "
" Differenz:		26 "
Druckdifferenz: Reg. Hinweg + Ofen I:		17 atm
" Vorheizofen II+III:		2 "
" Rückweg + Ausgang:		7 "
<hr/>		
H <sub>2</sub> -Partialdruck:		254 atm
Dichte Eingang:		0,236
" Ausgang:		0,256
K <sub>2</sub> O-Werte Reg. I:		107
" Reg. II:		54
Gas: Eingang:		20 000 m <sup>3</sup>
Einspritzung:		10 000 l (0,957)
H <sub>2</sub> O-vor. Reg. II:		2 000 l
" vor Prod. Kühler:		400 l
Abstreifer + Wasser:		13 900 l
		spez. Gew. (0,845)

	spez. Gew.	A. P.	Phenole
Einspritzung	0,939	+18,5°	5 %
hinter Ofen I	0,907	+28,3°	3,9 %
hinter Ofen III	0,874	+55,2°	0,01 %

Infolge schlechter Regeneration kommt der 5058 Ofen schlecht auf Temperatur, ausserdem zeigt der Ofen hohe Druckdifferenz. \*) Die Kammer wurde am 2.9. abgestellt zur Auswechslung der Regeneratoren und Umfüllung des Kontaktes 5058 in Ofen I.

Kammer 8 Vorhydrierung.

Schaltung: 2 Regeneratoren - Elektrovorheizer - 2 Ofen 5058  
Reaktionsvolumen 16 m<sup>3</sup>.

Einspritzprodukt: 55 % s-Mittelöl aus Kohle + Brücker Teer + 15 %  
a-Mittelöl Brücker Teer + 30 % Erdöl a+s-Mittelöl.

Lage der Kammer am 25.8.1942. 2)

Lage des Elements	Element	Temperatur
vor Reg. II Hinweg	15a	51°
vor Reg. I Hinweg	15b	7,8 mV
Ausgang Reg. I Hinweg	15	24,0
Vorheizer Elemente aufgebunden	1	19,5
	2	21,0
	3	21,5
	4	21,3
	5	21,0
	6	21,7
	7	23,9
Übergang Vorheizer Ofen I	144	15,7 3)
Ofen I 5058	101	18,3
Ausgang Ofen I	102-114	18,6-20,7
Übergang Ofen I-Ofen II	115	19,6
Ofen II 5058	244	19,9
Ausgang Ofen II	291-215	20,1-22,9
vor Reg. I Rückweg	215	22,0
vor Reg. II "	16	21,1
nach Reg. II	17a	15,6
	17b	8,0

- 1) FeS-Ablagerung Ofen oben (10 mm stark)
- 2) Am 27.8.42 Vorheizer geplatzt.
- 3) nach Angabe Dr. Schmitt defektes Element.

Druck Eingang:	291 atm
" Ausgang:	271 "
" Differenz:	20 "
H <sub>2</sub> -Partialdruck:	264 atm
Gas: Eingang:	28000 m <sup>3</sup>
Kaltgas Ofen I:	500 m <sup>3</sup>
" " II:	12900 m <sup>3</sup>
Dichte: Eingang:	0,240
Ausgang:	0,257
Einspritzung:	14200 l (spez. Gew. 0,936)
Wasser vor Reg. II:	1400 l
" " Prod. Kühler:	1200 l
Belastung der El. Vorheiz- Transformatoren:	
Trafo kalt:	560 KW
" Mitte:	520 KW
" heiss:	480 KW
	} 1560 KW

Abstreifer: spez. Gewicht 0,825/20°, Anilinpunkt 48-50°.

Über das Platzen des Vorheizers siehe Brief Dr. Rank vom 27. August 1942, Nr. 205811.

gez. Rank

gez. Hahl

643



Zusammensetzung der Vergasung beim Fahren  
von schlesischen Steinkohlen und von Stein-  
kohlenhochtemperaturteeren bei 600 atü auf  
Schweröl.

43

In der anliegenden Tabelle ist die Verteilung der KW-  
Vergasung, wie sie beim Fahren schlesischer Kohlen in  
10 Litr.-Ofen auf Schweröl ermittelt wurde, der bei der  
Verarbeitung von Steinkohlenteeren auf Schweröl erhaltenen  
gegenübergestellt. Sie zeigt, dass bei der Umstellung  
von Kohle auf Teer mit einer Verminderung des Methan-  
falls um rd. 5% (auf den C-Gehalt der KW-Vergasung bezo-  
gen) und einer entsprechenden Erhöhung der Butangewinnung  
zu rechnen ist. Der Gehalt an Ungesättigten nimmt um ein  
geringes ab.

gez. Hupfer

Verteilung des als  $K_1$  vergasteten C

Beim Fahren von schlesischen Steinkohlen und von Steinkohlenteeren  
bis 600 atm auf Schweröl.

	Kohle					Teer			
	K 1152	K 1160	K 1174	K 1197	Mittelwerte P 1416 gem. Schl. Teer)	Schl. Teer)	gemisch	F 1094 Mittelwerte	
% C <sub>1</sub>	24,8	28,7	26,5	27,6	27,0	23,1	25,2	19,7	22,7
% C <sub>2</sub>	24,5	25,4	20,3	23,0	23,3	24,4	22,0	24,8	23,7
% C <sub>3</sub>	32,9	27,9	30,9	28,5	30,0	30,6	28,4	27,4	28,9
% C <sub>4</sub>	17,8	18,0	22,3	20,7	19,7	21,9	23,7	28,1	24,7
Isobutan v. Ges. C <sub>4</sub>	-	16,0	12,0	11,3	13,1	10,6	14,1	1	11,1
Ungesättigte v. C <sub>2</sub>	2,9	3,7	3,4	3,3	3,3	2,0	1,6	2,4	2,5
% v. C <sub>3</sub>	3,5	3,8	3,9	3,2	3,6	1,8	2,3	3,8	2,6
% v. C <sub>4</sub>	4,4	7,5	4,9	4,6	5,4	2,4	4,7	4,9	4,0
% v. C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>	2,7	3,4	3,0	2,7	3,0	1,6	2,2	3,0	2,3
Ofen	411	451	451	451		411	411	411	
Tag	8,6, 38.	1 u. 10. 3. 1940	13. 2. 40	9. 11. 40 1. 12. 40		14. u. 29. 9. 1940	14. 2. 40	7. 1. 40	
						1) P 1403 P 1387 P 1320 P 1404			

130

Hochdruckversuche  
Lu. L.

44  
5. Januar 1944. Gr./G

Zurück an

Zimmer Dir. Dr. P.

Umsatz von Ammonchlorid bei Schmelze

Versuche im Druckschlaven bei 350 atm Druck

#### Zusammenfassung

Vorläufige Versuche, die im Hinblick auf Kalkfermentationstätigkeiten des Hydrierwerkes Schmelze mit Ammonchlorid durchgeführt wurden, lieferten folgendes Ergebnis:

Von den geprüften chlorhaltigen Stoffen erscheint Ferrchlorid und in zweiter Linie wasserlösliche chlorhaltige Erde am geeignetsten als Ersatz von Ammonchlorid (vergl. Tabelle). Ferrchlorid in Chloräquivalenter Menge angewandt, gibt bei sonst gleichen Versuchsbedingungen wie Ammonchlorid, eine wenig höhere Vergasung. Wasserlösliche chlorhaltige Erde ist ebenso günstig wie Ammonchlorid, ist jedoch gegen Ammonchlorid den Vorzug, dass infolge des geringen Chlorgehaltes eine verhältnismässig grosse Menge (5-9%) angewandt werden muss, was eine Mehrbelastung der Kalkfermentation vor sich bringt. Wasserlösliche Erde ist deutlich ungünstiger, bei höherer Temperatur steigt die Vergasung beträchtlich an.

Aluminiumchlorid-Hydrat ( $AlCl_3 \cdot 5 H_2O$ ) ist wesentlich ungünstiger als Ammonchlorid; bei 3/10 atm höherer Temperatur tritt deutliche Veresterung, allerdings auf Kosten der Vergasung, die stark ansteigt, ein. Zwei Proben Aluminiumoxychlorid, die mehr Chlor enthalten als die wasserlösliche Erde, waren hinsichtlich Spaltung günstiger, konnten jedoch in Kalkfermentation und Vergasung die guten Daten des Ammonchlorids nicht erreichen.

Das Chlor im  $H_2O$  durch Umsatz mit Ammonchlorid zur Wirkung zu bringen, gelang nicht und gab ungünstigere Zahlen als Aluminiumchlorid-Hydrat.

Gemeinsam mit  
Dr. Schiffmann

gez. Grassl

646

Ersetzbarkeit von Ammonchlorid bei Scholvenen Kohle.

Versuche bei 350 atm Druck im Dreiautoklaven.

Die Versuche wurden in Anbetracht der Schwierigkeiten, die in der Beschaffung von Ammonchlorid für das Hydrierwerk Scholven aufgetreten waren, ausgeführt. Es wurde versucht, bei Scholvenen Hydrierkohle das Ammonchlorid durch verschiedene Chlorhaltige Verbindungen, die wie Ammonchlorid als Zusatzkontakt zu 0,06 % Zinnchlorid angewandt wurden, zu ersetzen.

Die Ergebnisse sind in der Tabelle aufgeführt. Denselben kann Ammonchlorid durch eine hinsichtlich Chlor äquivalente Menge Ferrochlorid (2,1 %) praktisch gleichwertig ersetzt werden. Abbau, Spaltung und Asphaltreduktion sind ebenso günstig wie bei Ammonchlorid, lediglich die Vergasung dürfte bei Anwendung von Ferrochlorid ein wenig höher sein. Die gleiche Chlormenge als Aluminiumchloridhydrat ( $AlCl_3 \cdot 6 H_2O$ ) ist bis auf den Abbau in jeder Hinsicht ungünstiger. Erhöhung der Reaktionstemperatur um 5/10 m° brachte in Asphalt und Spaltw. wesentliche Verbesserung, doch stieg dabei die Vergasung auf 21-22 % gegen 17 bis 18 % bei Ammonchlorid bzw. Ferrochlorid. Ein Versuch, das Chlor in  $FeCl_3$  durch Umsetzen mit Ammonsulfat zur Wirkung zu bringen, gab in jeder Beziehung schlechte Ergebnisse. Die gleiche Chlormenge als wasserlösliche chlorhaltige Tonerde ist etwa ebenso günstig wie Ammonchlorid, doch ist infolge ihres geringeren Chlorgehaltes (ca. 15 %) die hierbei anzuwendende Menge (5,9 %) sehr hoch und wird wegen der dadurch verursachten stärkeren Belastung der Rückstandsaufarbeitung kaum in Frage kommen. 1/3 der Chlormenge als wasserlösliche Tonerde gab nur wenig günstigere Werte als Aluminiumchloridhydrat. Bei höherer Temperatur werden im Asphalt und Spaltung bei entsprechend höherer Vergasung günstigere Daten erhalten.

Zwei vom Blankerolbetrieb erhaltene Aluminiumoxychloridproben, Blankerol A und Tolalon sind, vermutlich infolge ihres höheren Chlorgehaltes in der Spaltung günstiger als die gleiche Menge wasserlösliche Tonerde. Im Vergleich zu Aluminiumchloridhydrat sind sie trotz ihres s. F. wesentlich geringeren Chlorgehaltes in Asphalt und Vergasung besser, ohne jedoch die günstigeren Werte von Ammonchlorid in Asphalt, Spaltung und Vergasung zu erreichen.



Ersatz von Ammonchlorid bei Schmelzener Kohle (K 1216)

Versuchsbedingungen: Anheizzeit 3 Std., Reaktionszeit 3 Std., Fällungsgrad 500 g.  
 Kohle: K 1216 v. S. 9.41 (Zweckel); Anreicherung 1:1 mit P 1214 get. + P 1408 (10:1)  
 Kontakt 0,06 % Zinnoxalat + Chlor in verschiedener Form.  
 Höchstdruck 350 atm.

% Chlor-Zugabe als	0,75 % NH <sub>4</sub> Cl	0,75 % FeCl <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O	0,75 % AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0,75 % AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0,75 % NaCl (1,26% + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0,75 % Wasserlösliche Tonerde	0,25 % Wasserlösliche Tonerde	0,25 % Wasserlösliche Tonerde	0,61 % Blanco- rol A	0,39 % Tonalon
	1,15	2,1	1,72	1,72	1,43	5,9	1,9	1,9	1,9	1,9
Abbau	96,3	96,2	96,4	97,3	93,3	96,5	96,5	96,0	96,7	97,0
Spek. Gew. v. Öl/20°	1,040	1,044	1,058/50°	1,030	1,036/50°	1,050	1,038/50°	1,040	1,057	1,055
% Asphalt i. Öl	4,0	3,7	7,0	3,3	10,8	3,7	5,5	3,9	5,7	5,6
% Wenbildung bis 325	85	91	57	100,5	46	85,5	60	71,5	92,5	77
% Vergasung a. Neubildung + Verg.	16,8	18,1	20,5	21,8	22	15 ?	19,2	21,0	20,8	19,0
Temperatur mV	23,5	23,5	23,5	23,8	23,5	23,5	25,1	23,8	23,5	23,5

839

5. Januar 1942 Be/Ki

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pfaf

Heizölbesprechung in Gelsenberg am 5. I. 1942.

Anwesend:

Dr. Pross  
Dr. Jakob  
Dr. Klinkhardt      zeitweise  
Dr. Pri-melt  
D'Ing. Schappert  
Dr. Becker              Ludwigshafen

Gelsenberg hat bisher gute Erfahrungen mit Zusatzkohle-  
brei gemacht. Es wurden bisher in einer 4-fach Kammer bis zu  
16,5 to Reinkohle durchgesetzt, davon 2,5 to Reinkohle als Zu-  
satzkohlebrei. Die Spaltung verläuft dabei praktisch zu 100 %  
Benzin + Mittelöl im verfügbaren Ölgewinn. Der Asphaltgehalt  
ist um ca. 1-2 % von 15-16 auf 17 % gestiegen. Es bleibt abzu-  
warten, ob dadurch Schwierigkeiten in der Rückstandsaufarbeitung  
auftreten. (Vgl. Aktennotiz über Zusatzkohlebrei).

Da der Zusatzkohlebrei zu Benzin + Mittelöl aufge-  
spaltet wird, wird das zu erzeugende Heizöl auch Mittelölanteile  
enthalten.

Gelsenberg Heizöle.

	I Probe 305 nach Lu ohne Teeröl	II Probe 304 nach Lu ohne Teeröl	III Angaben v. Dr. Rudolf ohne Teeröl	IV Angaben v. Dr. Rudolf ohne Teeröl
$d_{20}$	1,068	1,078	1,062	1,041
$^{\circ}E/50^{\circ}C$	7,8 <sup>o</sup>	8,8 <sup>o</sup>	6,4 <sup>o</sup>	-
$^{\circ}E/20^{\circ}C$	-	-	95,3	28,5
$0^{\circ}C$	-	-	-	305
Siedebeginn	330 <sup>o</sup>	330 <sup>o</sup>	305 <sup>o</sup>	262 <sup>o</sup>
% -325 <sup>o</sup>	0	0	-	30 %
% vom Abstreifer	ca 50 %	ca 50 %	-	-
% C	-	-	-	-
% H	-	-	-	-

Wenn die Heizöl-Produktion in Gelsenberg aufgenommen werden soll, wird in der Weise gefahren, daß die beiden Abstreifer-Kolonnen den Benzin + Mittelöl-Schnitt bei etwa 305° legen. Das Heizöl wird somit eine Qualität wie unter Spalte III angegeben haben.

Um in Gelsenberg ein dünneres Heizöl (vergl. Qualität IV) zu erzeugen, müßte ein Teil des Abstreifers bei 262° abgeschnitten werden; der andere Teil des Abstreifers könnte dann weiter bei 330° abgeschnitten werden. Diese Fahrweise läßt sich jedoch nur schwer durchführen, da die entsprechende Abstreiferdestillation nicht vorhanden ist. Eine andere Möglichkeit dünneres Heizöl zu erzeugen besteht darin, das Abstreifer Schweröl zu verdünnen mit 20-30 % Mittelöl von 200-330° siedend. Einen Vergleich der verschiedenen Fahrweisen zeigen nachstehende Schemata. Dabei ist zu berücksichtigen, daß diese aus den jetzt vorliegenden Abstreifersiedekurven ermittelt wurden. Es ist aber möglich, daß sich bei Durchführung der jeweiligen Fahrweise der Gleichgewichtszustand durch die Mittelölanreicherung etwas verschiebt.

	Jetzige Fahrweise	Erzeugungsmöglichkeit v. dicken Heizöl	Erzeugungsmöglichkeiten für dünneres Heizöl durch Zugabe von Mittelöl 200-330° Schweröl >330°	Erzeugungsmöglichkeiten für dünneres Heizöl durch tieferes Abschneiden eines Teils des Abstreifers <sup>1)</sup>
Zur Destillation	750 000 to Abstreifer	750 000 to Abstreifer	750 000 to Abstreifer	70 000 + 680 000 Abstr.
Ölgewinn	75 000 Benzin -180°	75 000 Benzin -180°	75 000 Benzin -180°	7 000 + 68 000 Bi -180°
	300 000 Mi'öl -330°	250 000 Mi'öl -305°	250 000 Mi'öl -330°	14 000 Mi'öl 257 000 -260° Mi'öl-330°
Heizöl		50 000 Heizöl >305°	50 000 15 000 Mi'öl -330° 35 000 Schweröl >330°	50 000 Schweröl
Zur Anreicherung	375 000 Schweröl >330°	375 000 Schweröl >305°	375 000 340 000 Schw'öl >330° 35 000 Mi'öl -330°	340 000 Schw'öl >330° 35 000 Mi'öl -330°

1) oder auch folgendermaßen: 750 000 to Abstreifer : 250 000 werden destillativ in 25 000 Bi - 180°, 50 000 Mittelöl bis 260° und 175 000 Schweröl >260°, davon werden 50 000 to als Heizöl abgezweigt und weitere 125 000 Schweröl gehen zur Anreicherung. 500 000 to werden wie üblich bei 330° abgeschnitten und ergeben 50 000 Bi - 180, 200 000 Mittelöl - 330° und 250 000 Schweröl >330°.

139



- 4 -

In allen Fällen, in denen ein Heizöl erzeugt wird, enthält das zur Anreibung gehende Abstreiferschweröl ca 5 % bis 330° siedendes Mittelöl. Man hat nur noch die Wahl, ob dieses Mittelöl von 200 bis 330° siedend soll oder 260° bis 330 oder 305 bis 330°. Gelsenberg wird, wie gesagt, bei Erzeugung des dickeren Heizöls zunächst die letztere Möglichkeit wählen. Es sei noch besonders darauf hingewiesen, daß das Gelsenberg Heizöl im Vergleich zu dem Scholvenner Heizöl ganz wesentlich viskoser ist.

Gelsenberg wird sofort versuchsweise auf die Fahrweise zur Erzeugung von Heizöl umstellen. In etwa 2 bis 3 Wochen wird eine Probe aus dem Großbetrieb nach Lu. gesandt gemäß Abprache mit Dr. Jakob. Gelsenberg hat dem Reichsamt mitgeteilt, daß die Erzeugung von 4 000 moto neben 25 000 Leichtbenzin (Vergl. Schreiben vom 2.1.42) ab Ende März aufgenommen werden könnte. Bis zu diesem Zeitpunkt wird Huls wieder in Betrieb sein und 7 - 8 000 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>/h an Gelsenberg zurückliefern. Es werden dabei alle 6 Kammern mit Zusatzkohlebreieinspritzung eingerichtet. Damit besteht die Möglichkeit 15 to Reinkohle je Stunde mehr zu verarbeiten, was der Ersparnis einer Kammer entspricht (Gelsenberg hat die Errichtung einer 7. Kohle- und einer 7. Gasphase-Kammer genehmigt bekommen).

gez. Becker

652

(16)

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pfler

Erfahrungen beim Zusatz von Kaltbrei in Scholven.

Versuche in Scholven am 5. I. 1942.

Eine 4-fach Kammer mit  $48 \text{ m}^3$  Reaktionsraum fährt mit Kaltbreieinspritzung im 2. Ofen. Der Kaltbrei wurde früher in die Notentspannungsleitung von Ofen 2 eingedrückt. Der Ausbau des T-Stückes zeigte jedoch Chlorkorrosionen. Die Einspritzung erfolgt daher jetzt seitwärts im Ofen 2 unten. Die Gesamtbelastung der Kammer beträgt  $34 \text{ m}^3$  Kohlebrei, das sind 14 stuto  $\text{TK}_2$ . Die Temperatur wird dabei etwas höher gefahren als ohne Kaltbreizugabe. Dabei ist zu bemerken, daß diese Kammer neuerdings mit 3 Gashaarnadeln ausgerüstet ist, wodurch sich der Durchsatz auch ohne Kaltbreieinspritzung bereits von  $25 \text{ m}^3$  auf  $28-30 \text{ m}^3$  erhöhen ließ, sodaß die Kaltbreieinspritzung  $5 \text{ m}^3$  Kohlebrei ausmacht. Die Verarbeitung geschieht nach Dr. Urban vollständig zu Benzin und Mittelöl.

Vergleich einer Kammer ohne Kaltbreieinspritzung und mit Kaltbreieinspritzung.

	ohne Kaltbrei	mit Kaltbrei
Abstreifer:Abschlamm Vol.	48 : 52	35 : 65
Abschlamm : Kohle	1,15 : 1	1,25 : 1
Festes im Abschlamm	26 - 28 %	22 - 23 %
Asphalt im Abschlamm	?	23 %

Da die Temperatur im Heißabscheider bei der Kammer mit Kaltbreieinspritzung zu niedrig liegt, ist der Feststoffgehalt im Abschlamm gefallen und dabei auch das Abstreifer-Abschlammverhältnis ungünstiger geworden. Rechnet man die Zahlen entsprechend der Verdünnung um, so würde sich theoretisch wieder das richtige Verhältnis ergeben.

Nach diesen Zahlen scheint daher die Kammer, die mit Zusatzbrei fährt, wie die anderen Kammern im Gleichgewicht und nicht überbelastet zu sein.

gez. Becker

Hochdruckversuche

Properties of  
Mulsols

Zurück an  
Vorzimmer Dr. Br. 500

An  
Hydrierwerk Scholven  
Aktiengesellschaft

(47)

G e l s e n b e r g - B u r .

Dr. U./Hy. 13.11.41 Pa.-

HOCHDRUCKVERSUCH 5. Januar 1942. Be/Le  
P/Ln 558.

Wir danken für Ihr Schreiben vom 13. November 1941 mit dem Beitrag, in dem Sie die Asphaltanalysen zu den Ergebnissen in der Schwelerei in Beziehung setzen. Wir arbeiten gleichfalls auf dem Gebiet, haben jedoch gerade im Zusammenhang mit der Schwelrusbeute bisher noch keine eindeutigen Beziehungen feststellen können. Wir setzen diese Untersuchungen fort und werden gerne mit Ihnen in Fühlung bleiben.

Damit wir vergleichbare Bestimmungen durchführen, fügen wir Ihnen in der Anlage 1 zu Ihrer Orientierung die Analysenvorschrift bei, nach der wir arbeiten.

In diesem Zusammenhang teilen wir Ihnen mit, dass sich in der letzten Zeit Unterschiede in der Asphaltbestimmung zwischen Gelsenberg, Pölitze und Ludwigshafen herausgestellt haben. Wir haben in Anbetracht der verhältnismässig grossen Unterschiede vorgeschlagen, nochmals einen Austausch von Abschlämproben zwischen Pölitze, Gelsenberg und Ludwigshafen vorzunehmen und eine Ringuntersuchung durchzuführen. Wir wären Ihnen dankbar, wenn Sie gleichfalls eine Probe zur Verfügung stellen und die Untersuchung durchführen würden. Dabei sind ausser dem Asphaltgehalt die anderen in der Anlage 2 angeführten Daten zu bestimmen. Die Probe soll etwa 10 kg betragen. Damit einwandfreie Resultate erhalten werden, wird darum gebeten, die Probenahme sorgfältig vorzunehmen.

-2-

2988

655



**Hochdruckversuche**

Hydrierwerk Scholven A.G.  
Gelsenkirchen-Buer.

B/Ln. 558.

5.1.42

2

Es ist darauf zu achten, dass alle Werke Produkt von der gleichen  
Probenahme erhalten. Die Proben sollen an die einzelnen Werke nach  
Möglichkeit Mitte Januar zum Versand kommen.

Heil Hitler!

I.G. FARBEWINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2 Anlagen.

656

Hochdruckversuche

Anlage 2.

Vergleich von Abschlämproben.

Herkunft	Grossversuch Kammer 804 Ludwigshafen	Pölitz	Gelsenberg
Menge		ca. 15 kg	ca. 25 kg
Eingang		4.11.1941	17.11.1941
Wassergehalt %	0	0	0
Benzolunlösliches %	22,6	31,1	25,2
Aesche darin %	53,2	49,8	60,9
S-Asphalt im Öl %			
mit Kahlbaubenzin	12,1	15,0	11,7
mit Rhonaniabenzin	11,1	14,0	11,3
spez. Gewicht bei 100°C	1,091	1,092	1,077
Siedekurve Beginn °C	260	256	263
% -325°C	5,1	5,6	6,7
Vakuumkurve bei mm Hg	11	10	11
Gew. % -225°C	20,0	25,3	24,8
-275°C	41,0	42,3	45,8
-325°C	53,9	54,2	60,2
% Rückstand	46	45,7	39,7
<u>Schwefelanalyse:</u>			
(Fischer-Retorte, Apparatur 200 g, Anheizzeit 3/4 Std., 550°C 1/4 Std., Einwage 100 g)			
% Teer bez. a. Einspritzung	55,1	47,5	54,9
% Koks	35,5	43,5	39,9
% Wasser	0,7	0,5	0,9
% Gas + Verlust	8,7	8,5	4,3
% Glasbeute	71,3	69,0	73,4

*Partial Hydrogenation*  
(48)

Keßel und Elektrodenkoks

durch unvollständige Hydrierung von Steinkohlen und Verschwelung des erhaltenen Primärbitumens unter Druck.

Durch Hydrierung von Steinkohle mit Wasserstoff im Unterschuss bei Mittelbisdruck wird die Kohle in ein lösliches und schmelzbares Produkt umgewandelt, das durch Filtration aschefrei gemacht werden kann; das Filtrat enthält weniger als 0,1 % Asche.

Durch Verschwelung unter mässigem Druck (5-20 atm) bei Temperaturen von 475-500°C lässt sich das Primärbitumen leicht spalten in einen aschefreien Schwelkoks, aus dem durch Nachglühen ein brauchbarer Elektrodenkoks hergestellt werden kann. Die Druckverschwelung ist notwendig, um einen dichten ungeglühten Koks zu erhalten.

Für die Druckverschwelung eignet sich sowohl das Filtrat selbst (mit dem zur Anreicherung verwendeten Mittelöl) als auch das bei 300°C abgetropfte Primärbitumen, das in geschmolzenem Zustand eingepumpt wird und einen etwas dichterem Koks ergibt. Bei der Druckverschwelung wurden folgende Ergebnisse mit Oberschlesischer Kohle erzielt:

A. Primärbitumen, hergestellt bei 23,5 MV, 300 atm (Of. 451)

Schwelergebnisse:

Vers. Nr.	Einsatz	Schwelöl %	Koks %	Gas+Verlust %	
470/22	Filtrat Of. 451	76,4	19,7	4,9	Schwelöl enthält Anreibeöl
470/23	" "	76,6	16,9	6,5	
470/27	Destillat-Rückstand 451	41,8	48,7	9,5	Anreibeöl-freies Schwelöl
470/28	" "	41,2	48,8	10,0	

*197204*

Das erhaltene Schweißl hat folgende Zusammensetzung:

	Schweißl m. Anreiböl 470/22/23	Schweißl Anreiböl- frei 470/23	Schweißlan- reiböl (470/19) Ver- such stat.
Wasser %	0,6	2,2	9,6
Asphalt %	2,6	6,7	1,4
Phenole %	11,5	0	8,4
Stockpunkt °C	20	21	18
Spez-Gewicht/20°C	1,041	1,069	1,20
Siedebeginn °C	98	90	86
% -200°C	2,1	3,8	11,2
% -250°C	33,5	11,2	27,3
% -300°C	51,0	19,6	48,2
% -325°C	57,0	23,5	60,3
% -350°C	64,0	34,0	75,6

Wie man aus den beiden anreiböl-freien Versuchen sieht, ist ein grosser Qualitätsunterschied im Schweißl festzustellen, wenn anstelle des kontinuierlichen Einpumpens des geschmolzenen Bitumens dasselbe von vorneherein in die Schweißapparatur eingefüllt und dann langsam abgeschwält wird. Der Stockpunkt des Schweißles kann auf diese Weise stark herabgesetzt werden, das Öl ist nahezu restlos destillierbar, dabei geht die Ölausbeute stärker zurück, die Koks- ausbeute steigt entsprechend an, aber auch die Vergasung, dasselbe kann erreicht werden bei langsamerem Einpumpen bezw. bei etwas höheren Schweißdruck und -Temperatur.



B Bitumen bei 700 atm und 25 MV hergestellt (Of. 411)

Vers.Nr.	Einsatz	Schmelöl %	Koks %	Gas-Verlust %	
470/42	Filtrat(Of.411)	75,2	17,4	7,4	
470/42	" "	76,8	15,4	7,8	
470/46	Destillations- rückstand(Of.411)	33,8	57,6	8,6	flüssig & gepumpt
470/37	Destillations- rückstand(Of.411)	25,5	62	12,5	diskonti- nuierlich

Das Schmelöl zeigte folgende Eigenschaften:

	Anreibeöl- haltig 470/42	Anreibeöl- frei 470/46	Anreibeöl- frei 470/37
Wasser %	0,8	5,0	9,2
Si-Asphalt %	0,5	2,5	0,5
Phenole %		12,0	18,4
Stockpunkt °C	-52	+7	-27
Spez. Gewicht/20°C	0,996	1,048	0,986
% -200°C	1,0	2,0	14,4
% -250°C	25,6	7,4	30,9
% -300°C	65,6	18,0	50,0
% -325°C	75,7	29,0	60,7
% -350°C	83,7	48,1	75,6

Das bei höherer Temperatur hergestellte Bitumen lässt sich etwas schwerer abschwelen und ergibt bei dynamischer Verschweißung auch einen etwas höheren Stockpunkt; was aber durch Temperaturerhöhung und langsames Einpumpen wieder ausgeglichen werden kann. Auch bei diesem, bei höherer Temperatur hergestellten Bitumen zeigte sich

dass bei diskontinuierlicher Arbeitsweise die Koksausbeute erhöht und die Schmelzqualität stark verbessert werden kann, wobei die Vergasung allerdings ebenfalls stärker ansteigt.

Der Schmelzkoks enthält infolge der niedrigeren Herstellungstemperatur noch 5-10 % flüchtige Anteile, weshalb er nicht direkt als Elektrodenkoks verwendet werden kann. Durch Nachglühen bei 950-1000°C wird er den für die Al-Elektrodenfabrikation benötigten Anforderungen angepasst, wie folgende Tabelle zeigt:

Vers.Nr.	ungeglüht Aschegehalt %	geglüht Aschegehalt %	Flüchtige Bestandteile %
470/22/23	0,1	0,20	0,14
470/27	0,3	0,20	0,73
470/28	0,1	0	1,34
470/42	0,3	0	0
470/46	0	0,25	0,62

Wie aus den Zahlen hervorgeht, wird der nachgeglühte Koks im Aschegehalt und den Flüchtigen weitgehend den gestellten Anforderungen als Elektrodenkoks für die Aluminiumfabrikation gerecht; die Erzielung der übrigen Eigenschaften, besonders der Dichte, Kornzerfall beim Mahlen, Leitfähigkeit erfordern noch einiges Studium.

Zum Schluss sei darauf verwiesen, dass auch Spülgasteer durch Druckverschmelzung bei nur wenig höherer Temperatur sich ebenfalls in Heizöl (ca. 60-65 %) und Elektrodenkoks (ca. 30 %) umwandeln lässt (siehe Versuchsbericht vom 22.12.1942.)

gez. Pfirmann

99

Nachtrag zum Bericht 19 946 i v. 25.11.41 :

Verarbeitung von Scholvener Abschläm in Sumpphase bei 600 atm  
im 1,5 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Es werden Daten über die Vorhydrierung und Benziniierung des bei obiger Verarbeitung erhaltenen wasserstoff- und phenolarmen S-Mittelöles mitgeteilt. Bei 250 atm wird über Kontakt 8376/6434 ein Benzin von praktisch gleichem Naphthen- und unwesentlich höherem Aroma angehalt verglichen mit Mischbenzin aus Vorhydrierungs- und Benziniierungsstufe (8376/6434) der Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl erhalten, das in der Oktanzahl um 1,5 Einheiten besser ist. Der Unterschied würde sich bei Hinzumischen der zugehörigen Sumpfbenzine noch erhöhen.

Die Verarbeitung des bei 600 atm, 25 MV und Durchsatz Frischprodukt : Schwerölrückführung : Abschlämmrückführung wie 0,3 : 0,3 : 0,6 kg/Ltr. Ofenvol. u. Std. aus Scholvener Abschläm (P 1495) erhaltenen Mittelöles durch Vorhydrierung und Benziniierung bei 250 atm ist in der angehängten Tabelle der gleichen Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl gegenübergestellt. Fahrbedingungen und Produkteigenschaften sind der Tabelle zu entnehmen. Die Versuche wurden von Dr. Peters in einem 200 ccm-Vorhydrierungs- bzw. 50 ccm-Benziniierungs-ofen durchgeführt.

Vorhydrierung mit K 8376 (akt. Tonerde, W, Ni): Bei 20 MV wurde zunächst ein Anilinpunkt von etwa + 10° im Anfall erhalten. Die Temperatur wurde daraufhin mehrfach bis auf 21,3 MV erhöht, wobei sich bei stärker schwankenden Einzelwerten folgende Werte ergaben:

Ofentemperatur	MV	20	20,5	21	21,3
Anilinpunkt des Anfalls	°C	10	19	?	30
Spez. Gew.	bei 20°C	0,904	0,906	0,894	0,892

Der Vorhydrierungsanfall enthält entsprechend dem äußerst niedrigen Phenolgehalt des S-Mittelöles nur 4 % - 150°, die nicht abgetrennt wurden. Die Vergasung in der Vorhydrierungsstufe wurde nicht bestimmt;

199947

662

nach der am Ofen anfallenden Produktmenge liegt sie jedenfalls unter 2 %; vermutlich ist sie sogar etwas niedriger als bei der Verarbeitung von normalem Scholvenner S-Mittelöl. Der gesamte Vorhydrierungsanfall einschließlich der schwächer aufhydrierten Anteile der 20 MV-Periode wurde gemischt und nach Wäsche mit 10%iger  $H_2SO_4$  zur Entfernung von eventuell gelöstem  $HH_3$  benziniert.

Die in der Tabelle aufgeführten Vergleichsdaten zur Vorhydrierung wurden mit einer Probe der gleichen Kontaktcharge im 1 Ltr.-Ofen gewonnen und sind wie die Vergleichsdaten zur Benzinierung dem Bericht 19 867 I von Dr. Reitz vom 20.1.42 entnommen.

Benzinierung mit K 6434: Die Benzinierung wurde bei 20 MV zunächst im geraden Durchgang angefahren. Die Benzinkonzentration im Abstreifer war mit 54 % - 150° geringer als bei der Benzinierung von normal vorhydriertem Steinkohleverflüssigungsmittelöl, stimmt aber überraschend gut überein mit dem Wert, der aus Kurvenblatt 3 von Ber. 19 867 I zu entnehmen ist, auf welchem die % - 150° im 6434-Abstreifer in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des 8376-Vorhydrierungsmittelöls für verschiedene Temperaturen des 6434 gezeichnet wurden. Eine überschlägige Rechnung zeigt, daß trotz der geringeren Benzingleistung der Wasserstoffverbrauch pro Kontakt- und Zeiteinheit bei dem hier verarbeiteten wasserstoffarmen Mittelöl eher noch größer ist als bei normal vorhydrierten wasserstoffreichen Mittelölen und daß der Kontakt daher eine mindestens ebensogroße „Arbeit“ geleistet hat wie bei der Benzinierung wasserstoffreicher Öle. Es liegt nahe, den Leistungsabfall bei der Benzinierung  $H_2$ -ärmerer Öle mit dem höheren spezifischen Wasserstoffverbrauch bei diesen in Verbindung zu bringen.

Da die % - 100° im 6434-Benzin noch etwas knapp waren, wurde die Temperatur später auf 20,3 MV erhöht bei gleichzeitigem Einsatz von Mittelölrückführung (zunächst 33, später 50 %). Das C-Mittelöl hatte bei 20 MV Anilinpunkt + 35° und spez. Gewicht 0,864, bei 20,3 MV-Rückführung Anilinpunkt + 39° und spez. Gewicht 0,844. Die Benzinuntersuchung in Tabelle 1 bezieht sich auf das Sammelbenzin der Gesamtfahrperiode. Die Tests dieses Benzins ( $H_2SO_4$ , Doktor, Cu-Streifen) waren einwandfrei.



3

Vergleich der Qualitäten des erhaltenen Benzins und von 7846/6434-Benzin aus Scholvener S-Mittelöl: Das hier aus P 1495-S-Mittelöl erhaltene Benzin hat eine sehr ähnliche Zusammensetzung wie das Mischbenzin aus Vorhydrierungs- und Benzinierungsstufe der Verarbeitung von Scholvener Mittelöl (gleicher Naphthengehalt, 4 % mehr Aromaten und entsprechend weniger Paraffine) und eine um 1 Einheit bessere Oktanzahl. Unter Berücksichtigung der geringen Verschiedenheit der Siedekurven der hier gegenübergestellten Benzine ergibt sich, daß das Benzin aus P 1495 bei gleicher Siedekurve sogar 1,5 O.Z.-Einheit besser und wahrscheinlich auch noch von besserer Qualität als das reine 6434-Benzin aus P 1271 ist. Ob die Vergasung bei dem Benzin aus P 1495 tatsächlich niedriger ist, wie es nach den hier mitgeteilten Zahlen den Anschein hat, ist nicht sicher, da Kontrollbestimmungen fehlen. Zu dem Wert von 15,2 % wäre noch die Vergasung der Vorhydrierungsstufe hinzuzufügen.

Gemeinsam mit

Dr. Peters  
" Donath  
" Günther  
" Dehn.

gez. Reitz

Verarbeitung von 1495-S-Mittelöl				Verarbeitung von Scholvener S-Mittelöl zum Vergleich			
		Vorhydrier	Benzinien		Vorhydrier	Benzinier	
Kontakt		8376 Paß 4-8	6434		8376 Paß 4-8	6434	
Ofen / Blatt		17(4464a)	12(4479)		315	6/4288	
Volumen ccm		200	50		1000	50	
Datum 1942		9.-13.1.	21.-31.1.		29.9.41	2./4.10.41	
Betr.-Stunden		52-172	0-260		312	240	
Druck atm	Ausg.- materi- al	250	250	Ausg.- materi- al	250	250	Misch- benzin
Temp. MV		20-21,5	20-20,5		22	19,5	aus
Durchsatz kg/l/Std.	P 1495	0,8	1,5	P 1271	0,8	1,5	Yorh.
§ Frischöl	S-Mit- telöl	100	100/67/ 50	red.	100	100	+ Benz.
• um Gas/kg Öl	v. Ofen	3	2,7	v. 28.7.	41	3,1	(14:86)
§ P 471	424 v. 9.11. 41	0,4	0,75		0,4	0,75	
Benzinkonzentr. § - 150°		4	52-60		11,6	62	—
Leistung		0,03	0,65-0,75		0,09	0,94	—
Verg./Di + V.			15,2			21	~20
<u>Benzin:</u> <u>Gas-frei</u>							
Spez. Gew. 20°C			0,741		0,770	0,729	0,735
A.P. I/II °C			+43,8/51		+ 38	+ 50/53	+48/52
Siedebeginn			55		69	45	45
• - 70			3		—	10	8
§ - 100			52		19	60	54
§ - 150			96,5		96	—	98
Endpunkt °C			157/98,5		155/98,5	145/98	150
Gasverlust §			0,5		—	1,0	—
Ans.: Paraffine			33,5			42	38
Naphthene			50,5			53	56
Aromaten			9			4	5
Ungeätt.			1			1	1
Jodzahl			0,7			0,6	—
O.Z. M.H.			75,2			75,3	74
M.H. + 0,12 Pb			92,3			93	91,5
R-M-Öl: Spez. Gew. 0,979		0,890		0,972	0,866		
A.P. °C		-43	+ 27	-11,5	+46,5		
Siedebeginn °C		224	122	185	164		
§ - 700		—	15	5	16		
§ - 250		20	42	42	61		
§ - 300		83	91	84	97		
Endpunkt °C		325/98	325/99	322/99	305/98,5		665
Phenole		1,6	—	17	0,02		
Stickstoff		0,58	0,009	—	0,009		

58

betr. Einsparung von Molybdän in der Sumphase.

Zur Zeit werden die in Pölitz zur Verfügung stehenden Rohstoffe Steinkohlenteerpech, Generatorteez und Steinkohlenteeröl über  $325^{\circ}$  im Gemisch 1:1:1 im 10 Ltr. Ofen mit 2 % Eisen - Titan - Grude auf Schweröl gefahren. Nach dem bisherigen Befund scheint es möglich zu sein, das Gemisch mit diesem Kontakt bei Durchsatz 0,5 unter Rückführung von Schweröl 1:0,4 und Abschlam 1:0,3 zu verarbeiten. Die Schwerölrückführung ist notwendig, um den Ofen bei der für den Fest- und Asphaltabbau erforderlichen Temperatur von rd.  $484^{\circ}$  beherrschen zu können. Der in Mengen von 15 - 20 % von Frischöl anfallende Neuabschlamm ließ sich im kleinen Kugelofen störungsfrei verschwelen. Einen Vergleich des Konsums und der Fahrweise mit früheren und Mo-Kat. enthält anliegende Tabelle.

Frühere Versuche im 1 Ltr. Ofen bei 500 at mit Steinkohlenteerpech (17 % Festes) -gaben mit Mo-Grude Kat. +Cl Mittelöl Leistung ,36 mit Fe s-Kontakt 1) 0,21-0,36 also eins um ca 30-40 % kleinere Leistung.

Ein Versuch mit St.K. Generatorteez-Rückstand (spez. Gew./ $1085/100^{\circ}$ , 7 % Festes 33 % Apshalt, 7 Edisp/100 C lief 14 Tage ohne Schwierigkeiten, nachdem die Abschlamrückführung au Teil auf je ein Teil Frischöl erhöht worden war. Als Kontakt wurde 1% Grude mit  $FeSO_4$  und 0,2 %  $Na_2S$  verwendet. Zu bemerken ist allerdings, dass sich dieser Teerrückstand leichter verarbeiten lässt, als Kokereiteerpech.

1) geschwefelte Lummase

78341

CC

Zusammenfassend ist auf Grund der Kleinversuche im 1 u. 10 Ltr. Ofen zu sagen, dass sich die Pölitzer Steinkohlenteermischung, die ja nur  $\frac{1}{3}$  Steinkohlenteerpech enthält, mit Eisenkontakt ohne Molybdän fahren lassen wird. Wahrscheinlich wird zumindest mit dem jetzigen Eisenkontakt eine Leistungsverminderung von schätungsweise 20 % eintreten.

Auf Grund anderer Versuche im 10 Ltr. Ofen erscheint ein Zusatz dieser Teermischung zur Kohle ( etwa 15 % auf Kohle ) ohne Verschlechterung der Ergebnisse möglich.



Tabelle.

Verarbeitung von Steinkohlenteerpech.

Kontakt	Mo-Grude	Eisen-Titan-Grude	Eisen-Titan-Grude
Rohstoff	Ruhrteergemisch P 1416 get.		Falitzer Rohstoffe P 1408 + P 1404 + P 1214 get. (1 : 1 : 1)
Eigenschaften			
spez. Gewicht/100°C	1,062	1,062	1,104
% Festes	8	8,1	12,9
% Asche im Festen	4,5	4,5	4,8
% Asphalt im Öl	26,7	26,7	16,9
% -325°C im Öl	2,4	2,4	9,8
Durchsatz	0,64	0,62	0,5
Abschlammrückführung			
% vom Frischöl	0	0	40
Schwerölrückführung			
% vom Frischöl	50	50	30
Ofentemperatur °C	478	476	484
Kontaktmenge %	1,0	1,5	2,0
Leistung (Bl + Mi + S'öl)	0,51	0,48	rd. 0,4
Schmelzung des Abschlamms im Kugelofen	nicht durchführ- bar	nicht durchführ- bar	durchführbar
Ofen	411	411	411
Tag	21., 29. und 29. 9.40	4. u. 14. 9. 40	Februar 1941

11. 2. 1942. v. Htm/Pf.

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Über die Verarbeitung von Scholvener Kohle  
(Zweckel-Kohle) mit Eisenkontakten und Chlor.

Im Anschluß an die Versuche zur Verarbeitung von Scholvener Kohle der Zweckelgrube bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl und auf Benzin und Heizöl wurde ein kurzer Versuch durchgeführt, diese Kohle bei 250 atm mit Eisenkontakten (Eisensulfat und Bayermasse) und Chlor (Ammonchlorid) auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten. Es sollte sich nur um einen kurzen orientierenden Versuch handeln, der unmittelbar an den Heizölversuch angeschlossen werden sollte, und der deshalb in der Versuchsdauer schon auf maximal 8 Tage begrenzt war, da keine Neutralisationsmöglichkeit vorhanden war.

Um nun in der kurzen Zeit von etwa 8 Tagen (der Verarbeitung mit Chlor) ein möglichst einwandfreies Ergebnis zu erzielen, wurde der Ofen zunächst bei 600 atm ohne Chlor auf Benzin und Mittelöl gefahren, nach 3 Tagen, als der Ofen also wenigstens hinsichtlich der Siedekurve des Rücklauföls einigermaßen im Gleichgewicht war, wurde auf 250 atm umgeschossen, die Temperatur etwas zurückgenommen und zu den Eisenkontakten 1,15 % Ammonchlorid zugegeben. Zwei Tage wurde mit ziemlich hohem Durchsatz (0,47) gefahren, um den Ofen künstlich schlecht zu machen, und versucht mit vermindertem Durchsatz den Ofen ins Gleichgewicht besonders hinsichtlich der Asphalte zu bringen. Auf diese Weise wurde erreicht, daß die erhaltenen Ergebnisse bestimmt nicht günstiger waren, als sie bei gleichbleibenden Fahrbedingungen und längerer Versuchsdauer erhalten worden wären. Der Versuch zeigt also mit großer Sicherheit, daß sich Steinkohle bei 250 atm mit Eisenkontakten und Chlor verarbeiten läßt, ohne daß eine Gefährdung des Ofens oder eine anwachsende Verschlechterung der Rückstandsaufarbeitung zu erwarten ist.

In der nachfolgenden Tabelle sind die wichtigsten Zahlen dieses Versuches früheren Versuchen mit einer anderen Scholvener Kohle gegenübergestellt. Ein Vergleich dieser Zahlen, der die geringen Unterschiede der Verarbeitungsbedingungen berücksichtigt, zeigt, daß hinsichtlich Leistung und Vergasung die Eisenkontakte den Teeren nicht nachstehen. Zwar ist die Leistung in dem vorliegenden

Fall mit Eisen etwas niedriger, aber der Durchsatz könnte sicher noch um etwa 10 % gesteigert werden. Auffallend ist der Unterschied des mit Benzol bestimmten Abbaues. Während bei beiden Versuchen mit Zinn der mit Benzol bestimmte Abbau über 95 % beträgt, liegt er bei dem Versuch mit Eisen nur bei 91 %. Dagegen liegen die Asphalte bezogen auf Reinkohle bei den Zinnversuchen bei 14 % und 17 %, bei dem Eisenversuch nur bei 8 %. Hieraus muß geschlossen werden, daß bei der Verwendung von Eisenkontakten und Chlor eine andere Art des Kohle-Abbaues stattfindet, bei der durch Benzol ein Teil der asphaltartigen Bestandteile als Festes bestimmt wird. Hierfür gibt die Tatsache einen Hinweis, daß hier die Differenz der Festbestimmung im Abschlamme mit Benzol gegenüber der mit Tetralin-Kresol besonders hoch ist. (Es wurden mit Tetralin-Kresol nur 70 % von dem Festen mit Benzol gefunden.) Die Frage konnte bei der Kürze des Versuches nicht genauer verfolgt werden. Die Rückstandsaufarbeitung hat jedenfalls trotz des hohen Benzolrestes im Abschlamme von über 30 % keinerlei Schwierigkeiten gemacht.

gez. v. Hartmann

Tabelle.

670

Tabelle

Kohle	1101 v. 30.9.38	1216 v. 8.9.41	
Asche bez. a. Reinkohle	4,60	4,25	
% C	82,8	83,2	
% H	5,2	5,3	
% O	10,5	8,9	
% N	0,5	1,5	
SS fl.	1,02	0,96	
% S ges.	0,96	1,13	
Cl		0,2	
Flüchtiges	37,4	38,6	
Urteer	13,8	14,1	
<b>Verarbeitungsbedingungen:</b>			
Druck (Hüllgas)	250	250	
Temperatur °C	450	462	
Kontakt	0,06 % SnO <sub>2</sub>	0,05 % SnO <sub>2</sub> coll. z. Brei	1,2 % FeSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O aufgetränkt
	1,15% NH <sub>4</sub> Cl	1,15% NH <sub>2</sub> Cl	1,5% Bayermasse
	coll. z. Brei	1. Ofen unten	1,15% NH <sub>4</sub> Cl coll. z. Brei
Durchsatz (RK)	0,442	0,39	0,24
m <sup>3</sup> Gas/kg RK.	4,05	3,7	4,2
Anreibeöl			
% P	6,5	12,5	9,2
% - 325	10,9	3,5	5,6
% Asphalt	9,8	10,2	8,3
Anreibung	1:1	1:1	1:1
Kohle : Abschläm	1 : 0,3	1 : 0,3	1 : 0,4
<b>Ergebnisse:</b>			
Abbau (Benzol)	96	97	91
% Anreibeölüberschuss	29,6	32,0	- 5,2
% Leistung	0,21	0,19	0,16
% Vergasung	26,4	23,9	24,7
% Asphalt a. RK.	14,1	17,8	8,3
In Ölgewinn % - 135	12,5		
- 200		32,4	30,9



Hochdruckversuche  
L 1958

29. Mai 1943 Ha/Pu

(52)

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Zusatz von Mavre-Bausilica bei der Steinkohlendrierung

Altere Versuche mit K 1090 (Gelsenberg)

am 10 Ltr-Ofen

Dies. 451 von 10.11.-21.12.1937



Versuchsergebnisse

In einer älteren Versuchsreihe von Dr. Krönig zur Verarbeitung von junger Gelsenbergkohle (K 1090) auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm im 10-Ltr-Ofen wurde das der Chlorneutralisation wegen verwendete  $\text{Na}_2\text{S}$  einmal vor dem Vorheizer, bei anderen Versuchen in den S-Bogen zwischen Vorheizer und Ofen zugegeben. Der Sulfid-Kontakt wurde in der hohen Menge von 0,8 % auf Kohle verwendet, da von ihm - abgesehen von der Chlorbindung - auch günstige katalytische Auswirkungen auf die Hydrierung erwartet wurden. Zunächst wurde  $\text{Na}_2\text{S}$  (rein) von Merck (Kat 6053) benutzt, später das viel reinere  $\text{Na}_2\text{S}$  von Leverkus (Kat 6709).

In allen Versuchen wurden auf die Kohle 1,2 % Eisensulfat aufgetränkt und 1,5 % Luxmasse kolloidal gemahlen zum Brei gegeben. Von der jetzt üblichen Fahrweise unterschieden sich die Versuche hinsichtlich der Rückstandsaufarbeitung dadurch, daß zeitweise der Abschläm mit gestripptem Abstreifer verdünnt und das Schleuderöl -325° getoppt wurde, während später das Mittelöl des Abschlamms vor dem Schleudern durch Toppen teils in einer Blasen-, teils in einer Röhrendestillation entfernt wurde. Die Bilanzen wurden nach der jetzt gebräuchlichen Art - unter Einbeziehung der Rückstandsaufarbeitung und auf buten-freies Benzin - gerechnet.

I. Mit Zugabe von Kat 6063 hinter der Vorheizung.

Mit Einspritzung des  $\text{Na}_2\text{S}$ -Breies in den S-Bogen und Toppen des Schleuderöles wurden folgende Ergebnisse erhalten:

	468	472
Ofentemperatur °C	468	472
Reinkohle-Durchsatz kg/Ltr/E	0,42	0,48
Bi + Mi-Leistung kg/Ltr/h	0,30	0,34
Vergasung %	23,5	23,1
Abbau %	97,7	97,0
Asphalt auf R.K. %	8,7	7,0
Asphalt auf festefr. Rückl'öl	7,4	6,0
Asphalt im Anzeibeöl %	8,2	-
Bilanz Nr.	1/2	3

Bilanzen 1 und 2. Bei 468°C wurde im Vergleich zu der normalen  $\text{Na}_2\text{S}$ -Zugabe (0,3 % zum Brei) und Rückstandsaufarbeitung<sup>1)</sup> eine eher ein wenig günstigere Leistung und Vergasung erhalten, doch waren die Unterschiede gering. Auch der Abbau schien ein wenig besser zu sein. Dagegen lag der Asphaltspiegel höher, was wohl auf die Asphaltneubildung beim Toppen des Rücklauföles zurückzuführen ist.

Das Benzin -170° machte rund 14 % vom praktischen Ölgewinn aus und hatte nach Raffination eine Klopffzahl von 69 Res.

1) Die Vergleichsversuche werden noch zusammengestellt. Ofen 451 vom 20.-28.9.1937.

Bilanz 3. Um eine höhere Leistung zu erhalten, wurde die Ofentemperatur auf 472° vorgenommen. Dies erlaubte eine Erhöhung des Durchsatzes und führte zu der beabsichtigten Leistungssteigerung, ohne daß die Vergasung zunahm. Der Abbau verminderte sich ein wenig; der Asphaltabbau wurde durch die höhere Temperatur deutlich verbessert.

Die Zugabe des Kat. 6063 in den S-Bogen führte an dieser Stelle mehrfach zu Verstopfungen. Schließlich mußte wegen einer Druckdifferenz im S-Bogen, die nicht im laufenden Betrieb beseitigt werden konnte, kalt gefahren werden. Die Verstopfung bestand im wesentlichen aus Na<sub>2</sub>S und Eisen, letzteres teils oxydisch teils sulfidisch, das vermutlich aus den Kontakten stammt. Die Störung läßt für möglich erscheinen, daß die Vorheizerverkrustungen durch FeS durch die Gegenwart von viel Natriumsulfid, jedenfalls in Form des Merckschen Präparates, begünstigt werden können. Eine Verbesserung des Wärmeüberganges in der Vorheizung durch das Fortlassen des Natriumsulfids, die anfänglich vermutet worden war, konnte bei genauerer Auswertung der Temperaturdifferenzzahlen nicht eindeutig festgestellt werden. Da die Breischlange nach dieser Versuchsreihe nicht gelitert wurde, kann auch über den Verkrustungsgrad nichts ausgesagt werden.

#### II. Mit Zugabe von Kat 6063 zum Brei.

In den folgenden Versuchen wurde das Na<sub>2</sub>S dem Kohlebrei zugemischt, da die Zugabe in den S-Bogen zu Schwierigkeiten geführt hatte. Gleichzeitig wurde zu einer Rückstandsaufarbeitung übergegangen, in welcher der Abschlamm -525° in einer Blase getoppt und der Topp-  
rückstand mit Abstreiferschweröl und dem Schwelöl vor dem Schleudern verdünnt wurde. Diese Aufarbeitung erschien für Gelsenberg eher durchführbar. Es stellten sich folgende Resultate ein:

Ofentemperatur °C	472	472
Reinkohledurchsatz kg/Ltr/h	0,50	0,56
Bi + Mi-Leistung kg/Ltr/h	0,36	0,34
Vergasung %	23,1	24,5
Abbau %	97,4	96,0
Asphalt auf RK %	7,1	9,9
Asphalt auf festfr. Rückl. Öl	5,9	8,3
Asphalt im Anreibeöl %	9,0	6,4 ?
Bilanz Nr.	4	5

Die genaue Erfassung des Einflusses der Kontaktzugabestelle wird leider durch die gleichzeitige Änderung der Rückstandsaufarbeitung erschwert, während umgekehrt auch nicht zu erkennen ist, ob die Abschlamm- oder die Schleuderöltoppung chemisch günstiger wirkt.



Die Verwendung von Schweröl anstelle des getrippten Abstreifers als Verdünnungsöl führte erwartungsgemäß zum Anfallen eines festeren und aschereicheren Rücklauföls. Im Mittelöl- und Asphaltgehalt des Anreibeöls ergaben sich keine wesentlichen Unterschiede. Die Resultate haben sich durch die Variation der Versuchsbedingungen praktisch nicht geändert, woraus man jedenfalls schließen kann, daß bei Verwendung der üblichen fast dreimal kleineren  $\text{Na}_2\text{S}$ -Menge die Wahl der Zugabestelle ohne besonderen Einfluß auf die chemischen Ergebnisse sein wird.

Bilanz 5. Eine weitere Erhöhung des Durchsatzes bei gleichbleibender Temperatur erbrachte keine Steigerung der Benzin- + Mittelöl-Leistung mehr, sondern führte nur zur Vergrößerung des Anreibeölüberschusses. Die Vergasung stieg etwas an, der Asphaltspiegel desgleichen. Auch der Abbau verschlechterte sich. Der optimale Durchsatz bei  $472^\circ$  lag also in der Nähe von  $0,50 \text{ kg/Ltr/h}$ .

III. Mit Zugabe von Kat 6709 zum Brei.

In den weiteren Versuchen wurde das Natriumsulfid von Merck durch das von Leverkusen ersetzt, das auf Grund seiner Herstellungsweise eine Reinheit von 97 - 98 % aufweist<sup>1)</sup>, während der Kontakt 6063 große Mengen von Soda, Natriumsulfat, Thiosulfat und Polysulfide enthält. Alle anderen Bedingungen wurden beibehalten, abgesehen davon, daß in Bilanz 6 der Abschlamm in einer Röhrendestillation anstelle der bisher benutzten Blase vom Mittelöl befreit wurde. Die Ergebnisse sind nachstehend aufgeführt:

Abschlammtopfung	Blase	Pipe Still
Ofentemperatur $^\circ\text{C}$	472	472
Reinkohledurchsatz $\text{kg/Ltr/h}$	0,57	0,56
Bi + Mi-Leistung $\text{kg/Ltr/h}$	0,34	0,37
Vergasung %	23,3	23,9
Abbau %	95,7	97,5
Asphalt auf R.K. %	10,3	7,7
Asphalt auf festefr. Rü'öl	8,3	6,7
Asphalt im Anreibeöl	9,3	7,3
Bilanz Nr.	7	6

Bilanz 7. Diese ist direkt mit Bilanz 5 vergleichbar, da sie sich von dieser - abgesehen von dem neuen Kontakt - nur durch einen geringfügig höheren Kohledurchsatz unterscheidet. Bei praktisch gleicher Leistung und gleichem Festeabbau wurde eine niedrigere Vergasung erhalten. Die Asphaltzahlen liegen geringfügig höher. Der Kat 6709 scheint demnach, wenn man nach dieser einzigen Bilanz urteilen will,

1) Die Verunreinigungen bestehen nur aus Eisensulfid, Natriumsulfat und Feuchtigkeit.

676

dem Kat 6063 etwas überlegen zu sein. Dieser Befund bestätigt entsprechende Drehbombenversuche.

Die Eigenschaften der anfallenden Produkte sind den <sup>en</sup> aus Bilanz 2 sehr ähnlich. Das Benzin ist dem Anilinpunkt und der Elementaranalyse nach ein wenig weiter anhydriert, was sich aber auf den Klopfwert nicht auswirkte. Geringe Unterschiede in der Siedekurve und dem spez. Gewicht und A.P. siedegleicher Fraktionen des Mittelöls können möglicherweise darauf beruhen, daß das Mittelöl aus Bilanz 2 auch die entsprechende Fraktion aus dem Schwelöl enthielt. Die Gesamtschweröle aus Abstreifer + Abschlam waren praktisch identisch, während sich bei den Anreibölen etwas größere Unterschiede zeigten, die aber vielleicht als zufallsbedingte Auswirkungen von Ergänzungen des Rücklauföl-Vorrates mit einem Steinkohlenteergemisch anzusehen sind. Die Zusammensetzung der Kohlenwasserstoff-Vergasung war innerhalb der Versuchsfehlergrenzen die gleiche; in Bilanz 7 wurden weniger Olefine erhalten. Es ergibt sich aus diesen Untersuchungen der Eindruck, daß der Kontakt 6709 die Aufhydrierung mehr begünstigt als der Kat 6063.

Bilanz 6. In diesem Versuch wurde der Abschlam in einer Röhrendestillation getoppt, was in Folge der kürzeren Verweilzeit auf hoher Temperatur eine geringere Asphaltneubildung und damit ein besseres Rücklauföl erwarten ließ. Tatsächlich wurden auch bezüglich Leistung, Abbau und Asphaltzahlen günstigere Werte erhalten.

IV. Sonstiges.

1) Eine Zwischenprobe des Abschlammes vom 23.11.1937 wurde einer Vakuumdestillation mit Wasserdampf bis 200°C unterzogen, um die chemische Auswirkung der Abschlamtopfung festzustellen. 25 % des Abschlamms wurden übergetrieben. Wie die Tabelle zeigt, änderte sich die Menge des Festen nicht, während die Asphalte sich um etwa 10 % vermehrten.

23.11.1937	Festes	Öl	Asphalt
im Abschlam 100 %	15,1	84,9	10,3
im Dest.Rückst. 75 %	14,9	60,1	11,2

2) Entfestetes Schleuderöl aus Abschlam, das einmal normal mit Abstreiferschweröl und einmal mit benzinfreiem (gestripptem) Abstreifer verdünnt worden war, wurde in Eisen- und Glasgefäßen sowohl mit als auch ohne H<sub>2</sub>-Einleitung sechs Tage lang bei 80°C stehen gelassen. Wie die Tabelle zeigt, war die Festeneubildung weder durch die Materialwahl der Gefäße noch durch H<sub>2</sub>-Einleitung stark beeinflusst. Auch durch die Zugabe von gestripptem Abstreifer zum Schleudern wurde die Festeneubildung nicht wesentlich verändert. Die Schleuderwirkung ist aber durch die Zugabe von benzinfreiem (gestripptem) Abstreifer erwartungsgemäß geworden, was daran zu sehen ist, daß das Feste im Schleuderöl mehr leichtere organische Bestandteile enthält als das mit Abstreifer-S'Öl verdünnte. (s. Tabelle 14)