

Der Widerspruch, in dem dieser Befund zu den Ergebnissen Leunaer Versuche steht, ist vielleicht durch Unterschiede der Gradeproben zu erklären.

Aus dem getoppten Teer entstand im Vergleich zu ungetopptem Teer ein leichteres, wasserstoff- und paraffinreicheres Benzol, das weniger Olefine und Phenole enthielt. Dementsprechend lag der Klopffwert niedriger (63 Res. gegen rd. 70). Das Mittelöl änderte sich in der gleichen Richtung, woraus sich eine höhere Cetanzahl ergab. Die niedrigere Viskosität und der tiefere Stockpunkt ( $-7^{\circ}$  gegen  $+1^{\circ}$ ) sind wohl hauptsächlich auf die höhere Verarbeitungstemperatur zurückzuführen. Auch das Abstreiferschweröl war weniger viskos. Sein spezifisches Gewicht war höher, Stockpunkt und Paraffingehalt blieben unverändert. Die gasförmigen Kohlenwasserstoffe enthielten etwas mehr Propan auf Kosten des Butans, das eher weniger iso-Butan aufwies und weniger Unge-sättigte.

### III. Besondere Beobachtungen

Von dem eingehenden Paraffin des Frischöls und des Abstreiferschweröls wurden bei der Verarbeitung bei 250 atm im einmaligen Durchgang durch den Ofen rund 40 % gespalten. Die Spaltung ging bei höherem Druck (600 atm), der schonend wirkt, und etwa gleicher Reaktionstemperatur auf etwa 25 % zurück. Bei der Hydrierung des getoppten Teeres unter gleichem Druck und bei höherer Temperatur ( $476^{\circ}$  gegen rd.  $470^{\circ}$ ) stieg die Paraffinspaltung auf 65 %.

Der gesamte flüssige Anfall würde sich auch durch Filtration mit anschließender Toppung aufarbeiten lassen. Es wurde in einem Versuch eine sehr kurze Filtrierzeit erzielt, die einer Filterleistung von über 1000 kg/qm/Std. entspricht. (s. Tabelle 20).

Ferner konnte unter Verzicht auf einen kleinen Teil des Ölgewinns (ca. 5 %) durch Toppen des Abschlamms anstelle der Schwelung ein Rückstand hergestellt werden, der mit einem Gehalt an s-Asphalten in der Nähe von 30 % wahrscheinlich als Brikettiermittel brauchbar sein würde. Bei dieser Behandlung des bei 250 atm anfallenden Abschlamms fand eine Vermehrung des Benzolfesten auf das Doppelte und eine Asphaltneubildung auf das Dreifache statt (s. Tabelle 22).

Versuchsordnung

Normaler 10 Ltr-Ofen<sup>1)</sup>

<u>Reischlange</u>	<u>gelitert zu</u>	<u>Anfahrttag</u>
451	1170 ccm	4.12.41
"	1100 "	5. 1.42
"	1100 "	22. 2.42
455	1180 "	3.42
"	1170 "	4.42

<u>Ofen Nr.</u>	<u>Reaktionsvolumen gelitert</u>	<u>Anfahrttag</u>	<u>Umdrehungszahl des Ofenrührers</u>
451	8,22 Ltr	25.11.41	40/Min.
"	8,48 "	5. 1.42	40/ "
"	8,50 "	22. 2.42	40/ "
455	8,50 "	4. 2.42	40/ "
"	8,20 "	15. 4.42	40/ "

Abscheider mit Bleifuß, elektrisch beheizt.

Ofen 451 vom 4.12.41 - 25. 1.42  
 22. 2. - 12. 3.42  
 Ofen 455 vom 13. 3. - 28. 4.42

Versuchsverlauf

I Ofen 451

A. Originalteer bei 600 atm (Vorheizer heiß gefahren)

4.12.41 Ofen angeheizt

Unter 230 atm, 5000 Ltr Nullgas über Dach entspannt.

Ab 5 mV mit Einlauf: P 1397 Original vom 6.11.41, Durchsatz 11,5 kg/Std.

Nach Vollstellen Einlauf abgestellt und Ofen und Abscheider leergeschlammt, Menge 8800 g

Der Ofen sollte von etwaigen Ölresten vom vorhergehenden Versuch zur Steinkohleverarbeitung gereinigt werden.

Druck erhöht auf 600 atm, 8000 Ltr Gas über Dach entspannt.

Ab 10 mV mit Einlauf: P 1397 + 5 % Kat. 7685 (Grude-Eisen, alkalisiert, in Lu hergestellt) 30%ig kolloidal zunächst in B 1214 get. (Hibernia-Anreibeöl von Rütgers. Frischöldurchsatz 8,0 kg/Std.

1) vgl. z.B. Zusammenstellung 20244i Nu vom 9.3.42 (K 1197 auf Bi+Mi)

5.12. Ab 21 mV Kat 7585 zurück auf 1,5 % + Abschlag  
1:0,5

Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl

Die Temperatur war so zu fahren, daß 5 - 15 % Neuabschlag anfielen. Dabei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Vorheiz 24,0 mV, Ofen 24,5 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen.

Die Ofentemperatur sollte zunächst mit Rücksicht auf den hohen Mittelölgehalt des Originalteeres niedrig gehalten werden, um nicht zuviel zu vergasen.

Alle Mischdüsen für die Beheizung von Produktgefäßen und -leitungen sowie des Druckausgleichs, des Standschauglases und der Abschlagleitung zur Ventilgruppe wurden auf 70° gefahren.

Um das Auskristallisieren von Paraffin zu vermeiden.

Aufarbeitung: Abschlag geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 200°, Mittelöl 200-350°2) und Schweröl.

6.12. KEP 1 und 2, Öl- und Breiausganggefäß, MP 2 (Teer im Ofen unten) und MP 3 (Teer im Teereingang) wurden mit Mischwasser von 60 - 70° beheizt.

Die sonst übliche Beheizung mit Dampf würde den Brei zu dünn werden lassen. Auch sollten Verdampfungsverluste möglichst vermieden werden.

7.12. Durchsatz vor auf 8,5 kg Frischöl/Std.

Um nicht zu hohe Festkonzentration im Abschlag zu erhalten.

8.12. Mit eigenem Abstreiferschweröl für Spülungen und Kontaktbrei

Mit Rückführung von Abstreiferschweröl 30:20

9.12. Abschlagprozentage zurück auf 2 - 12%

Die Festkonzentration im Abschlag ließ dies zu.

10.12. Durchsatz stufenweise vor auf 9,5 kg Frischöl/Std.

Die Temperatur des Ofens lag recht unruhig. Es wurde versucht, durch größere Staffelung der Temperatur innerhalb des normalen Bereichs von 1,5 mV Besserung zu bringen.

1) Klemmentemperatur 40°

2) Bis zum 14.12. wurde versehentlich bei 325° abgeschnitten.

- 11.12. Ofenhöchsttemperatur zurück auf 24,3 mV  
Es wurde angenommen, daß diese Temperatur leichter zu halten sein wird.
- 12.12. Bilanz la  
ab Anschließend Schwerölrückführung vor auf 75:25  
Es fiel zuviel Schweröl an.
- 13.12. Frischöldurchsatz zurück auf 9,0 kg/Std.  
Infolge der erhöhten Schwerölrückführung fiel nun bei ausgefahrener Temperatur zuviel Abschamm an.
- 15.12. Ofenhöchsttemperatur vor auf 24,5 mV  
Mit der erhöhten Rückführung ließ sich der Ofen besser beherrschen.  
Mit Schwerölrückführung über 350°  
Bisher war versehentlich bei 325° abgeschnitten worden.  
Frischöldurchsatz vor auf 9,5 kg/Std.  
Die Temperaturerhöhung führte zu unzureichendem Abschlammanfall.
- 16.12. Frischöldurchsatz vor auf 10,0 kg/Std.  
Es fiel noch zu wenig Abschamm an.  
Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen behoben.  
Der Abschamm war infolge des ungenügenden Durchsatzes zu stark eingedickt worden.  
Kurzschluß am Heizkreis "Mitte" des Luftbades. Unter zeitweiliger Zurücknahme von Temperatur und Druck erfolglos versucht, zu reparieren. Dabei wurden, um das Weiterfahren zu ermöglichen, folgende Änderungen getroffen:  
1) Höchsttemperatur des Gasvorwärmers 15 mV gegen bisher 9 mV und des Gaseingangs 10 mV gegen bisher 6 mV  
2) Höchstbelastung der Heizkreise des Luftbades 25 Amp. gegen bisher 20 Amp.  
3) Höchsttemperatur des Überganges von der Breischlange zum Ofen (M<sub>2</sub> und M<sub>2a</sub>) und der Ofenflansche (M<sub>5</sub> und M<sub>5a</sub>) vor auf 24,6 mV. Bisher waren beide maximal so hoch wie das Element S<sub>4</sub> der Breischlange gefahren worden, d.h. bei rund 23,0 mV.  
Diese Maßnahmen bewirkten wie erhofft eine genügende Aufheizung des Breies.
- 17.12. Stand am Abscheider gestört, Ofen kotzt über. Durch verstärktes Spülen in Ordnung gebracht. Der Druckausgleich wurde von nun an mit Dampf beheizt und das Szandsonauglas zur Schonung mit Luft gekühlt.

Vielleicht war infolge geringer Überschreitung der Ofenhöchsttemperatur der Abschläm zu stark eingedickt worden. Es wurde aber auch für möglich gehalten, daß Paraffinausscheidungen zu der Störung beigetragen haben.

150 atm Überdruck an MP 2 (Ofen unten), durch Spülen mit der HP 3 durchgerissen.

Eine besondere Ursache dieser Störung war nicht zu finden.

18.12. Millivoltmeter nachgecheckt. Dabei ergab sich, daß das Instrument bisher um 0,2 - 0,3 mV zu hoch angezeigt hatte.

19.12.  
ab

Bilanz 1b

Kurz danach Standstörung am Abscheider mit Überkotzen. Der Stand konnte durch kräftiges Abschlammen in Ordnung gebracht werden.

Ursache war wiederum zu hochkonzentrierter Abschläm, da vorher die Abschlämprozente negativ gewesen waren.

20.12.

Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,0 mV

Es sollte ohne Rücksicht auf großtechnische Möglichkeiten versucht werden, mit hoher Temperatur zu fahren.

Frischöldurchsatz stufenweise vor auf 11,5 kg/Std.

Die Abschlämprozente wurden negativ.

Abscheiderstandstörung mit Überkotzen, durch verstärktes Spülen und Abschlammen behoben.

Überdruck von 200 atm an MP 2 (Ofen unten), durch Eindrücken mit der HP 3 durchgerissen.

Vermutlich hatte die bekannte Temperaturempfindlichkeit des Teeres zu der Verstopfung geführt.

21.12.

Frischöldurchsatz weiter stufenweise vor auf 13,0 kg/Std.

Trotzdem blieben die Abschlämprozente negativ.

Standstörung am Abscheider und Kotzen des Ofens, durch Spülen behoben.

Ofenhöchsttemperatur zurück auf 24,5 mV

Nach Auffassung von Meister und der Ofenbedienung führte ein Überschreiten der Temperatur von 24,5 mV jedesmal zu Standstörungen. Tatsächlich war aber wohl die Temperatur rascher als der Durchsatz vorgefahren worden. Wahrscheinlich bedingte eine geringe Temperaturerhöhung eine unerwartet rapide Zunahme der Spaltung.

Frischöldurchsatz zurück auf 12,0 kg/Std.

Folge der Temperaturzurücknahme.

- 24.12. Schwerölrückführung vor auf 70:30  
Es war noch ein Schwerölüberschuß angefallen.
- 26.12. ab Bilanz 1c
- 29.12. ab Bilanz 1d
- 30.12. Sehr häufige Ausfälle der KBP, meist durch Spülen behoben. Infolge des hierdurch zu geringen Frischöleingangs stieg die Ofentemperatur 2 x auf rd. 25,6 mV. Da infolgedessen zu dicker Ofeninhalt in den Abscheider geriet, wurde der Stand gestört und das Produkt wurde dunkel. Nach verstärktem Spülen verschwand die Störung. Während der ganzen Versuchszeit waren häufig Pumpenstörungen aufgetreten.
- 31.12. Kaltgefahren, da der Versuch beendet war.  
Ofen 5 x mit Frischöl und 2 x mit eigenem Abstreifer-schweröl abgeschlamm, ging gut.

Mengen	I	II	III	IV	V
Ofen	6730	8220	8050	7380	7530
Abscheider	1370	1260	1400	570	1150

Analysen	Benzolfestes	Asche im F.	s-Asphalt i. Öl
Ofenabschlamm I	7,2	34,3	12,6
Kaltfahröl	1,9	5,3	11,7

1.-5.1.42 Die ausgebaute Vorheizschlange wurde zu 560 cm gelitert. Sie hatte somit 52 % ihres Anfangsvolumens verloren. Während der Schlängeneingang praktisch sauber war, hatten sich am Ausgang wie auch im Übergang zum Ofen harte Krusten gebildet, die nach der Rohrseele zu graue Färbung hatten. Wie die Messung der lichten Weite nach Zersägen der Schlange in der Mitte ergab, hatte sie über die ganze Länge ihr Volumen annähernd linear vermindert. Nach dem Aufnahmen von Lichtbildern<sup>1)</sup> wurden die Krusten ausgebohrt und zur Untersuchung gegeben. Der Ansatz des ersten Teils der Schlange war weich und bestand wohl aus abgesetztem Kontakt. Der Übergangsbogen war an seinem dem Ofen zugekehrten Ende fast völlig geschlossen.  
Der Ofen war völlig sauber.

1) s. Anlage

Wie die Analysen zeigen (s. Tabelle 23), bestanden die Verkrustungen weitgehend aus Eisensulfid ebenso wie die Ansätze, die in Kleinversuchen zur Verarbeitung des Brüxer Teeres in Me beobachtet worden sind.

B. getoppter Teer bei 600 atm

Es wurde eine neue Schlange und ein neues Übergangstück eingebaut und das Luftbad repariert.

(s. 16.12.41)

5.1.

Angenehzt.

Unter 600 atm 8000 Ltr Nullgas über Dach entspannt.

Ab 12 mV mit Einlauf: Schleuderöl aus Abschläm von Ofen 451 vom 21.12.41 10 kg/Std.

Um Frischöl zu sparen.

5.1.

Ab 14 mV umgestellt auf Schleuderöl aus P 1397 Original v. 6.11.41 + 5 % Kat. 7685 wie bisher.

Der geschleuderte Teer stammte aus einer Versuchsprobe.

Ab 23 mV umgestellt auf P 1397 vom 6.11.41 getoppt - 325° + Abstreiferschweröl 70:30 + Abschlämrückführung 1:0,5 + 1,5 % 7685.

Der Topprückstand war in einer Blasendestillation hergestellt worden. Es sollte geprüft werden, ob er sich in der Vorheizung besser verhält als der Originalteer.

Frischöldurchsatz 6,0 kg/Std.

Dies entspricht einem Durchsatz von 12 kg/Std. Originalteer, wie er im vorhergehenden Versuch gefahren wurde.

Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,0 mV, sonstige Bedingungen wie zuvor.

8.1.

Frischöldurchsatz vor auf 6,5 kg/Std.

Die Ofentemperatur hatte bisher nicht voll ausgefahren werden können.

10.1.

ab

Bilanz 3a

11.1.

Mehrmals Überdruck bis zu 600 atm an MP 2 (Frischöl im Ofen unten). Die Verstopfungen konnten mit der HP durchgedrückt werden. Nach Mischung des Frischöls mit Schweröl 1:1 traten die Differenzen nicht mehr auf.

Es wurde vermutet, daß die Zuleitung an irgend einer Stelle zu wenig beheizt bzw. zu wenig isoliert war, sodaß das Frischöl bei der tiefen Außentemperatur von - 10 bis - 15° zu dick wurde.

12.1.

Wieder hatte die MP 2 mehrmals Überdruck. Daraufhin wurde reines Abstreiferschweröl in den Ofen unten gefahren.

14.1.  
ab

Bilanz 3b

Anschließend mit Kat. 8661 (Eisen - Brücker Grude alkalisiert) anstelle des 7685.

Brücker will künftig seinen Kontakt unter Verwendung der eigenen Grude selbst herstellen. Kat. 8661 ist eine Probe aus einer zweiten Sendung Brücker Grude. Er sollte in einem kurzen Versuch geprüft werden. 1)

Element  $E_4$  und  $E_5$  vom Ofen kurzzeitig hoch auf 25 mV.

Der Ofen wurde vermutlich nicht geschädigt.

15.1.

Ofen hoch auf 25 mV, da der Hydro des Ansauggefäßes versagte. Eine Schädigung des Ofens ist nicht anzunehmen.

16.1.

Mehrfach Ausfälle der KBP. Die Pumpenkörper wurden nun mit Dampf beheizt.

Vermutlich wurde die Einfüllmischung bei der niedrigen Außentemperatur zu zäh. Bisher waren die Pumpenkörper mit Mischwasser von 60 - 70° beheizt worden, was für den dünnen Originalteer ausgereicht hatte.

19.1.  
ab

Bilanz 3c

Anschließend mit Kat. 7685 anstelle des 8661.

Durch einen kurzen Gegenversuch sollte der Unterdruck der beiden Kontakte nochmals festgestellt werden.

20.1.

Ohne Schwerölrückführung.

Infolge Versagens der Destillation durch Einfrieren der Kraftgasleitung wurde kein Schweröl geliefert.

22.1.

Wieder mit Schwerölrückführung.

200 atm Überdruck am Schlängeneingang, durch Abschlammen am Ofen unten durchgerissen.

Anscheinend war wieder eine Verkrustung der Schlange eingetreten.

23.1.

Unruhige Temperaturlage des Ofens infolge einer Störung des Hydros von Breisaustraggefäß.

Die an sich vorgesehenen Analysen wurden deshalb abgehangt.

24.1.

Ungestellt auf Schleuderöl aus Abschlamme von Ofen 451 aus P 1397 und kaltgefahren.

Auf ein zahlenmäßiges Ergebnis des Gegenversuches mußte verzichtet werden, da das Ergebnis des Schlängenausbauens bis zum 25.1. vorliegen sollte.

1) Die erste Sendung hatte sich seinerzeit im Drehautoklaven als wenig aktiv erwiesen.





Originalteer bei 600 atm (Vorheizler niedrig gefahren)

22.2.

Angeheizt

Unter 600 atm, 30-40 Ltr. Mäilgas über Dach

Ab 10 mV mit Einlauf: P 1597 vom 6.11.41 Original + 5 %  
Kat. 7665

23.2.

Ab 22 mV Kat. 7665 zurück auf 0,5 % + 0,5 % 4175 (Schwefelblumen) gleichfalls kollidal in Abstreiferschweröl, 50/1 + Abschlammrückführung 1:0,5.

Nach Versuchen von Me soll der Schwefelsusatz die Verkrustung des Vorheizlers weitgehend vermindern. Statistische Bedingungen dieses Versuches waren mit Politz, wo ein Parallelversuch gefahren werden sollte, und Me abgesprochen worden.

Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl; Frischöldurchsatz 10,0 kg/Std.

Da der Vorheizler zur Vermeidung von Verkrustungen niedriger gefahren werden sollte, war eine Verringerung des Durchsatzes gegenüber der Versuchsreihe I A nicht zu vermeiden.

Der Ofen war so zu fahren, daß 2 - 12 % Neuabschlamm bezogen auf den Frischöleingang anfielen. Dabei waren folgende Höchsttemperaturen einzuhalten: Vorheizler 22,0 mV, Ofen 24,5 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen.

Belastung der Ofenheizung	Flansche	konstant	8,7 Amp
	E K 1	"	7,0 "
	E K 2	"	8,5 "
	E K 3	"	8,5 "
	E K 4	"	9,0 "

Infolge der niedrigen Temperatur des Vorheizlers gelangte der Brei kälter als in den früheren Versuchen in den Ofen. Die angeführten Vorschriften legten fest, daß die Ofenheizung, die im wesentlichen dem Ausgleich der Abstrahlverluste dienen soll, mit demselben Ampereverbrauch wie früher auszukommen hatte. Es sollte auf diese Weise vermieden werden, daß das Brei-Gaugemisch im unteren Teil des Ofens eine Aufheizung von außen erfährt.

24.2.

Zeitweilig Druckanfall auf 480 atm, da der Kompressor ausfiel.  
Frischöldurchsatz zurück auf 9,5 kg/Std.

Unter den jetzigen Beheizungsbedingungen waren die Abschlammprocente nicht zu halten.

25.2.

Frischöldurchsatz weiter zurück auf 9,0 kg/Std.

Aus dem gleichen Grunde.

Höchsttemperatur der Schlange vor auf 22,5 mV.

Die Durchsatzverminderung hatte nicht genügt.

Frischöldurchsatz stufenweise weiter zurück auf 8,0 kg/Std.

Auch das Heißverfahren des Vorheizers hatte die Abschlampprozente nicht gesenkt.

Ohne Ampèrezahlbegrenzung der Ofenheizkreise. Höchsttemperaturen der Ofenmantelelemente festgelegt auf:

M <sub>5</sub> und M <sub>5a</sub> (Flansche)	23 mV
M <sub>6</sub> und M <sub>6a</sub> (HK 1)	24 mV
M <sub>7</sub> und M <sub>7a</sub> (HK 2)	22 mV
M <sub>8</sub> und M <sub>8a</sub> (HK 3)	24 mV

Höchsttemperatur der Schlange (S<sub>4</sub>) zurück auf 22,0 mV

Trotz der radikalen Durchsatzzurücknahme waren die Abschlampprozente eher noch gestiegen. Die Ofentemperatur lag bei 22,2 mV, d.h. der Ofen sprang nicht mehr an. Da die Manteltemperaturen des Ofens bei gleicher Ampèrebelastung gegen früher wesentlich niedriger lagen, wurde vermutet, daß die jetzige Isolierung von der früheren abwich. Aus diesem Grunde wurde die Temperatur der Mantelelemente auf die bei dem Versuch I A erreichte Höhe eingestellt. Der Vorheizer wurde wieder auf die Temperatur von 22 mV zurückgefahren, die absprachegemäß möglichst nicht überschritten werden sollte.

Mit J 1397 Original v. 20.2.42

Die bisher gefahrene Sendung war aufgebraucht.

Frischöldurchsatz stufenweise vor auf 9,0 kg/Std.

Die Änderung der Ofenbeheizung wirkte sich aus.

26.2. Frischöldurchsatz stufenweise weiter vor auf 12,0 kg/Std.

Die Abschlampprozente ließen dies zu.

Mit Schwerölrückführung 90:10.

Das erste Abstreiferschweröl stand in zunächst noch ungenügender Menge zur Verfügung.

27.2. 30 Minuten lang Stromausfall. Druck und Temperatur fielen zurück. Während der Störung wurde mit der HP Frischöl in den Teereingang gedrückt. Anschließend fiel die Nullgaszufuhr aus Coppau aus. Deshalb wurde umgestellt auf Abstreiferschweröl, umgeschlossen auf N<sub>2</sub> und so bei rund 13 mV weitergefahren. Nach Wiedereinsetzen der Nullgaslieferung wurde umgeschlossen auf F<sub>2</sub>, der Druck auf 600 atm erhöht und hochgeheizt.

28.2. Ab 22 mV umgestellt auf Einfüllmischung wie zuvor.

2.3. Schwerölrückführung vor auf 80:20

Es stand nun mehr Schweröl zur Verfügung.

4.3. Schwerölrückführung vor auf 75:25

Es war ein Schwerölüberschuß entstanden.

Frischöldurchsatz zurück auf 11,5 kg/Std.

Durch die Erhöhung der Rückführung war zuviel Abschlamme angefallen.

5.3.  
ab

Bilanz 1e

8.3.

Während einiger Paupenmaterialie erwar S<sub>4</sub> kurzzeitig Über-temperaturen bis zu 23,3 mV

9.3.

Mehrfach Reparaturen an beiden KEP, die einmal gleichzeitig ausfielen.

10.3.

Frischöldurchsatz stufenweise zurück auf 10,5 kg/Std.

Die Abschlammprozente hatten zu stark zugenommen.

Schwerölrückführung vor auf 70:30

Es hatte noch ein Schwerölüberschuß bestanden.

Frischöldurchsatz weiter zurück auf 9,0 kg/Std.

Die Erhöhung der Rückführung führt zu vermehrtem Abschlammanfall.

11.3.  
ab

Bilanz 1f

Anschließend Schluß in der Heizwicklung des Luftbades oben

12.3.

Da die Temperatur des Luftbades infolge des Ausfalls des oberen Heizkreises nicht gehalten werden konnte und eine Reparatur während des Betriebes nicht möglich war, wurde umgestellt auf P 1214 getoppt (Hibernia-Anreibeöl von Rütgers) und kalt gefahren.

3 x mit P 1214 get. und 1 x mit Mittelöl abgeschlammt, ging gut. Den Mengen nach war der Ofen sauber.

Mengen	I	II	III	IV
Ofen	8760	9040	9370	8930
Abscheider	1440	1680	1400	1530

Analysen	% Festes	% Asche in F.	% s-Asphalt
Ofenabschlamm I	4,4	51,7	1,5
Kaltfahröl	0,8	12,5	1,0

Die Breischlange wurde ausgebaut und sowohl unmittelbar wie auch nochmaligen Spülen mit Kresol zu 1000 ccm gelitert. Ihr Volumen hatte somit nach 19 Tagen nur um 9 % abgenommen. Die neue Fahrweise hatte sich also bewährt.

II Ofen 455 - Originalteer bei 250 atm

- 13.3. Angeneigt  
Unter 250 atm, 5000 Ltr Mullgas über Dach entspannt  
Ab 12 mV mit Einlauf: P 1397 vom 20.2.42 Original, + 5 %  
Kat. 7685, + 0,5 % 4175, beide Kontakte kolloidal in  
Abstreiferschweröl.  
Frischöldurchsatz 9,0 kg/Std., Gasmenge 2,5 cbm/Std. Frischöl  
Ab 20 mV Kat 7685 zurück auf 0,5 % Abschlammrückführung 1:0,5  
Der Ofen war so zu fahren, daß 2 - 12 % Abschlammanfall.  
Dabei waren folgende Höchsttemperaturen einzuhalten:  
Schlange 22,0 mV, Ofen 24,5 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer  
als Ofen.  
Rückstandsaufarbeitung wie bei den Versuchen bei 600 atm.
- 14.3. Mit Schwerölrückführung 70:30: Abstreiferschweröl aus P 1397  
vom Ofen 451 (600 atm)  
Frischöldurchsatz zurück auf 8,5 kg/Std., Schwerölrück-  
führung zurück auf 80:20.  
Die Abschlammprozente lagen über 40.
- 15.3. Druckausgleichstutzen am Abscheider oben undicht. Daher  
umgestellt auf P 1214 get. und kaltgefahren. 3 x abge-  
schlammt, ging gut. Die Mengen waren in Ordnung.  
Es wurde ein neuer Stutzen am Abscheider angeschweißt.  
Die frühere Schweißung schien nicht sachgemäß aus-  
geführt zu sein.
- 17.3. Angefahren, Bedingungen wie am 14.3.
- 18.3. Frischöldurchsatz zurück auf 7,5 kg/Std.  
Der Abschlammanfall war zu hoch.
- 19.3. Druck erhöht auf 600 atm  
Trotz der Durchsatzverminderung hatten die Abschlammp-  
prozente bei 50 gelegen. Es sollte geprüft werden,  
ob der schlechte Abbau durch den Druckeinfluß zu erklären  
ist. Die Abschlammprozente gingen nun allmählich zurück  
und lagen in der C-Schicht bei rd. 20.
- 20.3. Frischöldurchsatz vor auf 10,5 kg  
Der Abschlammanfall ließ dies nun zu.  
Standstörung am 10 Ltr-Gefäß, wurde durch Hochziehen be-  
seitigt.  
Möglicherweise waren Paraffinausscheidungen die Ursache.

21.3. Druck zurück auf 250 atm. Manteltemperaturen des Ofens festgelegt auf

M <sub>5</sub> und M <sub>5a</sub> (Plansche)	23,5 mV
M <sub>6</sub> und M <sub>6a</sub> (EK 1)	24,5 mV
M <sub>7</sub> und M <sub>7a</sub> (EK 2)	24,5 mV
M <sub>8</sub> und M <sub>8a</sub> (EK 2)	24,5 mV

Um den Druckeinfluß möglichst genau zu erfassen, wurden die Manteltemperaturen ungefähr so gehalten, wie sie sich bei 600 atm eingestellt hatten.

Frischöldurchsatz zurück auf 9,5 kg/Std.

Es fiel zuviel Abschlam an.

Mit eigenem Abstreiferschweröl.

23.3. Schwerölrückführung vor auf 70:30

Der Schwerölvorrat war angewachsen.

Frischöldurchsatz zurück auf 8,5 kg/Std.

Infolge der vermehrten Schwerölrückführung fiel zuviel Abschlam an.

24.3. Frischöl stufenweise zurück auf 7,7 kg/Std. Schlangenhöchsttemperatur vor auf 22,5 mV.

Beide Maßnahmen wurden zur Einhaltung der Abschlamprozente getroffen.

25.3.

ab

Bilanz 2a

26.3.

Frischöldurchsatz zurück auf 7,5 kg/Std.

Der Abschlammenfall war zu hoch.

29.3.

ab

Bilanz 2b

Anschließend Schwerölrückführung vor auf 65:35

Der Schwerölüberschuß war zu hoch.

30.3.

Frischöldurchsatz zurück auf 7,0 kg/Std. Schlangenhöchsttemperatur vor auf 23,0 mV.

Es fiel infolge der Erhöhung der Schwerölrückführung zuviel Abschlam an.

1.4.

Schwerölrückführung zurück auf 70:30

Der Schwerölvorrat nahm ab.

Standstörungen am Abscheider durch verstärktes Spülen behoben.

Infolge der Zurücknahme der Schwerölrückführung, deren Auswirkungen weder durch die Temperatur noch durch Durchsatzänderung ausgeglichen wurden, wurden die Abschlamprozente negativ, sodaß der Abschlam zu stark eindickte.

- 2.4. Die Standstörungen am Abscheider traten erneut auf und ließen sich weder durch verstärktes Spülen noch durch mehrmaliges Entleeren auf Gas beheben. Daher umgestellt auf Öl: P 1397 ohne Kontakt und kaltgefahren, 3 x abgeschlamm, ging gut. Den Mengen nach dürfte der Ofen sauber gewesen sein.

Mengen	I	II	III
Ofen	6500	8200	9650
Abscheider	1370	1080	1100

Analysen	% Festas	% Asphal	% s-Asphalt
Ofenabschlamm I	13,6	38,7	9,0
Kaltfahröl	2,0	0,08 i.G.	12,6

- 3.4. Der Abscheiderrührer wurde ausgebaut, war sauber. Ferner wurde das Standschauglas erneuert und die Leitungen und Selbstschlußventile nachgesehen. Absetzungen, die die Standstörungen verursacht haben könnten, wurden nirgends mehr gefunden. Sie sind wohl beim Abschlammen fortgespült worden. Ofen hochgefahren wie am 13.3.
- 4.4. Umgestellt auf Mischung und Bedingungen wie vor dem Abstellen. Frischöldurchsatz 8,0 kg/Std.  
Es wurde angenommen, daß dieser Durchsatz bei der Schwerölrückführung 70:30 gehalten werden kann.
- 6.4. ab Bilanz 2c
- 7.4. Frischöldurchsatz zurück auf 7,5 kg/Std.  
Der Abschlammanfall war zu hoch.
- 8.4. Frischöldurchsatz zurück auf 7,0 kg/Std.  
Es fiel noch zuviel Abschlam an.  
Manteltemperaturen der Ofenflansche vor auf max. 24,0 mV.  
Die Abschlammprozente lagen immer noch an der oberen Grenze.  
Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen behoben.  
Möglicherweise war der Abschlam zu stark eingedickt.
- 10.4. ab Bilanz 2d  
Anschließend zur Beendigung des Versuches umgestellt auf Schleuderöl aus P 1397 und kaltgefahren.

11.4. Ofen 4 x abgeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II	III	IV
Ofen	7350	7360	8500	8300
Abscheider	1200	1400	1360	1170

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm I	12,6	21,1	7,8
Kaltfahröl	0,3	10,0	4,1

12.4. Da die Abschlammmengen etwas knapp gewesen waren, wurde der Ofen gelitert. Die Literung ergab 7,80 Ltr gegen 8,50 beim Einbau. Daraufhin wurde der Ofen ausgebaut. Er erwies sich von geringen Absetzungen am Ofenrührer<sup>1)</sup> (230 g) und am Deckel unten<sup>2)</sup> (120 g) abgesehen als sauber. Die zweite Literung war daher wohl fehlerhaft.

Die Schlange wurde ausgebaut und zunächst zu 250 ccm gelitert. Da sie indessen nur eine schwache Kruste aufwies, die offenbar nicht aus rein anorganischer Substanz bestand, ist anzunehmen, daß die schlechte Literung in der Schlange zusammenge-  
laufenen Ölresten ihre Ursache haben muß, wenn es sich nicht wie beim Ofen um eine Fehlbestimmung handelt.

13.4. Nach dem Spülen mit Kresol ergab die Literung der Schlange 1070 ccm, d.h. einen Volumenverlust von 9 % nach 27 Tagen. Daraus konnte vermutet werden, daß bei 250 bzw. 300 atm ein Herabdrücken der Vorheizertemperatur unter 23,0 mV zur Verminderung übermäßiger Krustenbildung nicht nötig ist.

15.4. Angefahren wie am 13.3. mit Schleuderöl aus P 1397 vom 20.2.42

Der Versuch sollte zur Nachprüfung der Versuchsergebnisse von Leuna und besonders der Regulierbarkeit des Abschlammanfalls durch die Gasmenge in unserem 10-Ltr-Ofen dienen. Der besseren Vergleichbarkeit mit den Werten von Me halber wurde der Teer geschleudert, obwohl der Schleudereffekt bei dem geringen Festgehalt des Teeres sehr gering ist und die Großtechnik das Schleudern hauptsächlich zur Entfernung des Wassers vornimmt.

16.4. Frischöldurchsatz 8,0 kg/Std., Abschlammpromente 0-6 wegen des geringen Festgehalts, sonstige Bedingungen wie vor dem Abstellen.

	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
1)	66,0	87,6	6,2
2)	93,3	91,6	8,8



- 17.4. Schwerölrückführung zurück auf 75:25  
 Um auch bezüglich des Schwerölüberschusses Leuna nahe zu kommen.  
 Eine Abschlammsprobenprobe der C-Schicht (6,5 % Naabschlamm) enthielt nur 3,7 % Festes mit 35,1 % Asche.
- 19.4. Frischöldurchsatz zurück auf 7,7 kg/Std.  
 Zur Einhaltung der Abschlammprozente.
- 20.4. Abschlammprozente durch Erhöhung des Eingangsgases bis max. 3,0 cbm/kg Frischöl reguliert.  
 Arbeitsweise von Leuna.

- 21.4. ab Bilanz 2e  
 Anschließend umgestellt auf Frischöl ohne Kontakt und kaltgefahren.  
 Es sollte ein Kontaktversuch vorbereitet werden.
- 22.4. Ofen 2 x abgeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II
Ofen	8800	9200
Abscheider	900	800

Den Mengen nach war der Ofen sauber

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt i.Öl
Ofenabschlamm 1	6,5	32,6	4,6
Kaltfahröl	1,2	4,2	5,0

Wieder angefahren wie am 15.4. mit Kontakt 8661 (Eisensulfat-Brücker Grade alkalisiert).

Es sollte der Befund von Me nachgeprüft werden, wonach Brücker Grade bei 250 atm nicht brauchbar ist.

Frischöldurchsatz 8,0 kg/Std., sonstige Bedingungen wie vor dem Abstellen.

- 27.4. ab Bilanz 2f
- 28.4. Umgestellt auf Schleuderöl aus Abschlamms von F 1397 und zur Beendigung des Versuches kaltgefahren.  
 1 x mit dem schleuderöl, 2 x mit P 1214 getoppt abgeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II	III
Ofen	8700	7700	8600
Abscheider	1500	1300	1350

Der Ofen war als sauber anzusehen.

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt
Ofenabschlamm 1	14,4	22,7	2,6
Kaltfahröl	1,1	9,1	4,8

Die Breischlange wurde zu 840 ccm geliert und hatte somit nach 15 Tagen Fahrzeit 28 % ihres Anfangsvolumens eingebüßt. Wenn sich auch möglicherweise der Kontakt aus Brüxer Grude in der Vorheizung etwas ungünstiger verhalten hat als Leuna-Grude, so ist doch festzustellen, daß die Vorheizertemperatur von 23,0 mV bereits nicht mehr unbedenklich ist.

## Tabellen-Verzeichnis

Tabelle 1a-c	Bilanzen
" 2	Eigenschaften des Frischöls
" 3a-b	Untersuchungen des Benzins
" 4a-b	" der Benzinfractionen
" 5	" des Mittelöls
" 6	" des Schweröls
" 7	Gasöluntersuchungen
" 8	Heizöluntersuchungen
" 9	Elementaranalysen
" 10a-d	Elementarbilanzen
" 11	Verteilung des als $KW$ vergasten $C$
" 12	iso-Butangehalt
" 13	organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	Abwasseruntersuchungen
" 15	Schwelausbeuten
" 16	Asphaltzerlegungen
" 17	Phenolzerlegungen
" 18	Paraffingehalte
" 19	Untersuchung des Schwelöls
" 20	Filtration des Anfalls
" 21	Untersuchung der Vorheizerkrusten (s. Bildern)
" 22	Brikkettiermittelherstellung aus Abschläm
" 23	Schleudern des Teeres

Tabelle 1a

Bilanzen

Von Fahren von P 1397 auf Berzin und Mittelö.

Bilanz Nr.	1a	1b	1c	1d	3a	3b	3c	1e	1f	2a	2b	2c	2d	2e	2f
Ofen	451	=	=	=	=	=	=	=	=	455	=	=	=	=	=
Tag	12.12.1941	19.12.	26.12.	29.12.	10.1.1942	14.1.	19.1.	5.3.	11.3.	25.3.	29.3.	6.4.	10.4.	21.4.	27.4.
Frischöl P 1397 von	6.11.41							20.2.42							
Vorbehandlung	Original				getopt - 350°			Original					geschleudert		
Kontakte:															
7695 <sup>1)</sup> kolloid. 30%ig %					1,5			0		0,5				0	
8661 <sup>2)</sup> " " %					0			1,5		0				0,5	
4175 <sup>3)</sup> " 50%ig %					0			-		0,5					
Rückführung															
Frischöl : Abschläm	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5
" : Abstreifer-S'Öl	80:20	75:25	70:30	70:30	70:30	70:30	70:30	75:25	70:30	70:30	70:30	70:30	70:30	75:25	75:25
Fahrbedingungen															
Druck atm	600	=	=	=	=	=	=	=	=	250	=	=	=	=	=
Schlange -Temp. °C	439	448	451	449	452	451	451	426	426	434	434	442	442	442	442
Ofen " "	461	466	468	471	476	476	476	468	468	468	468	468	471	468	468
Abscheider -"	452	454	456	459	464	464	464	456	456	456	456	456	458	456	456
Durchsatz kg Frischöl/Ofenvol./h	1,16	1,23	1,49	1,49	0,820	0,794	0,758	1,36	1,03	0,945	0,915	0,982	0,847	0,927	0,950
Gas cbm/kg Frischöl	2,63	2,79	3,14	3,08	2,96	3,06	3,02	2,82	2,91	2,78	2,89	2,98	2,97	2,96	3,09
Umdrehungszahl des Ofenrührers	40	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=

- 1) FeSO<sub>4</sub> + NaOH auf Leuna-Grade
- 2) FeSO<sub>4</sub> + NaOH " Brüxer Grade
- 3) Schwefel

Tabelle 1b

## Bilanzen Fortsetzung Ergebnisse

Bilanz Nr.	1a	1b	1c	1d	3a	3b	3c	1e	1f	2a	2b	2c	2d	2e	2f
Rohbilanz aus/ein %	99,0	98,9	100,4	99,6	100,2	100,3	100,2	100,1	101,2	100,9	99,7	100,5	100,7	99,6	100,2
Ausbeute aschefrei auf wasser- und aschefreies Frischöl + H <sub>2</sub> Verbrauch %	98,1	97,9	100,7	99,1	100,0	100,5	100,2	100,0	102,0	101,3	98,8	101,8	100,8	99,0	100,1
Prakt. Ölgewinn- (Bi+Mi)-Leistung ges. %	0,684	0,945	1,158	1,248	0,557	0,659	0,535	1,089	0,840	0,782	0,739	0,854	0,699	0,707	0,707
" " kg/Ltr Ofenvol./h neu %	0,341	0,338	0,570	0,601	0,432	0,538	0,438	0,475	0,329	0,434	0,315	0,353	0,228	0,308	0,308
Prakt. Ölgewinn auf															
Reinfrischöl %	88,5	86,4	87,5	88,2	86,7	86,6	83,6	89,4	83,2	86,7	85,2	86,9	87,3	88,2	89,3
darin Benzin - 200° %	15,0	13,9	13,8	13,9	19,5	20,8	18,1	15,4	17,1	17,6	17,1	18,4	19,8	14,3	13,5
" Mittelöl - 350° %	44,0 <sup>1)</sup>	63,1	63,9	70,0	64,8	64,9	65,7	66,8	64,2	65,8	63,7	68,9	62,7	69,3	71,5
" Schweröl > 350° %	29,5	9,4	9,6	4,3	2,4	0,9	-0,2	9,2	1,9	3,1	4,4	-0,4	4,8	4,1	4,3
Vergas. auf prakt. Ölgewinn ges. + Verg. %	11,2	7,9	7,7	6,7	11,2	12,0	12,8	8,1	9,8	11,6	9,5	9,5	11,6	8,7	7,7
" " " " neu + " %	20,3	19,5	14,5	13,1	18,5	14,9	17,5	16,8	21,8	19,2	19,8	20,2	28,8	17,3	14,1
Vergastes C auf C d. Frischöls %	6,4	5,7	5,6	5,2	9,2	10,1	10,5	6,1	7,6	9,4	7,3	7,3	9,3	6,9	6,1
davon als CO %	11,0	13,8	13,3	13,9	9,1	7,8	8,6	9,8	10,6	10,7	10,3	13,0	10,2	10,1	9,1
CO <sub>2</sub> %	2,3	2,2	1,2	1,5	-0,5	0,1	0,8	3,4	1,5	0,5	0,3	2,7	0,8	-0,5	2,3
Asphaltabbau %	99,2	99,7	98,6	99,1	98,0	99,5	97,7	99,5	98,4	96,2	94,7	95,5	95,1	96,9	97,8
Abbau des organ. Festen %	75,0	90,1	76,7	94,9	102,3	104,4	94,3	101,5	88,3	97,8	75,7	97,3	93,2	74,5	102,2
Neuabschlamm auf Frischöl %	9,6	4,8	13,0	11,4	15,2	5,2	14,0	4,9	13,1	8,6	13,5	11,1	12,7	5,0	5,5
Schweröl auf Rein-Frischöl %	7,4	3,7	10,4	9,2	12,2	5,2	11,2	4,1	10,3	7,4	11,1	9,3	10,2	3,7	4,0
" " Öl im Neuabschlamm %	96,0	-	95,3	91,8	86,5	95,6	92,1	90,2	84,4	91,7	91,0	87,6	86,2	79,8	79,5
Wassereubildung auf Frischöl %	4,4	5,4	5,5	4,4	2,6	4,5	4,5	5,8	7,7	4,6	4,9	5,1	2,5	3,9	3,8
Aschebilanz aus/ein %	84,0	80,3	104,4	60,1	39,7	23,6	43,3	18,1	41,4	19,8	44,0	23,1	29,2	10,3	15,4

1) - 325°

Tabelle 1c  
Bilanzen  
Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.	1a	1b	1c	1d	1e	1f	2a	2b	2c	2d	2e	2f	3a	3b	3c
<u>Abstreifer - Schwelöl</u>															
spez. Gewicht / 20°	0,944	0,944	0,924	0,922	0,960	0,944	0,955	0,961	0,958	0,961	0,970	0,962	0,934	0,930	0,942
% Wasser	1,9	2,5	2,0	1,3	1,4	3,5	2,2	2,1	1,3	1,2	1,6	1,4	1,6	1,5	1,0
% - 200°	11,8	9,8	8,8	9,2	9,2	12,4	11,9	11,7	11,8	13,6	11,1	9,8	12,9	13,2	12,5
200 - 325°	38,2														
200 - 350°		52,0	48,7	52,8	53,5	49,5	49,5	48,3	52,0	46,5	55,0	56,4	50,0	48,5	49,5
<u>Abschlamm</u>															
spez. Gewicht / 50°	0,960	0,934	0,932	-	0,980	0,980	1,024	1,028	1,034	1,048	1,054	1,030	0,958	0,964	0,986
% Wasser	0	0,5	0,1	0,3	0	0,4	0,1	0,1	0,1	0,1	0	0	0,2	0,1	0,1
% Festes (Bzl)	19,0	32,2?	16,2	11,6	7,6	6,6	7,3	8,5	4,7	7,1	6,0	7,5	6,6	13,1	1,1
% " (Tetr.-Kres)	19,3	35,0?		9,5		5,8		8,0		6,8				10,0	
% Asche i.F. Bzl	39,3	39,0	36,4	33,3	38,9	38,5	36,5	35,0	36,0	38,3	33,6	31,8	37,0	38,0	33,2
% " " (Tetr.Kres.)	39,4	35,8		42,0		41,7		37,1		39,6				39,8	
% - 200°	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
% 200 - 350°		45,7	30,4	36,6 <sup>1)</sup>	30,3	31,2	25,2	23,2	24,7	24,6	20,3	19,8	43,4	29,0	30,8
% 200 - 325°	19,2									14,6					
% s-Asphalt	1,3	0,8	1,3	1,1 <sup>1)</sup>	1,3	1,8	6,7	4,6	7,0	6,5	8,0	6,2	2,1	1,6	3,7
<u>Abstreifer</u>															
spez. Gewicht / 20°		0,956		0,924		0,940				0,954				0,930	
% - 200°		9,2		10,5		13,7				14,8				14,2	
% 200 - 350°		54,5		49,5		50,0				49,0				49,3	

1) Mittel von 12., 19. und 29., da Probe vermutlich falsch

Tabelle 2

Eigenschaften des Frischöls

Art des Teeres	Original vom 6.11.41						Original vom 20.2.42						Schleuderöl vom 20.2.42			Teer geteilt - 325° vom 6.11.41				
	-	1a	1b	1c	1d	Mittel	1e	1f	2a	2b	2c	2d	Mittel	2e	2f	Mittel	3a	3b	3c	Mittel
spez. Gewicht / 50°	1,030	1,036	1,038	1,028	1,028	1,036	1,034	1,032	1,045	1,027	1,029	1,031	1,033	1,040	1,032	1,036	1,063	1,059	1,059	1,060
Wasser	0,3	1,2	0,7	0,2	0,2	0,5	0,1	0	0	0,7	Spur	0,2	0,2	0,2	0	0,1	0	0,1	0,1	0,1
Benzolfestes	0,6	1,5	1,9	2,6	2,3	1,8	2,4	2,4	6,8	2,1	2,8	4,7	3,5	5,2	4,4	4,8	6,3	6,9	2,5	7,2
Tetralin-Kresol-Festes	-	0,4	1,0	-	0,85	0,75	-	0,1	-	0,3	-	0,8	0,4	-	-	-	-	0,6	-	0,6
Asche in Ganzen	0,1	0,2	0,1	0,08	0,08	0,11	0,1	0,08	0,4	0,18	0,1	0,13	0,15	0,31	0,23	0,27	0,1	0,1	0,66	0,53
v. Öl - 200°	0	1,2	-	0	0	0,3	0	0	0	1,9	0	0	0,3	0	0	0	0	0	0	0
- 275°	6,7	-	-	-	-	6,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 300°	17,7	-	-	-	-	17,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 325°	29,3	28,8	-	-	-	29,0	-	-	-	-	-	29,8	29,8	-	-	-	-	-	-	-
- 350°	47,5	-	50,4	40,5	44,5	45,7	46,3	50,7	40,1	45,4	52,7	58,1	48,9	48,1	43,8	46,0	31,6	16,9	28,4	25,6
s-Asphalt	11,3	12,0	11,5	10,3	12,1	11,4	11,7	13,2	14,9	10,8	11,7	16,2	13,1	12,6	14,1	13,4	16,0	20,1	20,8	19,0

Paraffin n.Holde (Schmp.55°) 5,0 %	Untersuchung des Mittelöls - 325°				Untersuchung des Schweröls über 325°			
	spez.Gew./20°	1,026	Entphenoliert	spez.Gew./20°	0,927	spez.Gewicht	1,007/100°	
Phenole %	51,8		A.P. °C	+24,2	Vakuumsiedekurve bei mm Hg	10		
Gew.Engler -250° %	8,2		unges.KW %	30,0		16,6	spez.Gewicht	0,985/40°
-275° "	46,2		sp.Gew. v.Frakt.			49,6		0,996/60°
-300° "	77,6		240-270°/20°	0,915		76,5		1,017/90°
-325° "	91,6		280-310°/20°	0,931		100,0		
-340° "	97,6							
+ R "	100,0							

Tabelle 3e

## Untersuchungen des Benzins

Bilanz Nr.		1b	1a	1f	2b	2a	3b
Benzin -200° aus Abstreifer + Gasbenzin		86,6:13,4	88,7:11,3	95,6:4,4	92,2:7,8	94,5:5,5	87,0:13,0
Roh:	spez. Gewicht / 20°	0,824	0,800	0,784	0,776	0,806	0,787
	A.P.	+24,6	+30,0	+30,0	+33,2	+32,0	+37,5
	Phenole	19,4	11,2	6,5	6,5	10,5	10,2
ASTM - Siedekurve							
	Beginn °C	52	58	64	55	57	52
	60°	0,8	-	-	1,0	1,0	2,8
	70°	4,5	1,0	0,5	3,5	3,0	5,3
	80°	9,0	3,0	3,2	7,0	5,5	8,0
	90°	12,8	7,2	8,0	12,5	9,0	12,0
	100°	17,0	12,0	16,7	22,0	14,0	15,7
	110°	21,2	18,8	27,0	31,9	20,0	20,0
	120°	25,0	26,5	38,0	41,3	27,5	24,8
	130°	29,9	35,5	49,0	50,8	35,5	31,3
	140°	34,5	46,0	59,8	61,0	44,0	40,0
	150°	40,2	58,0	68,0	71,2	50,2	50,0
	160°	48,0	69,8	77,9	81,0	58,7	64,2
	170°	58,2	81,5	86,0	88,5	69,0	76,7
	180°	70,0	89,8	91,0	93,0	80,0	86,2
	190°	83,2	94,5	94,0	95,8	90,2	92,7
	200°	92,5	97,2	96,5	97,8	96,2	95,9
	210°	96,8	-	-	-	-	-
	Endpunkt	98,6	98,8	98,0	98,6	98,2	97,8
	Endpunkt °C	214	206	204	202	205	205
	R	99,4	99,5	99,0	99,6	99,4	99,0
Mit NaOH behandelt:							
	spez. Gewicht / 20°	0,798	0,775	0,768	0,759	0,779	0,765
	A.P. I	+26,3	+32,3	+33,0	+35,2	+33,6	+38,9
	" " Ia	+24,2	+39,0	+42,0	+45,8	+37,6	+41,5
	" " II	+58,3	+59,5	+59,5	+62,0	+61,6	+62,0
	Fraktion 80-100° sp.Gew./20°	0,700	0,710	0,722	0,716	0,711	0,688
	A.P.	+43,0	+39,2	+35,2	+36,2	+38,8	+48,0
	" 110-140° sp.Gew./20°	0,757	0,761	0,763	0,758	0,755	0,752
	A.P.	+32,2	+31,0	+31,0	+31,7	+32,8	+38,0
	" 150-180° sp.Gew./20°	0,823	0,802	0,794	0,789	0,803	0,791
	A.P.	+23,0	+32,2	+35,0	+38,2	+31,6	+36,7
	" 180-210° sp.Gew./20°	0,875	0,828	0,818	0,805	0,833	0,813
	A.P.	+14,9	+33,6	+36,7	+43,2	+34,3	+38,2



Tabelle 3b

Untersuchungen des Benzins  
(Fortsetzung)

Bilanz Nr.		1b	1a	1f	2b	2d	3b
<b>ISTM - Siedekurve</b>							
Beginn	°C	51	62	70	62	59	52
- 60°	%	2,0	-	-	-	-	1,8
- 70°	"	4,9	0,5	-	1,2	1,5	4,0
- 80°	"	9,0	2,1	1,9	5,8	3,8	8,2
- 90°	"	13,9	7,0	9,0	13,8	9,0	13,0
- 100°	"	18,9	14,0	16,8	23,2	16,5	17,5
- 110°	"	23,8	21,8	27,8	34,0	24,0	22,2
- 120°	"	28,8	30,0	40,2	44,0	32,0	28,5
- 130°	"	33,8	40,0	52,0	53,5	39,0	36,0
- 140°	"	39,0	51,5	63,0	64,5	46,5	44,0
- 150°	"	45,0	62,2	72,0	73,0	54,5	53,5
- 160°	"	52,7	72,9	81,0	82,0	62,8	64,7
- 170°	"	62,0	82,7	87,0	88,5	72,0	76,8
- 180°	"	71,0	89,0	91,9	92,5	81,2	85,9
- 190°	"	83,0	94,0	94,9	95,0	89,0	92,0
- 200°	"	90,0	96,0	96,5	96,8	94,6	95,6
- 210°	"	95,2	-	-	-	-	-
- Endpunkt	"	97,9	98,0	98,2	98,0	98,2	97,8
Endpunkt	°C	217	208	205	202	208	205
+ R	%	99,9	99,2	99,2	99,5	99,8	99,0
<b>Zusammensetzung</b>							
Paraffine	%	33,0	44,0	44,5	50,5	46,0	49,5
Naphthene	%	21,0	23,0	23,5	18,0	17,5	21,5
Aromaten	%	31,0	21,0	18,0	16,5	23,0	22,0
ungesättigte KW	%	15,0	12,0	14,0	15,0	15,5	7,0
Wapwert Res.		80,0	69,9?	74,8	72,5	71,5	62,8

303

Tabelle 4a

 Untersuchungen von Benzinfraktionen  
 Benzin - 200° mit NaOH behandelt

Siedebereich		- 90°					90 - 150°				
Bilanz		1b	1d	1f	2b	3b	1b	1d	1f	2b	3b
vom Gesamtbenzin		19,2	15,0	16,2	21,4	16,-	26,8	46,1	53,8	49,5	35,9
spez.Gew. / 20°		0,677	0,686	0,697	0,690	0,658	0,770	0,770	0,767	0,763	0,763
A.P. I		+49,3	+44,3	+39,2	+40,7	+50,7	+30,8	+30,5	+30,5	+40,7	+36,0
" " Ia		+54,3	+52,2	+50,3	+52,5	+55,3	+38,8	+39,8	+41,2	+44,0	+41,2
" " II		+59,8	+59,2	+58,7	+60,0	+59,8	+54,8	+57,8	+56,5	+58,8	+59,5
ASMM - Siedekurve											
Beginn		39	39	45	39	28	95	95	95	94	96
- 50°		16,6	9,2	1,2	9,0	40,7					
- 60°		49,5	38,2	20,0	33,0	63,2					
- 70°		71,6	63,5	53,3	61,0	80,0					
- 80°		86,5	81,9	77,7	83,2	90,5					
- 90°		94,0	93,0	91,2	93,5	94,3					
- 100°		97,6	97,0	96,2		96,2	1,2	0,7	1,0	6,5	0,8
- 110°							20,3	17,8	25,8	30,0	17,5
- 120°							51,0	45,3	53,0	56,0	44,0
- 130°							71,5	69,0	75,2	75,8	66,8
- 140°							86,0	85,2	89,5	89,0	83,9
- 150°							94,0	94,2	95,6	95,0	93,5
- 160°							97,5	98,0			96,5
- Endpunkt				97,4	98,0		99,0	99,0	98,0	98,3	98,2
+ p		98,4	98,0	98,8	99,0	99,0	100,0	100,0	99,2	99,5	99,2
Endpunkt		100	100	104	99	100	162	162	156	159	163
<u>Zusammensetzung:</u>											
Paraffine		67,0	52,0	48,0	51,0	59,0	35,5	41,0	38,4	53,5	47,0
Naphthene		28,5	29,0	28,0	25,0	30,0	35,0	27,0	31,2	26,0	25,0
Aromaten		6,5	8,0	9,4	9,0	6,0	16,5	18,0	15,0	13,0	20,0
unges. KW		8,0	11,0	14,6	15,0	5,0	13,0	14,0	15,4	17,5	8,0
Klopffwert Res.		79,5	80,1	81,2	83,5	65,7	72,0	73,5	76,5	74,0	65,7
Motor		-	73,5	72,4	74,2	61,5	69,7	65,0	67,3	67,0	61,5

Tabelle 4b

Untersuchungen von Benzinfraktionen

Benzin - 200° mit NaOH behandelt

Siedebereich Bilanz Nr.		150 - 180°					180 - 200°				
		1b	1d	1f	2b	3b	1b	1d	1f	2b	3b
vom Gesamtbenzin	Gew. %	19,0	24,5	19,5	20,5	29,6	18,3	10,3	7,2	6,5	11,9
spez. Gewicht/20°		0,825	0,806	0,800	0,790	0,794	0,874	0,832	0,827	0,810	0,818
A.P. I	°C	+25,3	+33,3	+35,3	+39,0	+37,0	+14,8	+32,5	+37,2	+44,2	+37,5
A.P. Ia	°C	+22,6	+34,2	+40,5	+44,5	+40,0	+10,3	+32,7	+39,6	+47,0	+38,3
A.P. II	°C	+60,7	+62,2	+65,5	+64,5	+65,2	+64,5	+65,0	+65,5	+68,8	+67,2
ASTM - Siedekurve	Beginn °C	151	150	150	147	149	178	177	177	176	178
- 160°	%	43,5	50,0	52,8	56,5	77,8					
- 170°	"	84,0	87,2	87,0	88,0	85,0					
- 180°	"	95,8	96,2	96,3	96,8	95,0	8,0	1,0	6,9	3,0	8,0
- 190°	"	-	-	-	-	97,8	80,8	75,0	75,8	74,0	82,0
- 200°	"	-	-	-	-	-	96,0	95,0	95,2	95,0	96,2
- 210°	"	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- Endpunkt	"	99,0	99,0	98,8	99,0	-	99,0	99,0	98,8	99,0	99,0
+ R	"	100,0	100,0	99,8	100,0	99,2	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Endpunkt	°C	187	185	184	185	-	205	207	207	205	204
Zusammensetzung:											
Paraffine	%	35,5	47,0	50,5	54,5	56,5	25,0	58,5	54,5	65,5	58,0
Naphthene	%	15,5	16,0	13,5	12,0	10,5	11,0	11,5	9,5	2,5	6,0
Aromaten	%	34,0	25,0	23,4	20,0	26,0	40,0	20,0	26,0	23,0	30,0
Ungesättigte KW	%	15,0	12,0	12,6	13,5	7,0	24,0	10,0	10,0	9,0	6,0
Klopffwert											
Res.		79,5	67,4	68,2	63,0	61,2	87,5	62,0	60,0	56,0	43,5
Motor		74,2	61,0	61,4	56,2	55,4	82,5	58,0	-	-	-

Tabelle 5

## Untersuchungen des Mittelöls

Bilanz Nr.		1b	1d	1f	2b	2d	3b
Abstreifer - 200° + Schwelöl		97,5:2,5	92,7:7,3	92,2:7,8	91,3:8,7	92,0:8,0	95,5:4,5
darin Mittelöl - 350°	%	51,0	53,2	50,8	53,5	55,9	50,0
Rohi spez. Gewicht / 20°		0,951	0,948	0,950	0,954	0,955	0,930
Phenole	%	18,5	17,0	16,8	19,2	18,7	11,0
Gew.-Engler Beginn	°C	235	222	203	225	220	205
- 250°	%	8,6	14,0	20,5	4,8	8,3	19,5
- 275°	%	38,2	37,7	46,5	28,6	34,8	42,1
- 300°	%	59,1	60,6	67,8	54,7	61,6	66,1
- 325°	%	80,6	79,8	86,5	76,7	81,5	83,9
- 350°	%	93,9	95,3	96,3	93,2	94,8	94,3
- Endpunkt	%	97,7	98,5	98,0	-	-	98,0
+ R	%	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Endpunkt	°C	359	360	253	-	-	360
Entphenolier: spez. Gew./20°		0,914	0,916	0,915	0,916	0,916	0,903
A.P.	°C	+28,0	+27,5	+26,0	+34,0	+31,5	+28,0
unges. KW	%	14,8	15,5	17,0	15,0	17,0	10,0
Fraktion 240-270° spez. Gew./20°		0,904	0,902	0,898	0,898	0,885	0,890
A.P.	°C	+11,0	+12,5	+16,5	+18,0	+16,5	+20,5
" 280-310° spez. Gew./20°		0,916	0,918	0,924	0,914	0,914	0,916
A.P.	°C	+23,5	+22,5	+24,0	+26,5	28,0	+24,2

Tabelle 6

## Untersuchungen des Schweröls

Bilanz Nr.		1b	1d	1f	2b	2d	3b
Schweröl - 350 im Abstreifer über 200° + Schwelöl	%	48,9	46,8	49,2	46,3	44,0	50,0
spez. Gewicht / 50°		0,956	0,950	0,972	1,006	1,010	0,9
- 350°	%	0	-	-	1,5	-	-
Stummledekurve mm Hg		11	12	22	22	20	19
Stadebeginn	°C	193	195	215	215	220	210
325° spez. Gew./40°	%	38,1	13,4	1,6	2,9	2,6	10,5
275° spez. Gew./60°	%	0,954	0,952	-	-	-	0,5
- 325° spez. Gew./90°	%	84,2	81,5	70,1	61,4	72,9	70,7
+ R	%	0,938	0,930	0,952	0,966	0,982	0,930
	%	95,6	95,8	92,9	90,2	94,2	94,5
	%	0,968	0,956	0,958	0,996	1,022	0,944
	%	100,0	100,0	99,9	99,9	100,0	100,0

Tabelle 7  
Gasöluntersuchungen

Bilanz Nr.	1b		1d		1f		2b		2d		3b	
	roh	entphenol.	roh	entphenol.	roh	entphenol.	roh	entphenol.	roh	entphenol.	roh	entphenol.
Mittelöl 200-350° vom Abstreifer über 200° + Schwelöl %	51,0	-	53,2	-	-	-	53,5	-	-	-	-	-
spez. Gewicht/20°	0,951	0,914	0,948	0,916	0,950	0,915	0,954	0,916	0,955	0,916	0,930	0,908
A.P.	rd.+20,5	+28,0	rd.+22	+27,5	+19,0	+26,0	+29,2	+34,0	+25,0	+31,5	+22,0	+28,0
Cu-Streifen	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut	gut
Cetanzahl	14	22	16	26	0	24	20,0	33,5	17,0	30,0	22,0	29,0
Stockpunkt	+3	+1	+4	+1	-4	-5	+6	+6	+4	+2	-7	-7
Trübungspunkt	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Viskosität °E / 20°	2,65	1,72	2,37	1,65	2,07	1,51	2,74	1,65	2,37	1,54	1,65	1,44
°E / 38°	1,65	1,39	1,59	1,37	1,50	1,31	1,67	1,37	1,58	1,34	1,37	1,28
Phenole %	18,6	-	17,0	-	16,8	-	19,2	-	18,7	-	11,0	-
Ungesättigte %	-	14,0	-	15,5	-	17,0	-	15,0	-	17,0	-	17,5
Gewichtsenkler												
Siedebeginn °C	235	240	222	237	203	200	225	225	220	235	205	196
- 250° %	8,6	1,0	14,0	4,7	20,5	16,2	4,8	2,0	8,3	1,8	19,5	17,1
- 275° %	38,2	24,2	37,7	27,3	46,5	36,6	28,6	17,4	34,8	22,0	42,1	38,9
- 300° %	59,1	49,3	60,6	50,7	67,8	61,8	54,7	41,9	61,6	48,2	66,1	62,3
- 325° %	80,6	73,5	79,8	69,9	86,3	81,2	76,7	65,8	81,5	71,6	83,9	81,3
- 350° %	93,9	92,7	95,3	90,7	96,3	95,5	93,2	86,1	94,8	91,0	94,8	93,5
+ R %	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

607

Tabelle 8  
Heizöluntersuchungen

Bilanz Nr.	1b		1f			2d			3b
	100:0	100:0	100:0 entparaff.	75:25	76:24 entp.S'Öl	100:0	100:0 entparaff. 1)	37:63 entp.S'Öl	100:0
Schweröl : Mi									
Schweröl über 350° 200° + Schwelöl	43,9	49,2	-	-	-	44,0	-	-	-
spez. Gewicht / 20°	0,977	0,993	1,040	0,967	1,000	1,041	1,073	1,032	0,981
Stockpunkt °C	+ 36	+ 36	+ 1	+ 29	+ 1	+ 34	+ 3	+ 5 <sup>2)</sup>	+ 36
Flammpunkt °C	183	198	198	-	-	199	197	141	200
Brennpunkt °C	240	240	234	-	-	245	250	167	240
Kokstest %	0,88	0,28	0,6	0,35	0,5	1,1	1,3	1,05	0,30
n-Asphalt %	1,8	2,0	2,8	-	2,0	2,9	5,7	3,5	0,5
Asche im Ganzen %	Spuren	-	-	-	-	Spuren	-	-	Spuren
Viskosität °E/20°	-	-	-	-	34,7	-	-	34,6	-
°E/50°	7,21	6,47	20,3	2,28	3,87	9,80	28,6	3,78	4,56
°E/80°	2,23	1,65	2,97	-	-	1,91	3,32	-	1,41
Paraffin %	-	17,1	-	-	-	10,9	-	-	17,4
Paraffinausbeute %	-	-	17,0	-	-	-	11,3	-	-
Farbe	-	-	braun	-	-	-	gelb	-	-
spez. Gewicht / 70°	-	-	0,775	-	-	-	0,767	-	-
Schmelzpunkt °C	-	-	+ 51	-	-	-	+ 51,5	-	+ 52
A.P. °C	-	-	-	-	-	-	+ 115	-	-

1) 1:5 mit Butanon-Benzol bei -10°

2) Der Stockpunkt des Mittelöls lag über 0°

Tabelle 9  
Elementaranalysen

Bilanz Nr.	Benzin - 200°						Mittelöl 200 - 350°					Schweröl					
	1b	1d	1f	2b	2d	3b	1d	1f	2b	2d	3b	1d	1f	2b	2d	3b	
C	%	83,40	84,38	84,39	84,10	83,18	85,14	85,18	85,09	85,77	85,59	86,70	86,86	87,08	87,78	88,09	87,40
H	%	11,88	12,64	13,15	13,38	12,30	13,08	10,30	10,34	10,10	10,05	10,86	10,42	9,97	2,08	8,40	10,04
O	%	4,45	2,72	2,12	2,19	4,11	1,54	3,88	3,99	3,57	3,70	1,99	2,16	2,34	2,48	2,67	2,25
N	%	0,25	0,20	0,25	0,27	0,32	0,22	0,58	0,53	0,50	0,59	0,43	0,51	0,56	0,58	0,70	0,28
S	%	0,045	0,06	0,086	0,056	0,085	0,026	0,056	0,053	0,06	0,073	0,023	0,051	0,05	0,073	0,051	0,02
UHW		-	9833	-	-	-	-	-	-	-	9304	-	-	9424	9300	9285	-
Cl	%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	unter 0,01	-	-
disp. H	%	13,52	14,52	15,21	15,52	14,10	15,07	11,39	11,42	11,12	11,08	12,13	11,56	10,99	9,86	9,08	11,10

Bilanz Nr.	Frischöl						Schwefelrückstand (Tr.Pr.)				
	1d	1f	2b	2d	Mittel	3b	1d	2b	2d	3b	
C	%	82,22	81,94	81,82	82,74	82,18	83,87	69,60	76,80	79,36	67,60
H	%	8,82	8,94	9,07	8,99	8,95	8,72	1,40	2,00	2,45	1,43
O	%	8,19	8,32	8,40	7,41	8,08	6,45	- 1)	- 1)	- 1)	- 1)
N	%	0,73	0,54	0,46	0,61	0,59	0,67	0,52	0,93	0,93	0,68
S flüchtig	%	-	-	-	-	-	-	1,82	1,35	1,20	1,64
S gesamt	%	0,04	0,26	0,25	0,25	0,20	0,29	4,71	2,21	2,34	3,94
disp.H	%	9,08	9,48	9,65	9,56	9,50	9,24				
Asche	%							31,11	24,08	18,78	35,70
							getoppt				

1) sulfat-haltig

Tabelle 10a

Elementar-Bilanz

im Bilanzjahr

	C	H	O	S	
	g/a	g/a	g/a	g/a	g/a
<u>Ein</u>					
Erschöl. aus Spei.	10088	1070	1000	77	57,5
Kontakt 7005	35	—	—	—	1,0
Eingangs-Gas (E berechnet)	35	338	29	—	—
<b>Gesamt-Eingang</b>	<b>10259</b>	<b>1409</b>	<b>1031</b>	<b>77</b>	<b>58,5</b>
<u>Aus</u>					
Brenn.	1440	215	46	3	1,0
Mittelst.	1100	594	336	30	—
Schlackenabgang	440	33	11	—	—
Abwasser	—	37	465	10	—
Gas am Ende gelöst	—	3	—	—	—
Ofengas	650	146	1400	—	—
Abwässerung	124	30	9	2	—
Abschlagung	21	4	—	0,3	—
Schwefelkohlenst.	157	—	—	1,2	—
<b>Gesamt-Ausgang</b>	<b>10259</b>	<b>1409</b>	<b>1031</b>	<b>17,5</b>	<b>—</b>
Die / Ein der unkorrigierten Bilanz	200,3	—	—	—	—

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsdaten

O- " : Abwasser

H- " : H-Gehalt der Erschöl.

S- " : S-Gehalt der Erschöl. und H<sub>2</sub>S im Abwasser, Abgas und Schwefelkohlenst.

CI



Tabelle 10b

Elementar-Bilanz

zu Bilanz 2b

	C	H	O	N	S
	g/h	g/h	g/h	g/h	g/h
<u>Ein:</u>					
Frischöl aschefrei	6245	675	625	34,2	18,6
Kontakt 7685	18		1	0,1	2,3
Kontakt 4175					37,0
Eingangsgas (H gerechnet)	49	220	8		
<b>Gesamteingang</b>	<b>6312</b>	<b>895</b>	<b>634</b>	<b>34,3</b>	<b>57,9</b>
<u>Aus:</u>					
Benzin	1075	170	23	3,4	0,7
Mittelöl	4160	490	173	24,3	2,9
Schwerölüberschuß	280	29	8	2,0	0,2
Abwasser	4	44	340	3,3	13,2
Gas im Prod. gelöst	32	6			
Ofengas	575	137	80		30,8
Abstreifergas	67	14	5		6,7
Abschlammgas	11	2			0,3
Schweirückstand	108	3		1,3	3,1
<b>Gesamtausgang</b>	<b>6312</b>	<b>895</b>	<b>634</b>	<b>34,3</b>	<b>57,9</b>
* Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	101,7		95,2	106,1	89,5

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten

O- " : Abwasser

H- " : "

S- " : " und Abgas

Tabelle 10c  
Elementar-Bilanz  
zu Bilanz 2d

	O g/h	H g/h	O g/h	H g/h	S g/h
<u>Ein:</u>					
Frischöl aschefrei	6001	617	508	41,8	17,2
Kontakt 7685	16		1	0,1	2,1
Kontakt 4175					34,0
Eingangsgas (H gerechnet)	52	219	14		
<b>Gesamteingang</b>	<b>6069</b>	<b>836</b>	<b>523</b>	<b>41,9</b>	<b>53,3</b>
<u>Aus:</u>					
Benzin	1133	168	56	4,0	1,2
Mittelöl	3780	442	164	26,1	3,2
Schwerölüberschuß	285	27	8	2,3	0,1
Abwasser	1	22	182	7,3	11,1
Gas im Prod. gelöst	37	7			
Ofengas	631	148	110		26,0
Abstreifergas	86	17	3	1,0	8,6
Abschlammgas	12	2			
Schwehrückstand	104	3		1,2	3,1
<b>Gesamtausgang</b>	<b>6069</b>	<b>836</b>	<b>523</b>	<b>41,9</b>	<b>53,3</b>
<b>% Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz</b>	<b>103,7</b>		<b>95,4</b>	<b>90,4</b>	<b>61,4</b>

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten

O- " : Abwasser  
H- " : "  
S- " : " und Abgas

01

Tabelle 10d

Elementar-Bilanz

zu Bilanz 3b

	C g/h	H g/h	O g/h	N g/h	S g/h
<u>Ein:</u>					
Frischöl aschefrei	5726	567	419	43,6	18,9
Kontakt 7685	48	8	1	0,2	6,0
Eingangsgas (N gerechnet)	48	309	13		
<b>Gesamteingang</b>	<b>5822</b>	<b>884</b>	<b>477</b>	<b>43,8</b>	<b>24,9</b>
<u>Aus:</u>					
Benzin	1155	178	21	3,0	0,4
Mittelöl	3760	472	86	18,7	1,0
Schwerölüberschuß	60	6	1	0,2	
Abwasser	3	37	290	16,6	11,8
Gas im Prod. gelöst	17	4			
Ofengas	623	152	74	3,0	8,9
Abstreifergas	156	30	5	2,0	0,8
Abschlammgas	14	4			
Schmelrückstand	34	1		0,3	2,0
<b>Gesamtausgang</b>	<b>5822</b>	<b>884</b>	<b>477</b>	<b>43,8</b>	<b>24,9</b>
<b>% Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz</b>	<b>103,1</b>		<b>99,3</b>	<b>84,0</b>	<b>61,7</b>

Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten

O- " : Abwasser

H- " : "

S- " : " und Abgas

Tabelle 11

## Verteilung des als KW vergastem C

Bilanz Nr.		1b	1d	1f	2b	2d	3b
als C <sub>1</sub> - KW	%	29,5	25,6	29,4	28,8	27,1	27,5
" C <sub>2</sub> - KW	"	18,2	19,3	14,9	15,8	20,1	19,4
" C <sub>3</sub> - KW	"	26,6	35,1	26,0	34,5	31,0	31,0
" C <sub>4</sub> - KW	"	25,7	20,0	29,7	20,9	21,8	22,1
Ungesättigt							
von C <sub>2</sub> - KW	%	5,1	6,0	11,0	1,1	7,6	4,2
" C <sub>3</sub> - KW	%	7,6	9,5	13,2	19,0?	11,2	5,2
" C <sub>4</sub> - KW	%	9,8	11,3	22,6	4,9	18,8	8,1
" C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> -KW	%	5,5	6,8	10,5	7,7	8,8	4,2

Tabelle 12

iso-Butangehalt  
% vom Gesamtbutan

Bilanz Nr.		1b	1d	2b	2d	3b
Von C <sub>4</sub> im Ofengas	%	22,0	24	26,0	50	20,0
im Produktgas	%	20,0	25	27	49	20,0
im Abschlammgas	%	-	-	-	46	-
im Produkt gelöst	%	18,0	25	20	30	20,0
Vom gesamten Butan	%	21,3	24,5	25,0	45,9?	20,0

Tabelle 13

## Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

Bilanz Nr.		1d	1f	2a
Ofengas	mg S / m <sup>3</sup>	9,8	7,2	1,85
Produktgas	"	2,16	13,9	13,4
Abschlammgas	"	4,67	14,7	-

Tabelle 14

## Abwasseruntersuchungen

g/kg

Bilanz Nr.	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	Cl	Phenole
1a	17,5	-	-	Spuren	-
1b	18,3 <sup>0,42</sup>	20,25 <sup>1,2</sup>	28,8 <sup>0,65</sup>	0,04	8,7
1c	8,8	-	-	0,058	-
1d	9,3 <sup>0,21</sup>	19,5 <sup>1,15</sup>	27,3 <sup>0,8</sup>	0,01	8,9
3a	20,2	-	-	Spuren	-
3b	19,2 <sup>0,44</sup>	27,9 <sup>1,64</sup>	21,2 <sup>0,62</sup>	0	5,85
3c	26,4	-	-	1,5	-
1e	5,2	-	-	0,35	-
1f	14,8 <sup>0,34</sup>	23,8 <sup>1,4</sup>	33,3 <sup>0,88</sup>	Spuren	12,1
2a	15,3	-	-	0,04	-
2b	12,9 <sup>0,29</sup>	19,5 <sup>1,14</sup>	27,5 <sup>0,87</sup>	0,01	8,8
2c	30,1	-	-	0,28	-
2d	0,44 <sup>0,01</sup>	4,93 <sup>0,29</sup>	12,9 <sup>0,38</sup>	0,03	6,2
2e	5,2	-	-	0,03	-
2f	4,7	-	-	0,8	-
Wasser der Gaswäsche					
1f	-	-	-	-	-
2b	10,3	15,3	17,0	unter 0,01	1,3
2d	1,1	7,6	3,4	Spuren	0,6

Tabelle 15

## Schwelausbeuten

Bilanz Nr.	1a	1b	1c	1d	3a	3b	3c	1e	1f	2a	2b	2c	2d	2e	2f	
Öl in Abschläm	81,0	82,0 <sup>1)</sup>	83,6	88,4	93,4	86,9	86,9	92,4	93,4	92,7	91,5	95,3	92,9	94,0	92,5	
Asphalt + Festen	1:17,3	1:16	1:15	1:12,4	1:3,5	1:8,8	1:4,1	1:6,1	1:4,0	1:1,2	1:2,0	1:0,7	1:1,2	1:0,8	1:1,3	
Ausbeute																
Schmelöl	77,8	76,2	80,0	81,1	80,7	83,3	80,0	83,4	78,8	85,1	83,2	83,5	80,0	74,9	73,5	
Koks	19,4	19,0	18,0	16,2	16,2	12,5	16,7	11,0	18,2	12,9	14,2	15,3	14,9	20,1	23,2	
Gas + Verlust	2,8	4,8	2,0	2,7	3,1	4,2	3,3	5,6	3,0	2,0	2,6	1,2	5,1	5,0	3,3	
Ölausbeute auf Öl des Schmelgutes	%	96,1	93,0	95,5	91,8	86,4	95,8	92,1	90,3	84,4	91,8	90,9	87,6	86,1	79,7	79,5

1) geschätzt, da Laborwert unrichtig

Tabelle 16  
Asphaltzerlegungen

Bilanz Nr.	1a		2a		2b	
	Frischöl	Abschlamm	Frischöl	Abschlamm	Frischöl	Abschlamm
Öl	38,85	63,40	51,6	59,1	34,68	72,06
Ölharz	59,65	26,20	38,8	27,4	53,10	12,50
Asphaltharz	1,32	5,00	3,9	6,0	26,52	14,48
Hartasphalt	0,09	4,80	5,3	6,7	5,00	1,36
Verlust	0,09	0,60	0,4	0,8	0,7	0,60

617

Tabelle 17

Phenolzerlegungen

Phenole 150-250° redestilliert

Bilanz Nr.		1b	1d	1f	2b	2a	3b
Phenole im Abstr.Prod.	%	7,2	7,0	6,1	7,2	12,0 <sup>1)</sup>	4,7
Carbolsäure	%	5,3	6,8	5,5	8,7	7,0	15,5 <sup>2)</sup>
o-Kresol	"	10,8	7,7	11,7	3,5	6,8	3,0
m+p-Kresol	"	22,4	19,7	23,3	27,0	3,0	3,4
Xylenol	"	26,0	33,3	33,0	16,1	24,0	34,6
höh. Xylenole	"	19,6	16,3	15,0	28,9	23,9	16,3
					5,3	25,1	35,0
						18,9	1,4
							23,0

1) in Benzin - 200°, das 13,9 % vom Abstreifer ausmachte

2) in Benzin - 200°, das 10,4 % " " " "



Tabelle 18  
Paraffingehalte  
nach Holde

Bilanz Nr.		1b	21.12.41	1d	1f	2b	2d	3b
in Frischöl	%	4,3	-	4,5	4,5	4,3	6,07	6,0
in Abstreiferschweröl	%	17,5 <sup>1)</sup>	-	13,9	17,1	13,4	10,9	17,4
in Abschlammsöl	%	11,1	10,5	-	9,0	5,9	4,9	9,5

1) Probe aus der techn. Destillation

Tabelle 19  
Untersuchung des Schwelöls  
zu Bilanz 2d

		Schwelöl	Abschlammsöl
spez. Gew. / 50°		1,012	1,048
- 325°	%	18,9	14,6
- 350°	%	33,2	24,6
s-Asphalt	%	1,6	6,5

619

Tabelle 20

Filtration des Anfalls  
zu Bilanz 2e

2000 g Abstreifer + Abschläm im Anfallverhältnis gemischt wurden bei 160° und unter 3-4 atü portionsweise filtriert.

- 1) 500 g in 1 Min. 47 Sek.
- 2) 500 g in 6 " 3 "
- 3) 500 g in 10 " 15 "
- 4) 500 g in 12 " 45 "

Filtrat 1840 g  
Rückstand 45 g  
Verlust 115 g

Tabelle 21

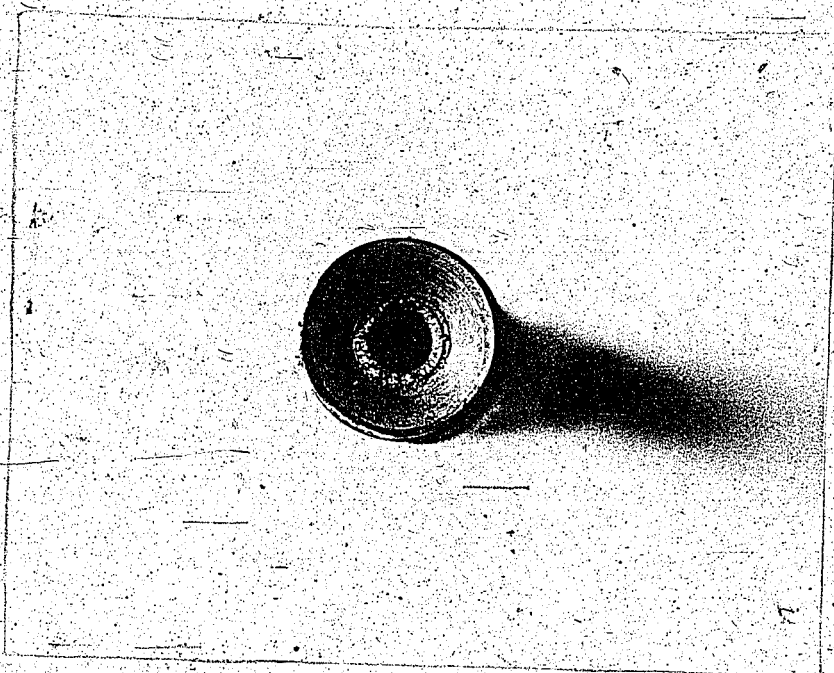
Untersuchung der Vorheizerkrusten

Ausbau vom 1.1.42 Ofen 451

Kruste von	Glüh- rückstand (500°)	darin % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Sulfid- Schwefel	Qualitativ festgestellt
Schlange Mitte	75,6	-	-	Fe, Na, Sulfid- schwefel, SiO <sub>2</sub> , Spuren Ni, Organisches
Schlange Ausgang	91,2	85,7	28,5	Fe, Ca, Na, Sulfid
Linse vom Schlangen- Ausgang	88,8	80,4	-	---
Übergangsbogen	92,2	-	-	Fe, Ca, Na, SiO <sub>2</sub> , Sulfid
Übergang Ausgang zum Ofen	90,6	78,2	30	---

Anhang zu Tabelle 21

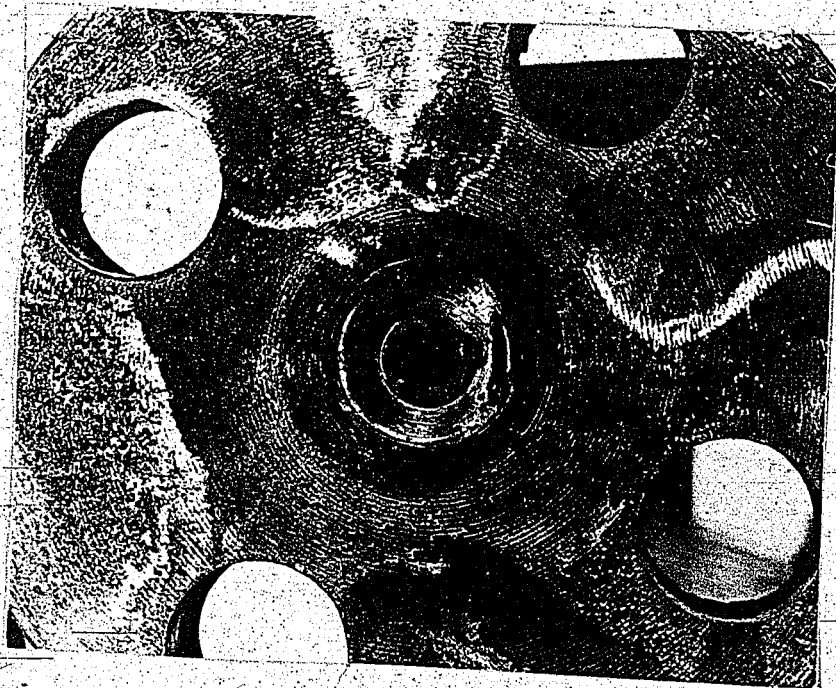
Bild 1



Schlange - Ausgang Ofen 451 vom 1.3.42

Bild Nr. 2682

Bild 2



Übergangsbogen - Eingang Ofen 451 vom 1.1.42

Bild Nr. 2680

621

Tabelle 22

Brikettiermittelherstellung aus Abschlamm

zu Bilanz 20

Abschlammtopfung:

Destillat		
darin Mittelöl - 350° rd.	59,0	%
Rückstand	32,0	%
Verlust	40,5	%
	0,5	%

Eigenschaften des Rückstands:

Benzolfestes	23,7	%
Asche i.F.	25,8	%
s-Asphalt im Öl	27,4	%
Krämer-Sarnow	+62,0	°C

		Abschlamm	Topprückstand
Festes auf Gesamtabschlamm	%	6,0	14,0
Asche " "	%	2,0	3,6
s-Asphalt " "	%	7,5	20,9

622

Tabelle 23

Schleudern des Teeres

Durch Schleudern des Teeres in den Heimschleudern bei 180° wurden 1,4 % Schleuderrückstand entfernt.

Analysen des Schleuderrückstands:

		auf Schl. rückstand	auf Teer	auf Schl. rückstand	auf Teer
Wasser	%	0,2	-	-	-
Benzolfestes	%	49,3	0,7	54,5	0,8
Asche im Benzolfesten	%	53,5	0,37	70,7	0,54

Eigenschaften des Schleuderöls s. Tabelle 2

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

TH

8

Versuchsbericht

W. Krönig und H. Hupfer

Verarbeitung von  
Kokereiteer „Auguste Viktoria“ (Ruhr)

getoppt bis 325°

( p 1094 v. 11.7.39)

bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl

(Ofen 411 v. 26.10. - 12.12.39 und v. 8.1. -  
28.1.40)

20225

W. Krönig und H. Hupfer

Steinkohlenhochofentemperaturteer „Auguste Viktoria“ (Ruhr)  
(P 1094 vom 11.7.39) getoppt bis 325° im 10 Ltr.-Ofen  
bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Das zu prüfende Produkt, das für Pöhlitz als Rohstoff in Betracht kam, war seinem Asphaltgehalt (23,5 %) und Gehalt an Benzolunlöslichem nach (s. Tabelle 2) als Teerrückstand mit recht günstigen Eigenschaften anzusprechen.

Es ließ sich indessen nur mit Molybdän-Kontakt auf Benzin und Mittelöl hydrierend verarbeiten, und auch damit verlief die normale Verarbeitung mit Schwelung des Abschlammes nicht störungsfrei. Der Abschamm fiel gallertig an, und es besteht hinreichender Grund, anzunehmen, daß sich sowohl der Abscheider, der dauernd überkottete, wie der Ofen, dessen Leistung sich mehrmals rasch verschlechterte, zum Teil mit ähnlichen Massen anreicherte. Eine Reihe von Beobachtungen läßt mit großer Wahrscheinlichkeit vermuten, daß Ausflockungen von Asphalt durch das aufhydrierte zurückgeführte Abstreiferschweröl die Ursache dieser Erscheinungen waren. Es erscheint auch nicht unmöglich, daß diese Asphaltfällungen und nicht so sehr die Pumpenstörungen Grund für eine übernormale Verkrustung der Vorheizschlange gewesen sind. Diese Fahrweise dürfte z. Zt. wohl nur dann ohne besondere Gefahren durchzuführen sein, wenn der Durchsatz so hoch gewählt wird, daß verhältnismäßig viel Neuabschamm, jedenfalls mehr als 20 % bezogen auf Frischöleingang, anfällt, was allerdings den Nachteil hoher Ölverluste in der Schwelerei mit sich bringt. Auch mit dem weniger hydrieraktiven Grude-Eisen-Titankontakt 7509 anstelle von Grude-Molybdän fiel der Abschamm gallertig an. Die Hauptergebnisse mit Molybdän sind in der folgenden Tabelle aufgeführt (Werte von Bilanz 3):

Ofentemperatur	48300
Frischöldurchsatz	0,41
Kontakt 5475 Ch. 12	1,5 %
Schwerölrückführung	65 : 35
Abschlammrückführung	1 : 0,5
Gas cbm/kg Frischöl	3,7
Neuleistung (E1 + M1)	0,29
Vergasung auf Neuleistung + Vergasung	22,6 %
Asphaltabbau	98,4 %
Festeabbau	85,3 %

Die direkte Verarbeitung des Kokereiteerrückstandes auf Benzin und Mittelöl lieferte Ergebnisse, die etwas besser waren, als vorausgesehen. Wie nicht anders zu erwarten, liegen sie aber nur wenig günstiger, als diejenigen, die man bei der Verarbeitung einer Steinkohle erzielt.

Im Hinblick auf die oben erwähnten Betriebsstörungen, und da sich das Abstreiferschweröl im Vergleich zu Teeröl in der Sumpfphase mit feinverteiltem Kontakt schwer spalten läßt, erscheint es z. Zt. richtiger, den Teerrückstand in der Sumpfphase im geraden Durchgang auf Schwerölüberschuß zu fahren und das Abstreiferschweröl gegebenenfalls über fest angeordneten Kontakt zu spalten. Das in den vorliegenden Versuchen erhaltene Schweröl war dem spezifischen Gewicht, der Viskosität und dem Stockpunkt nach ein ausgezeichnetes Heizöl. Das gleiche wäre nach Zumischung des im Labor entfesteten Abschlamms zu erwarten, das für sich allein einen zu hohen Kokstest aufwies.

In einem weiteren Versuch wurde eine Fahrweise mit abgeändeter Rückstandsaufarbeitung geprüft. Hier wurde der in Menge von 50-60% vom Frischöleingang anfallende Gesamtabschlamm geschleudert, der Schleuderrückstand teils zur Erhaltung einer ausreichenden Kontaktkonzentration zurückgeführt, teils geschwelt und das Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und dem Schwelöl destilliert. Der Versuch ist mit den übrigen Versuchen deshalb nicht ohne weiteres vergleichbar, weil mit so hohem Durchsatz (0,50) gefahren wurde, daß ein Schwerölüberschuß von über 20 % vom Frischöl anfiel. Die Leistung (0,27 neu) war daher für den hohen Durchsatz zu niedrig. In Vergasung sowie Feste- und Asphaltabbau war kein wesentlicher Unterschied zu den mit Abschlammschwelung erhaltenen Ergebnissen bemerkbar. Allerdings liegt nur eine Bilanz von dieser Fahrweise vor. Somit läßt sich als ihr Vorteil nur die Entlastung der Schwelerei erkennen, die durch den Aufwand des Schleuderns erkauft werden muß. Es ist anzunehmen, daß bei Annäherung an das Rückführgleichgewicht, d.h. bei Verringerung des Durchsatzes, auch hier das Gallertigwerden des Abschlamms eingetreten wäre und das Schleudern unmöglich gemacht hätte.

Später wurden mehrere Versuche zur Verarbeitung des gleichen Teerrückstandes auf Schwerölüberschuß mit derselben Art der Verarbeitung durchgeführt<sup>1)</sup>. Dabei hat sich gezeigt, daß das Schleudern des Gesamtabschlammes chemisch nur Nachteile mit sich bringt.

Die Versuche wurden ausgeführt von

Dr. Krönig

gemeinsam mit

gez. Hupfer

Dr. v. Hartmann

" Scheiner

" Hupfer

" Gieg

Untersuchungen führten aus

Dr. Schiffmann

" Meier

" Lemme

" v. Fünser.

1) Zusammenstellung in Arbeit.



Versuchsordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen 1)

<u>Breischlange</u>	gelitert	Anfahrttag
	1055 com	26.10.39
	1165 com	19. 1.40

Ofen gelitetes Reaktionsvolumen 7,61 Ltr.

Neutralisationslinie zwischen Ofen und Abscheider, 45 x 75 x 430,

N 8, elektrisch beheizt

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 26.10. - 12.12.39  
und vom 8.1. - 28. 1.40

Versuchsverlauf.

26.10. Ofen angeheizt; unter 600 atm, 8 000 Ltr. Gas über Dach ent-  
spannt.

Bei 10 MV mit Einlauf: P 1094 (Steinkohlen-Hochtemperaturteer  
Auguste Viktoria) getoppt - 325° v. 11.7.39 + P 1214 (Hibernia-  
Anreibeöl von Rütgers) 70 : 30.

Das Teeröl sollte später durch Abstreiferschweröl ersetzt  
werden. + 5% berechnet auf Frischöl 6612 Ch. 12 (Leuna-Grude  
neutralisiert mit 10 %  $\text{FeSO}_4$  wasserfrei), kolloidal 30%ig in  
P 1214 zum Einfüllbrei.

Dieser Kontakt wurde damals in erster Linie für Pölitz  
in Betracht gezogen. Es wurde mit relativ hoher Kontakt-  
zugabe angefahren, um rasch eine genügende Konzentration  
im Ofen zu erreichen.

Frischöl: Abschlammrückführung 1 : 0,5. Gas 2,5 abm/kg Frisch-  
öl. Frischöldurchsatz 5,0 kg/Std.

Die Temperatur sollte so gefahren werden, daß 5-15 % Neuab-  
schlamm, berechnet auf Frischöl, anfallen. Dabei waren folgen-  
de Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,0 MV <sup>2)</sup>, Ofen 24,6 MV,  
Abscheider 0,7 MV tiefer.

Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt, Schwelöl + Abstreifer  
destilliert auf Bensen - 160°, Mittelöl 160 - 325° und Schwe-  
öl über 325°. Während der Versuche wurde kein Sodabrei in die  
Neutralisationslinie gefahren.

27.10. Kontakt 6612 Ch. 12 zurück auf 2,0 %.

28.10. Ofenhöchsttemperatur vor auf 24,8, 25,0 und dann 25,2 MV,  
Abscheidertemperatur entsprechend.

Der Abschlamm sah sehr schlecht aus und fiel in großen  
Mengen an (90 - 100 % vom Frischöl).

1) vgl. z.B. Zusammenstellung 19 8131 v. 2.1.42 (K 1180 au Bi + Mi)  
2) Klementemperatur 40°.

Durchsatz zurück auf 4,5, dann 4,0 kg Frischöl/Std.  
Höchsttemperaturen weiter vor auf Ofen 25,4 MV, Abscheider  
24,7 MV.

Die bisherigen Temperaturerhöhungen hatten noch nicht  
genügt.

30.10.

Kontakt 6612 Ch. 12 zurück auf 1 %, dazu 1 % (auf Frischöl)  
6612 Ch. 16 (aktivierte Grude), 25%ig kolloidal in eigenem  
Abstreiferschweröl.

Der Kontakt 6612 Ch. 12 hatte sich für sich allein als  
nicht genügend aktiv erwiesen.

Höchsttemperaturen zurück auf Ofen 25,2 MV, Abscheider 24,5 MV.

Die Erhöhung der Temperatur von 25,2 auf 25,4 MV hatte  
keine Verbesserung der Abschlamfarbe und der Abschlam-  
prozente erbracht, sondern nur der Gasdichtedifferenz  
nach zu einem ruckartigen Anstieg der Vergasung geführt.

Abschlammrückführung zurück auf 1 : 0,3.

Die ruhige Ofenlage ließ dies zu.

Mit eigenem Abstreiferschweröl.

31.10.

Gasmenge vor auf 3 cbm/kg Frischöl.

Hiermit sollte ein stärkeres Überdestillieren von  
Abstreifer erreicht werden.

Umgestellt auf 1 % Kontakt 5475 Ch. 16 (aktivierte Grude mit  
2 % Molybdänoxid) kolloidal 25 %ig im Abstreiferschweröl  
anstelle von 6612.

Die Eisen-Grude-Kontakte waren nicht genügend aktiv  
gewesen.

1.11.

Schwerölrückführung vor auf 65 : 35.

Es war zuviel Schweröl angefallen.

Durchsatz zurück auf 3,5 kg Frischöl/Std.

Die Abschlammprozente lagen immer noch zu hoch.

2.11.

Kat. 5475 vor auf 2 %.

Mit den bisherigen Maßnahmen konnten Abschlammprozente  
unter 20 nicht erreicht werden.

Durchsatz zurück auf 3,2 kg/Std.

3.11.

Durchsatz zurück auf 3,0 kg/Std.

Der Abschlammanfall war unverändert hoch.

Schwerölrückführung vor auf 60 : 40.

Es fiel zuviel Abstreiferschweröl an.

4.11.

Höchsttemperaturen vor auf Ofen 25,4 MV, Abscheider 24,7 MV.

Die Abschlammprozente lagen zwischen 45 un. 50.

5.11.

Kat. 5475 vor auf 3 %.

Die Temperaturerhöhung des Vortages hatte den Abschlam-  
anfall nur auf rd. 33 % gedrückt.

6.11.

abc Bilanz Nr. 1.

9.11.

Stopfbüchse an Abscheiderrührer undicht. Daher umgestellt auf 01 (P 1094 + P 1214) 60 : 40 ohne Kontakt und kaltgefahren. Ofen 3 mal leergeschlammt, ging gut.

Abschlamm-Mengen	I	II	III
Ofen	9 500	8 910	9 300
Abscheider	1 380	1 560	1 420

Den Mengen und den Analysen <sup>1)</sup> nach war der Ofen sauber.

10.11.

Nach Beendigung der Reparatur Ofen angeheizt. Unter 600 atm, 8 000 Ltr. Nullgas über Daoh.

Bei 13,5 MV mit Einlauf: Mischung und Bedingung wie vor dem Abstellen.

11.11.

Schwerölrückführung zurück auf 70 : 30.

Der Schwerölvorrat war zurückgegangen.

12.11.

Durchsatz vor auf 3,5, dann auf 4,0 kg Frischöl/Std.

Nach dem Wiedereinfahren wurden nach Erreichen der vorgeschriebenen Ofentemperatur die Abschlammprocente negativ. Es wird angenommen, daß sich in der Fahrzeit mit dem Eisenkontakt der Ofen mit inaktiven Massengefüllt hatte, die durch das Spülen und Leerschlammen beseitigt worden sind.

Höchsttemperaturen zurück auf Ofen 25,2 MV, Abscheider entsprechend.

Die Abschlammprocente waren immer noch negativ gewesen.

Schwerölrückführung zurück auf 80 : 20.

Entsprechend dem Anfall.

Kat. 5475 zurück auf 2 %.

Um mehr Abschlamm zu erhalten.

Durchsatz wieder zurück auf 3,5 kg/Std.

In der letzten Schicht war wieder sehr viel (40 %) Abschlamm angefallen, möglicherweise s. Teil infolge einer vorangegangenen Verstopfung des Schwanenhalses, die durch Durchblasen beseitigt wurde.

13.11.

Schwerölrückführung vor auf 70 : 30.

Der Schwerölvorrat stieg wieder.

1)

Analysen	Festes %	Asche im Festen %	s-Asphalt in Öl %
Ofenabschlamm I	7,7	33,8	15,5
Kaltfahröl I	6,1	5,7	15,3
Ofenschlamm III	3,1	11,7	9,1
Kaltfahröl III	4,2	4,7	8,8

620

14.11. Schwerölrückführung weiter vor auf 60 : 40.  
Kat. 5475 zurück auf 1 %.

Die gute Farbe des Abschlamms schien dies zuzulassen.  
Schwanzhals entfernt.

Stetlich fielen wieder große Abschlammmengen an. Bei dem geringen Anfall schien sich der Schwanzhals langsam vollzustellen, um dann spontan auf einmal abzulassen. Die schlechtere Lage des Ofens wurde wohl außer durch die Verringerung der Kontaktzugabe durch die Erhöhung der Schwerölrückführung verwechselt. Während der Asphaltabbau der Abschlammparbe nach gut war, war die Spaltung des Hochtemperaturtees schlecht. Es dürfte daher zweckmäßiger sein, ihn auf Schwerölüberschuß zu fahren.

Durchsatz zurück auf 3,0 kg Frischöl/Std.. Kat. 5475 wieder vor auf 2 %.

Die Abschlammprozente hatten über 30 gelegen.

15.11. Kurzzeitig Druckdifferenz von 130 atm zwischen Gaseingang und Ofen, die von selbst wieder verschwand.

Ein Grund für diese Störung wurde nicht gefunden.

16.11.

abc Bilanz Nr. 2.

17.11. Ofenhöchsttemperatur vor auf 25,5 MV, Abscheider entsprechend.  
Durchsatz vor auf 4 kg/Std.

Es sollte geprüft werden, ob sich bei höherer Temperatur ein höherer Durchsatz fahren läßt.

Schwerölrückführung zurück auf 65 : 35.

Der Schwerölvorrat nahm ab.

Druckdifferenz von 60 atm hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, wurde durch verstärkte Wasserspülung beseitigt.

Ursache waren offenbar Ammonsalze.

18.11. Die Druckdifferenz wiederholte sich, wurde wieder mit H<sub>2</sub>O behoben.

19.11. Wiederauftreten der Druckdifferenz mit 30 atm. Die Spülung in der Ausgangsleitung hinter dem Abscheider wurde auf 2 x 50 g Wasser je Schicht verdoppelt.

Die Verstopfung lag vermutlich schon vor dem Abstreifer.

Trotzdem wiederholte sich die Druckdifferenz noch einmal mit 40 atm.

20.11. Höchsttemperaturen vor auf Schlange 24,8 MV, Ofen 25,8 MV, Abscheider 25,1 MV.

Diese Verarbeitungstemperatur erschien für das hocharomatische Produkt möglich. In Welheim wurde es ebenso gefahren.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider erhöht auf 1 x 50 g/Std.

Zur Vermeidung der häufigen Druckdifferenzen und wegen des hohen N-Gehaltes des Frischöls.

21.11. Mit filtriertem Abstreiferschweröl.

Unfiltriertes Schweröl hatte in früheren Versuchen Verstopfungen der Pumpenleitungen, möglicherweise durch feste Aromaten, ergeben.

Gas zurück auf 2 cbm/kg Frischöl.

Die in die Kalkulation eingesetzte Gasmenge sollte eingestellt werden.

Durchsatz zurück auf 3,7 und 3,4 kg/Std.

Die verminderte Destillationswirkung des Abscheiders infolge der Zurücknahme des Gases hatte Abschlammanfall zum Steigen gebracht. Möglicherweise wurde auch die Spaltwirkung mit vermindertem H<sub>2</sub>-Teildruck geringer.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem Abscheider vor auf 1 x 100 g/Std..

Am Vortage hatte das Abwasser große Mengen Cl (52 g/kg) enthalten.

22.11. Gas vor auf 2,5 cbm/kg Frischöl.

Mit der niedrigen Gasmenge waren die Abschlammprozente nicht zu halten.

Mit Kat. 5475 Ch. 12. anstelle von Ch. 16. Kontaktmenge zurück auf 1,5 %.

Die bisherige Kontaktsorte und -menge war zu teuer.

Abschlammprozente zurück auf 6-12.

Die Herausnahme von Neuschlamm sollte entsprechend der Zurücknahme der Kontaktzugabe vermindert werden.

Gasmenge vor auf 3,0 cbm/kg Frischöl.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Ofentemperatur kurzzeitig hoch auf 26,8 MV.

23.11.

Standstörung am Abscheider. Das Produkt wurde dunkel. Verstärktes Spülen des Druckausgleichs nach oben und unten, sowie Entschlammn auf Gas bei geschlossenem Druckausgleich brachten zunächst keinen Erfolg. Erst nach Zurücknahme von Temperatur und Druck wurde durch diese Maßnahmen die Störung beseitigt. Nach Erhöhen des Druckes auf 600 atm trat sie swar nochmals auf, ließ sich aber durch Spülen beheben.

Durch das Hochgehen der Temperatur am 22.11. war der Ofeninhalt stark eingedickt. Der dicke Schlamm, der nicht mehr sämig floß, sondern gallertartige Konsistenz angenommen hatte, konnte von der Förderschnecke des Abscheiders nicht mehr richtig bewältigt werden, sodaß der Stand nicht mehr funktionierte.

Wasserspülung in dem Druckausgleich verdoppelt auf 4 x 50 g/Schicht.

Es bestand die Möglichkeit, daß auch Ammonsalzablagerungen an der Standstörung mitgewirkt haben könnten.

24.11. Durchsatz zurück auf 3,1 kg Frischöl/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Abschlammprozente vor auf 8-14.

Der Abschlammm war so dickflüssig, daß neue Standstörungen zu befürchten waren, obwohl die Festkonzentration nicht sehr hoch war. Der Abschlammm schien schon bei 15 % Festem gallertartig zu werden.

Abschlammrückführung vor auf 1 : 0,5.

Der Abschlammanfall war sehr ungleichmäßig, auch lag der Ofen etwas unruhig.

25.11. Mit P 318 (dickes Anthracenöl) anstelle von Abstreiferschwerölrückführung.

Durch das Kotzen des Ofens bei den Standstörungen war zuviel Produkt verloren gegangen, sodaß das Abstreiferschweröl nicht ausreichte. Nach Einsatz des P 318 konnte die Temperatur von 25,8 auf 25,3 MV zurückgenommen werden, ohne daß der Abschlammanfall stieg. Dies zeigt deutlich, daß sich das Teeröl besser spalten läßt als das rückgeführte Abstreiferschweröl, obwohl das letztere wasserstoffreicher ist.

26.11. Wieder mit Abstreiferschwerölrückführung.

Standstörung am Abscheider, durch verstärktes Spülen behoben.

27.11. Abschlammprozente vor auf 9-15.

Der Abschlammm wurde dickflüssig, sobald die Menge unter 9% sank.

28.11.

abc

Bilanz Nr. 3.

29.11. Abschlammprozente vor auf 45-55.

Neue Aufarbeitung: Abschlammm geschleudert. Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und Schweröl destilliert auf Benzin  $-160^{\circ}$ , Mittelöl  $160 - 325^{\circ}$  und Gesamtschweröl über  $325^{\circ}$ . Der Schleuderrückstand wird teilweise in den Ofen zurückgeführt, der Rest geschwelt.

Die Rückführung von Schleuderrückstand sollte die Kontaktkonzentration im Ofen erhöhen, wobei vorausgesetzt wurde, daß der einmal durch den Ofen gegangene Kontakt noch eine gewisse Aktivität aufweist.

Durchsatz vor auf 4,0 kg Frischöl/Std.

Während der Umstellung auf die neue Fahrweise durch Senken der Temperatur zur Einstellung der hohen Abschlammprozente sollte die Leistung nicht zu sehr absinken.

Mit 0,1 % Kat. 6709 ( $\text{Na}_2\text{S}$ , Sulfigren).

Es sollte versucht werden, hierdurch das Chlor zu neutralisieren und so vielleicht die Zugabe des an sich wegen der starken Korrosion notwendigen Kat. 2182 (Soda) einzusparen. Dabei wurde erwartet, daß das Natriumsulfid den Grube-Molybdän-Kontakt nicht nur nicht schädigt, sondern vielleicht sogar wie bei der Kohlehydrierung günstig wirkt.

- 30.11. Mit Rückführung Frischöl : Schleuderrückstand 1 : 0,1.  
Abschlammrückführung zurück auf 1 : 0,4.

Die Zugabe von Schleuderrückstand ermöglicht die Zurücknahme.

Mit P 318 zum Schweröl.

Durch die Umstellung auf die neue Aufarbeitung war der Vorrat an Schweröl zu knapp geworden.

- 1.12. Rückführung von Schleuderrückstand zurück auf 1 : 0,05.  
Rückführung von Abschlamme vor auf 1 : 0,45.

Es fiel noch zu wenig Schleuderrückstand an, da sich das Gleichgewicht sehr langsam einstellte.

- 2.12. Da sich das Wasser aus dem Produkt nicht ohne weiteres abtrennen ließ, wurde die Abtrennung nur mit „Spalter II“ vorgenommen.

Die Wasserabtrennung wurde schwierig, als das spezifische Gewicht des Anfallproduktes infolge der Durchsatzhöhung von 0,986 auf 0,996 stieg. Im Laborversuch ließ sich der Abstreifer durch Behandlung mit 1,5 % Spalter II (Dismulgan) in 2 Stunden vollkommen von Wasser (7,4 %) befreien. Hier konnte dieser Effekt durch Zugabe von 2 % einer 5%igen wässrigen Lösung zum Produkt bestätigt werden. Das Wasser setzte sich recht gut ab.

Mit reinem Gesamtschweröl ohne P 318.

Es war nur genügend Schweröl vorhanden.

Mit kolloidal gemahlenem Schleuderrückstand.

Der nicht gemahlene Rückstand verteilte sich nur schwer im Frischöl.

- 3.12. Rückführung von Schleuderrückstand vor auf 1 : 0,07, von Abschlamme zurück auf 1 : 0,43.

Der Vorrat an Schleuderrückstand war angestiegen. Es wurde jeweils der neueste Rückstand zurückgeführt und der ältere geschwält.

- 4.12. Rückführung von Schleuderrückstand weiter vor auf 1 : 0,09, von Abschlamme zurück auf 1 : 0,2.

Letzteres erschien zulässig, da mit dem Gesamtschweröl nun weniger verdampfende Anteile in den Ofen gingen.

- 5.12. Ohne Abschlamme rückführung.

Der Ofen hatte sich inzwischen mehr dem Gleichgewicht genähert, d.h. das Gesamtschweröl enthielt immer mehr schwerflüchtige Anteile.

Rückführung von Schleuderrückstand, der nicht mehr kolloidal gemahlen wurde, vor auf 1 : 0,1.

Der Vorrat an Rückstand war nur genügend groß. Da das kolloidale Mahlen schlecht ging, wurde nun der Schleuderrückstand mechanisch mit Frischöl 1:1 verrührt und dann zur Einfüllmischung gegeben.

- 6.12. Rückführung von Schleuderrückstand vor auf 1 : 0,12.

Mit nicht filtriertem Schweröl.

Das Gesamtschweröl konnte infolge seiner Dickflüssigkeit nicht mehr filtriert werden.

Die Wasserabtrennung mit dem „Spalter II“ ging nicht mehr, auch nicht bei Zusatz des Spalters am Ende der Schicht statt wie bisher stündlich.

Die Laborversuche gaben keinen Hinweis auf derartige Schwierigkeiten.

7.12. Druckdifferenz hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, durch Wasserspülung beseitigt.

Offensichtlich handelte es sich wieder um Ammonsalze.

Ofen (E<sub>5</sub> und E<sub>6</sub>) vorübergehend hoch auf 26,7 MV infolge Unachtsamkeit der Bedienung.

Rückführung von Schleuderrückstand zurück auf 1 : 0,10.

Das Verhalten des Dichteschreibers ließ darauf schließen, daß mit höherer Rückführung die Vergasung zu stark ansteigt.

Der untere Teil und der Ablauf des Produktsammelgefäßes wurden beheizt. Der Ablaufhahn wurde direkt an das untere Ende des Trichters gesetzt (bisher saß er an einem Krümmer) und der Führer bis in den Hahn hinein verlängert. Dadurch verbesserte sich die Wasserabtrennung etwas.

8.12. Frischöldurchsatz zurück auf 3,7 kg/Std.

Die Abschlammprozente sollten eingehalten werden, ohne die Temperatur (z. Zt. 25,4 MV) ausfahren zu lassen.

Der Schlamm wurde während dieser Versuchszeit trotz der Rückführung von Schleuderrückstand nie gallertig.

9.12. Schwerölrückführung vor auf 60 : 40.

Der Schwerölanfall war entsprechend gestiegen.

10.12.

abc

Bilanz Nr. 4.

Produktsammelgefäßheizung auf Dampf umgestellt.

Die Wasserabtrannung besserte sich dadurch auch nicht. Bisher war mit Mischwasser beheizt worden.

11.12.

Mit 1,5 % Kat. 6612 Ch. 12 30%ig kolloidal in P 1214 anstelle des Kat. 5475.

Da nicht genügend Molybdän zur großbetrieblichen Verarbeitung von Pech zur Verfügung steht, sollte geprüft werden, ob bei der neuen Fahrweise mit Grube-Eisen-Kontakt befriedigende Ergebnisse erhalten werden können.

12.12.

Versuche abgebrochen, da auf Anordnung von Dr. Pier auf Schwerölüberschuß gefahren werden sollte.



8.1.40 Nachdem vorher P 1094 auf Schwerölbüberschuß mit einem titanhaltigen Kontakt gefahren worden war, sollte dieser Kontakt auch für die normale Fahrweise auf Benzin + Mittelöl, d.h. mit Schwelung einer geringen Menge Abschlamme, erprobt werden.  
Frischöldurchsatz 4,5 kg/Std.

Es wurde erhofft, daß der neue Kontakt diesem hohen Durchsatz zulassen würde.

1,5 % Kat. 7509 Ch. 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 30%ig im Abstreiferschweröl zum Frischöl gegeben. Abschlammrückführung 1 : 0,5, Schwerölrückführung 65 : 35. Hierzu einmaliger Einsatz von Abstreiferschweröl aus dem vorhergegangenen Versuch 150 kg. Gas 3 obm/kg Frischöl.

Die Temperaturen waren so zu fahren, daß 4-10 % Neuabschlamm, berechnet auf Frischöl, anfielen. Hierbei waren folgende Höchstgrenzen einzuhalten: Schlange 24,8 MV, Ofen 25,8 MV, Abscheider 25,1 MV. Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin - 135°, Mittelöl 135/325° und Schweröl über 325°.

9.1. Durchsatz zurück auf 4,2, dann auf 3,9 kg Frischöl/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Abschlammprozente vor auf 6-12.

Der Abschlamme fing an, zu dick zu werden.

10.1. Frischöldurchsatz zurück auf 3,6, dann 3,3 kg/Std.

Zur Einhaltung der Abschlammprozente.

Schwerölrückführung zurück auf 67 : 33.

Der Schwerölvorrat nahm ab.

11.1. Durchsatz weiter zurück auf 3,1 kg/Std.

Der Abschlammanfall war zu hoch.

Abschlammprozente vor auf 8-14.

Der Abschlamme war wieder gallertig geworden wie immer dann, wenn Abstreiferschweröl zurückgeführt wurde, während zu Beginn des Versuches, solange noch in geradem Durchgang gefahren wurde, der Abschlamme gut dünnflüssig war.

Mit filtriertem Abstreiferschweröl.

Gründe s. 21.11.39.

Schwanenhals abmontiert.

Der gallertige Abschlamme floß schwer ab, sodaß zur diskontinuierlichen Abschlammentnahme übergegangen werden mußte.

12.1. Durchsatz zurück auf 2,9 kg/Std.

Die Abschlammprozente lagen an der oberen Grenze.

Kurzandauernde Druckdifferenz von 20 atm zwischen Gasleitung und Ofen, die von selbst zurückging. Infolge der Differenz wurde das Produkt dunkel, und bei der gallertigen Beschaffenheit des Abschlammes war der Stand nur schwer wieder in Ordnung zu bringen.

Grund der Druckdifferenz war vermutlich eine Verstopfung der Nullgasleitung vor dem Ofen mit Eis.

Erneute Standstörung am Abscheider.

13.1. Temperatur und Druck zurückgenommen und Standschauflas vom 10 Ltr.-Gefäß ausgewechselt.

Das Schauglas, das durch das Kotzen des Abscheiders verschmutzt war, konnte während des Betriebes nicht mehr gereinigt werden.

Druck wieder erhöht auf 600 atm, Temperatur vorgefahren. Zeitweilig traten erneute Druckschwankungen in der 600 atm-Leitung auf.

14.1. Durchsatz zurück auf 2,7, dann auf 2,5 kg.

Es fiel zuviel Abschlam an, und die Temperatur sollte der Vergasung wegen niedrig gehalten werden.

Erneute mehrfache Standstörungen am Abscheider mit Überkochen des Ofens.

15.1. Abschlamprozente vor auf 10-15.

Der Abschlam fiel immer noch gallertig an und führte zu Standstörungen.

Wieder kleine Druckschwankungen in der 600 atm-Leitung. Frischöldurchsatz zurück auf 2,0 kg/Std.

Die Abschlamprozente hatten sich nicht einhalten lassen.

16.1. Obwohl der Stand einwandfrei funktionierte, wurde das Produkt dauernd dunkel.

Es war danach anzunehmen, daß der Abscheider durch das häufige Kotzen vollgeklebt, d.h. verengt war. Da außerdem die Leistung des Ofens auf ein untragbares Maß abgesunken war, bestand der Verdacht, daß auch der Ofen bzw. der Ofenrührer Ansätze hätte.

Umgestellt auf Öl: Schleuderoil von Fahren auf hohe Abschlamprozente und kaltgefahren. Ofen 3 mal leergeschlammt, ging gut.

Abschlam-Mengen	I	II	III
Ofen	9 030	7 980	9 630
Abscheider	1 050	1 050	2 410

Den Mengen und den Analysen <sup>1)</sup> nach hatte keine Asche-Absitzen im Ofen stattgefunden.

1)

	Festes %	Asche % v. Festen	s-Asphalt % v. Öl
Kaltfahröl	6,4	23,5	6,0
Ofenabschlam I	7,6	41,4	4,5

17.-19.1. Abscheiderrührer und Förderschnecke waren sauber. Nur in dem Bodenraum, wo sich Abscheiderrührer und Förderschnecke treffen, fand sich etwas Dreck.

Es bleibt somit nur die Erklärung, daß der Inhalt des Ofens und des Abscheiders sich mit Asphalten angereichert hatte, daß einerseits dem Frischöl nur unzureichender Reaktionsraum zur Verfügung stand und andererseits der Abscheider aus Mangel an Raum leicht zum Überlaufen kam.

Die Breischlange wurde ausgebaut und zu 575 cm gegen 1055 cm beim Einbau gelitert, die neue Schlange zu 1165 cm.

20.1. Ofen angeheißt, unter 600 atm, 5000 Ltr. Gas über Dach entspannt. Bei 12 MV mit Einlauf P 318 (Anthracenöl dick).

21.1. Bei 19 MV umgestellt auf Einfüllmischung wie vor dem Abstellen.

Zum Hochfahren wurden die noch vorhandenen fertig angeriebenen Mischungen verwendet, um Frischöl zu sparen.

Frischöldurchsatz 3,0 kg/Std., Abschlammprozente 8-14, übrige Bedingungen wie vor dem Abstellen.

Es wurden gleich der Durchsatz und die Abschlammprozente so festgelegt, wie sie mit dem vorgesehenen Grude-Molybdän-Kontakt erwartet wurden.

22.1. Mit 1,5 % Kat. 5475 Gh. 12 anstelle des 7509.

23.1. Höchsttemperatur der Schlange zurück auf 24,5 MV.

Die Volumenabnahme der am 17.1. ausgebauten Schlange war anormal hoch gewesen, und es wurde vermutet, daß dies auf zu hohe Beheizung zurückgeführt werden müsse.

Durchsatz zurück auf 2,7 kg Frischöl/Std.

Bei ausgefahrener Temperatur hatten sich die Abschlammprozente nicht einhalten lassen. Außerdem lag hierbei der Gasdichtedifferenz nach die Vergasung zu hoch.

24.1. Durchsatz erneut zurück auf 2,4 kg/Std.

Aus den gleichen Gründen wie am Vortage.

Abschlammprozente vor auf 10-16.

Der Abschamm fing an, dick und gallertig anzufallen.

25.1. Standstörung des Abscheiders mit Überketzen, durch Spülen behoben.

Ursache war offensichtlich wieder der gallertige Abschamm. Zeitweise Druckdifferenz von 150 atm zwischen Schlangeneingang und Ofenkopf. Die Motorpumpe am Ofen unten hatte 200 atm Überdruck.

Deshalb wurde angenommen, daß die Verstopfung am unteren Ofendeckel lag.

Nach Ausschalten des Ofens verschwand die Differenz von selbst.

Ob die Druckdifferenz mit dem gallertartigen Zustand des Ofeninhaltes zusammenhing, ist nicht mit Sicherheit festzustellen. Es wurde angenommen, daß der Ofen und die Schlange durch die Störung nicht geschädigt wurden.

26.1. Schwerölrückführung vor auf 63 : 37.

Es fiel mehr Schweröl an, als eingefahren wurde.

Abschlammprozente vor auf 12-18.

Der Abschlamm war immer noch gallertig angefallen. Dies trat stets ein, wenn der Abschlammfall unter 15 % sank.

27.1.

abc

Bilanz Nr. 5.

28.1.

Da die Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl recht mäßige Ergebnisse gezeitigt hatte, selbst unter Verwendung des Molybdänkontaktes, wurde die Versuchsreihe abgeschlossen und auf Schwerölüberschuß weitergefahren.

Versuchsergebnisse.A. Fahrweise mit Schwelung des Neuabschlammes.Bilanz Nr. 1.

Es wurde Molybdän auf aktivierter Grude, der z. Zt. wirksamste Sumpffasekontakt, in der sehr hohen Menge von 3 % auf Frischöl verwendet. Der Durchsatz lag bei 0,42, die Temperatur bei 483°. Hierbei wurde eine Neuleistung von 0,30 erzielt. Da mehr Schweröl gespalten wurde, als anfiel, hätte der Durchsatz noch etwas erhöht werden können. Die Vergasung lag mit 23,7 % verhältnismäßig hoch. Asphaltabbau (99,3 %) und Abbau des organischen Festen (95,6 %) waren sehr befriedigend.

Bilanz Nr. 2.

Die Kontaktmenge wurde auf 2 % vermindert. Auch die Temperatur (480°) und der Durchsatz (0,40) lagen etwas niedriger. Die Ergebnisse blieben praktisch unverändert, was darauf schließen läßt, daß der Feerrückstand gegen Temperaturänderungen in diesem Bereich nicht sehr empfindlich ist, und daß eine Steigerung der Kontaktmenge über 2 % hinaus keinen Nutzen bringt. Die Vergasung sank mit der Temperatur auf 21,8 %.

Bilanz Nr. 3.

Anstelle der aktivierten Grude Ch. 16 diente jetzt Grude Ch. 12 als Kontaktträger. Die Kontaktmenge wurde auf 1,5 % gesenkt, die Schwerölrückführung auf 65 : 35. Die Abschlammrückführung war auf 1 : 0,5 gegen bisher 1 : 0,3 erhöht worden. Die Reaktions-temperatur betrug wieder 483° wie bei Bilanz 1. Auf etwas geringere Aktivität der nicht neutralisierten Grude deuten hin das Sinken des Asphaltabbaues (98,4 %), des Festeabbaues (85,3 %), sowie des Schwerölunterschusses. Die Neuleistung blieb nahezu gleich. Die Vergasung war mit 22,6 % zwar, wie zu erwarten, höher als die von Bilanz 2, jedoch deutlich niedriger als die von Bilanz 1; vermutlich ist hierin ein Unterschied der Kontaktwirkung zu sehen.

Bilanz Nr. 5.

Die Bilanz 5 sollte die Werte der Bilanz 3 bestätigen, wobei als einzige Änderung die Zugabe von 0,1 % Na<sub>2</sub>S zur Neutralisation des Chlors vorgesehen war. Es gelang jedoch nicht, die früher erhaltenen Ergebnisse wieder einzustellen. Vielmehr mußte zur Einhaltung der Abschlammpromille der Durchsatz schrittweise bis auf 0,31 herantgesetzt werden. Die Ofentemperatur betrug 481°. Wie bei der Durchsatzzurücknahme vorausgesehen war, sank die Leistung auf 0,24, und der Schwerölunterschuss stieg. Asphalt- und Festeabbau lagen in der Nähe der Resultate von Bilanz 1 und 2. Die Vergasung nahm mit 25,8 % einen sehr ungünstigen Wert an, die übrigens mit der Änderung der Gasdichtedifferenz in Einklang steht. Wie die vorhergegangenen häufigen Standstörungen und die gallertige Beschaffenheit des Abschlamms vermuten lassen, haben im Ofen irreguläre Zustände vorgelegen. Daß in Bilanz 3 bei gleichfalls gallertigem Abschlammanfall bessere Ergebnisse erhalten wurden, ist vielleicht darauf zurückzuführen, daß 2 Tage vorher aus Mangel an Abstreiferschwerölrückführung mit Anthracenöl gefahren worden war, das möglicherweise den Ofen vor der Bilanz reinigte.

Beschaffenheit des Abschlamms.

Wie die Erwähnung der zahlreichen Absohlerstandstörungen im Versuchsbericht und überdies die Auswertung der Bilanz 5 erkennen läßt, war eine einwandfreie Verarbeitung des Teerrückstandes zeitweise infolge der gallertigen Konsistenz des Abschlamms nicht möglich. Zur Klärung der Ursache dieser Erscheinung sind folgende Beobachtungen heranzuziehen:

- 1.) Das Gallertwerden trat dann auf, wenn die Anfallmenge des neugebildeten Abschlamms weniger als 15-20 % auf den Frischöleingang bezogen ausmachte. Eine bestimmte Eindickung des Abschlamms war also Voraussetzung.
- 2.) Der Abschamm wurde nur dann gallertig, wenn mit Rückführung von Abstreiferschweröl gefahren wurde. Wenn zu Beginn eines Versuches oder im Verlauf eines solchen aus Mangel an Abstreiferschweröl mit schwerem Teeröl verdünnt wurde, fiel der Abschamm dünnflüssig an.
- 3.) Wie die Betrachtung unter dem Mikroskop zeigte, enthielt der gallertige Abschamm feinst verästelte Teilchen, während ein normaler Abschamm grobflockige bzw. grobkörnige Festeteilchen aufweist. Das mit heißem Benzol isolierte Festes aus gallertigem Abschamm hatte gleichfalls das normale körnige Aussehen.
- 4.) Obwohl das Verhalten der Apparatur darauf schließen ließ, daß der Ofen und der Abscheider an Volumen verlieren hätten, wurden beide nach dem Abstellen und Spülen am 16.1.40 sauber gefunden.

Diese Erscheinungen lassen sich am swanglosesten durch die Annahme erklären, daß unter den hier eingestellten Bedingungen Ausflockungen von Asphalt durch das anhydrierte Schweröl eintraten, die zu der gallertigen Konsistenz des Abschlamms führten.

Dieser Befund überrascht insofern, als der Asphaltabbau mit 98-99 % sehr gut war. Es muß sich daher wohl um den letzten Rest an höchstmolekularen Asphalt handeln, die der Hydrierung den größten Widerstand entgegensetzen. Außerdem spielen vielleicht beim Aufbau des Gels auch harzartige Körper eine Rolle, die bei der s-Asphaltbestimmung nicht erfaßt werden. Weiter ist zu vermuten, daß eine Anreicherung von ausgeflockten Asphalt sowohl im Abscheider möglich war und dort Standstörungen verursachte, wie auch im Ofen, dessen Ergebnisse hierdurch auch dann in irregulärer Weise verschlechtert wurden, wenn der inaktive Ofeninhalt noch nicht verkokt war, sondern sich durch Spülen mit Teeröl noch entfernen ließ. Diese Asphaltausflockungen haben vielleicht auch an dem übermäßigen Verkrusten der Verheißschlange (17.1.40) und an den gelegentlich auftretenden Druckdifferenzen zwischen Schlange und Ofen Schuld.

B. Fahrweise mit Schleudern der Abschlamme (Bilanz 4).

Weiterhin wurde eine neuartige Fahrweise geprüft. Hierbei wurde der gesamte Abschamm geschleudert, der Schleuderrückstand geschwelt und das Schleuderöl zusammen mit dem Abstreifer und dem Schwelöl destilliert. Außer dem Gesamtschweröl wurde Schleuderrückstand 1 : 0,1 zurückgeführt. Hierdurch gingen soviel schwere Anteile in den Ofen, daß auf die Abschammrückführung verzichtet werden konnte. Die neue Fahrweise ließ als Vorteile eine Verminderung der zu schwelenden Mengen und damit geringen Ölverluste erwarten. Als nachteilig waren anzusehen:

Die stärkere Belastung des Hochdrucks mit schwerverdaulichen Bestandteilen, die bei der normalen Aufarbeitung der Schwelung anheimfallen; das zusätzliche Schleudern einer großen Menge Abschamm; die Destillation eines asphalt- und festehaltigen Ölgemisches anstelle des sauberen Abstreifers.

Leider sind die erhaltenen Ergebnisse der Bilanz 4 mit denen der anderen Bilanzen insofern nicht ohne weiteres vergleichbar, als mit wesentlich höherem Durchsatz (0,50) gefahren wurde. Es ist infolgedessen nicht möglich, festzustellen, wieweit eine Verschlechterung auf die Erhöhung des Durchsatzes und wieweit sie auf die Änderung der Rückstandsaufarbeitung zurückzuführen ist.

Die Leistung war mit 0,27 neu für den hohen Durchsatz zu niedrig. Für Vergasung, Festeabbau und Asphaltabbau wurden trotz des hohen Durchsatzes annähernd gleiche Werte wie in Bilanz 3 gefunden.

Der Abschamm fiel nicht gallertig an, obwohl der Neuanfall an Abschamm nur rd. 15 % auf Frischöl bezogen erreichte. Indessen lagen insofern grundlegend andere Verhältnisse als bei den früheren Versuchen vor als hier, wenn auch nicht absichtlich, auf 27,5 % Schweröl im Gesamtölgewinn gearbeitet wurde, d.h. das Rückführgleichgewicht war nicht erreicht. Außerdem war das bei dem hohen Durchsatz erhaltene Abstreiferschweröl möglicherweise noch genügend aromatisch, um die Asphalte in Lösung zu halten.

Der Wasserstoffverbrauch nahm der Elementarbilanz nach von 7,7 % (auf Reinfrischöl) auf 5,2 %, d.h. um rd. 30 % ab und lag damit in der Nähe des Verbrauches von Welheim. Dementsprechend waren die Öle weniger weit raffiniert und schwerer und enthielten mehr O, N und S. Das Benzin -160° lag im Aromatengehalt und im Klopfwert ein wenig höher.

Insgesamt gesehen hat die Fahrweise auf Benzin und Mittelöl mit Schleudern des Abschammes keine vielversprechenden Resultate geliefert. Vermutlich würde sie das Gallertigwerden des Abschammes bei Einstellung des Rückführgleichgewichtes auch nicht verhindern. Damit würde aber das Schleudern unmöglich. Ob sich die Fahrweise mit molybdäufreien Kontakten realisieren ließe, die bereits bei Schwelung des Abschammes, d.h. bei weitergehender Entlastung des Hochdruckes in ihrer Aktivität nicht zu genügen scheinen, ist überdies fraglich.

7. Weitere Beobachtung n.

Eigenschaften des Anfalls.

Das Abstreiferschweröl wäre dem spezifischen Gewicht, der Viskosität und dem Stockpunkt nach ein ausgezeichnetes Heizöl, ebenso das mit Benzol entfestete Abschlamöl. Letzteres hat indessen für sich allein infolge seines Asphaltgehaltes einen zu hohen Kokstest.

Wie bei gelegentlichem Einsatz wieder einmal bestätigt wurde, spaltet ein schweres Teeröl besser als Abstreiferschweröl, obwohl es wasserstoffärmer ist.

Verarbeitungsbedingungen.

Infolge des verhältnismäßig hohen Stickstoffgehaltes des Teerrückstandes traten verschiedentlich Druckdifferenzen in der Ofengasableitung durch Ammonsalzablagerungen auf. Die Wasserabspülung war deshalb zu erhöhen.

Wegen der Schwere der anfallenden Öle ist zur Erzielung einer ausreichenden Destillationswirkung im Abscheider eine verhältnismäßig hohe Menge an Trägergas nötig. Die untere Grenze des Eingangsgases lag hier bei 3 cbm/kg Frischöl; mit 2 und 2,5 cbm fiel zuviel Abschlam an. Möglicherweise hat hierzu auch beigetragen, daß sich die Spaltwirkung mit sinkendem H<sub>2</sub>-Teildruck etwas verminderte.

Da das spezifische Gewicht des Abstreifers in der Nähe von 1,0 lag, ließ sich das Wasser schwer abtrennen. Es wurde zeitweise versucht, die Emulsion mit „Spalter II“ (Dismulgan II) zu zerstören. Diese Maßnahme brachte einen gewissen Erfolg, wenn auch der im Labor erzielte Effekt sich nicht voll reproduzieren ließ.

Die Rückführung von Schleuderrückstand schien sich ungünstig auf die Vergasung auszuwirken, wenn eine bestimmte Grenze (1: 0,1) überschritten wurde.

Kontakte.

Mit dem Grude-Eisen-Kontakt 6612 Ch. 12 wurde nur wenige Tage zu Beginn der Versuchsreihe gefahren. Er erwies sich als nicht genügend wirksam bei allerdings verhältnismäßig hohem Durchsatz (0,5).

Auch der Grude-Eisen-Titan-Kontakt bewährte sich nicht recht. Der Durchsatz mußte stufenweise bis auf 0,25 zur Einhaltung der Abschlamprozente (10-16) zurückgenommen werden, was wohl auf die Füllung des Ofens mit asphaltigen Stoffen zurückzuführen ist. Spätere Versuche zur Verarbeitung auf Schwerölüberschuß haben ergeben, daß in dem Grad der Aufhydrierung der Schweröle zwischen Molybdän und Eisen-Titan keine großen Unterschiede bestehen.

Apparatives.

Versuchsweise wurde ein B.K.W.-Ventil in umgekehrter Richtung eingebaut, d.h. mit Druck auf die Stopfbüchse, da man sich hierdurch großtechnisch eine Verringerung der Erosion am Ventilgehäuse hätte versprechen können. Bereits nach wenigen Stunden mußte die r Versuch aufgegeben werden, da das Ventil sich ständig verstopfte und überdies undicht wurde. BK - Ventile lassen sich demnach nur mit Druck auf die Platte fahren.



Tabellenverzeichnis:

- Tabelle 1 : Bilanzen.
- " 2 : Eigenschaften des Frischöls.
- " 3 : Benzinuntersuchungen.
- " 4 : Mittelöluntersuchungen.
- " 5 : Schweröluntersuchungen.
- " 6 : Heizöluntersuchungen.
- " 7 : Elementaranalysen und Heizwerte der anfallenden Öle.
- " 8 : Elementaranalysen vom Abschlammfesten, vom Festen aus Schleuderrückstand und vom Schlammrückstand.
- " 9 : Elementarbilanzen.
- " 10 : Verteilung des als KW vergastem C.
- " 11 : iso-Butangehalte.
- " 12 : Im Abwasser gelöste Stoffe.
- " 13 : Schwelausbeuten.
- " 14 : Abschlammuntersuchungen.
- " 15 : Siebanalysen.

Tabelle 1.

## Bilanzen

vom Fahren von P 1094 v. 11.7.39 getoppt - 325<sup>o</sup>  
auf Benzin + Mittelöl bei 600 atm  
Ofen 411

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5
Tag	6.11.39	16.11.39	28.11.39	10.12.39	27.1.40
Schicht	abc	abc	abc	abc	abc
<u>Kontakt kolloidal im Schweröl zum Einfüllbrei</u>					
5475 Oh. 16 1) % a. Frischöl	3,0	2,0	—	—	—
5475 Oh. 12 2) " " "	—	—	1,5	1,5	1,5
6709 3) " " "	—	—	—	0,1	0,1
<u>Rückführung</u>					
Frischöl : Schweröl	60:40	60:40	65:35	60:40 <sup>4)</sup>	63:37
Frischöl : Abschläm	1:0,3	1:0,3	1:0,5	—	1:0,5
Frischöl : Schleuderrückstand	—	—	—	1:0,1	—
<u>Fahrbedingungen:</u>					
Temperatur Schlange °C	468	468	464	458	461
Ofen "	483	480	483	481	481
Abscheider "	471	468	471	469	469
Durchsatz kg Frischöl/ Ltr. Of.-Vol./Std.	0,417	0,396	0,408	0,504	0,314
Gas cbm/kg Frischöl	3,62	3,74	3,71	3,78	3,66
Umdrehungszahl des Ofenrührers/Min.	38	38	38	38	36
Art der Aufarbeitung	a	a	a	b	a

a: Neuabschläm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert

b: Abschläm geschleudert, Schleuderrückstand geschwelt, soweit nicht zurückgeführt.

- 1) Grude aktiviert + 2 % MoO<sub>3</sub>
- 2) Grude + 2 % MoO<sub>3</sub>
- 3) Na<sub>2</sub>S, Sulfigran
- 4) Gesamtschweröl.

Tabelle 1a.  
Bilanzen 2).

Ergebnisse:

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5
Rechbilanz aus/ein %	98,7	99,1	99,5	99,8	100,8 <sup>1)</sup>
Ausbeute aschefrei auf wasser- und aschefreies Frischöl + H <sub>2</sub> -Verbrauch %	96,7	97,3	100,0	99,4	101,3
Prakt. Ölgewinn-(B1+M1)-Leistung	0,333	0,323	0,318	0,311	0,267
" Neuleistung	0,299	0,290	0,285	0,269	0,241
" Ölgewinn auf Reinfischöl %	80,1	82,0	78,5	62,0	85,7
darin Benzin - 135° %	—	—	—	—	6,8
Benzin - 160° %	9,6	9,4	10,3	9,7	—
Gasbenzin im Gesamtbenzin %	20,0	17,2	28,0	27,5	22,5
Schwerölüberschuss (festfrei) auf Reinfischöl %	-8,0	-7,1	-0,8	+23,5	-12,6
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Vergasung %	21,8	20,1	20,7	20,8	23,9
Vergasung auf B1 + M1 neu + Verg. %	23,7	21,8	22,6	23,3	25,8
Vergastes C auf C des Frischöls %	20,9	19,3	19,2	15,3	25,3
davon als CO %	2,0	2,4	1,1	2,8	1,3
" " CO <sub>2</sub> %	0,3	0,3	0,3	0,1	1,0
Asphaltabbau %	99,3	99,4	98,4	98,7	99,3
Abbau des org. Festen %	95,6	95,4	85,3	84,8	95,2
Neuabsehlamm auf Frischöl %	25,7	23,1	17,7	59,7	15,5
Schleuderrückstand neu auf Frischöl %	—	—	—	2,3	—
Schwelöl auf Frischöl %	19,0	17,0	13,0	0,7	11,5
Wasserneubildung auf Reinfischöl %	0	0,6	0,6	1,0 <sup>1)</sup>	1,0 <sup>1)</sup>
Aschebilanz aus/ein %	56,3	51,9	78,8	92,2	48,3

1) Wasserneubildung korrigiert auf 1 % v. Frischöl.

2) Benzin butanfrei gerechnet.

Tabelle 1 b.

Bilanzen.

Analysen des Anfalls.

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5
<u>Abstreifer + Schweißöl bzw.</u> (bei Bilanz 4)					
<u>Abstreifer + Schleuderöl</u> (aus Abschamm + Schweißöl)					
Festes %	---	---	---	2,1	---
Asche im Ganzen %	---	---	---	0,4	---
von Öl - 135° %	---	---	---	---	2,8
- 150° %	4,2	4,1	4,0	2,8	---
- 325° %	53,4	53,6	54,4	40,6	54,9
spez. Gew./20°	1,022	1,020	1,016	1,050	1,01
<u>Abschamm</u> spez. Gew./20°	1,074	1,090	1,095	1,076	1,069
Festes %	11,3	12,4	16,0	15,1	11,9
Asche i. Festen %	29,1	29,2	29,3	34,0	32,6
von Öl - 325° %	26,0	32,5	27,7	26,3	35,1
s-Asphalt %	0,8	0,7	2,4	2,2	1,3
Abschammnote	120	100	85	85	20

Schleuderrückstand von Bilanz  
4

	Labor	Betrieb
spez. Gewicht/50°	1,084	---
Festes %	53,4 1)	64,1
Asche im Festen %	34,5	36,9
von Öl - 325° %	21,4	---
s-Asphalt %	2,8	---

1) Den Analysen des Betriebes und der Schleuderbilanz nach wahrscheinlich zu niedrig.

Tabelle 2.

Eigenschaften des Frischöls.

spez. Gewicht/100°	1,146
Erweichungspunkt Krämer-Sarnow	+ 29,7°
Wasser	0,3 %
Benz unlösliches	8,4 %
Asche im Benzolfesten	6,5 %
s-Asphalt im Öl	23,5 %
C im wasserfreien Frischöl (anhand der Elementaranalysen errechnet)	91,1 %

Gewichts-Engler

215 - 325°	9,0 %
+ R	100,0 %

Vakuumsiedekurve bei 11 mm Hg

	%	spez. Gew./100°
164 - 225°	23,5	1,073
- 275°	42,1	1,122
- 325°	58,7	1,159
+ R	100,0	—

Elementaranalysen

		Frischöl ent- festet	Festes aus Frischöl aschefrei
C	%	91,60	91,68
H	%	5,09	3,36
O	%	1,56	1,88
N	%	1,25	1,20
S flüchtig	%	—	1,88
S gesamt	%	0,50	1,95
disp. H		5,03	2,99

Tabelle 3.

Benzinuntersuchungen.

Zu Bilanz-Nr.		3	4
Benzin - 160° aus Abstreifer + Pentan + Butan		180 : 70 : 13	164 : 63 : 12
Roh: spez. Gew. / 20°		0,762	0,768
Anilinpunkt °C		+ 20,6	+ 16,2
Phenol %		2,0	2,0
<u>Raffination:</u>		Entphenolisiert, mit 5 % Dr.-Lösung und Schwefel behandelt, mit 2 x 1% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 96%ig raffiniert, mit NaOH nachgewaschen und über NaOH mit Dampf redestilliert.	
Raffinationsverlust	Vol. %	1,7	2,2
Washverlust	" "	1,3	0,9
Redestillationsverlust	Gew. %	1,8	3,7
<u>Raffiniert:</u>			
spez. Gew. / 20°		0,753	0,761
Anilinpunkt I °C		21,5	17,5
" I a °C		20,2	16,5
" II °C		50,8	50,2
Dampfdruck		0,722	0,642
Cu-Streifen		gut	korrod.
Cu-Schale	mg	9, Harz	34, angelau- fen
Porzellanschale	mg	11, braun	2
Dr.-Test		negativ	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test		unter 2	unter 2
Fraktion 80 - 100°	spez. Gew.	0,774	0,746
	Anilinpunkt °C	+ 25,0	+ 21,5
" 110-- 140°	spez. Gew.	0,795	0,796
	Anilinpunkt °C	+ 1,0	0
" 150 - 180°	spez. Gew.	0,825	0,823
	Anilinpunkt ber. °C	- 9,4	--

Tabelle 3a.

Benzinuntersuchungen (Fortsetzung)

Zu Bilanz-Nr.		3	4
<b>ASFH-Siedekurve</b>			
Siedebeginn	°	38	44
- 50°	S	4,0	1,0
- 60	S	10,0	6,0
- 70	S	17,0	13,0
- 80	S	27,5	23,0
- 90	S	42,0	37,0
- 100	S	57,0	56,0
- 110	S	79,0	68,0
- 120	S	86,0	76,0
- 130	S	81,5	81,0
- 140	S	86,0	85,0
- 150	S	89,0	88,0
- 160	S	91,5	92,0
- 170	S	92,0	93,0
- 180	S	94,0	94,0
- 190	S	—	95,0
R		95,0	95,5
<b>Zusammensetzung</b>			
Paraffine	S	26	23
Naphthene	S	45	45
Aromaten	S	28	31,5
unges. KW.	S	1	0,5
<u>Klopffwert</u>	Res.	81,0	81,5

Tabells 4.

Mittelöluntersuchungen.

Bilanz-Nr.	3	4
Abstreifer über 160° + Schwelöl	93,1 : 6,9	--
" " " + Schlenderöl	--	70 : 30
spez. Gew. / 20°	1,023	--
darin Mittelöl - 325° %	53,5	42,6
<u>Roh:</u> spez. Gew. / 20°	0,973	0,990
Phenole %	2,9	2,1
Gew. - Englerkurve		
Siedebeginn °C	164	198
- 200° %	6,2	--
- 225° %	22,0	5,4
- 250° %	36,9	20,3
- 275° %	57,2	38,7
- 300° %	80,3	67,9
- 325° %	93,6	90,3
- 340° %	97,6	--
- 345° %	--	97,6
- R %	100,0	99,9
<u>Entphenoliert:</u> spez. Gew. / 20°	0,968	0,988
Anilinpunkt berechn. °C	- 31,5	- 39
Ungesättigte KW %	7,4	10,0
Fraktion 180-210° spez. Gew./20°	0,887	--
A.P. berechn. °C	22,9	--
" 210-230° spez. Gew./20°	0,920	0,915
A.P. berechn. °C	29,7	-30,0
" 240-270° spez. Gew./20°	0,959	0,958
A.P. berechn. °C	-33,7	-36,0
" 280-310° spez. Gew./20°	0,998	0,998
A.P. berechn. °C	-35,9	-37,0



Tabelle 5.

## Schwerölundersuchungen.

Bilanz-Nr.	3 Abstreifer- Schweröl	4 Gesamtschwer- öl	4 öl aus Schleuder- rückstand
Schweröl über 325° im Abstreifer über 160° + Schwelöl %	46,5	--	--
Gesamtschweröl über 325° im Abstreifer über 160° + Schleuderöl aus Abschläm %	--	57,2	--
spez. Gewicht / 50°	1,061	1,098	1,075
Vakuumsiedekurve bei mm Hg	14	17	17
Siedebeginn °C	174	180	110
- 225° spez. Gew./40° %	52,0	37,7	44,8
- 275° spez. Gew./40° %	1,045	1,048	1,018
- 275° spez. Gew./60° %	84,8	70,6	67,8
- 325° spez. Gew./60° %	1,065	1,064	1,071
- 325° spez. Gew./90° %	93,4	81,8	77,8
- R spez. Gew./90° %	1,074	1,082	1,090
- R spez. Gew./90° %	100,0	99,9	99,8

Tabelle 6.

Heizöluntersuchungen.

Bilanz-Nr.	2	2	3
<b>Abstreifer zerlegt in</b>			
Benzin - 180° %	9,5		
Mittelöl 160/325° %	45,0		
Rückstand über 325° %	45,4		
<b>Untersuchtes Öl</b>	<b>Schweröl</b>	<b>Schweröl + Mittelöl 85:15</b>	<b>Abschlammöl</b>
spez. Gewicht / 20°	1,074	1,060	1,061
Stockpunkt °C	- 17	- 27	- 18
Flammpunkt °	---	---	80
Brannpunkt °	---	---	132
Kokstest %	---	---	8,2
Viskosität °E/20°	27,0	9,72	---
°E/50°	2,99	1,99	2,73
°E/80°	---	---	1,38
<b>Gew.-Englerkurve</b>			
Siedebeginn °C	338		
- 350° %	17,3		
- 360° %	40,4		
+ R %	100,0		

Tabelle 7.

Elementaranalysen und Heizwerte der anfallenden Öle.

Bilanz-Nr.	Benzin - 160°		Mittelöl 160/325°		Schweröl über 325° a. Abstreifer		Abschlamm- öl	Öl aus Schleuder- rückstand	Schwer- öl
	3	4	3	4	3	4	3	4	3
	C %	86,71	85,61	89,45	90,90	91,07	89,44	90,26	90,33
H %	13,06	12,91	9,04	6,90	7,68	8,95	7,49	7,44	7,50
O %	0,11	1,21	0,89	1,32	0,65	0,82	1,54	1,35	0,83
N %	0,10	0,24	0,55	0,54	0,40	0,68	0,49	0,57	0,31
S %	0,018	0,035	0,067	0,34 ?	0,20	0,11	0,22	0,31	0,21
V Heizwert cal/kg	—	—	—	9123	—	9484	—	—	—

653

Tabelle 8.

Elementaranalysen vom Abschlammfesten, vom Festen aus  
Schleuderrückstand und vom Schwelrückstand.

Bilanz-Nr.	Abschlammfestes <sup>2)</sup>		Festes aus Schleuderrückstand <sup>2)</sup>		Schwelrückstand	
		3		4	3	4
C %		93,86		93,50	73,22	54,07
H %		2,30		2,21	1,54	0,98
O %		— 1)		— 1)	— 1)	— 1)
N %		0,47		1,47	0,42	0,72
S flüchtig %		5,26		9,92	1,95	4,57
S gesamt %		9,32		11,47	3,67	6,39
Asche a. Tr.-Produkt %		29,30		37,21	27,29	44,96

1) Asche sulfathaltig

2) wasser- und aschefrei.

**Tabelle 9.**  
**Elementarbilanz 1)**  
zu Bilanz Nr. 3

	O	H	O	H	S
<b>Ein:</b> Frischöl entfestet	2 587,5	143,9	44,1	35,3	14,2
Festes von Frischöl	222,3	8,2	4,6	2,9	4,8
Kontakt 5475 Oh. 12	17,3	0,3	5,2	0,3	4,5
Schwerölunterschus	13,5	1,2	0,1	0,1	0,1
Eingangegas	22,4	236,4	10,7	—	—
<b>Gesamteingang</b>	<b>4 823,6</b>	<b>390,0</b>	<b>64,7</b>	<b>38,6</b>	<b>23,5</b>
<b>Aus:</b> Gesamtbenzin - 1600	216,7	32,7	0,3	0,3	0
Mittelöl	1 941,6	196,1	19,3	11,9	1,4
Abwasser	3,8	4,6	23,6	7,9	3,0
im Wasser der Gas- bläse	—	3,3	—	14,3	7,4
im Produkt gelöstes Gas	11,7	2,4	—	—	—
Ofengas	417,2	107,0	16,5	—	1,3
Abstreifergas	159,9	31,6	3,2	0,4	5,4
Abschlaggas	52,0	8,4	0,8	3,2	0,2
Schmelrückstand	96,7	2,0	—	0,6	4,8
Schmelwasser	—	0,1	1,0	—	—
Schmelgas (geschätzt) <sup>2)</sup>	3,4	1,8	—	—	—
<b>Gesamtausgang</b>	<b>4 823,6</b>	<b>390,0</b>	<b>64,7</b>	<b>38,6</b>	<b>23,5</b>
<b>% Aus/Ein der unkorrigier- ten Bilanz</b>	<b>99,6</b>	<b>—</b>	<b>90,2</b>	<b>77,1</b>	<b>87,1</b>

1) korrigiert; s. Anhang zu Tabelle 9.

2) nach dem Anfall bei der Schmelzung von Abschlag aus Schmelzerpech.

Anhang zu Tabelle 9.

Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanzen wurden durch gleichmäßige Änderung sämtlicher Eingangsposten ausgeglichen, die O-Bilanzen durch Änderung der Abwassermenge. Zur Abstimmung der N-Bilanzen diente die Annahme, daß  $\text{NH}_3$  sich im Wasser der Gaswäsche der Bestimmung entzogen hat, wie auch bei Bilanz 3  $\text{H}_2\text{S}$ .

Der Mehrausgang an Schwefel in der Bilanz 4 scheint dadurch entstanden zu sein, daß der  $\text{H}_2\text{S}$ -Gehalt des Abwassers und der S-Gehalt des Mittelöls zu hoch bestimmt wurden. Der Letztere liegt höher als der Schwefelgehalt des Schweröls, was recht unwahrscheinlich ist. Der S-Saldo wurde deshalb je zur Hälfte von diesen beiden Posten abgezogen.

Tabelle 9a.  
Elementarbilanz 1)  
zu Bilanz Nr. 4

	O	N	O	N	S
<b>Ein:</b> Frischöl entfestet	3 217,9	178,8	54,8	43,9	17,6
Festes von Frischöl	275,7	10,1	5,7	3,6	5,9
Kontakt 5475 Oh.12	21,4	0,4	6,4	0,4	5,6
"    6709	—	—	—	—	1,3
Eingangsgas	31,3	195,8	15,5	—	—
<b>Gesamteingang</b>	<b>3 546,3</b>	<b>385,1</b>	<b>82,4</b>	<b>47,9</b>	<b>30,4</b>
<b>Aus:</b> Gesamtbenzin - 160°	195,9	29,6	2,8	0,6	0,1
Mittelöl	1 942,6	147,4	28,2	11,6	4,0
Schwerölüberschuß	696,0	68,9	6,2	5,4	1,8
Abwasser	2,9	3,0	16,0	2,5	7,1
im Wasser der Gaswäsche	—	3,4	—	23,0	3,9
im Produkt gelöstes Gas	8,2	1,7	—	—	—
Ofengas	53 9,9	108,2	27,5	0,7	—
Abstreifergas	96,7	15,1	0,9	2,9	9,6
Abschlemmgas	37,1	7,3	0,4	0,8	0,7
Schwefelrückstand	27,0	0,5	—	0,4	3,2
Schwefelwasser	—	—	0,4	—	—
<b>Gesamtausgang</b>	<b>3 546,3</b>	<b>385,1</b>	<b>82,4</b>	<b>47,9</b>	<b>37,0</b>
<b>§ Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz</b>	<b>100,1</b>	<b>—</b>	<b>102,3</b>	<b>67,1</b>	<b>112,2</b>

1) korrigiert; s. Anhang zu Tabelle 9.

Tabelle 10.

Verteilung des als KW vergastem C.

Bilanz-Nr.		3	4
Als C <sub>1</sub> - KW	%	20,3	20,7
" C <sub>2</sub> - KW	%	28,0	24,0
" C <sub>3</sub> - KW	%	31,8	27,6
" C <sub>4</sub> - KW	%	19,9	26,7
Bilanz-Nr.		3	4
Ungesättigte von C <sub>2</sub>	%	2,2	2,8
" " C <sub>3</sub>	%	2,5	2,7
" " C <sub>4</sub>	%	2,3	7,6
" von C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>	%	1,9	3,2

Tabelle 11.

iso-Butangehalt.

Bilanz-Nr.		3	4
v. C <sub>4</sub> im Ofengas	%	10,6	13,2
" " " Produktgas	%	20,4	11,9
" " " Abschlammgas	%	16,7	15,5
" " " Produkt gelöst	%	10,2	19,2
von Gesamtbutan	%	15,3	13,2



Tabelle 12.

In Abwasser gelöste Stoffe.

g/kg

Tag u. Schicht	Bilanz-Nr.	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> S	NH <sub>3</sub>	Cl	Phenole
3.11.39 b	—	—	—	—	20,16	—
6.11.39 abc	1	16,1	—	—	35,65	—
7.11.39 a	—	—	—	—	15,9	—
16.11.39 abc	2	49,0	—	—	21,25	—
20.11.39 c	—	—	—	—	52,5	—
21.11.39 c	—	—	—	—	24,85	—
23.11.39 c	—	—	—	—	31,6	—
24.11.39 c	—	—	—	—	25,5	—
28.11.39 abc	3	19,9	18,8	57,8	11,08	3,8
29.11.39 c	—	—	—	—	2,82	—
10.12.39 abc	4	Spuren	51,0	13,92	Spuren	—
27.1.40 abc	5	Spuren	—	—	0,13	—
Wasser aus dem kleinen Abstreifer						
28.11.39	3	Spuren	27,54	29,4	Spuren	—

Tabelle 13.

## Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr. bzw. Tag	1	2	21.11.39	3		4		5
Schwelgut	Abschlamm	Abschlamm	Abschlamm	Abschlamm		Schleuderrückstand		Abschlamm
darin Öl %	88,7	87,6	--	84,0		46,6		88,1
s-Asphalt : Festem	1 : 16	1 : 21	--	1 : 8		1 : 41		1 : 10
Schwelung ausgeführt vom	Betrieb 1)	Betrieb	Labor 2)	Betrieb	Labor	Betrieb	Labor	Betrieb
Ausbeute								
Öl %	73,7	73,9	72,0	73,3	76,1	40,9	40,2	74,3
Koks %	23,7	25,0	26,0	24,0	22,2	55,0	55,4	24,0
Wasser %	} 2,6	} 1,1	0,2	} 2,7	0,2	} 4,1	0,5	} 1,7
Schwelgas + Verlust %			1,8		1,5		3,9	
Ölausbringen % v. Öl des Schwelgutes	83,2	84,3	--	87,3	90,5	87,6	86,2	84,4

1) Kleiner Kugelofen.

2) Aluminiumretorte, Einwage 100 g, Anheizzeit 3/4 Std., 1/2 Std. auf 550° gehalten.

099

Tabelle 14.

Spezifische Abschlammuntersuchungen.

zu Bilanz-Nr.	3	4
Abschlamm	gallertig	dünflüssig
Festes mit kaltem Benzol isoliert, bis praktisch keine löslichen Bestandteile mehr vorhanden waren %	21,1	15,7
spez. Gewicht	1,323	1,860
Festes über Nacht in kaltem Benzol eingeweicht und filtriert %	--	15,6
spez. Gewicht	1,727	1,795
Festes mit heißem Benzol isoliert %	20,4	15,7
spez. Gewicht	1,689	1,846

Mikroskopischer Befund:

Bilanz Nr. 3

feinst verästelte Teilchen

Bilanz Nr. 4

Festes gleichmäßig verteilt, in grobflockiger Form.

Tabelle 15.

Siebanalysen.

zu Bilanz Nr. 5

		Pestus aus Abschlamm	Kat. 5475 Ch. 12 aus Kontaktbrei
Rückstand aus dem	100er Sieb %	0	0
" " "	400er " %	0	0
" " "	900er " %	0	0
" " "	2 900er " %	0	1,2
" " "	4 900er " %	0,29	3,4
" " "	10 000er " %	0,8	9,7
" " "	12 100er " %	0,9	4,9
" " "	16 900er " %	1,5	5,3
Durchgang durch das	16900er Sieb %	96,6	75,5

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier.

Hochdruckversuche

8. Mai 1942 Hn/Ed

Lu 558

TH

(P)

V e r a r b e i t u n g

einer Mischung von Kokereitseren (Ruhr)

( P 1416 )

geteipt bis 325°

bis 600 atm auf Schwerflüberschuß

in 10 Btr.-Ofen

(411 vom 4.9. - 19.10.1940)

20 2/2

663

Gemisch von Kokereiteeren der Ruhr (P 1416) getoppt bis 325° in 10 Ltr.  
Ofen bei 600 atm auf Schwerölüberschuß gefahren.

Zusammenfassung.

Bei dem Großversuch zur Verarbeitung des Teerrückstandes P 1416 in Ka. 804 ergaben sich Schwierigkeiten, wie sie nach dem erfolgreichen Versuch im 10 Ltr.-Ofen mit P 1094<sup>1)</sup> getoppt nicht zu erwarten waren. Die Hauptschwierigkeit entstand durch unzureichenden Asphaltabbau, der die Verschmelzung des Abschlamms unmöglich machte. Eine gleichzeitig auftretende Abscheiderverkokung hatte dagegen wahrscheinlich apparative Ursachen.

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

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

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

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

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

Eine störungsfreie Verarbeitung war nur mit Molybdän-Kontakt möglich. Um sie zu erreichen, mußte der Durchsatz gegenüber P 1094 bei gleicher Temperatur (475°), um rd. 15 % niedriger gefahren werden. Wie die Gegenüberstellung zeigt, wurde hierdurch ein gleich hoher Asphaltabbau und erwartungsgemäß eine geringere Leistung und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Der Festeabbau war trotz der erhöhten Verweilzeit im Ofen schlechter.

	P 1416 get.	P 1094 get.
Leistung	0,47	0,59
Vergasung %	13,2	12,6
Asphaltabbau %	99,1	99,5
Festeabbau %	93,7	100,0

1) Zusammenstellung . . . . . 202401 v. 24.4.42

x) (Kokereiteer "Auguste-Viktorie")

Aus P 1416 wurde ein höher aufhydriertes, viskoseres Schweröl erhalten.

Eine Erhöhung der Kontaktmenge über 1 % hinaus brachte keinen Vorteil.

Es wurde dann versucht, den Feerrückstand mit Chlor und Eisen-Titan zu verarbeiten, um ohne Molybdän auszukommen. Nach einem kurzen Versuch, elementares Chlor in den Ofen zu fahren, der aus äußeren Gründen abgebrochen werden mußte, wurden 0,85 % Tetrachlorkohlenstoff in Verdünnung mit Mittelöl in den Ofen unten eingedrückt. Wenn sich auch eine wesentliche Verbesserung sämtlicher Ergebnisse gegenüber der Fahrweise mit Eisen-Titan-Kontakt ohne Chlor zeigte, so reichte sie doch nicht zur Erzielung einer störungsfreien Abschlammschwelung aus. Wahrscheinlich hätte aber eine Senkung des Durchsatzes auf ungefähr diejenige Höhe, bei der mit Molybdän eine einwandfreie Rückstandsaufarbeitung erreicht worden war, zum Ziele geführt. Dabei wären vermutlich sehr ähnliche Resultate wie mit Molybdän erhalten worden, abgesehen von der Vergasung, die mit Chlor etwas ungünstiger zu sein scheint.

Eine Bestätigung dieser Vermutungen war nicht mehr möglich, da der Ofen an der Chlorleit- trittsstelle nach nicht ganz 7 Tagen undicht wurde. Augenscheinlich halten bis 600 atm in der Nähe der Ofentemperaturen weder H<sub>2</sub> noch VSA dem Chlorangriff ausreichend stand.

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von:

Dr. v. Hartmann

Gemeinsam mit:

Dr. Hupfer

Rückstandsaufarbeitung:

Dr. Gieg

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann

" v. Fünser

" Meier

" Hirschberger

Versuchsordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen<sup>1)</sup> ohne Neutralisationsbirne.  
Breischlange gelitert zu 1040 cm.  
Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 7,91 Ltr.  
Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.  
Chlorsättiger ab 7.10.40 (s. anliegende Skizze).

5 Ltr. Flasche im Standschnglas, im Wasserbad stehend, wird  
wird aus der Bombe bis Mitte Standschnglas mit flüssigem Chlor gefüllt.  
Dann wird auf 650 atm  $N_2$  umgeschlossen. Der mit einer Waage gemessene  
Stickstoff wird durch eine im Bad hängende Schlange vorgewärmt und tritt  
unten in die Flasche ein, wo er sich mit  $Cl_2$  sättigt. Das aus dem Sätti-  
ger oben austretende Gemisch geht durch ein in die Ofenabschlammleitung  
eingeführtes Steigrohr in den Ofen unten. Das Steigrohr war so dünn,  
(3x6, V2A) daß ein Abschlammen des Ofens am Steigrohr vorbei noch mög-  
lich war, da die lichte Weite der Entschlammungsleitung 10 mm betrug.

Ofen 411 vom 4.9. - 19.10. 1940

1) vergl. z.B. Zusammenstellung 198131 v.2.1.42 (K 1180 auf B1 + H1)

Versuchsverlauf.

- 4.9.40 Ofen angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr. Nullgas über Dach  
entspannt.  
Bei 11 MV<sup>1)</sup> mit Einlauf:  
P 1416 getoppt  $-325^{\circ} +20^{\circ}$  <sup>2)</sup> Kontakt 7509 Oh 12 (Grude-Eisen-  
Titan). Durchsatz 3 kg Frischöl/Std.
- 5.9. Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %. Frischöldurchsatz  
vor auf 4 kg/Std.  
Bei 22,8 MV Kontakt 7509 zurück auf 2,5 % + 0,1 % 6709  
( $Na_2S$ , Sulfigran), + Abschlammrückführung 1:0,5  
Endgültige Einfüllmischung, wie sie bei der Verarbei-  
tung von Ruhrteerrückstand "Auguste-Viktoria" (P 1094) verwen-  
det worden war.  
Durchsatz 5,6 kg Frischöl/Std. Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.  
Die Temperatur sollte so gefahren werden, daß 7-12 % Nonab-  
schlamm, auf Frischöl bezogen, anfallen. Indessen waren folgen-  
de Höchsttemperaturen einzuhalten.: Breischlange 23,0 MV,  
Ofen 25,0 MV, Abscheider 0,7 MV tiefer als Ofen.
- 6.9. Durchsatz zurück auf 5,4 kg Frischöl/Std.  
Der Abschlammanfall war zu hoch.
- 7.9. Frischöldurchsatz weiter zurück auf 5,0 kg/Std. 666  
Es fiel noch zu viel Abschlamm an.

1) Klementemperatur  $40^{\circ}$

2) Kontaktmengen jeweils auf Frischöl bezogen.



- 9.9. ab Bl. lang Nr. 1
- 10.9. Abschlammprozente vor auf 15-25.  
Die Festkonzentration des Abschlamms war mit fast 30 % zu hoch geworden.
- 11.9. Durchsatz zurück auf 4,8 kg Frischöl/Std.  
Auch die erhöhten Abschlammprozente waren mit ausgeführter Temperatur nicht zu halten.
- 12.9. Schlangentemperatur vor auf max. 23,5 MV, Ofentemperatur vor auf max. 25,2 MV, Abscheider entsprechend.  
Es sollte vor allem die Möglichkeit gegeben werden, den Ofen im unteren Teil etwas höher zu fahren und damit den Abschlammanfall etwas zu drücken.
- 13.9. Umgestellt auf P 1416 getoppt -325° von 9.9.40.  
Das bisher gefahrene Produkt war der Rest einer Destillationsprobe gewesen, die sich von dem Rohstoff der Kammer, der von nun ab verarbeitet wurde, durch u.a. höheren Festgehalt und niedrigerem Gehalt an Asphalten unterschieden hatte.
- 14.9. ab Bl. lang Nr. 2.  
Anschließend wurde umgestellt auf Öl (P 1416 get. + Abstreiferschweröl 1:1) und kaltgeföhren.  
Der Versuch, diesen Teerrückstand mit dem Eisen-Titan-Kontakt zu verarbeiten, wurde beendet, da, wie der Festgehalt des in zu großer Menge anfallenden Neuabschlammes zeigt, der Abbau des organischen Festen nicht ausreichte. Auch bereitete der Abschlam in Kugelofen ähnliche Schwierigkeiten wie bei der Großapparatur. Ein Vergleichsversuch sollte zeigen, ob ein Teer derart ungünstiger Beschaffenheit mit Molybdän ausreichend zu verarbeiten ist. Zuvor sollte der Ofen durch Leerschlam gereinigt werden.
- 15.9. Ofen 3x entschlammt, ging gut. Die Abschlammmengen waren in Ordnung, ebenso die Analysen.  
Ofen unter Druck 800 atm hochgeheizt, 9000 Ltr. Nullgas über Dach entspannt.  
Bis 12 MV mit Einlauf: P 1416 getoppt bis 325° (aus Großapparatetank) + 20 % Kontakt 5475 Ch 12 (Grüde-Molybdän) 30 % Kolloidal in Abstreiferschweröl,  
aus P 1416 gemahlen zur Einfüllmischung. Durchsatz 5,0 kg Frischöl/Std.  
Bei 18,0 MV Kontakt 5475 zurück auf 5 %.

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

- 16.9. Bei 22,5 MV Kontakt 5475 zurück auf 1,0 %, + 0,1 % 6709  
Abschlammrückführung 1:0,5.  
Durchsatz vor auf 5,6 kg Frischöl/Std. Gasmenge 2,5 cbm/kg  
Frischöl.  
Abschlammprozentage zurück auf 7-12%.  
Von dem Molybdänkontakt wurde ein weitergehender Feste-  
abbau erwartet.
- 19.9. Mehrfache Ausfälle der Kohlebrennpumpen, die durch Spülen be-  
hoben wurden. Im Zusammenhang damit ging der Ofen kurzzeitig  
hoch auf 27,0 MV.  
Es war anzunehmen, daß der Ofen nicht geschädigt wurde.
- 21.9.ab Bilanz Nr. 3.
- 24.9. Frischöldurchsatz stufenweise zurück bis auf 5,0 kg/Std.  
Die Abschlammprozentage waren trotz schärfer ausgefahre-  
ner Temperatur nicht zu halten gewesen. Möglicherweise war  
eine besonders schlechte Probe des Frischöls gefaßt worden.
- 25.9.ab Bilanz Nr. 4.  
Während der Analysenzeit 5 Minuten lang Aussetzen der Bren-  
npumpen infolge Stromausfalls. Während der Störung wurde mit  
der Handpumpe verstärkt in der Teereingang gespült.
- 26.9. Frischöldurchsatz zurück auf 4,5 kg/Std.  
Abgesehen von den ersten Tagen, an denen die Kontak-  
konzentration im Ofen vom Anfahren her noch anormal war,  
hatte bisher keine Maßnahme erreicht, daß die Abschlammpro-  
zentage innerhalb der vorgesehenen Grenzen von 7-12 % lagen.  
Als letztes Mittel blieb eine radikale Durchsatzverminderung  
übrig. Eine Verminderung des Abschlammanfalls war an sich  
noch möglich, da der Festgehalt des Abschlamms erst in der  
Nähe von 20 % lag. Schon jetzt war zu erkennen, daß P 1416  
als ein ungewöhnlich schlecht zu verarbeitendes Produkt be-  
zeichnet werden muß.
- 29.9.ab Bilanz Nr. 5.  
Anschließend Kontakt 5475 vor auf 1,5 %.  
Das bisherige Ergebnis hatte noch nicht recht befrie-  
digt. Es wurde überdies erwogen, ein Verfahren zur Aufarbei-  
tung der Schwelrückstände auf Molybdän für Pölitz zu entwik-  
keln.
- 4.10.ab Bilanz Nr. 6.
- 6.10. 700 ltr.  $H_2$  / Std. durch die Abschlammleitung in den Ofen  
unten gefahren.  
Es war beabsichtigt, zur Verbesserung der Ergebnisse,  
elementares Chlor in Verdünnung mit Stickstoff unmittelbar  
in den Ofen zu geben, und es sollte vorbereitend festgestellt  
werden, ob sich eine Hemmung der Reaktion durch die dabei  
eintretende Herabsetzung des  $H_2$ -Partialdrucks um rd. 28 atm  
erkennen läßt. Eine Änderung der Fahrergebnisse war nicht  
zu bemerken.

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

7.10. Den Mengen und Analysen<sup>1)</sup> nach war der Ofen sauber. Der Ofen wurde mit einer Vorrichtung zum Einfahren von mit H<sub>2</sub> verdünntem Chlor versehen (s. Versuchsanordnung).

Ofen unter 600 atm, 8000 Ltr. Hüllgas über Dach. Bei 10,5 MV mit Einlauf P 1416 geteilt (aus Tank 1) + 20 % Kontakt 7509 b Ch 12 (Grude-Eisen-Titan) kolloidal 80 %ig in Abstreiferschweröl aus P 1416. Frischöldrucksatz 3 kg/Std.

600 Ltr./Std. H<sub>2</sub> in den Ofen unten durch den Umgang des Chlorsättigers.

Das Zugehen der Chlorleitung sollte vermieden werden.

8.10. Bei 18,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 5 %, Durchsatz vor auf 4kg/Std  
17<sup>30</sup> Chlorsättiger auf 1,2 MV und angehängt. 600 Ltr. H<sub>2</sub>/Std.

Der Stickstoff sollte bei dieser Temperatur nach den Berechnungen rd. 20g Cl mitführen.

18<sup>00</sup> Bei 22,5 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,0 %, Kontakt 6709, 50%ig in Schweröl kolloidal, Frischöl: Abschlammrückführung 1:0,5 Durchsatz 4,5 kg Frischöl/Std, Gasmenge 2,5 cbm/kg Frischöl.

19<sup>00</sup> Chlorleitung zugegangen.

20<sup>00</sup> Verstopfung der Chlorleitung durchgerissen.

20<sup>15</sup> Chlorleitung endgültig zu. Daher umgestellt auf Frischöl und Abstreiferschweröl 1:1 ohne Kontakt und kalt gefahren. Druck zurück auf 230 atm.

9.10. Ofen dreimal leergeschlammt, ging zunächst etwas schwierig.

Mengen	I	II	III
Ofen	3900	3650	3770
Abscheider	1300	1050	930

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

Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	I	0,8 i.Gz.	I
Ofenabschlamm III	6,4	8,5	10,2
Kaltfahröl	5,4	12,1	11,5

Der Ofenabschlamm I ließ sich nicht mit Benzol aufarbeiten.

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

Wie der Ausbau zeigte, hatten sich das Steigrohr und das dazugehörige Rückschlagventil mit schwarzem vorwiegend organischem Dreck zugesetzt. (53,6 % Festes, 13,8 % Asche im Benzolfesten). Das Steigrohr war am Ausgang mit einem Pfropfen verklebt.

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

Dieser Befund in Verbindung mit der Beobachtung über die chemische Veränderung des Ofeninhalts läßt darauf schließen, daß Chlorpolymerisationen die Ursache der Störung gewesen sind. Es besteht die entfernte Möglichkeit, daß ein momentaner Druckabfall am Stickstoffkompressor das Zugehen der Steigleitung begünstigt hat.

Die Chlorleitung wurde gereinigt und wieder eingebaut. Dabei wurde eine Spülung des Steigrohres mit Mittelöl vorgesehen. Ofen angeheizt, unter 600 atm, 8000 Ltr. Hallgas über Dach entspannt, 600 Ltr.  $N_2$  durch Umgang im Ofen unten. Bei 11,5 MV mit Einlauf: P 1416 gestöpft + 20 % 7509 b Ch 12, Durchsatz 3 kg Frischöl/Std.

10.10. Bei 13,5 MV mit 5 % 7509, Frischöldurchsatz 4,0 kg/Std. Mit M.P.4 wurden 200 g Mittelöl/Std. in das Steigrohr gedrückt.

Um die Zuleitung frei zuhalten.

Bei 230 MV Kontakt 7509 zurück auf 1,5 %, + 0,1 % 6709, + Abschläm 1:0,5. Frischöldurchsatz vor auf 4,5 kg/Std. Chlorsättiger auf 1,0 MV gehiebt und angehängt.

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

Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl 1:1.

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

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

Es bleibt nur die Ablagerung von Ammonsäuren als Erklärungsmöglichkeit.

Wasserspülung in die Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß von 100 auf 200 g/Std. erhöht. Ausgangsleitung wieder unter Druck. Ofen hochgeheizt. Bei 13,5 MV umgestellt auf P 1416 gest. + 5 % 7509, Durchsatz 4,0 kg/Std.

Bei 22,5 MV umgestellt auf Mischung mit 1,5 % 7509, 0,1 % 6709 und Abschläm 1:0,5. Frischöldurchsatz 5,0 kg/Std. Chlorsättiger eingehängt, 1,0 MV, 600 Ltr.  $N_2$ .

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

Sättiger wiedereingehängt.

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

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

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

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

15.10. Elemente  $L_4$  (zwischen Wasserkühler und 10 Ltr.-Gefäß) und  $L_5$  (Ausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß) von -1,5 bis -0,5 auf -0,5 bis +0,5 MV.

um etwa angesetzte Ammonsalze bei höherer Temperatur leichter fortspülen zu können.  
Chlorsättiger abgehängt.

Der  $H_2$ -Kompressor mußte abgehängt werden, da sein Ansaugdruck infolge einer Störung in Eppan nur 65 statt 200 cm betrug.

Der Sättiger hatte sich im übrigen insofern nicht recht bewährt, als die  $Cl_2$ -Dosierung nicht zuverlässig war. Wie anhand der Analysen und auf Grund des Chlorverbrauchs<sup>1)</sup> festzustellen war, wurde mehr Chlor eingefahren, als den theoretischen Berechnungen entspricht. Es scheint u.a. möglich, daß der Füllungsgrad mit dem Standchänglas nicht genau genug bestimmt werden kann.

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

16.10. 2x kurzzeitig Druckdifferenz bis zu 150 atm in der Gasausgangsleitung hinter dem 10 Ltr.-Gefäß, die jedesmal von selbst wieder verschwand. Die Ausgangsleitung wurde nun beheizt.

ab Bilanz Nr. 7.

Die Schwelung des Abschlammes der letzten Tage hatte zur Bildung von Klumpen geführt.

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

Das Abwasser hatte am 15.10. 2,59 g  $Cl/kg$  enthalten, sodas zu starke Korrosion zu befürchten war.

17.10. Abschlamm zurück auf 5-8.

Durch schirferes Fahren sollte versucht werden, den Asphaltabbau zu verbessern und damit die Schwelerei zu entlasten. Die Festkonzentration im Abschlamm (rd. 15%) ließ dies zu.

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

18.10. Ofen stark undicht, Druck fiel auf 0 atm. Sofort wurde alles ausgeschaltet und auf N<sub>2</sub> umgeschossen. Zum Kaltfahren wurde umgestellt auf P 1416 g<sub>st</sub>. + Abstreiferschweröl 1:1 und in den Ofen unten reines Mittelöl ohne P 35 eingedrückt. Nach kurzer Zeit mußte der Einlauf abgestellt werden, da die Undichtigkeit, die am Ofeneingang lag, so groß war, daß alles unten herauslief und nichts mehr in den Ofen ging.

19.10. Wie der Ausbau zeigte, war das Schmiedestück (W8), in dem sich die Gas- und Breilleitung mit der Entschlammungsleitung vereinigt, durch Korrosion zerstört. Der oberste Teil des Chlorsteigrohres war in einer Länge von rd. 1-2 cm aufgelöst und verschwunden. Etwa 1,5 cm unterhalb des jetzigen Endes war das Steigrohr durchgefressen. An dieser Stelle hatte das Chlor die Wandung des Schmiedestückes angegriffen und, offenbar verdrängt durch anwachsenden Koks, seinen Weg immer weiter in die Nähe der äußeren Wandung verlegt, bis schließlich die Durchlöcherung eintrat.

Es ist daraus zu erkennen, daß bei 600 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperatur liegen, sowohl W 8 wie V2A dem Angriff des Chlors verhältnismäßig rasch erliegen.

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

Versuchsergebnisse.

A Mit Grude-Eisen-Titan

Die wichtigsten Ergebnisse, die mit dem Grude-Eisen-Titan-Kontakt 7509 b Ch 12 (1,5%), und wie in allen weiteren Versuchen mit 0,1 % Na<sub>2</sub>S und Abschlammrückführung 1:0,5 erhalten wurden, sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt und mit den Resultaten verglichen, die mit Eisen-Titan bei der Verarbeitung des Ruhrteerrückstandes „Auguste-Viktoria“ (P 1094) bei gleicher Fahrweise gewonnen worden sind.

Frishöl	P 1416 get.	P 1094 get.
Benzolfestes %	12,8	14,5
im Öl - 325 %	13,6	2,6
s-Asphalt %	21,3	27,2
Durchsatz	0,63	0,62
Temperatur °C	476	476
Leistung	0,49	0,47
Schweröl im prakt-Ölgewin%	38,8	45,2
Vergasung	14,0	14,4
Asphaltabbau	96,9	95,3
Festeabbau	82,5	77,8
Bilanz Nr.	1	2
		6

Bilanz Nr. 1.

Zunächst wurde eine Probe eines Teerrückstandes aus P 1416 verarbeitet, die in der Kleinapparatur hergestellt worden war. Da diese mehr benzol-lösliche Anteile enthält als P 1094 get., und überdies der Festeabbau schlechter lag, mußte mit geringerem Durchsatz (0,63 geg. 0,69) gefahren werden, um den Abschlammanfall nicht zu hoch werden zu lassen. Eine Erhöhung der Temperatur über 476° hinaus verbot sich wegen des starken Ansteigens der Vergasung. Die so erhaltenen Werte zeigen die schlechtere Eignung der untersuchten Probe für die Hydrierung.

Bilanz Nr. 2.

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

Verglichen mit P 1094 und gleichem Kontakt wurden schwerere weniger anhydrierte Öle erhalten, was z.T. der niedrigeren Reaktionstemperatur zuzuschreiben ist, sicher aber auch teilweise in der schlechteren Hydrierbarkeit des P 1416 begründet ist. Das Schweröl über 325° wies eine wesentlich höhere Viskosität (rd 200 E/20° gegen 33) und demgemäß einen höheren Stockpunkt (-1° gegen -12°) auf. Die Schwelausbeute war mit 79,7 % gegen 89,0 % ungenügend.

B-Mit Grude-Molybdän.

Bilanzen 3-5.

Mit 1,0 % Grude-Molybdän anstelle des Eisen-Titan-Kontaktes wurden 3 Bilanzen genommen. Die Hoffnung, mit dem aktiveren Katalysator einen höheren Durchsatz bewältigen zu können, erfüllte sich nicht. Der Durchsatz mußte von 0,71 auf 0,64 und schließlich auf 0,57 zurückgenommen werden, bis den Schwelausbeuten nach eine leidlich störungsfreie Rückstandaufarbeitung gewährleistet schien. Da der Abschlammanfall immer wieder anstieg, besteht überdies die Möglichkeit, daß von Bilanz zu Bilanz schlechteres Frischöl verwendet wurde, denn der aus demselben Tank abgezogene Rückstand wechselte in seinen Eigenschaften nicht unerheblich (s. Tabelle 2). Auch hat sich vielleicht die Kontaktkonzentration im Ofen, die beim Anfahren ja besonders hoch war, nach und nach im Laufe dieser Versuche noch etwas vermindert. Aus diesen Gründen sind hauptsächlich die Ergebnisse der letzten Bilanz (5) für diese Fahrweise von Interesse. Da die Vergasung mit Molybdän niedriger lag, konnte gegenüber Eisen-Titan mit etwas höherer Temperatur (478 gegen 476°) gefahren werden.

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

Frishöl		P 1416 get.	P 1094 get.
Benzolfestes	%	8,3	8,4
s-Asphalt	%	28,9	23,5
Durchsatz		0,57	0,66
Temperatur	°C.	478	478
Leistung		0,47	0,59
Schweröl i. prakt. Ölgehalt		41,4	41,1
Vergasung	%	13,2	12,6
Asphaltabbau	%	99,1	99,3
Festeabbau	%	93,7	100,0
Bilanz N r.		5	7

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



Verglichen mit P 1094 getoppt wirken sich die ungünstigen Eigenschaften des hier verarbeiteten Teerrückstandes vor allem darin aus, daß mit um 20 % niedrigeren Durchsatz gefahren werden mußte, um annähernd denselben Asphaltabbau zu erreichen. Demgemäß wurde eine geringere Leistung erzielt und eine etwas höhere Vergasung erhalten. Trotz des geringen Durchsatzes lag der Abbau des organisch-festen niedriger und der Schwerölanteil im Ölgewinn gleich. Die schlechtere Verarbeitbarkeit des P 1416 zeigte sich auch darin, daß ein Schweröl von höherer Viskosität und gleichem Stockpunkt anfiel. Der geringere Durchsatz bewirkte nur, daß das spezifische Gewicht der Öle niedriger und ihr Anilinpunkt höher lag.

#### Bilanz Nr. 6.

Mit mehr Molybdänkontakt (1,5%) und um 1 % höhere Temperatur wurden genau die gleichen Resultate erhalten. Die Kontakterhöhung brachte also keinen Vorteil. Sie wäre auch nur dann vertretbar, wenn es möglich wäre, aus dem Schwelrückstand das Molybdän in ausreichender Ausbeute wieder zu gewinnen. Ein Verfahren hierzu müßte indessen erst entwickelt werden.

#### C Mit Grude-Eisen-Titan und Chlor.

Um ohne Molybdän auszukommen, wurde nun versucht, die bekannte Hydrieraktivität des Chlors auszunutzen. Dem Teerrückstand wurde 1,5 % Grude-Eisen-Titan zugemischt, und zusätzlich elementares Chlor verdünnt mit Stickstoff in den Ofen gefahren. Hierbei ging die Chlorzuleitung, die als Steigrohr durch die Ofenschlammleitung geführt war bereits nach wenigen Stunden zu, offenbar infolge der Polymerisation vom Ofeninhalt, der in das Steigrohr gelangt war, unter dem Einfluß des Chlors. Es gelang dann, diese Störung durch Spülen des Steigrohrs mit Mittelöl zu verhindern. Jedoch mußte nach kurzer Zeit aus äußeren Gründen - Störung der Stickstoffzufuhr - die Verwendung des elementaren Chlors aufgegeben werden, sodaß Bilanzergebnisse von dieser Fahrweise nicht genommen werden konnten. Die eingebrachte Chlormenge hatte rd. 1,4 % auf Frischöl bezogen, d.h. etwas mehr, als ursprünglich beabsichtigt war, da sich die Menge mit Hilfe des Sättigers (s. Skizze nicht genügend genau dosieren ließ.

Es wurde dann das elementare Chlor durch Tetrachlorkohlenstoff (0,85 %) ersetzt, das verdünnt mit Mittelöl ebenfalls in den Ofen unten eingefahren wurde. Als wichtigste Ergebnisse wurden erhalten (Bilanz 7):

Durchsatz	0,63
Temperatur °C	478
Leistung	0,50
Schweröl im prakt. Ölgewinn	43,7
Vergasung	14,0
Asphaltabbau	98,4
Festeabbau	95,6

Auch wenn man den Einfluß der um 2°C höheren Ofentemperatur berücksichtigt, so erkennt man doch deutlich die erhebliche Verbesserung, die der Chlorzusatz gegenüber der Verarbeitung ohne Chlor (Bilanz 2) bewirkt. Sie ist in allen Punkten sichtbar, besonders im Abbau der hochmolekularen Bestandteile und damit im Abschlammanfall,

der mit 11,6 % nur wenig höher lag als der, der bei Verwendung von Molybdän erhalten worden war. Trotzdem reichterer Asphaltabbau für eine Verschmelzung des Abschlamms ohne Klumpenbildung, noch nicht aus. Es muß aber für wahrscheinlich gehalten werden, daß durch eine geringfügige Verminderung des Durchsatzes auf die gleiche Höhe (0,57), die mit Molybdänkontakt eine einwandfreie Rückstandsaufarbeitung hatte erzielen lassen (Bilanz 5 und 6), auch mit Chlor eine störungslose Rückstandsaufarbeitung hätte erreicht werden können.

Die Schwelgergebnisse dieser Versuchsreihe bestätigen erneut den Befund, daß das Verhältnis Asphalt zu Benzolunlöslichem im Schwelgut 1:10 nicht unterschreiten darf, wenn die Schwelung störungsfrei verlaufen soll (s. das anliegende Diagramm).

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

Der weitere Verlauf des Versuches zeigte die Gefährdung des Ofens durch das Chlor. Obwohl die  $\text{CCl}_4$ -Menge nach der Bilanz 7 auf 0,5 % zurückgenommen worden war, wurde der Ofen nach einer Fahrzeit mit  $\text{Cl}_2$  bzw.  $\text{CCl}_4$  von insgesamt nur 167 Stunden undicht, und zwar an der Stelle, an der das Chlor erstmalig auf Temperaturen oberhalb  $350^\circ$  kommt. Es ist daher festzustellen, daß bei 600 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ofentemperaturen liegen, weder  $\text{H}_2$  noch  $\text{V}_2\text{A}$ -Material dem Angriff des Chlors ausreichend stand halten.

Wie die Chlorbilanz zu Bilanz 7 (Tabelle 100) zeigt, waren die Öle (mit weniger als 0,01 %  $\text{Cl}$ ) praktisch chlorfrei. Nur 12% des eingehenden Chlors wurden im Abwasser und im Schwelrückstand gefunden. Da überdies bei Verwendung von Chlor häufig Druckdifferenzen im Gasausgang durch Ammonsalze auftraten, ist zu vermuten, daß der größte Teil des Chlors als  $\text{HCl}$ -Nebel das 10-Ltr.-Gefäß passierte und mit dem Ofengas fortgetragen wurde.

gez. Hupfer

## Tabellenverzeichnis.

Tabelle 1a - c	Bilanzen
" 2	Eigenschaften des Frischöls
" 3a - b	Untersuchungen des Benzins $-135^{\circ}$
" 4	Untersuchungen des Benzins $135-200^{\circ}$
" 5	Mittelöluntersuchungen
" 6	Schweröluntersuchungen
" 7	Heizöluntersuchungen
" 8	Elementaranalysen und Heizwert von Benzin und Mittelöl
" 9	Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Schweröl und Schwelrückstand.
" 10a - c	Elementarbilanzen
" 11	Verteilung des als KW vergastem C
" 12	iso - Butangehalt
" 13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	In Abwasser gelöste Stoffe
" 15	Phenolzerlegung
" 16	Schwelausbeuten
" 17	Asphaltzerlegung des Frischöls

Tabelle 1a

Bilanzen.

Vom Fahren von P 1416 getoppt -325° auf Schwerölüberschuß  
bis 600 atm

Ofen 411

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Tag 1940	9.9.	14.9.	21.9.	25.9.	29.9.	4.10.	16.10.
Schicht	ab	ab	ab	ab	ab	ab	ab
<u>Kontakt</u> kolloidal i. Abstreifer- schweröl z. Einfüllbrei							
7509 b Ch 12 <sup>1)</sup> %	1,5	1,5	-	-	-	-	1,5
5475 <sup>2)</sup> Ch 12 <sup>2)</sup> %	-	-	1,0	1,0	1,0	1,5	-
6709 <sup>3)</sup> %	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
P 35 <sup>4)</sup> i. Ofen unten %	-	-	-	-	-	-	0,85
<u>Rückführung Frischöl; Abschamm</u>	1 : 0,5						
<u>Fahrbedingungen</u>							
Temperatur Schlange °C	441	451	442	442	442	442	444
Ofen °C	476	476	478	478	478	479	478
Abscheider °C	464	464	465	466	466	468	466
Durchsatz kg Frischöl/Ltr. Of. Vol./Std.	0,626	0,618	0,705	0,638	0,568	0,563	0,625
Gas cbm/kg Frischöl	3,05	2,89	2,96	3,01	2,94	3,09	3,00
Umdrehungszahl d. Ofenrührers/ Min.	38	38	38	38	38	38	38

- 1) Grude-Eisen-Titan
- 2) Grude - Molybdän
- 3) Na<sub>2</sub>S, Sulfigran
- 4) CCl<sub>4</sub> mit 91,7 % Cl

Tabelle 1b

## Bilanzen

## Ergebnisse 1)

Bilanz Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Rohbilanz aus/ein	97,9	98,3 <sup>3)</sup>	98,8	97,6	99,3	98,1	97,6
Ausbeute aschefrei auf Reinfischöl + H <sub>2</sub> -Verbrauch	96,1	96,9	97,9	95,8	98,3	96,7	96,5
Prakt. Ölgewinn (Bi+Mi+S'Öl)- Leistung	0,485	0,468	0,561	0,510	0,472	0,455	0,501
Prakt. Ölgewinn auf Reinfischöl	77,8	76,1	79,8	80,2	83,4	81,2	80,5
darin Benzin -135°	4,9	5,1	3,6	7,3	3,9	5,7	5,6
Benzin 135-200°	3,0	3,2	2,9	43,8	3,5	4,4	5,0
Mittelöl 200-325°	53,3	46,5	45,2		51,2	48,9	45,7
Schweröl über 325°	38,8	45,2	48,3	48,9	41,4	41,0	41,7
Vergasung auf prakt. Ölgewinn	15,0 <sup>5)</sup>	14,4	13,2	12,4	11,4 <sup>6)</sup>	13,3	14,0 <sup>4)</sup>
Vergastes C auf C des Frischöls	12,9	12,0	11,4	10,6	12,5 <sup>6)</sup>	11,7	12,3 <sup>4)</sup>
davon als CO	3,1	3,0	3,8	3,2	1,6	1,8	1,7
" " CO <sub>2</sub>	0,8	0,4	0	0,2	0,5	0,8	2,0
Asphaltabbau	96,9	95,3	99,0	98,7	99,1	99,2	98,4
Abbau d. organ. Festen	82,5	77,8	92,3	90,4	93,7	93,7	95,6
Neuabschlamm auf Frischöl	16,9	24,7	12,4	14,2	9,5	9,2	11,6
Schweröl auf Frischöl	10,6	14,8	7,9	8,6	6,1	5,8	7,2
Wasserneubildung auf Reinfischöl	1,0 <sup>2)</sup>	1,0 <sup>2)</sup>	3,6	1,0 <sup>2)</sup>	1,0 <sup>2)</sup>	2,5	1,0
Aschebilanz aus/ein	81,1	102,0	59,2	66,7	50,0	55,3	33,3

1) Benzin butanfrei

2) korrigiert

3) Abstreifer und Abschlamm korrigiert

4) nach Abzug des aus CO<sub>1</sub> gebildeten Methans

5) der Gasdichtedifferenz nach zu hoch bestimmt, Geschätzter Wert 14,0

6) der Gasdichtedifferenz nach zu niedrig bestimmt. Geschätzter Wert für die Vergasung 13,2

Tabelle 1c.

Bilanzen (Fortsetzung)

Analysen des Anfalls.

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

Tabelle 2.

Ergebnisse des Feinanalyse

F 141 (Kontroll) - 525

Untersuchungs Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
... ..	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Erwartete ... ..	1	2	2	2	2	2	2	2	2
Sarow	10	33,8	+55,5					33,7	4
Wasser %	8,2	8,2	0			0,2	8,2	0	0
Seifenlösliches %	19,8	17,5	8,7	8,3	8,1	8,1	8,1	7,3	7,3
Asche im Feinproben %	2,4	3,3	1,4	2,0	4,5	4,0	4,0	1,3	1,3
spez. Gew./100	1,132	1,154	1,182			1,121	1,154	1,1	1,1
32%	15,8	2,3	2,3			2,4	2,2	1,3	1,3
W-Asphalt %	21,3	21,2	24,3	21,8	22,7	21,6	21,6	31,0	31,0
...			1,3			1,4		5,31	5,31

Vermischungsprobe  
(s. Untersuchung 3)

...	...	...
...	14,7	1,070
...	34,7	1,104
...	57,4	1,142
...	99,9	

... .. Tabelle 9  
... .. Tabelle 10

Probe aus der kleineren ... ..

Tabelle 3a.

Untersuchungen des Benzins -135°.

Bilanz Nr.	2	5
Benzin -135° aus Abstreifer+Gasbenzin	93,6:6,4	76,8:23,2
<u>Roh:</u> spez. Gewicht/20° Phenole Anilinpunkt	0,760 0,7 + 19,5	0,734 0,2 + 27,8
<u>Raffination:</u>	1 x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH+0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
Raffinationsverlust Vol. % Redestillationsverlust Gew. %	1,0 11,1	1,0 8,3
<u>Raffiniert:</u> spez. Gewicht/20° Anilinpunkt I " Ia " II	0,748 + 22,8 + 23,8 + 50,4	0,726 + 31,4 + 31,5 + 51,6
<u>Teste:</u> Cu-Streifen Cu-Schale Dr.-Test H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test Jodzahl	Anlauffarben " " negativ unter 2 25,7	Anlauffarben " " negativ unter 2 26,0
<u>Zusammensetzung:</u> Paraffine % Naphtene % Aromaten % ungesättigter KW%	24,7 45,4 26,2 3,7	30,5 47,0 19,0 3,5
<u>Klopffwert Motor</u>	70,5	73,5

682



Tabelle 3b

Untersuchung der Benzine -135°

Bilanz Nr.		2	5
ASTM + Siedekurve			
Siedebeginn	° C	47	38
- 50		-	4,0
- 60		2,0	16,5
- 70		10,5	31,5
- 80		27,5	47,5
- 90		50,0	65,0
- 100		70,0	80,0
- 110		83,0	88,5
- 120		90,0	92,5
- 130		94,5	95,0
- 135		96,0	96,0
- 145		98,0	97,5
+ R		99,0	98,5
Fraktion 80-100° spez. Gew./20°	° C	0,743	0,740
Anilinpunkt	° C	+ 23,5	+ 25,5
" 110-140° spez. Gewicht		0,782	0,790
Anilinpunkt	° C	+ 5,5	+ 6,5

Tabelle 4.

## Untersuchungen des Benzins 135-200°

Bilanz Nr.	2	5
<b>Roh:</b> spez.Gew./20°	0,900	0,896
Phenole %	24,0	14,5
Anilinpunkt berechnet °C	-19	-17,5
<b>Raffination</b> 1)	1x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10%ig raffiniert, 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über Gasöl redestilliert	
Raffinationsverlust Vol%	10,0	8,1
Redestillationsverlust Gew%	14,2	14,3
<b>Raffiniert:</b> spez.Gew./20°	0,861	0,862
Anilinpunkt I ber. °C	-20,2	-16,5
" " Ia " °C	-19,8	-15,7
" " II °C	+62,4	+61,0
Zusammensetzung: Paraffine %	11,9	26,0
Naphthene %	4,0	11,0
Aromaten %	78,4	58,0
unges.KW %	5,7	5,0
Klopffwert Motor	79,0	80,5
<b>ASTM-Siedekurve</b>		
Siedebeginn °C	136	134
- 140°	-	1,5
- 150°	7,5	18,0
- 160°	28,0	35,0
- 170°	50,5	54,5
- 180°	70,5	70,5
- 190°	85,0	82,5
- 200°	92,5	91,5
- 210°	95,5	95,0
- 218°	97,0	97,0
+ R	98,5	98,5
Fraktion 150-180° spez.Gew/20°	0,858	0,858
Anilinpunkt ber °C	-24,2	-21,5

1) Bei der Behandlung mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> war bei dem Benzin der Bilanz.2 starker Ausfall von weißen Kristallen zu beobachten. Die daraus isolierten Basen hatten einen Siedebereich von (70) -190°.

Tabelle 5.

Mittelöluntersuchungen.

Milch Nr.	2	5
Abstreifer über 200° + Schwefelöl darin Mittelöl - 325	83,3:15,7 - 44,5	93,7:6,3 - 45,6
Non: spez. Gew. / 20° Flüssigkeit %	0,992 - 2,0	0,988 - 2,0
Spez. Gew. / 20° Siedebeginn °C	220	210
- 225° %	-	-
- 250° %	11,0	16,3
- 275° %	38,5	42,5
- 300° %	70,5	73,5
- 325° %	93,5	96,0
- 350° %	-	98,8
+ 375° %	100,0	100,0
Fraktion 240-275° spez. Gew. / 20° Flüssigkeit %	0,992 - 2,0 - 13,0	0,984 - 3,0 - 11,5
Fraktion 280-315° spez. Gew. / 20° Flüssigkeit %	0,988 - 3,0	0,984 - 3,7
Fraktion 320-350° spez. Gew. / 20° Flüssigkeit %	0,988 - 38,5	0,982 - 38,5

685

Tabelle 6.

Schweröluntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	5
Schweröl über 325° aus Abstreifer -200° + Schwefel	%	55,5	45,8
spez.Gew./50°		1,084	1,062
Vakuum siedekurve bei m/m Hg		18	14
Siedebeginn	°C	165	185
-225°	%	66,4	58,3
spez.Gew./40°		1,050	1,046
-275°	%	92,0	89,8
spez.Gew./60°		1,076	1,064
-325°	%	96,3	97,9
spez.Gew./90°		1,090	1,086
+ R	%	99,9	100,0

Tabelle 7.

Heißuntersuchungen.

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

687

Tabelle 8.

Elementaranalysen und Heizwert von Benzol und Mittelöl.

Bilanz Nr.	Benzol -135°		Benzol 135-325°		Mittelöl 200 - 325°	
	2	7	2	5	2	7
O %	86,63	-	85,89	87,08	88,81	89,34
H %	13,20	-	9,92	10,24	8,88	8,98
N %	0	-	3,28	1,84	1,29	0,82
S %	0,36	-	0,86	0,78	0,90	0,78
Cl %	0,027	-	0,049	0,06	0,12	0,084
UHF cal/kg	-	unter 0,01	-	unter 0,01	-	unter 0,01
		unter 0,01		unter 0,01		unter 0,01
		-		-		9553

Tabelle 9.

Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Abstreiferschweröl und Schwelrückstand.

Bilanz Nr. bzw. Tag	Frischöl (19,340l)		Abstreiferschweröl		Schwelrückst. 0014	
	2	7	2	5	5	7
O %	90,30	-	90,59	90,51	80,92	8,30
H %	5,38	-	7,63	7,64	12,75	-
N %	2,59	-	0,78	0,96	-	-
S %	1,01	-	0,70	0,60	0,21	-
S flüchtig %	-	-	-	-	0,75	-
S Gesamt %	0,72	-	0,30	0,29	2,90	-
Cl %	0,063	0,022	-	unter 0,01	0,60	1,17
UHF cal/kg	8693	-	-	9369	-	-
H <sub>2</sub> O a. Behr.-%					0,70	
Asche "					17,16	

- 1) Aus Tank 1 + 2 der Großapparat
- 2) Asche sulfathaltig

Tabelle 10.a

## Elementarbilanz (korrigiert).

Zu Bilanz Nr. 2.

	C	H	O	N	S
Ein: P 1214 getoppt	4233,6	271,1	60,8	46,4	29,7
Kat. 75D9b Ch 12	36,2	0,7	2,0	0,4	5,3
Kat. 6709	-	-	-	-	2,0
Eingangsgas	21,4	212,4	9,0	-	-
<b>Gesamteingang</b>	<b>4291,2</b>	<b>484,2</b>	<b>71,8</b>	<b>46,8</b>	<b>37,0</b>
Aus: Benzin -135°	162,4	24,8	0	9,7	0,1
Benzin 135-200°	99,6	11,5	5,8	1,0	0,1
Mittelöl 200-325°	1532,7	158,1	22,3	15,5	5,1
Schweröl	1536,5	129,4	13,2	11,9	5,2
Abwasser <sup>1)</sup>	0,7	3,5	10,3	7,8	12,5
Gas 1. Produkt gel.	12,5	2,6	-	-	-
Ofengas	422,0	110,6	13,2	2,1	-
Abstreifergas	74,9	16,9	3,3	0,5	4,1
Abschlammgas	43,1	10,4	3,1	1,0	0,6
1. Wasser d. Gaswäsche	-	1,1	-	5,0	-
Schmelrückstand <sup>2)</sup>	402,2	8,7	-	1,3	12,5
Schmelwasser <sup>3)</sup>	-	0,3	2,6	-	-
Schmelgas <sup>3)</sup>	4,6	11,3	-	-	-
<b>Gesamtausgang</b>	<b>4291,2</b>	<b>484,2</b>	<b>71,8</b>	<b>46,8</b>	<b>37,0</b>
Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz	% 95,3	-	116,3	86,1	100,3

- 1) Phenolgehalt zu 0,37 % angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 getoppt auf Schweröl.
- 2) Analysen der Bilanz 5, da keine Elementaranalyse ausgeführt wurde.
- 3) geschätzt.

600

Tabelle 10b

Elementarbilanz ( korrigiert )

Zu Bilanz Nr. 5.

	C	H	O	N	S	Cl
<b>Ein:</b> P 1416 getropft	4044,2	258,8	58,0	44,3	28,3	0,8
Kat. 5475	19,3	0,4	5,3	0,3	5,0	-
Kat. 6709	-	-	-	-	3,7	-
Eingangsgas	20,2	229,0	6,9	-	-	-
<b>Gesamteingang</b>	<b>4083,7</b>	<b>488,2</b>	<b>70,2</b>	<b>44,6</b>	<b>37,0</b>	<b>0,8</b>
<b>Aus:</b> Benzin <math>-135^{\circ}</math>	130,1	19,7	0	0,2	0	-
Benzin <math>135-200^{\circ}</math>	115,0	13,5	2,4	1,0	0,1	-
Mittelöl <math>200-325^{\circ}</math>	1707,4	171,7	15,7	14,9	1,6	-
Schweröl über <math>325^{\circ}</math>	1404,4	118,6	15,0	9,2	4,5	-
Abwasser 2)	2,2	3,9	17,1	7,5	12,0	-
1. Wasser d. Gaswäsche	-	2,4	-	8,0	11,4	-
Gas 1. Produkt gelöst	18,3	3,9	-	-	-	-
Ofengas	439,6	112,0	16,6	0,7	-	-
Abstreifergas	107,9	24,8	1,0	1,7	3,4	-
Abschlammgas	45,8	11,3	1,6	1,1	-	-
Schmelrückstand 1)	111,6	2,4	-	0,3	4,0	0,8
Schmelwasser 1)	-	-	0,8	-	-	-
Schmelgas 1)	1,4	4,0	-	-	-	-
<b>Gesamtausgang</b>	<b>4083,7</b>	<b>488,2</b>	<b>70,2</b>	<b>44,6</b>	<b>37,0</b>	<b>0,8</b>
<b>Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz</b>	<b>98,7</b>	<b>-</b>	<b>100,8</b>	<b>82,3</b>	<b>69,5</b>	<b>20,0</b>

1) geschätzt.

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

620



Tabelle 10c.

Chlorbilanz

zu Bilanz Nr. 7

	g Cl
<u>Ein:</u> Frischöl	1,1
CCl <sub>4</sub>	38,5
Gesamteingang	39,6
<u>Aus:</u> Abwasser	2,2
Schmelrückstand	2,5
Durch Bestimmungen erfaßter Ausgang	4,7
Aus / Ein	11,9

Anhang zu den Tabellen 10.

Korrektur der Elementarbilanzen.

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

Die O-Bilanzen wurden durch Änderung des Abwassers berichtigt. Zur Korrektur der N-Bilanzen wird angenommen, daß der fehlende Stickstoff als NH<sub>3</sub> im Wasser der Gaswäsche enthalten war.

Der in Bilanz 5 im Ausgang fehlende Schwefel ist vermutlich als H<sub>2</sub>S gleichfalls durch die Gaswäsche entfernt worden. Dagegen wurde die recht gut stimmende S-Bilanz 2 durch Änderung des S-Gehaltes im Schmelrückstand, für die keine eigene Analyse vorliegt, berichtigt.

Tabelle 11.

Verteilung des als KW vorzesten C.

Bilanz Nr.	2	5
als C <sub>1</sub> - KW %	24,1	22,2
" C <sub>2</sub> - " %	24,3	24,5
" C <sub>3</sub> - " %	31,0	30,2
" C <sub>4</sub> - " %	20,6	23,1

Gehalt an Ungesättigten.

Bilanz Nr.	2	5
C <sub>2</sub> - KW %	2,2	1,9
C <sub>3</sub> - " %	1,7	1,8
C <sub>4</sub> - " %	1,27	3,5
C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub> - KW %	1,3	1,8

Tabelle 12

iso - Butangehalt.  
% v. Gesamtbutan

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

600

Tabelle 13

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen.  
zu Bilanz Nr. 5

	mg S/cbm
im Ofengas	9,55
Produktgas	10,53
Abschlammgas	39,08

Tabelle 14

Im Abwasser gelöste Stoffe.  
g/kg

Bilanzen bzw. Tag 1940	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	Cl
8.9. c	-	-	-	0,585
1	23,7	-	-	0,757
2	18,09	-	-	0,085
17.9.	-	-	-	Spuren
3	7,1	-	-	0,013
4	8,2	-	-	0
5	57,0	74,1	103,9	Spur
6	13,25	-	-	0,041
14.10. a	-	-	-	0,53
15.10. c	-	-	-	2,59
7	60,9	-	-	16,9
17.10. a	-	-	-	3,6

Tabelle 15

Phenolverlegung.  
zu Bilanz Nr. 5

Phenole 150-250° redestilliert vom Abstreifer	1,3 %
davon Karbolsäure	29,2 %
o-Kresol	12,3 %
p-m-Kresol	21,5 %
Xylenole	20,3 %
höhere Xylenole	3,9 %

Tabelle 16

Schwelausbeuten  
im kleinen Kugelofen.

zu Bilanz Nr. Tag d. Anfalls 1940	1 8. u. 9. 9.	2 13. 9.	3 21. 9.	4 25. 9.	5 29. u. 30. 9.	6 3. u. 4. 10.	7 16. u. 17. 10.
i. Abschamm % Öl	72,8	75,3	79,7	81,5	76,2	74,0	78,7
Asphalt: Benzolfestes	1:7,3	1:5,8	1:9,0	1:8,7	1:10,6	1:13,5	1:7,1
Ausbeute Öl %	60,6	60,0	64,5	60,7	65,0	62,5	61,9
Koks %	34,8	38,4	34,2	37,2	32,5	35,0	36,7
Gas+Verlust %	4,6	1,6	1,3	2,1	2,5	2,5	1,4
Schwelöl auf Öl des Abschlammes %	83,3	79,7	81,0	74,5	85,3	84,5	78,7

Tabelle 17

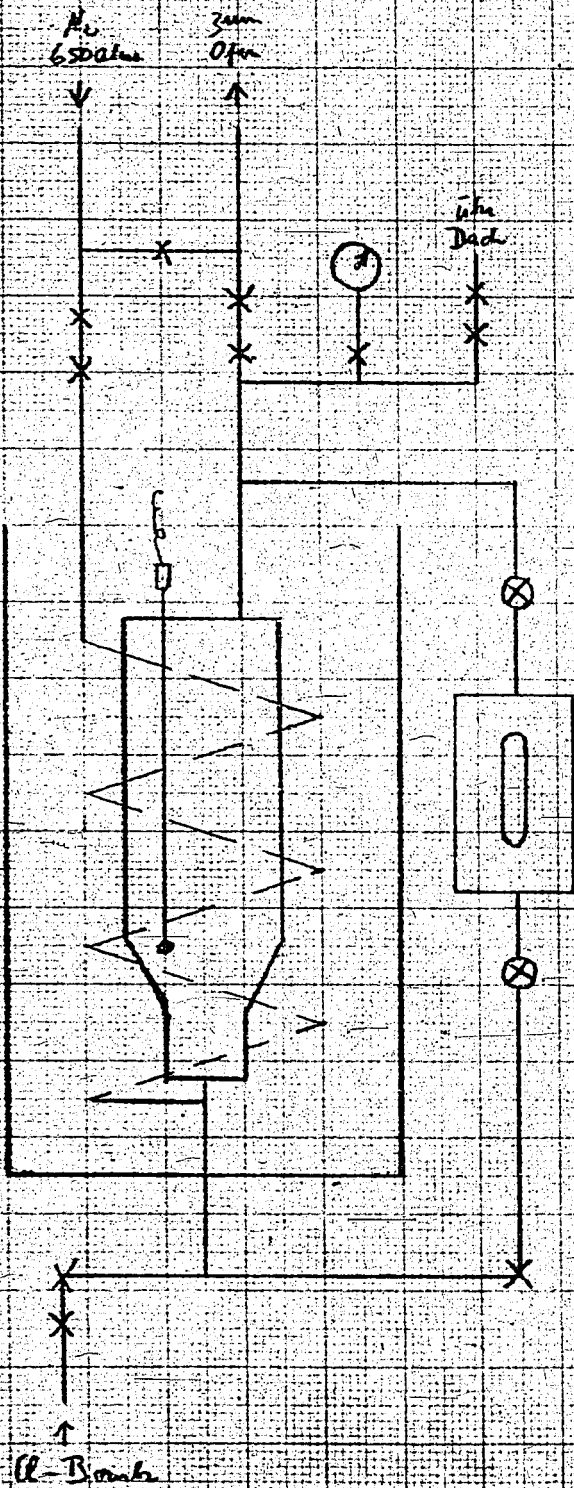
Asphaltzerlegung des Frischöls.

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

694

Übersicht

4/11



655

Schwingenlinien

in Abh. angeordnet von der Zusammensetzung des Abdrucks

85

80

70  
Höhe  
in  
mm

Klumpenbildung    keine Klumpenbildung

Luftdruck an  
Kulturpapier

TH

(10)

Versuchsbericht

Verarbeitung von  
Heißschweizer „Carsten - Zentrum“ der Schlesag  
( P 1376 v. 6.6.40 )  
bei 600 atm auf Schwerflüberschuss  
Ofen 411 v. 30.6. -- 2.9.1940.

20344

Schlesag-Heišteer (P 1376 v. 6.6.40) bei 600 atm im  
10 Itr.-Ofen auf Schwerölüberschuß gefahren.

Zusammenfassung.

Eine Sendung von Heišteer, der bei der Schwelung von Rußkohlen der Carsten-Zentrungsgrube O/S nach dem Lurgi-Spülgasverfahren gewonnen worden war, sollte bei 600 atm auf Schwerölüberschuß verarbeitet werden, da die Hydrierung eines ähnlichen Schwelpeches für Blochhammer in Frage kommt.

Das Produkt unterscheidet sich von Hochtemperaturrückständen vorteilhaft durch seinen niedrigen Festgehalt<sup>1)</sup>, seinen hohen Gehalt an disponiblen Wasserstoff und durch die Gutartigkeit seiner Asphalte, da es mehr Anteile an Öl und Ölharsen und weniger hochmolekulare Asphalte aufweist.

Demgemäß ließ es sich mit 1,0% Grube-Eisen-Fitankontakt ohne Störungen und mit guten Ergebnissen verarbeiten. Nachdem zunächst mit dem für Hochtemperaturteere üblichen Durchsatz 0,6 und niedriger Temperatur (471°) gearbeitet worden war, wurde der Durchsatz soweit ausgefahren, daß der Ofen gerade noch gut zu beherrschen war. Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten (Bilanz 3-4):

Temperatur	473-74°
Leistung	0,62
Schweröl in Ölgewinn	36,0 %
Vergasung	10,1 %
Asphaltabbau	99,3 %
Feststoffabbau	45,0 %

Die geringen Festbestandteile (1,2 % v. Frischöl) enthielten wohl hauptsächlich Flugstaub, der sich nicht abbauen läßt. Während sämtlicher Versuche wurde ein grüner Abschlamm erhalten, der sich gut verschwelen ließ. Sicher ist die leichte Hydrierbarkeit des Schwelteeres teilweise auf seinen hohen Chlorgehalt von 0,6% zurückzuführen. Dieser macht andererseits die Zugabe von 1,1 %  $\text{H}_2\text{S}$  zur völligen Neutralisation nötig.

Wenn auch einige Beobachtungen auf eine gewisse Temperaturempfindlichkeit des Teeres hindeuten, so ist doch anzunehmen, daß sich anormale Verkrustungen des Vorheizers durch ausreichende Strömungsgeschwindigkeit und nicht zu hohe Aufheizung mit Sicherheit vermeiden lassen. Der recht hohe Sauerstoffgehalt des Teeres und seine gute Reaktionsfähigkeit werden bewirken, daß der Ofen auch bei nicht zu hoher Aufheiztemperatur leicht anspringt.

Während der Teer bei druckloser Wärmebehandlung stark zu Polymerisationen neigt, wie auf Grund seiner Konstitution zu erwarten ist, machten sich in Gegenwart von Wasserstoff unter Druck derartige Erscheinungen nicht bemerkbar.

<sup>1)</sup> dieser wurde mit Benzol-Alkohol 80:20 bestimmt werden, da das Pech in reinem Benzol nicht löslich ist.



Bei gleichbleibendem Durchsatz konnte die Grude-Kontaktmenge auf 0,75 % verringert werden, wobei die Temperatur auf 476° gesteigert werden mußte. Hierdurch erhöhte sich die Vergasung auf 10,7%, während der Schwerölanteil im Ölgewinn auf 40,8 % zunahm.

Die aus den Schwelteeer erhaltenen Öle sind paraffinischer als die aus Hochtemperaturteeer oder auch aus Steinkohle beim Fahren auf Schwerölüberschub gewonnenen Produkte. Im Phenol- und entsprechend im Sauerstoffgehalt stehen die Fraktionen -325° in der Mitte zwischen den Vergleichsölen.

Das Schweröl kommt in seiner Viskosität einem Steinkohlöl ungefähr gleich. Sein spezifisches Gewicht liegt etwas niedriger, der Stockpunkt ist mit + 15° und darüber infolge des Paraffingehaltes von etwa 2,5 % für ein Heizöl ungenügend. Auch durch Verdünnung mit viel Mittelöl etwa im Verhältnis 60 : 40 läßt sich der Stockpunkt nicht unter 0° herunterdrücken. Dagegen konnte mit entparaffiniertem Schweröl und Mittelöl 68 : 32 eine Heizölmischung mit Stockpunkt -15° erhalten werden; allerdings lag ihr spez. Gewicht unter der von O.K.M. vorgeschriebenen Grenze.

In der KW-Vergasung wird prozentual mehr Methan gebildet als bei der Hydrierung von Hochtemperaturteeeren oder schlesischer Steinkohle. Der Iso-Butangehalt des Butans ist normal.

In einem weiteren Versuch wurde der Gasphasenkontakt 7360 (Tonarde-Molybdän) in feinverteilter Form geprüft. Er zeigte sehr gute Aktivität, ist aber in der Sumpffase unter den vorliegenden Bedingungen nicht verwendbar, da er sich infolge seiner Schwere im Vorheizser absetzte und die Breischlange verstopfte. Nachstehend sind die spezifischen Gewichte des Kontaktes 7360, eines Grudekontaktes (7685), ungeschwefelter Bayermasse (6512) und einer im Sumpffofen abgesetzten Masse (Kaviar Rheinbraun vom März 1942 (gepulvert)) aufgeführt.

	7360	7685	6512	Kaviar
spez. Gew./20°	3,08	1,65	2,72	2,94

Man kann aus diesen Zahlen schließen, daß ein Sumpffasekontakt für Teere und Öle im spez. Gewicht nicht viel über 2,0 liegen darf, wenn nicht die Möglichkeit besteht, durch andere Mittel wie z. B. die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit die Absatzgefahr zu beseitigen, während für einen Kohlekontakt die obere Grenze bei 2,8-2,9 liegen wird. Weiterhin wurde nach Vorschlag von Dr. Krönig ein neuer Ofenrührer versuchsweise verwendet, der Siebscheiben anstelle der üblichen Ringscheiben besaß. Er hatte in Modellversuchen eine bessere Gasverteilung bewirkt. Im Betrieb versagte er, da die Bohrungen in kurzer Zeit zugingen und sich auf den Scheiben Kontaktschichten bis zu 10 cm Stärke absetzten.

Die Versuche wurden ausgeführt  
von Dr. v. Hartmann  
gemeinsam mit  
Dr. Kupfer  
" v. Müffling

gez. Kupfer  
" v. Müffling

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gieg  
Untersuchungen: Dr. Schiffmann

" Meier, " Hirschberger,  
" Scheiner, " Boerte.

Versuchsordnung.

Normaler <sup>1)</sup> 10-Ltr.-Ofen

Breischlange gelitert zu	Ofen gelitert zu	Anfahrttag
1.050 ccm	8,21 Ltr.	30. 6. 40
940 "	8,19 "	19. 7. 40
1.000 "	8,065 " <sup>2)</sup>	16. 8. 40

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 30.6. - 2.9.1940

Versuchsverlauf.

29.6.40 Angekühlt.

30.6.40 Unter 600 atm, 6000Ltr. Nullgas über Dach entspannt.

Bei 12 mV mit Einlauf: P 1376 v. 6.6.40 + 20 % Kat. 7509 B (Grude Charge 12 mit 7% FeSO<sub>4</sub> und 5% TiOSO<sub>4</sub>) auf Frischöl bezogen, 30%ig im Schweröl über 325° kolloidal gemahlen zum Frischöl gegeben.

Frischöldurchsatz 3 kg/Std. Frischgas 2,0 cbm/kg Frischöl.

In Anlehnung an die Anfahrweise des Großbetriebes sollte von vornherein eine genügende Kontaktkonzentration im Ofen eingestellt werden. Diese Maßnahme hat sich bewährt, da von Anfang an ein grasgrüner Abschlamm anfiel und somit keine kritische Zone der Abschlammbeschaffenheit beim Anfahren durchschritten zu werden brauchte.

Bei 18 mV Kontakt 7509 zurück auf 5 %. Frischöldurchsatz vor auf 4 kg/Std.

1.7.40 Bei 23 mV Kat. 7509 zurück auf 1 %, dazu 0,25 % Kat. 6709 (Na<sub>2</sub>S, Sulfigran) kolloidal 50%ig im Abstreiferschweröl.

Der Neutralisationskontakt wurde in der gleichen Höhe wie bei früheren Feerversuchen zugegeben.

Frischöl-Abschlammrückführung 1:0,3.

Die Rückführung von Abschlamm wurde zunächst niedrig gehalten, um eine unnötige Belastung des Systems zu vermeiden.

1) vergl. z.B. Zusammenstellung 19 S13 i. v. 9.1.42 (K 1160 auf Bi + Ki)

2) mit Siebscheibenträger.

Aufarbeitung: Der Neuabschlamm wurde geschwält, das Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Leichtbenzin - 135°, Schwerbenzin 135-200°, Mittelöl 200-325° und Schwerölrückstand Durchsatz vor auf 6 kg Frischöl/Std.

Ein solcher Durchsatz erschien nach Art des Frischöls einhaltbar.

Es sollte so gefahren werden, daß 7-11 % Neuabschlamm, bezogen auf Frischöl, anfallen. Inessen waren folgende Höchsttemperaturen einzuhalten: Vorheisschlange 24 mV<sup>1)</sup>, Ofen 23 mV, Abscheider 22,3 mV.

Mit Rücksicht auf die leichte Spaltbarkeit des Frischöls wurde die Ofentemperatur zunächst niedrig gewählt.

Höchsttemperatur vor auf Ofen 25,3 mV, Abscheider 24,6 mV.

Mit der niedrigen Temperatur lagen die Abschlammprozente bei 40.

Spülung der Stopfbüchse an der Förderschnecke vom Abscheider umgestellt auf Frischöl. Spülung des Teereinganges umgestellt auf Frischöl + Schweröl 1:1.

Das bisher an beiden Stellen eingedrückte Frischöl ist zu dickflüssig.

2.7.40 Durchsatz zurück auf 5 kg Frischöl/Std.

Die Ofentemperatur war mit dem höheren Durchsatz nicht zu bändigen.

Abschlammprozente zurück auf 5-10.

Das tadellose Aussehen des Abschlammes ließ einen genügend weitgehenden Abbau des Feates und des Asphaltes annehmen.

3.7.40 Mit eigenem Abstreiferschweröl.

Bisher war für die Spülungen und Kontaktbrei Schweröl aus Steinkohle verwendet worden.

4.7.40 Abschlammrückführung vor auf 1:0,5.

Um den Ofen trotz der Pumpenstörungen in ruhiger Temperaturlage halten zu können.

6.7.40 Kontakt 6709 vor auf 0,3 %.

Der Chlorgehalt des Abwassers lag mit 2,5 g/kg noch viel zu hoch.

7.7.40 Wegen dauernden Anfallens der Breipumpen, einmal von gleichzeitig beiden, mußte zeitweilig die Temperatur auf 22,5 mV zurückgenommen werden.

10.7.40 Bilanz Nr. 1 ab

12.7.40 Kontakt 6709 vor auf 0,5 %.

Eine Zwischenprobe hatte 29,7 g Cl/kg in Abwasser ergeben.

1) Elementtemperatur 40°.

14.7.40

ab

Bilanz Nr. 2

Während der Bilanzzeit fiel 10 Minuten lang der Strom infolge einer Störung in Oppan aus. Alle Pumpen und Kompressoren blieben stehen, Temperatur und Druck gingen zurück. Solange wurde mit der Handpumpe verstärkt Frischöl + Abstreiferschweröl in den Teereingang gedrückt.

Gleichfalls während der Bilanzzeit wurde die Kohlebreipumpe 1 undicht und ging in Reparatur. Ab 15<sup>00</sup> trat eine bleibende Druckdifferenz bis zu 100 atm zwischen Schlangeneingang und Ofen unten (M.P.) auf.

Durchsatz vor auf 6,0 kg Frischöl/Std.

Die jetzt ruhige Temperaturlage ließ dies möglich erscheinen.

15.7.40

Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl 1:1 ohne Kontakt und kaltgefahren.

Die Druckdifferenz ließ ein Weiterfahren nicht zu.

Ofen 5 mal leergeschlammt, ging schlecht.

Das Ausfallen des Ofenrührers während des Stromausfalles am Vortage hatte wohl zum Absitzen des Kontaktes geführt. Auch im Ofenabschlamm I setzte sich trotz der vorhergehenden verstärkten Spülung noch Kontakt ab 1).

Die ersten Abschlamm-Mengen waren verhältnismäßig gering, was eine Schädigung des Ofens als nicht ausgeschlossen erscheinen ließ.

Mengen	I	II	III	IV	V
Ofen	7 430	7 610	8 110	8 480	8 410
Abscheider	1 620	1 950	1 000	1 250	1 850

16.u.17.7.40 Die Schlange zeigte nur geringe Volumensabnahme (1025 gegen 1050 ccm beim Einbau), dagegen schlechten Durchgang, d.h. es lag eine lokale Verstopfung vor. Diese dürfte die Ursache der Druckdifferenz gewesen sein. Sie ist zweifellos als die Folge anomaler Betriebsverhältnisse anzusehen, z.B. des Stromaus-

1)

	Festes %	Asche 1.P %	s-Asphalt 1.01 %
Ofenabschlamm I	5,9	52,1	7,3
Kaltfahröl	1,9	39,8	9,7

Das Feste wt. es mit Benzol + Alkohol (80:20) bestimmt, da die Ölbestandteile sich in reinem Benzol nicht lösen.

702

Falles von 14.7. oder einer örtlichen Überhitzung, vielleicht in Verbindung mit einer der dauernden Pumpenstörungen, jedenfalls aber nicht als das Produkt einer normalen stetig fortschreitenden Schlangenverkrustung, die nie derart lokal begrenzt ist. Die Schlange wurde ausgewechselt.

Der Übergang von der Breischlange zum Ofen war sauber.

Der Ausbau des Ofens zeigte geringe Krustenbildung am Rührer und Ofen unten und im unteren Ofendeckel in Menge von 60 g, hauptsächlich aus anorganischer Substanz 1) bestehend.

In der ersten Fahrperiode, in der zur Beheizung der Pumpen mit Mitteldruckdampf übergegangen wurde, und verschiedene Packungen mit Metallringen erprobt wurden, waren Störungen an den Breipressen an der Tagesordnung. Verschiedentlich mußte bei gleichzeitigen Ausfall beider Kohlebreipressen mit der Motorpumpe Abtreiferachseöl in den Leereingang gefahren werden unter Verzicht auf die Spülung in dem Ofen unten. Erst als die Kohlebreipressen wieder mit Niederdruckdampf beheizt wurden und die Temperatur der Ansauggefäße zurückgenommen wurde und gleichzeitig Weichpackungen für die St. Buchsen verwendet wurden, was an sich nur ersatzweise vorgesehen war, blieben die Pumpenausfälle in erträglichem Rahmen. Vielleicht sind die Metallpackungen zu abhängig von der Sorgfalt, die auf den Einbau verwendet wird.

18.7.40 Ofen drucklos angeheizt.

19.7.40 Ofen unter Druck: 500 atm, 2000 Ltr. Kullgas über Dach entspannt. Angefahren wurde wie am 30.6. und 1.7.40. Durchsatz 6 kg Fricohöl/Std. Kontakt und Bedingungen wie vor dem Abstellen am 15.7.40. Abschlammpromente 3-8.

Die Abschlammpromente wurden diesmal niedriger gehalten als zuvor, um eine höhere Kontaktkonzentration im Ofen zu erhalten.

24.7.40

ab Bilanz Nr. 3.

Anschließend Kat. 6709 war auf 0,8 %.

Die letzte Öl-Bestimmung am 22.7.40 hatte 14,0 g Öl/kg im Abwasser ergeben.

28.7.40

ab Bilanz Nr. 4.

Während der Analysenzeit Reparatur an Kohlebreipresse 2

29.7.40 Kat. 7509 zurück auf 0,75 %.

Das gute Aussehen des Abschlammes sollen diese Kontakt-einsparung zu erlauben.

1) 79,0 % Festes, 75,5 % Asche 1. Gr.

Kat. 6709 vor auf 0,9 %.

Die Chlorkorrosion war nach wie vor sehr stark.  
Abschlammprozente zurück auf 2-7.

Die Kontaktkonzentration im Ofen sollte trotz der Verminderung der Frischkontaktabgabe aufrechterhalten bleiben.

Der Druck fiel zeitweilig auf 500 atm zurück, da der Ofen 325 undicht wurde.

Es wurde daraufhin vereinbart, vor die kleinen 600 atm-Öfen ein Rückschlagventil zu legen.

31.7.40 Kat. 6709 vor auf 1,0 %.

Die Chlorkorrosion war immer noch zu hoch.

2.8.40

ab Bilanz Nr. 5

3.8.40 Mit 0,4 % Kat. 7360 (aktive Tonerde + 55 g/Ltr. Molybdänoxyd) 50%ig kolloidal im Abstreiferschweröl anstelle des 7509.

Günstige Ergebnisse, die mit fest angeordnetem Kontakt in kleineren Öfen erhalten werden waren, ließen die Verarbeitung schwerer Öle und Teere mit regenerierbarem Kontakt in feiner Verteilung, aber hoher Konzentration wieder aktuell erscheinen. Zunächst sollte der Tonerde-Molybdän-Kontakt auf seine Aktivität in geringer Konzentration bei der Verarbeitung von Schmelte geprüft werden. Die Molybdänkonzentration sollte der des Kontaktes 5475 (Grunde-Molybdän) annähernd entsprechen.

Der Ofen kotzte mehrfach über.

Da vorher und nachher der Stand sehr gut ging, schien es sich um einen Bedienungsfehler zu handeln.

6.8.40

Das Produkt wurde dunkel, obwohl der Stand das Oscillieren der Förderschnecke erkennen ließ. Die Störung ließ sich durch mehrmaligen Entschlamm des Abscheiders auf Gas und verstärktes Spülen der Förderschnecke und des Druckausgleichs zunächst beheben. Da jedoch eine danach auftretende Standstörung nicht zu beseitigen war, wurde zum Kaltfahren bei 22 mV umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl (1:1) ohne Kontakt.

Mit einer Festkonzentration von nunmehr 36 % im Abschlamm schien die Grenze des Tragbaren überschritten zu sein.

Nach 5 Stunden Fahren mit der kontaktfreien Mischung war der Stand wieder in Ordnung. Daher umgestellt auf Einfüllmischung wie zuvor und hochgefahren.

9.8.40

ab Bilanz Nr. 6

Während der halben Analysenzeit waren aus versehen die Rührwerke der Anzuggefäße stillgelegt.

10.8.40 Kat. 6709 vor auf 1,1 %.

704

Die letzte Abwasseruntersuchung hatte mit 0,19 g/kg immer noch zu viel Chlor ergeben.

11.8.40 Zwischen Schlangeneingang und Ofen unten (H.P.) trat eine Druckdifferenz von 30 stm auf, die auch nach Umstellen auf Öl (Frischöl + Abstreiferschweröl 1:1) nicht verschwand. Daher wurde der Ofen kaltgefahren, 3 mal mit dem obengenannten Ölgemisch leergeschlammt, sowie anschließend je einmal mit Abstreiferschweröl und mit Mittelöl (ging gut), um die Breischlange weitgehend zu säubern. Den Abschleamm-Mengen nach war der Ofen sauber.

Mengen	I	II	III	IV	V
Ofen	7 720	6 100	6 420	6 130	6 500
Abscheider	1 370	940	1 210	1 000	2 300

Wie beim letzten Abstellen am 15.7.40 enthielt der Ofenabschlamm der Analyse 2) nach noch deutlich Kontakt.

12.-15.8.40 Der Ausbau ergab folgendes:

An der Förderschnecke des Abscheiders waren die drei dem Antrieb benachbarten Ringe zugesetzt. Die Kruste enthielt 77,1 % Asche in Benzolunlöslichen, bestand also hauptsächlich aus Kontakt. Es bestätigt sich damit wieder, daß es nicht ratsam ist, mit der Festkonzentration im Abschleamm über 30 % hinauszugehen.

Ofen und Abscheider waren sauber.

Die Breischlange hatte schlechten Durchgang und der Literung nach 455 ccm Inhalt gegen 970 ccm beim Einbau. Der letzte untere Bogen vor dem Ausgang hatte dem Aussehen nach Übertemperaturen erfahren. Die Schlange wurde zerstört. Abgesehen vom Eingang und Ausgang war sie zu rd. 90 % mit schwarzem verreiblichen Dreck zugesetzt, sodaß die Literung ein noch so günstiges Ergebnis vorgetäuscht hat. Auch der Belag der Schlange bestand zum großen Teil aus Kontakt, wie das nachstehende Untersuchungsergebnis zeigt:

	Spez.-Gewicht	Benzolfestes	Pyridinfestes	Asche in Benzolfestes
		%	%	%
Schlange Eingang	2,521	87,0	77,6	77,7
" Mitte	2,196	85,6	77,8	63,6
" Ausgang	3,302	89,7	75,0	80,4

1)

	% Festes	% Asche in Festen	% s-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I	7,3	34,9	10,1
Kaltfahröl	4,5	6,4	9,4

Der Ferrerde-Molybdänkontakt läßt sich demnach in der Sumpfphase nicht verwenden, da er im Vorheizern zum Absitzen neigt.

Da zunächst vermutet worden war, daß wieder wie am 15.7.40 nur eine lokale Verengung der Schlange vorläge<sup>1)</sup>, die durch eine örtliche Überhitzung entstanden sei, wurde das Luftbad auseinander genommen. Im inneren Gehäuse lag sehr viel verriebenes Isolierrmaterial. Im unteren äußeren Heizkreis fand sich eine größere Menge abgesplittertes Eisenoxyd. Die Heizkreise des Luftbades waren sämtlich in Ordnung. Den Anlauffarben nach ist die Bodenheizung gelegentlich auf besonders hohe Temperaturen gefahren worden. Die Möglichkeit örtlicher Überhitzungen war damit an sich gegeben, wenn z.B. die Bodenheizung besonders hoch belastet wurde oder im unteren äußeren Heizkreis das Eisenoxyd einen Erzschlus verursachte und gleichzeitig der Dreck im Luftbad den Luftkreislauf und damit den Wärmeausgleich stellenweise unterband. Vor dem 15.7. und vor dem 11.8.40 lagen das obere B- und L-Element 1 mV tiefer als die übrigen B- und L-Elemente, was auf Störungen des Luftkreislaufes schließen lassen könnte.

Während auch in vorliegenden Falle an der Schädigung der Dreischlange eindeutig der Kontakt die Schuld trug, so wurden doch vorsichtshalber die Höchsttemperaturgrenzen für die B-, L- und M-Elemente des Luftbades auf 24,5 mV (bisher 26 mV, B und L 25 mV), für S<sub>4</sub> auf 23 mV (bisher 24 mV) herabgesetzt.

Der Ofen erhielt ein neues Luftbad und eine neue Bleischlange.

In Modellversuchen hatte sich eine neue Rührerart, die anstelle der bisher verwendeten Ringscheiben Siebscheiben mit 2 mm-Schtrungen aufweist, als für die Gasverteilung erheblich vorteilhafter gezeigt. Sie sollte nunmehr im Ofenversuch geprüft werden. Die Umdrehungszahl des Rührers wurde auf 52/Min. erhöht, da den Modellversuchen nach die Wirkung der Siebscheiben erst in der Nähe von 60 U/Min. richtig zur Geltung kommt.

16.8.40 Ofen drucklos angeheizt.

17.8.40 Ofen unter 500 atm, 5000 Ltr. Kallgas über Dach. Bei 10 mV mit Umlauf P 1376 vom 6.6.40 + Abstreiferschwarzöl 1:1 + 25 % 7509 B + 2,0 % 6709. Durchsatz 4 kg/Std.

Durch die Änderungen des Anfahrens sollte der Rührer geschont werden.

Spülung der Förder Schnecke während des Anfahrens mit 100 g/Std. Abstreiferschwarzöl.

Die Schnecke sollte gegen das Zugehen infolge der hohen Kontaktkonzentration gesichert werden.

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

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

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

1) Das Element S<sub>3</sub> schrieb vorher zeitweise höher als S<sub>4</sub>.



Augenscheinlich rührte die jetzt höhere Temperaturempfindlichkeit des oberen Ofenteils von dem neuen Rührer her, der in der Nähe des Ofenausgangs eine Pulsationszone schuf.

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

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

19.8.40 E 6 von Ofen hoch auf 27 mV.

Vermutlich ist die gegen früher gesteigerte Temperaturempfindlichkeit im oberen Teil des Ofens eine Auswirkung des neuen Rührers.

20.8.40 E 6 von Ofen hoch auf 26 mV.

21.8.40 Standstörung und Kotzen des Abscheiders, wurde durch Entschlammung des Abscheiders auf Gas und durch verstärktes Spülen von Förderschnecke und Druckausgleich behoben.

Ursache der Störung war zu starke Eindickung des Abschlamms da seitweise kein Neuschlamm anfiel.

22.8.40 Zwischen Schlangeneingang und Ofenkopf wurde ein Kolbendifferenzmanometer angeschlossen.

Es sollte die Möglichkeit geschaffen werden, ein allmähliches Zugehen der Schlange an Anwachsen der Druckdifferenz zu erkennen. Zunächst wurde sie von gelegentlichen Stauungen bis zu 0,5 atm abgesehen zu unter 0,1 atm gemessen.

23.8.40 Abschlammprozente vor auf 5-10.

Die bisherigen Grenzen 2 - 7 % konnten nur unter dauernder Gefahr des Hochgehens des Ofens eingehalten werden. Außerdem sollte einem Ansteigen des Festgehaltes auf mehr als 30 % vorgebeugt werden.

Mehrfach überschritt das Ofenelement E 6 die 25 mV-Grenze, wobei der Unterschied zu E 5 bis zu 1 mV ausmachte.

Die Druckdifferenz von 0,1 atm verschwand, die Eingangswaage schrieb schmaler und gleichzeitig ging die Temperaturdifferenz  $S_2/M_1$  von 1,5 auf 1,3 mV vorübergehend zurück. Wahrscheinlich hatte sich in der Schlange eine kleine Kruste gelöst. Der Grund hierfür ist nicht erkennbar.

24.8.40

ab

Bilanz Nr. 7

27.8.40 Kat. 6709 zurück auf 1,0 %.

Es soll noch einmal versucht werden, mit weniger Neutralisationskontakt auszukommen, da das Abwasser nur noch Spuren Cl enthält.

Differenzmanometer abgehängt.

Die Zuleitung vom Schlangeneingang her war durch Teer verstopft.

29.8.40

ab Bilanz Nr. 8

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

30.8.40 Ofen ging hoch auf 30 mV.

Das Produkt zeigte wieder Anzeichen von Chlorkorrosion.

Es ist also notwendig, mindestens 1,1 % 6709 zuzugeben.

31.8.40

Umgestellt auf Frischöl + Abstreiferschweröl 1:1 und kaltgefahren, da der Versuch beendet werden sollte.

1.9.40

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

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

2.9.40

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

Die Breischlange wurde ausgebaut und zu 875 ocm gegen 1000 ocm beim Einbau gelitert.

1)

	% Festes	% Asche i. F.	% s-Asphalt in Öl
Ofenabschläm I	8,7	42,3	12,2
Kaltfahröl	6,9	8,7	10,4

708

Versuchsergebnisse.

I. Mit Greda-Eisen-Titan-Kontakt.

1.) Mit Durchsatz 0,61.

Bilanz 1 und 2.

Bei der verhältnismäßig niedrigen Temperatur von  $471^{\circ}$  mit 1 % Kontakt wurde die Leistung 0,51 bei 10,4 % Vergasung erhalten. Der Asphaltabbau erreichte hier wie in allen übrigen Bilanzen, ausgenommen Nr. 7 und 8, mit über 99 % ausgezeichnete Werte. Diesen Ergebnissen nach erschien eine Steigerung des Durchsatzes möglich.

2.) Mit Durchsatz 0,735.

Bilanz 3.

Durch den Übergang zu höherem Durchsatz und bei etwas höherer Temperatur ( $475^{\circ}$ ) stieg die Leistung, wie zu erwarten, auf 0,61. Die Vergasung und der Asphaltabbau blieben gleich. Der Anfall von Menabschlamm nahm auf 8,5 % vom Frischöl zu.

Bilanz 4.

Eine weitere Temperatursteigerung auf  $474^{\circ}$  erbrachte eine geringfügige Erhöhung der Leistung auf 0,62, Abfall der Menabschlammgewinnung auf 6,75 und vermutlich keine wesentliche Änderung der Vergasung<sup>1)</sup>. Die Ölabeute in % vom Frischöl stieg von 83,4 auf 85,1. Eigenartigerweise wurde trotz steigender Reaktionstemperatur der Anteil des Schwärzls am Ölgehalt etwas höher gefunden.

Vergleich der Eigenschaften des Anfalls.

Die Erhöhung von Durchsatz und Temperatur (Bilanz 4 gegen 2) läßt solche Öle entstehen. Die Benzine weisen einen höheren Anilinpunkt II auf, d.h. das Restbenzin ist paraffinischer. Die Fraktion  $-135^{\circ}$  zeigte einen höheren Klopfwert. Der Elementaranalyse nach waren alle Öle  $-325^{\circ}$  reicher an Sauerstoff und H-ärmer, während die Schwärzle kaum Unterschiede hatten. Die KW-Vergasung enthielt mehr Methan und Ungesättigte, dafür weniger Butan. Der für Bilanz Nr. 2 bestimmte Gehalt der Abgase an iso-Butan erscheint fragwürdig, zumal die Werte der Bilanz 4 durch die Bilanz 3 bestätigt werden, sodaß über den Einfluß der Fahrbedingungen auf die iso-Butan-Gewinnung Schlüsse nicht zu ziehen sind.

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

Versuchsergebnisse.

I. Mit Grob-Eisen-Titan-Kontakt.

1.) Mit Durchsatz 0,61.

Bilanz 1 und 2.

Bei der verhältnismäßig niedrigen Temperatur von  $471^{\circ}$  mit 1 % Kontakt wurde die Leistung 0,51 bei 10,4 % Vergasung erhalten. Der Asphaltabbau erreichte hier wie in allen übrigen Bilanzen, ausgenommen Nr. 7 und 8, mit über 99 % ausgezeichnete Werte. Diesen Ergebnissen nach erschien eine Steigerung des Durchsatzes möglich.

2.) Mit Durchsatz 0,732.

Bilanz 3.

Durch den Übergang zu höherem Durchsatz und bei etwas höherer Temperatur ( $473^{\circ}$ ) stieg die Leistung, wie zu erwarten, auf 0,61. Die Vergasung und der Asphaltabbau blieben gleich. Der Anfall von Neuabschamm nahm auf 8,5 % von Frischöl zu.

Bilanz 4.

Eine weitere Temperatursteigerung auf  $474^{\circ}$  erbrachte eine geringfügige Erhöhung der Leistung auf 0,62, Abfall der Neuabschammgewinnung auf 6,75 und vermutlich keine wesentliche Änderung der Vergasung<sup>1)</sup>. Die Clausbente in % vom Frischöl stieg von 83,4 auf 85,1. Eigenartigerweise wurde trotz steigender Reaktionstemperatur der Anteil des Schwäröls am Ölgehalt etwas höher gefunden.

Vergleich der Eigenschaften des Anfalls.

Die Erhöhung von Durchsatz und Temperatur (Bilanz 4 gegen 2) läßt schwache Öle entstehen. Die Benzine weisen einen höheren Anilinpunkt II auf, d.h. das Restbenzin ist paraffinisch. Die Fraktion  $-135^{\circ}$  zeigte einen höheren Klopfwert. Der Elementaranalyse nach waren alle Öle  $-325^{\circ}$  reicher an Sauerstoff und H-Armer, während die Schwäröle kaum Unterschiede hatten. Die KW-Vergasung enthielt mehr Methan und Ungesättigte, dafür weniger Butan. Der für Bilanz Nr. 2 bestimmte Gehalt der Abgabe an iso-Butan erscheint fragwürdig, zumal die Werte der Bilanz 4 durch die Bilanz 8 bestätigt werden, sodaß über den Einfluß der Fahrbedingungen auf die iso-Butan-Gewinnung Schlüsse nicht zu ziehen sind.

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

Bilanz 5.

Die Kontaktzugabe wurde auf 0,75 % vom Frischöl herabgesetzt und gleichzeitig die Temperatur auf 475° erhöht, was den Abschlammanfall noch etwas sinken ließ. Die Leistung stieg aber durch noch ein wenig (auf 0,63) und die Vergasung erhöhte sich auf 10,7 %, während die Spaltung (Anteile -325° im Ölgewinn) noch etwas abnahm.

II. Mit Tonerde-Molybdän-Kontakt.

Bilanz 6.

Der in der Gasphase erprobte Tonerde-Molybdän-Kontakt 7360 sollte in der Sumpphase geprüft werden. Die zugegebene Menge (0,4 %) enthielt ungefähr soviel Molybdän, wie 1 % des üblichen Grunde-Molybdän-Kontaktes 5475. Obwohl nur bei 471° gefahren wurde, zeigte sich deutlich die überlegene Hydrieraktivität des Molybdäns. Die Leistung stieg auf 0,64, die Olausbeute auf 87,2% vom Frischöl, die Vergasung lag mit 8,6 % besonders niedrig, ebenso wie der Anfall an Herabschlamm mit 3,6 %. Leider erwies sich der rein anorganische Kontakt dadurch als unbrauchbar für die Sumpphasehydrierung des Teeres, daß er sich im Vorheizler absetzte. Auch im Abscheider wurden Verkrustungen gefunden, die hauptsächlich aus Kontakt bestanden.

III. Mit Siebscheibenrührer.

Bilanzen 7 und 8.

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

Besondere Beobachtungen.

A. Chemisch.

Der mit 5,6 % außerordentlich hohe Chlorgehalt des Teeres wirkt sich zwar hydriereräßig sehr günstig aus, verlangt aber andererseits die Zugabe der großen Menge von 1,1 %  $\text{H}_2\text{S}$ .

Dem nicht allzu hohen Festeabbau nach zu schließen, besteht der organische Unlösliche des Teeres zum großen Teil aus Flugstaub.

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

Das Zugehen der Breischlange am 11.8.40 ist auf den Kontakt zurückzuführen. Die Volumenabnahme der Schlangen, die am 16.7. und 2.9.40 ausgebaut wurden, lagen mit 2,5 % bzw. 12,5 % nach 14 Tagen an sich nicht anormal. Allerdings war die erste Schlange lokal verengt, und überdies war die Versuchsdauer von rd. 2 Wochen für eine einigermaßen zuverlässige Beurteilung der Schlangenverkrautung zu kurz. Auch stieg die Temperaturdifferenz  $S_4/M_1$  während 13 Tagen (18.8.-30.8.) um 0,9 mV, also ziemlich rasch. Es ist somit mit einer gewissen Temperaturempfindlichkeit des Teeres entsprechend seiner Entstehungsart zu rechnen. Insofern ist anzunehmen, daß er sich unter geeigneten Bedingungen wie ausreichender Strömungsgeschwindigkeit und Vermeidung von Überhitzungen im Vorheizapparat störungsfrei verarbeiten lassen wird. Der verhältnismäßig hohe Sauerstoffgehalt des Heišteeres wird vermutlich die Ansprünge des Ofens auch bei nicht zu hohen Aufheiztemperaturen ermöglichen.

Das aus dem Heišteer gewonnene Schweröl entspricht weder in der Viskosität noch im Stockpunkt mit  $+ 15^\circ$  außerordentlich hoch liegt, den Anforderungen an ein typgerechtes Heizöl. Die Verdünnung mit sehr viel Mittelöl (40:60) ändert zwar die Viskosität in der gewünschten Weise, genügt jedoch nicht, den Stockpunkt unter  $0^\circ$  herunterzudrücken, sodaß die Entparaffinierung des Öles, das rd. 2,5 % Paraffin enthält, erforderlich erschien.

#### B. Apparativ.

Für die Stopfbüchsen der Breipressen haben sich bei diesen Versuchen nur Weichpackungen bewährt, während Metallpackungen besonders bei hoher Beheizung der Pumpenkörper und der Ansauggefäße mit Mitteldruckdampf anstelle von Niederdruckdampf versagten. Weichpackungen haben sich bis heute insbesondere für den Pumpen von Teeren als vorteilhafteste Packungsart erwiesen.

Tabellenverzeichnis.

Taballe 1	Bilanzen
" 2	Eigenchaften des Frischöls
" 3	Untersuchungen des Leichtbensins
" 4	" " Schwerbensins
" 5	" " Mittelöls
" 6	" " Schweröls
" 7	Heißöluntersuchungen
" 8	Elementaranalysen und Heizwerte vom Anfall
" 9	Elementarbilanzen
" 10	Paraffingehalte
" 11	Verteilung des als KW vergastem C
" 12	iso-Butangehalte
" 13	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
" 14	In Abwasser gelöste Stoffe
" 15	Phenolzerlegung
" 16	Asphaltzerlegung
" 17	Schwefel ausbeuten
" 18	Schwefelgasanalyse.

Tabelle 1

Bilanzen

Vom Fahren von P 1376 vom 5.6.40 auf Schwerölüberschuß

bei 600 atm Druck:

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Ofen	411	411	411	411	411	411	411	411
Tag 1940	10.7.	14.7.	24.7.	28.7.	2.8.	9.8.	24.8.	29.8.
Schicht	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b	a+b
Betriebsstunden	249	345	129	225	345	513	179	299
Kontakte koll. im Schweröl % auf Frischöl								
7509 B Ch 12 <sup>1)</sup> %	1,0	1,0	1,0	1,0	0,75	—	0,75	0,75
7350 2) %	—	—	—	—	—	0,4	—	—
6709 3) %	0,3	0,5	0,5	0,8	1,0	1,0	1,1	1,0
Rückführung: Frischöl:Abschlamm:	0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Fahrbedingungen:								
Temp. °C								
Schlange	426	415	451	460	429	454	434	435
Ofen	471	471	473	474	476	471	472	475
Abstreifer	460	458	461	471	464	459	459	462
Durchsatz: kg Frischöl/ 1 Ofenvol./Std.	0,61	0,61	0,735	0,732	0,740	0,734	0,736	0,737
Gas obm/kg Frischöl	2,09	2,36	2,32	2,43	2,40	2,35	2,41	2,35
Umdrehungszahl des Ofenrührers Min.	38	38	38	38	38	38	52	52
Art des Ofenrührers	mit Ringschreiben						mit Siebscheibe	

- 1) Crude-Eisen-Fitan
- 2) Tonerde-Niolydin
- 3) Na<sub>2</sub>S, Sulfidgen



Tabelle 1a  
Bilanzen (Fortsetzung)

Ergebnisse

Bilanz-Gr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Rohbilanz aus/ein %	99,1	98,5	98,4	98,9	99,1	99,8	99,2	99,0
Ausbeute anbehaftet, auf wasser-u. asche- freies Frischöl + $H_2$ - Verbrauch %	98,1	97,0	97,1	97,7	98,0	99,5	98,5	98,1
prakt. Ölgehalt -(S1 + M1 + S'01)-Leistung kg/Ltr. Öl. Vol./Std.	0,507	0,508	0,610	0,622	0,627	0,639	0,617	0,615
prakt. Ölgehalt auf Reinfrischöl %	83,4	84,2	83,4	85,2	85,1	87,3	84,2	85,6
Gerin Gerin -135° %	7,9	8,0	6,4	6,8	6,3	6,2	6,4	5,2
" " 175-200° %	7,2	6,3	5,6	5,3	4,7	4,1	4,4	6,2
Mittelöl 200-325° %	44,6	48,7	50,8	49,0	48,2	46,9	43,5	42,1
Schweröl über 325° %	40,3	37,0	37,2	38,9	40,8	42,6	45,7	46,2
Gasbenzin im Gesamt- benzin -200° %	13,6	14,0	12,3	10,0	11,6	12,6	13,5	12,1
Vergasung auf pr. Öl- gew. + Verg. %	10,4	10,3	10,3	9,9	10,7	8,6	10,4	11,5
Vergasung $\bar{C}$ auf $\bar{C}$ des Frischöls %	10,0	9,9	9,8	9,6	10,3	8,5	10,1	11,2
davon als $CO_2$ %	2,7		1,5	1,3	0,7	1,7	1,3	0,8
" " $CO$ %	4,7	2,8	4,6	5,4	5,8	4,3	7,6	7,2
Asphaltabbau %	99,5	99,6	99,4	99,2	99,4	99,9	98,7	98,3
Abbau des org. Festen %	74,3	72,0	27,6	62,1	40,0	10,3	48,3	31,0
Zusatzschlamm auf Frischöl %	7,1	6,3	8,5	6,75	5,8	3,6	9,6	8,3
Schweißl auf Rein- frischöl %	5,3	4,6	5,9	4,5	3,6	2,1	7,0	5,7
Wasserzubildung auf Frischöl %	6,1	5,2	4,3	4,0	3,6	3,1	4,2	3,9
Aschebilanz aus/ein %	38,4	39,5	53,0	38,8	36,9	26,9	39,0	45,0

1) Die Abstreifermenge wurde entsprechend korrigiert.

Tabelle 1 b  
Bilanzen (Fortsetzung)

Analysen des Anfalls

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Abstreifer + Schwelbl								
Spez. Gewicht/20°	0,964	0,963	0,977	0,978	0,984/30°	0,974	0,986	0,988
Garin % - 200°	11,6	11,1	9,5	9,9	8,9	8,3	8,3	9,1
" % 200-325°	42,0	45,6	47,5	45,7	45,3	44,8	42,2	40,0
Abschlamm								
Spez. Gewicht/20°	1,034	1,036	1,038	1,048	1,068	1,029	1,072	1,066
% Festes	18,3	23,4	22,1	24,9	29,2	32,0	18,5	23,3
% Asche im Festen	43,4	47,0	48,2	52,3	53,9	51,5	59,5	58,7
in Öl: % - 325°	25,3	25,9	24,4	20,9	18,8	27,1	19,0	21,9
" " % s-Asphalt	1,7	1,7	2,0	3,2	3,0	0,5	3,5	5,2
Abschlammnote	160	160	160	140	180	190	190	170

Tabelle 2.

Eigenschaften des Frischöls

F 1376 v. 6.6.40

Spez. Gewicht	1,088/100°
Wasser	0,3 %
Festes	1,8 % (Tetralin-Kresol 80:20) 1,2 % (Benzol + Alkohol 80:20)
Asche	0,5 % im Ganzen (überw. an Fe)
Asphalt	20,5 % im Ganzen (
Paraffin	1,6 % im Ganzen (Holde) (Brst.-Punkt + 33,5°)
H <sub>2</sub> O	0,18 %
NH <sub>3</sub>	0,017 %
KrÄ - Sa	+ 50,5°

Gew. Engler 198 - 325°	5,8 %
- 350°	11,8 %

Bei 345° setzte leichtes Kracken ein

Vakuumkurve 1): (27 mm)

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

Elementaranalyse: (aschefrei) :

C	83,19 %
H	7,39 %
O	8,20 %
N	0,98 %
S	0,23 %
<hr/>	
H äisp.	7,39 %
Cl gesamt	0,61 %
Cl wasser- löslich	0,27 %

Asphaltzerlegung s. Tabelle 15.

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

Tabelle 3.

Untersuchungen des Leichtbenzins - 125°.

Zu Bilanz-Gr.	2	4	8
Benzin a. Abstreifer -135° + Pentan	251 : 84	254 : 61	185 : 66
Rohbenzin: spez. Gew./20°	0,718	0,720	0,726
Anilinpunkt °C	+ 43,5	+ 40,5	+ 39
Phenole %	1,0	1,4	1,2
Raffination:	Entphenolisiert mit 1x10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- Gasöl redest.	Entphenolisiert mit 1x10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- Gasöl redest.	Entphenolisiert mit 1x10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S be- handelt u. über- Gasöl redest.
Raffinationsverlust Vol. %	0,5	1,0	0,7
Destillationsverlust Gew. %	8,7	12,0	8,7
<b>Raffinat</b>			
Farbe	hell	hell	hell
Spez. Gew./20°	0,712	0,714	0,718
Anilinpunkt I °C	45,8	42,0	40,5
" IIa °C	45,0	43,6	41,4
" II °C	54,0	54,6	53,5
Jodzahl	24,2	47,6 ?	
Cu-Strichen	schwache An- lauffarben	gut	Anlauffarben
Cu-Schale mg	5	Anlauffarben	"
Dextortest	negativ	negativ	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	< 2	< 2	< 2
ASTM-Siedekurve:			
40-50°	2,5	2,5	2,5
60°	8,0	8,0	5,0
70°	25,0	23,0	17,0
80°	43,5	39,5	38,0
90°	63,5	59,0	59,0
100°	78,5	73,0	75,5
110°	89,0	86,0	87,5
120°	94,5	93,0	91,5
130°	96,5	96,0	94,5
155°		97,0	97,5
Wnde °C / %	138/98,0	142/98,0	140/97,0
+ Rückstand %	99,5	99,5	98,5
Fraktion 60-100°: spez. Gew./20°	0,719	0,718	0,720
" " " : Anilinpunkt °C	41,5	39,5	35,5
Fraktion 110-140°: spez. Gew./20°	0,750	0,750	0,750
" " " : Anilinpunkt °C	38,6	36,8	34,2
Zusammensetzung:			
Paraffine %	42	39	37
Naphthene %	45	44	45
Aromaten %	13,5	17,0	18
Ungekennzeichnete %	0,3	0,3	0,3
Klopffwert: Klopffmethode R.M. + 0,129 P <sub>10</sub>	67	72	71,7

Tabelle 1

Untersuchungen des Schwarzbenzins 135-200°

Bu Bilanz-Nr.	2	4	8
Benzin a. Abstr. 135-200°			
Rohbenzin, Spez.Gew./20°	0,855	0,863	0,869
" Anilinpunkt °C	+ 24,5	+ 21,0	+ 17,2
" Phenole %	24,8	21,3	28,1
Raffination	Entphenoliert, 1 x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über Gasöl red.	Entphenoliert, 1 x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%ig) raff. 1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und über Gasöl red.	
Raffinationsverlust Vol.-%	0,8	1,0	
Redestillationsverlust Gew.-%	14,0	8,5	
<b>Raffinat:</b>			
Farbe	hellgelbstichig		
Spez.Gew./20°	0,804	0,804	
Anilinpunkt I °C	+ 28,4	+ 25,5	
" II °C	29,4	28,2	
" III °C	61,0	53,8	
Jodzahl	26,8		
Cu Streifen	schwache Anlauf- Farben		
Sokortest	schw. positiv		
<b>ASTM-Siedekurve:</b>			
- 140°	6,0	2,3	
- 150°	25,5	18,5	
- 160°	46,0	44,5	
- 170°	64,0	64,3	
- 180°	79,0	80,5	
- 190°	88,0	89,5	
- 200°	92,5	94,0	
- 210°	95,5	96,0	
Endpunkt °C / %	218 / 98,0	217 / 97,5	
Rückstand	99,5	99,5	
Fraktion 150-180°: Spez.Gew./20°	0,804	0,802	
" " : Anilinpunkt °C	+ 27	+ 24,2	
<b>Zusammensetzung:</b>			
Paraffine %	47	48	
Naphthene %	20	12	
Aromaten %	28,5	36	
Ungesättigte %	4,5	4	
Klopwert: Motor-Meth.	56,8	56,5	

Tabelle 5.

Untersuchungen des Mittelöls.

Zu Bilanz-Nr.	2	4	8
Abstreifer >200° + Schwelöl	95,5 : 4,7	94,9 : 5,1	93,3 : 6,7
davon Mittelöl - 325°:	48,6 %	49,0 %	43,2 %
Spez. Gew./20°	0,954	0,960	0,968
Phenole	15,7 %	18,4 %	11,2 %
ASTM-Siedekurve			
Siedebeginn °C	205	208	215
- 225° %	7,0	6,8	—
- 250° %	31,4	40,2	28,0
- 275° %	55,4	61,7	54,3
- 300° %	76,1	82,1	78,9
- 325° %	90,1	94,8	92,4
- 350° %	98,1	332/98,8	345/98,4
+ Rückstand	99,9	99,8	99,9
Mittelöl entphenolisiert:			
Spez. Gew. / 20°	0,932	0,956	0,959
Anilinpunkt ber.	- 2°	- 5,0°	- 17,0°
Ungesättigte Kohlenwasserstoffe	9 %	10,0 %	10,5 %
Fraktion 210-230: Spez. Gew./20°	0,885	0,900	—
" " " : Anilinp. ber.	+ 1	- 7,0	—
Fraktion 240-270°: Spez. Gew./20°	0,920	0,922	0,930
" " " : Anilinp. ber.	- 2°	- 5,0°	- 16,5°
Fraktion " 280-310°: Spez. Gew./20°	0,947	0,952	0,960
" " " : Anilinp. ber.	- 3°	- 5,0°	- 18,0°

Tabelle 6.

## Untersuchungen des Schweröls.

Bilanz-Nr.	2	4	8
<u>Schweröl 325° im Abstreifer</u>			
+ Schwefel: %	51,3	50,8	56,6
Spez. Gew./50°	1,028	1,030	1,042
Vakuumkurve mm	20	22	21
- 225°: Gew.-%	28,3	25,7	31,5
Spez. Gew./40°	1,000	1,012	1,017
Aussehen	rotgelb flüssig	rotgelb flüssig	rotgelb flüssig
- 275°: Gew.-%	60,6	77,0	61,6
Spez. Gew./60°	1,020	1,030	1,036
Aussehen	gelb dick- flüssig	gelb dick- flüssig	gelb dick- flüssig
- 325°: Gew.-%	94,3	95,6	95,7
Spez. Gew./90°	1,044	1,042	1,058
Aussehen	dunkelgelb, fest	dunkelgelb, fest	gelb, fest
+ Rückstand: Gew.-%	99,8	99,8	99,9
Aussehen	dunkelbraun	schwarzbraun	schwarzbraun

Tabelle 7.

## Heizöluntersuchungen.

21

Zu Bilanz-Nr.	2	3	4	5	6
Schweröl über 325° aus Abstreifer Schwelöl hergestellt von		techn. Dest.	Labor	techn. Dest.	Labor
spez. Gewicht/20°		1,049	1,057	1,061	1,063
Stockpunkt °C		+ 19	+ 14	+ 11	+ 19
Flammpunkt "		175	184	182	184
Brennpunkt "		—	235	223	232
Kokstest %		0,54	0,7	—	0,43
s-Asphalt "		1,5	2,3	—	1,8
Asche i. Ganzen "		—	0,06	—	0,006
Satzfrei bei 0°		nein			
Viskosität °E/500		7,5	15,4	13,3	20,7
°E/800		2,1	2,3	2,6	3,1
Schweröl + Mittelöl hergestellt von	techn. Dest.	techn. Dest.	Labor		Labor
Mischungsverhältnis	66,5:33,5	entparaff. 68:32 1)	50:40		53,5:46,5
spez. Gewicht/20°	1,011	1,022	1,035		1,021
Stockpunkt °C	+ 12	- 15	+ 2		+ 1
Flammpunkt "	—	—	120		115
Brennpunkt "	—	—	135		135
Kokstest %	—	—	0,45		0,21
s-Asphalt %	—	—	1,6		0,6
Asche i. Gz. %	—	—	0,02		0,004
Satzfrei bei 0°	nein	ja	nein		nein
Viskosität °E/200	12,5	12,3	12,4		12,4
°E/500	2,2	2,3	2,3		2,2

1) schweres Mittelöl = 76 % des Originalmittelöls.

2) über Heizöleigenschaften des rohen und des entparaffinierten Mittelöls s. Zusammenstellung 19 647i Sfs v. 8.12.41, Untersuchung von Abstreifer mittelöl und - Schweröl als Heizölkomponenten<sup>2)</sup>.



Tabelle 3

Elementaranalysen und Heizwerte vom Anfall.

Bilanz-Nr.	Benzin - 135°		Benzin 135/200°		Mittelöl		Schweröl			Mittelöl + Schweröl 40:60	Schwefelrück- stand 1)	
	2	4	2	4	2	4	2	4	15.8.40	4	2	4
% C	85,27	85,45	84,95	84,60	86,87	86,45	88,50	88,40	88,29	87,12	93,70	90,30
% H	14,70	14,40	11,48	11,44	10,01	9,75	8,44	8,46	8,84	9,08	2,43	1,87
% O	0	0	3,21	3,62	2,63	3,04	2,36	2,34	—	3,02	1,67	3,75
% N	0,15	0,21	0,33	0,31	0,44	0,70	0,58	0,71	—	0,69	1,90	0,92
% S flücht.	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,30	3,16
% S gesamt	0,03	0,04	0,032	0,03	0,047	0,05	0,12	0,09	0,053	0,094	1,19?	6,82
% Cl	0,003	0,01	0,005	0,01	0,043	0,019	0,049	0,044	—	—	1,27?	9,07
U.Heizwert Cal.	—	—	—	—	—	—	—	—	9240	9169	—	—

1) wasser- und aschefrei.

Tabelle 9.

## Elementarbilanz

zu Bilanz Nr. 2

g/Std.

	C	H	O	N	S	O <sub>2</sub>
Frischöl	4222,2	379,0	390,5	54,0	13,9	31,1
Kontakt 7502 B	—	—	—	—	3,7	—
Kontakt 6703	—	—	—	—	10,4	—
Singangas (H gerechnet)	22,5	215,5	8,2	—	—	—
<b>Gesamteingang</b>	<b>4244,7</b>	<b>594,5</b>	<b>398,7</b>	<b>54,0</b>	<b>27,9</b>	<b>31,1</b>
Benzin -135° + Gasbenzin	286,0	49	0	0,3	0,2	—
Schwerbenzin 135-200°	225,0	50	9,0	0,9	0,1	—
Mittelöl	1762,5	202,4	53,4	8,6	1,0	1,0
Schweröl	1359	129,3	36,7	9,2	1,6	0,8
Abwasser	3,3	40,4	272,8	31,1	14,7	9,5
in Wasser aus dem Kl. Abstreifer	0,5	0,5	0,6	1,6	0,7	—
Gas in Produkt gelöst	20,5	4,3	—	—	—	—
Ofengas	394	100	18,3	—	—	—
Abstreifergas	115,6	32	2,0	0,4	3,2	—
Abschlanggas	17	4,0	1,7	0,5	—	—
Schmelrückstand	60	1,5	1,1	1,2	6,3	19,8
Schmelwasser	—	0,4	3,1	—	—	—
Schmelgas	1,3	0,7	—	—	—	—
<b>Gesamtanfang</b>	<b>4244,7</b>	<b>594,5</b>	<b>398,7</b>	<b>54,0</b>	<b>27,9</b>	<b>31,1</b>
% Aus/Bin der unkorrigier- ten Bilanz	102,2	—	87,5	93,1	62,3	40,5

Tabelle 9a:

Elementarbilanz

zu Bilanz Nr. 4

g/Std.

	C	H	O	N	S	Cl
Frischöl	4933,4	443,0	455,5	63,0	16,1	36,3
Kontakt 7509 B	—	—	—	—	4,2	—
Kontakt 6709	—	—	—	—	19,5	—
Eingangsgas (N gerechnet)	27,6	220,1	15,2	—	—	—
<b>Gesamteingang</b>	<b>4961,0</b>	<b>663,1</b>	<b>470,7</b>	<b>63,0</b>	<b>39,8</b>	<b>36,3</b>
Benzin - 135° + Gasbenzin	295,0	49,7	—	0,7	0,1	0,03
Schwerbenzin 135-200°	226,0	30,4	9,7	0,8	0,1	0,03
Mittelöl	2127,9	240,2	74,8	17,2	1,3	0,5
Schweröl	1730,0	165,5	45,9	14,0	1,7	0,9
Abwasser	3,1	44,8	310,3	27,2	21,6	1,0
in Wasser aus dem kleinen Abstreifer	0,5	0,5	0,6	1,6	0,7	—
Gas in Produkt gelöst	17,3	3,7	—	—	—	—
Ofengas	371,7	97,9	15,9	—	—	—
Abstreifergas	102,8	22,9	6,1	0,6	2,6	—
Abschlammgas	19,6	4,7	0,4	0,2	—	—
Schmelrückstand	65,4	1,4	2,7	0,7	11,7	33,8
Schmelwasser	—	0,5	4,3	—	—	—
Schmelgas	1,7	0,9	—	—	—	—
<b>Gesamtausgang</b>	<b>4961,0</b>	<b>663,1</b>	<b>468,7</b>	<b>63,0</b>	<b>39,8</b>	<b>36,3</b>
* Aus/Ein der unkorrigier- ten Bilanz	100,8	—	76,7	84,6	66,7	37,0

724

Anhang zu den Tabellen 9.

Die Elementarbilanzen wurden wie folgt korrigiert:

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

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

Die H-Bilanz wurde durch Änderung des  $H_2$  im Abwasser zum Stimmen gebracht.

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

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

Spätere Versuche <sup>1)</sup> unter Verwendung von Chlor als Kontakt haben es sehr wahrscheinlich gemacht, daß der größte Teil des Cl als schwerkondensierbarer HCl- bzw.  $NH_4$ -Cl-Nebel mit dem Ofengas fortgetragen wird.

1) Zusammenstellung 20 2691 Hu v. 8.5.42 (P 1416 get. auf S'Cl).

7200

Paraffingehalte (Kette)

zu Bilanz Nr. 2

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

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

Tabelle 11

Verteilung des als KW vergastem C

Bilanz-Nr.		2	4	8
als C <sub>1</sub>	%	27,6	33,3	35,5
" C <sub>2</sub>	%	29,2	20,6	29,5
" C <sub>3</sub>	%	21,5	24,3	24,6
" C <sub>4</sub>	%	31,8	21,8	22,4
		100,0	100,0	100,0

davon ungesättigte Kohlenwasserstoffe:

Bilanz-Nr.		2	4	8
v. C <sub>2</sub>	%	5,3 ?	3,0	4,0
" C <sub>3</sub>	%	2,1	5,2	4,9
" C <sub>4</sub>	%	2,7	3,5	9,6
v. C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub>	%	2,3	3,7	4,1

1) im Anfallverhältnis gemischt.

226

Tabelle 12.

iso-Butangehalte

Bilanz-Nr.		2	4	8
vom C <sub>4</sub> im Ofengas	%	28,6 ?	14,3	—
" Produktgas	%	28,3 ?	14,2	14,4
" Abschlammgas	%	29,4 ?	5,9	—
" Abstreifer gelöst	%	9,4	8,0	13,4
vom gesamten C <sub>4</sub>	%	26,8 ?	13,7	14,0 1)

1) geschätzt.

Tabelle 13.

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen.

mg S/cbm

zu Bilanz-Nr.	6	8
im Ofengas	— 1)	— 1)
" Produktgas	8,27	18,05
" Abschlammgas	7,13	11,12

1) mißglückt.

Tabelle 14.

## In Abwasser gelöste Stoffe

g/kg

Tag 1940 und Schicht	Bilanz- Nr.	Cl	CO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> S	Phenole	% 5709 z. Frisch- sl
3.7. a	---	0,594	---	---	---	---	0,25
5.7. a	---	2,5	---	---	---	---	"
6.7. a	---	0,64	---	---	---	---	0,5
9.7. a	---	14,7	---	---	---	---	"
10.7. a	1	17,1	---	---	---	---	"
	ab	25,3	33,1	---	---	---	"
12.7. a	---	29,7	---	---	---	---	0,5
13.7. a	---	24,0	---	---	---	---	"
14.7. ab	2	28,1	35,6	32,7	28,5	5,3	"
22.7. c	---	14,2	---	---	---	---	"
24.7. ab	3	18,5	47,3	---	---	---	"
26.7. b	---	3,7	---	---	---	---	0,8
28.7. ab	4	3,0	35,6	61,6	48,5	10,3	"
29.7. a	---	4,7	---	---	---	---	"
30.7. a	---	2,1	---	---	---	---	0,9
31.7. a	---	2,5	---	---	---	---	"
2.8. a	5	2,8	---	---	---	---	1,0
	ab	0,13	37,5	---	---	---	"
3.8. a	---	0,33	---	---	---	---	"
8.8. b	---	1,28	---	---	---	---	"
9.8. ab	6	3,92	37,6	---	---	---	"
19.8. a	---	0,2	---	---	---	---	1,2
20.8. b	---	Spuren	---	---	---	---	"
24.8. ab	7	0,027	47,1	47,9	32,9	---	"
29.8. ab	8	0,015	34,0	41,3	34,8	4,8	1,0
<u>In Wasser aus dem kleinen Abstreifer gelöste Stoffe.</u>							
15.7. ab	2	Spuren	3,08	9,86	3,91	0,5	---
29.8. ab	8	0,049	6,38	9,35	2,05	---	---

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

128

Tabelle 15

Phenolzerlegung

zu Bilanz Nr. 8

Rohphenole 150-250° redestilliert im Abstreifer	5,4 %
davon Karbolsäure	20,5 %
o - Kresol	3,7 %
p - + m - Kresol	27,1 %
Xylenele	23,5 %
höhere Xylenele	13,8 %

Tabelle 16

Asphaltzerlegung

P 1376 v. November 1940 (2. Sendung)

Öl	52,8 %
Ölhax:	35,4 %
Asphaltharz	2,2 %
Harzasphalt + Gurbene 1)	9,4 %
Verlust	0,3 %
	<hr/>
	100,0 %

1) direkt bestimmt.

1376



Tabelle 17.

Schwelausbeuten.

Bilanz-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	
im Abschläm % Öl	81,7	76,6	77,9	75,1	70,8	68,0	81,5	76,7	
s-Asphalt: Festes	1:13	1:18	1:14	1:10	1:14	1:9,4	1:6,5	1:5,2	
Schwelausbeute	Be- <sup>1)</sup> trieb	Be- trieb	Be- trieb	Be- trieb	Labor <sup>2)</sup>	B- trieb	Be- trieb	Be- trieb	Be- trieb
% Koks	22,0	23,7	29,2	29,4	26,3	33,3	38,1	24,1	29,7
% Öl	75,0	71,8	68,7	65,9	71,4	61,7	59,5	72,7	68,7
% Wasser	3,0	4,5	2,1	4,7	1,1	5,0	2,4	3,2	1,6
% Verlust+Gas					1,2				
Ltr. Schwelgas/ kg	—	—	—	—	20,7	—	—	—	—
% Glausbeute % Öl des Schwel- gutes	91,7	93,7	88,2	87,7	95,0	87,1	87,5	89,3	89,6

Tabelle 18.

Schwelgasanalyse

zu Bilanz Nr. 4

Mittel aus 2 Bestimmungen mit der Fischerretorte.

H <sub>2</sub>	%	75,3
CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> S, NH <sub>3</sub>	%	0
CO	%	0,6
KW	%	24,1
mittleres G		1,59

1) kleiner Kugelofen.

2) Fischerretorte, Einwage 100 g, Anheizzeit 1 Std., 1/2 Std. auf 550° gehalten unter Durchleiten von H<sub>2</sub>. Mittel aus 2 Bestimmungen.

Hochdruckversuche  
Lu 558

5. Juni 1942 Hb/K1

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

TH (11)

V e r s u c h s b e r i c h t

Verarbeitung eines Steinkohlenteergemisches

für Pölitz

bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl

im 10 Ltr.-Ofen.

(Ofen 411 vom 10.3.-18.4.1941)

731

203601

G.v.Hartmann und H.Hupfer

Gemisch 1:1:1 aus

Kattowitzer Kokereiteerpech (P 1408) vom 4.12.39)

Kattowitzer Generatorteer Bismarckhütte (P 1404 vom 14.11.39)

Hibernia-Anreibeöl von Bürgers getoppt -325° (P 1214 get.)

bei 600 atm im 10 Ltr.-Ofen auf Benzol und Mittelöl gefahren.

Zusammenfassung.

Das obengenannte Teergemisch sollte nach einer Vereinbarung mit Pölitz (Dr. Schmidt) versuchsweise auf Benzin und Mittelöl verarbeitet werden, nachdem zuvor seine Eignung für das Fahren auf Schwerölüberschus geprüft worden war.<sup>1)</sup>

Das zu untersuchende Gemisch unterscheidet sich von dem Ruhrteergemisch "Auguste-Viktor" (P 1094), der in einem früheren Versuch<sup>2)</sup> bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeitet worden war, vorteilhaft durch seinen niedrigen Asphaltgehalt. Auch das geringe spez. Gewicht und der höhere Gehalt an disp. Wasserstoff ließen eine leichtere Verarbeitbarkeit erwarten, wenn auch das Gemisch etwas mehr Benzolfestes enthielt. Die Eigenschaften der beiden Rohstoffe sind nachfolgend in der gegenübergestellten Tabelle gegenübergestellt:

	Gemisch für Pölitz	P 1094 get.
spez. Gewicht/100°	1,100	1,146
Benzolfestes	12,0	8,4
in Öl n-Asphalt	17,9	23,5
-325°	12,2	9,0
disp. H	6,02	4,84

Das Pölitzer Teergemisch ließ sich mit molybdänfreiem alkalischem Eisen-Grudekontakt 7685 (in Lu hergestellt) und Na<sub>2</sub>S mit ausreichenden Ergebnissen auf Benzin und Mittelöl verarbeiten. Die hierbei erhaltenen Werte und zum Vergleich die bei der Hydrierung von P 1094 get. mit Molybdän erzielten, die infolge der größeren Aktivität des Kontaktes trotz der ungünstigen Beschaffenheit des Frischöls in allen Punkten außer der Vergasung etwas besser liegen, sind in der nachstehenden kleinen Tabelle aufgeführt:

- 1) Zusammenstellung 20297 Lu vom 7.19.5.42
- 2) Zusammenstellung 202251 Lu vom 7.4.42

	Gemisch für Pölitz	P 1094 get.
Ofentemperatur <sup>°C</sup>	483	483
Kontakt	2,0 % 7685 0,2 % Na <sub>2</sub> S	1,5 % 5475
Heuleistung	0,24	0,29
Vergasung auf Neulstg.+ Vergasung	21,3	22,6
Asphaltabbau	96,8	98,4
Festeabbau	85,1	85,3

Die Schwelung des Abschlamms verlief in beiden Fällen einwandfrei. Aus dem leichteren, wasserstoffreicheren Pölitzer Gemisch wurden ebensolche Öle erhalten.

Bei der Verarbeitung des P 1094 hatte die Rückführung des Abstreiferschweröls zu Asphaltausfällungen geführt, die Standstörungen am Abscheider, rasche Verschlechterung der Ofenleistung durch Anreicherung inaktiver Massen, eine übernormale Verkrustung des Vorheizers und eine gallertige Konsistenz des Abschlamms verursacht hatten. Bei dem asphaltärmeren Pölitzer Gemisch wurde der Schlamm nicht gallertig. Wohl/ließen andere Beobachtungen, nämlich wiederholte Druckdifferenzen am Ofeneingang, der mit Abstreiferschweröl gespült wurde, eine allmähliche Verschlechterung der Ofenleistung vor dem 24. 3. 41 und die teilweise Verkokung des Abscheiders darauf schließen, daß auch in diesen Versuchen eine gewisse Asphaltfällung eintrat.

Man kann danach sagen, daß ein Teergemisch mit über 20 % Asphalt im Öl sich nicht in üblicher Weise in der Sumpffase auf Benzin und Mittelöl verarbeiten läßt. Bei 18 % Asphalt im vorliegenden Fall liegt man noch im kritischen Gebiet und bei 9-12 % Asphalt hat man keine Störungen mehr durch Asphaltausflockungen zu erwarten, wie die Verarbeitung von einem Teergemisch in Kammer 12 in Pölitz im Juni 1941 gezeigt hat.

Weglassen des Natriumsulfids ließ trotz niedrigerer Temperatur (481,5°) die Vergasung um 2 % ansteigen. Außerdem wurden dabei die Schwelausbeuten ungenügend. Die günstige katalytische Wirkung des Natriumsulfids ist damit erneut bestätigt.

Der aus Leuna bezogene alkalische Eisen-Grade-Kontakt 8009 (Leuna-Kontakt 10927) zeigt sich in einem kurzen Versuch dem in Lu hergestellten (7685) überlegen, da er 40 % mehr Eisensulfat enthält. Es wurden mit ihm ohne Na<sub>2</sub>S Ergebnisse erhalten, die mit dem 7685 + Na<sub>2</sub>S erzielt worden waren? eher etwas günstiger waren als diejenigen, die

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von:

Dr. v. Hartmann  
gemeinsam mit  
Dr. Hupfer

Rückandaufarbeitung: Dr. Gieg

Untersuchungen:

Dr. Schiffmann  
Dr. Meier  
Dr. Scheiner  
Dr. Hirschberger

733

Versuchsordnung.

Normaler 10 Ltr.-Ofen<sup>1)</sup>  
Breischlange gelitert zu 1075 ccm, Anfahrtag 10.3.1941  
Ofen gelitertes Reaktionsvolumen 8,16 Ltr.  
Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke

Ofen 411 vom 10.3. - 18.4.1941.

Versuchsverlauf.

- 10.3.41 Ofen hochgeheizt, unter 600 a-tm, 8000 Ltr. Gas über Dach entspannt. Bei 12 mV mit Einlauf: P 1408 vom 4.12.39 (Kattowitzer Steinkohlenhohtemperaturteerpech) + P 1404 Original vom 14.11.39 (Kattowitzer Generatorteer Bismarckhütte) + P 1214 getoppt - 325° (Hibernia-Anreibeöl von Rütgers) 1:1:1 + 5 % Katalysator 7685 (Grude Eisen alkalisiert, in Lu hergestellt) 30 %ig kolloidal in Abstreiferschweröl, Durchsatz 4 kg Frischöl/Std., Gas 2,5 cbm/kg Frischöl.  
Bei 18 mV Katalysator 7685 zurück auf 2,0 %, + 0,2 % Katalysator 6709 (Na<sub>2</sub>S, Sulfigran) 50 %ig kolloidal in Abstreiferschweröl.  
Bei 22,5 mV mit Abschlammrückführung 1:0,3 und Rückführung von Abstreiferschweröl (zunächst von vorhergegangenem Versuch, das Teergemisch auf Schwerölüberschuß zu verarbeiten) 60:40. Es sollte so gefahren werden, daß 15-20 % Neuabschlamm auf den Frischöleingang berechnet anfallen. Dabei waren folgende Temperaturhöchstgrenzen einzuhalten: Schlange 240 mV, Aufarbeitung: Neuabschlamm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Schweröl.
- 12.3.41 Frischöldurchsatz zurück auf 3,2 kg/Std.  
Die Abschlammprozente waren nicht zu halten.
- 13.3.41 Durchsatz weiter zurück auf 3,0 kg/Std.  
Die bisherige Zurücknahme hatte nicht genügt.
- 14.3.41 Standstörung am Abscheider, durch Spülen behoben.  
Die Ofentemperatur war zeitweilig zu hoch gefahren worden (25,8 mV), sodaß der Abschlamm zu stark eindickte (rd. 8 % Abschlammanfall).
- 15.3.41 Schwerölrückführung zurück auf 65:35  
Es fiel zu wenig Abstreiferschweröl an.

1) Vergl. z.B. Zusammenstellung 19 8131 Hu. v.2.1.42  
(K 1180 auf Bi + Mi)

2) Klemmentemperatur 40°  
x) Ofen 25,6 mV, Abscheider 0,7 mV  
tiefer als Ofen

16.3.41  
ab

Bilanz Nr. 1

Später 100 atm Druckdifferenz zwischen Schlangeneingang und Ofen. An den KBP und an der MP 1 (Ofen unten) trat Überdruck auf.

Die Verstopfung war demnach im Anschlußstück am Ofen unten und in der Schlange zu suchen.

Umgestellt auf P 1214 getoppt zum Freispülen. Nach 20 Min. ging die Differenz zurück. Das Produkt wurde etwas dunkel.

Die Störung erinnert an diejenige, die vor Beginn dieser Versuchsreihe am 7.3.41<sup>1)</sup> zum Abstellen des Ofens geführt hatte, aber auch - besonders durch die Verbindung mit den Störungen des Abscheiderstandes - an die Erscheinungen, die bei dem Versuch auftraten, den Ruhrteer "Auguste Viktoria" auf Benzin und Mittelöl zu verarbeiten. Auch am 7.3. war mit Schwerölrückführung gefahren worden, und es ist daher naheliegend, auch hier an die Ausflockung von Asphalt als Ursache der Störung zu denken.

17.3.41 Umgestellt auf Einfüllmischung wie zuvor.  
Abschlämmprozente zurück auf 10-15 %.

Die Festkonzentration im Abschlamm lag erst bis 20 %.

20.3.41 Standstörung am Abscheider mit Überkotzen. Dadurch zeitweise Störung des Produktstandes.

Der Anfall an Neuabschlamm hatte zeitweise an der unteren Grenze und darunter gelegen.

22.3.41 100 atm Überdruck an MP 1 (Ofen unten) durch Spülen mit der Handpumpe behoben.

Störung des Produktstandes, durch mehrmaliges Hochziehen beseitigt.

ab

Bilanz Nr. 2

Anschließend ohne Kat. 6709

Die Alkalität des Kontaktes 7685 dürfte zur Neutralisierung des Chlors für sich allein ausreichen.

24.3.41 Umgestellt auf P 1214 getoppt und kalt gefahren.

Seit etwa dem 20.3. war eine merkliche Verschlechterung des Ofens eingetreten, die sich in der Notwendigkeit, höhere Temperaturen zur Einhaltung der Abschlämmprozente anzuwenden, und dadurch in einer hohen Vergasung geltend machte. Auch hierin ist eine Parallele zu dem Versuch mit P 1094 getoppt zu sehen. Das Fortlassen des Kat. 6709 hatte zu einer weiteren Verschlechterung geführt. Da eine Anfüllung des Ofens mit inaktiven Massen vermutet wurde, sollte der Ofen gesäubert werden

1) Zusammenstellung 20 2251 v. 7.4.42

Ofen 2 mal leergeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II
Ofen	8 500	9 630
Abscheider	1 800	1 470

Den Mengen nach war der Ofen sauber.

Druck wieder vor auf 600 atm, hochgeheizt.  
Bei 12 mV mit Einlauf; Frischölmischung wie zuvor, + 5 %  
Kat. 7685, Durchsatz und Bedingungen wie vor dem Abstellen.  
Ab 18 mV Kat 7685 zurück auf 2 %.

25.3.41

Ab 22 mV mit Abschlammrückführung 1:0,5, Schwerölrückführung 65:35 (wie zuvor). Ofenhöchsttemperatur zurück auf 25,5 mV.

Es wurde versucht, durch Erhöhung der Abschlammrückführung die Temperaturlage des Ofens zu verbessern, die wie vorausgesehen bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl wesentlich unruhiger ist als bei der Verarbeitung auf einen Schwerölüberschuß. Gleichzeitig sollte versucht werden, mit nicht übermäßiger Temperatur anzukommen.

Der Ofen braucht jetzt nicht mehr so hohe Temperaturen wie vor dem Abstellen.

29.3.41 Bilanz Nr. 3

30.3.41 Störung des Produktstandes, durch Hochziehen behoben.

Die Ursache der Störung war nicht zu finden.

In der Gasausgangsleitung des Abscheiders traten wiederholt kleine Druckdifferenzen von 10-20 atm auf, die sich durch Spülen mit Wasser zum Verschwinden bringen ließen. Vorsorglich wurde die regelmäßige Spülung von 4x50 auf 8x50g/Schicht verstärkt.

1.4.41

Mehrfach erneute Störungen des Produktstandes. Da Hochziehen des Standes die Störung nicht beseitigte, wurde nach Zurücknahme von Temperatur und Druck der Abstreifer auf Gas entleert und mit Kresol und mit Mittelöl gespült. Anschließend wurden Druck und Temperatur wieder vorgenommen. Der Stand reagierte wieder. Überdruck der Handpumpe bei der Wasser-spülung des Abscheiderausganges. Daher umgestellt auf P 1214 getoppt und kalt gefahren. 3 mal abgeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II	III
Ofen	8 980	7 550	10 070
Abscheider	1 570	1 260	1 230

Den Mengen nach und den Analysen nach war der Ofen als sauber anzusehen.

1) Analysen	% Festes	% Asche i.F.	% Asph. i.F.
Ofenabschlamm I	6,4	48,8	4,0
Kaltfahröl	4,0	2,1	9,8

- 2.4.41 Abscheiderausgang und 10-Ltr.-Gefäß waren sauber.  
Die Ursache der Störungen wurde also nicht gefunden.  
Ofen hochgeheizt unter 600 atm, 8000 Ltr. Nullgas über Dach entspannt.  
Bei 10 mV mit Einlauf: Frischöl+5,0 % 7685.
- 3.4.41 Bei 18 mV Kat. 7685 zurück auf 2,0 %.  
Ab 22 mV Rückführung und Bedingungen wie vor dem Abstellen.
- 7.4. ab Bilanz Nr. 4
- 9.4.41 Mit Kat. 8009 (Rude-Eisen alkalisiert, in Me hergestellt) anstelle des 7685.  
Der in Leuna hergestellte Kontakt sollte auch bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl mit dem in Lu hergestellten verglichen werden.
- 10.4.41 Druckdifferenz in der Gasausgangsleitung des Abstreifers (Handpumpe) und dahinter. Da am Druckausgleich des Abscheiders 600 atm angezeigt wurden, mußte sich die Verstopfung am Abscheiderausgang vor der Spülleitung befinden. Sie ließ sich durch verstärkte Wasserspülung in die Ausgangsleitung und in den Druckausgleich beseitigen.
- 11.4.41 Standstörungen am 10 Ltr.-Gefäß, durch mehrmaliges Hochziehen behoben. Das Produkt blieb sauber.  
Möglicherweise war durch die verstärkte Spülung der Ausgangsleitung des Abscheiders etwas Dreck übergerissen worden. Vielleicht handelt es sich aber auch nur um Ammonsäure.
- 12.4.41 Erneute Druckdifferenz (50 atm) hinter der Spülung des Abscheiderausgangs; sie wurde durch Wasserspülung zum Verschwinden gebracht.
- 14.4.41 Ebenso
- 15.4.41 Ebenso
- 16.4.41 Wiederum trat eine Druckdifferenz an der gleichen Stelle auf, die diesmal bis zu 200 atm anstieg. Durch verstärkte Wasserspülung wurde sie beseitigt. Infolge des plötzlichen Durchreißen kotzte der Abscheider, was zu Störungen des Produktstandes führte.  
Die Verstopfungen sind nun einwandfrei auf Ablagerungen von Ammonsäuren zurückzuführen.  
An MP 1 (Ofen unten) trat ein Überdruck von 100 atm auf, der sich durch Spülen mit der Handpumpe beheben ließ.  
Derartige Störungen hatten sich bereits zwei Mal (am 16. und 22.3.) ereignet, ebenso früher bei der Verarbeitung des vorliegenden Feergemisches auf Schweröl. 1)



Es ist anzunehmen, daß das durch die Ofenabschlammleitung eingedrückte Abstreiferschweröl Asphaltausflockungen verursacht hat, die gelegentlich dieser Leitung und manchmal auch die Breileitung im Anschlußstück am Ofen unten teilweise verstopften. Es erscheint danach ratsam, an dieser Stelle mit Frischöl oder mit schwerem Steinkohlenteeröl anstelle des Abstreiferschweröls zu spülen.

17.4.41  
ab

Bilanz Nr. 5

Anschließend wurde umgestellt auf Öl und kalt gefahren.

18.4.41

Ofen 4 mal leergeschlammt, ging gut.

Mengen	I	II	III	IV
Ofen	7 700	10 200	9 400	9 350
Abscheider	1 140	1 090	850	1 190

Den Mengen und den Analysen<sup>1)</sup> nach war der Ofen hinreichend sauber.

Im Abscheider unten fanden sich 120 g abgesetztes Pulver, dessen benzol-lösliche Anteile zu 89,8 % aus anorganischer Substanz bestanden und möglicherweise von zerkleinerten Sulfidkrusten herrührte.

Der Abscheiderrührer war stark verbogen. In Höhe des Standes befand sich im Abscheider ein koksartiger harter Ansatz, der vermutlich diese Verbiegung bewirkt hat.

Möglicherweise ist die Verkokung des Abscheiders durch Asphaltausfällungen begünstigt worden.

Die Förderschnecke war sauber.

Die Leitung vom Schlangenkühler zum 10 Ltr.-Gefäß hatte einen leichten gelben Ansatz, der zu 4,9 % aus wasserlöslichen Stoffen bestand. Der Wasserunlösliche Teil enthielt 4,9 % Schwefel.

Versuchsergebnisse.

Sämtliche Versuche wurden mit Durchsatz 0,36 und Gas x 3 gefahren. Abstreiferschweröl wurde im Verhältnis 65:35 zurückgeführt. Die wichtigsten Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle zusammengefaßt.

1) Analysen	Festes %	Asche i. Festen %	s-Asphalt %
Ofenabschlamm I	5,0	56,4	4,7
Kaltfahröl	5,8	48,0	6,2

Kontakt 7685		2,0	2,0	-
Kontakt 8009		-	-	2,0
Kontakt 6709		0,2	-	-
Temperatur	°C	483	481,5	481
Abschlammrückführung		1 : 0,3	1 : 0,5	1 : 0,5
Neuleistung		0,24	0,23	0,24
Vergasung auf Neuleistung + Verg.	%	21,3	23,5	21,0
Asphaltabbau	%	96,8	96,6	96,6
Festeabbau	%	85,1	84,4	86,2
Schwelausbeute	%	87,0	72,6	87,8
Bilanz Nr.		1 - 2	3 - 4	5

I. Mit den Kontakten 7685 und 6709 (Bilanzen 1-2)

Zunächst wurde der in Lu hergestellte alkalische Eisenkontakt zusammen mit 0,2 %  $\text{Na}_2\text{S}$  verwendet. Die hierbei erhaltenen Werte waren befriedigend, der Abschlamm ließ sich den Schwelausbeuten nach einwandfrei verschwelen. Die Schwelausbeuten nahmen im Laufe der Zeit etwas ab, vermutlich deshalb, weil sich das Gleichgewicht im Ofen erst allmählich einstellte.

Verglichen mit den Ölen, die bei der Verarbeitung des P 1094 getoppt auf Bi + Mi (mit Molybdänkontakt) angefallen waren, wurden die Produkte erhalten, die etwas leichter waren und sich vor allem durch höhere Anilinpunkte unterschieden. Die Eigenschaften des Frischöls haben daher einen größeren Einfluß auf die Beschaffenheit des Anfalls als die Kontakte. Das Schweröl wies auch einen höheren Stockpunkt und höhere Viskosität auf. Zusammensetzung der Vergasung und iso-Butangehalt des Gesamtbutans stimmten innerhalb der Fehlergrenzen überein.

II. Mit 7685 ohne  $\text{Na}_2\text{S}$  (Bilanzen 3-4)

Da die Alkalität des Grude-Kontaktes zur Chlorneutralisation ausreichte, wurde nun auf den Zusatz des Natriumsulfids verzichtet. Die Spaltung schien hierdurch ein wenig zuzunehmen, sodaß bei gleichem Abschlammanfall die Ofentemperatur um 1-2° C niedriger gefahren werden konnte. Die Abschlammrückführung wurde auf 1:0,5 erhöht, um eine ruhigere Temperaturlage des Ofens zu erzielen.

Das Fortlassen des Natriumsulfids wirkte sich ungünstig auf die Vergasung aus, die um 2 % anstieg. Die Schwelausbeuten wurden ungenügend, sodaß im Großbetrieb mit Störungen zu rechnen gewesen wäre. Die übrigen Ergebnisse änderten sich nur unwesentlich.

Die Öle -325° zeigten gegenüber der Fahrweise mit  $\text{Na}_2\text{S}$  nur geringe Unterschiede. Das Schweröl war schwerer, viskoser und wies einen höheren Stockpunkt und einen höheren Gehalt an O, N und S auf. Die Zusammensetzung der Vergasung war praktisch dieselbe.

### III. Mit 8009 (Bilanz 5)

Anschließend wurde unter sonst gleichbleibenden Bedingungen auf den in Leuna hergestellten alkalisierten Eisen-Grube-Kontakt umgestellt, um dessen Wirksamkeit mit der des in Lu hergestellten Kontaktes zu vergleichen.

Den Werten der einen vor dieser Fahrweise genommenen Bilanz nach zu urteilen, ist der Originalleunakontakt wirksamer als der in Lu hergestellte. Es wurden Ergebnisse erhalten, die sogar etwas günstiger waren als die, die sich mit Kontakt 7685 und Natriumsulfid bei um 2° höherer Temperatur eingestellt hatten. Nur der Asphaltabbau änderte sich nicht. Trotzdem stiegen die Schwelausbeuten nun auf ausreichende Höhen.

Wie nachträglich durch Anfrage in Leuna festgestellt wurde, enthält der Kontakt 8009 wasserfrei 40 % mehr  $P_2SO_4$  als der Kontakt 7685. Die Zusammensetzung der beiden Kontakte in entwässertem Zustand ist folgende:

		7685	8009
Generatorstaub	%	85,48	79,50
$P_2SO_4$ ohne aq	%	9,52	13,35
$NaOH^4$	%	5,00	7,15

### IV. Bemerkungen

Der Abschläm war in diesen Versuchen nicht gallertig im Gegensatz zu dem Abschläm, der bei der Verarbeitung des Zuherrückstandes P 1094<sup>2)</sup> auf R1 + M1 mit Molybdän- und mit Eisenkontakt angefallen war. Vermutlich ist dies vor allem dem geringeren Asphaltgehalt der hier untersuchten Frischölmischung zu verdanken. Andere Beobachtungen jedoch, nämlich die wiederholten Druckdifferenzen in der Ofenabschlämleitung, die mit Abstreiferschweröl gespült wurde, und in der Breileitung darüber, die allmähliche Verschlechterung der Ofenleistung vor dem 24. 3. (s. Versuchsverlauf), gelegentliche Standstörungen und die Verkrustung des Abscheiders lassen annehmen, daß auch in diesem Falle das zurückgeführte Abstreiferschweröl auf die Asphalte ausflockend gewirkt hat. Dem braucht nicht zu widersprechen, daß es bisher in Laborversuchen nicht gelungen ist, Asphalte aus Steinkohlenteer mit Abstreiferschweröl aus Teer drucklos bei 100° zu fällen.

gez. Hupfer

- 1) Leuna-Kontakt Nr. 10927
- 2) Zusammenstellung 202251 vom 7.4.42

## Tabellenverzeichnis

Tabelle	1 a-c	Bilanzen
"	2	Eigenschaften des Frischöls
"	3 a-c	Benzinuntersuchungen
"	4	Untersuchungen von Benzinfractionen
"	5	Mittelöluntersuchungen
"	6	Schweröluntersuchungen
"	7	Heisöluntersuchungen
"	8	Elementaranalysen
"	9 a-b	Elementarbilanzen
"	10	Verteilung des als KW vergastem C
"	11	iso-Butan-Gehalt
"	12	Organisch gebundener Schwefel in Abgasen
"	13	In Abwassern gelöste Stoffe
"	14	Schwelabsbeuten

Tabelle 1 a

Bilanzen.

Vom Fahren des Gemisches P 1408 vom 4.12.39 + P 1404 original v. 14.11.39 + P 1214 getoppt -325° im Verhältnis 1:1:1 bei 600 atm auf Benzin und Mittelöl, Ofen 411.

Bilanz Nr. Tag 1941	1 16.3.	2 22.3.	3 29.3.	4 7.4.	5 17.4.
<u>Kontakt</u> kolloidal in Abstreifere schweröl zum Einfüllbrei gegeben					
7685 <sup>1)</sup> %	2,0	2,0	2,0	2,0	-
8009 <sup>2)</sup> %	-	-	-	-	2,0
6709 <sup>3)</sup> %	0,2	0,2	-	-	-
<u>Rückführung</u>					
Frischöl : Abschläm	1:0,3	1:0,3	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Frischöl : Abstreiferschw.öl	65:35	65:35	65:35	65:35	65:35
<u>Fahrbedingungen</u>					
Temperatur					
Rehlänge °C	456	454	454	451	456
Ofen °C	483	483	481	482	481
Abscheider °C	471	471	459	469	469
Durchsatz kg Frischöl/Ltr.Of.Vol/ Std.	0,366	0,358	0,360	0,371	0,361
Gas cbm/kg Frischöl	2,74	2,84	3,06	3,04	3,27
Umdrehungszahl d.Ofenführers	38	38	38	38	38
<u>Aufarbeitung</u>	Neuabschläm geschwelt, Schwelöl zusammen mit dem Abstreifer destill. auf Benzin -200°, Mittelöl 200/325° und Schweröl.				

- 1) Grude-Eisensulfat alkalisiert, in Lu hergestellt
- 2) Grude-Eisensulfat alkalisiert, in Me hergestellt
- 3) Na<sub>2</sub>S, Sulfigran

Tabella 1 b

Bilanzen.

Ergebnisse<sup>1)</sup>

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5
Rohbilanz aus/ein	%	99,0	98,6	99,1	100,0 <sup>2)</sup>	99,2
Ausbeute aschefrei auf Reinfrischöl + H <sub>2</sub> -Verbrauch	%	97,4	96,5	97,6	100,7	96,1
Prakt. Ölgewinn - (Bi+Mi)-Leistung		0,275	0,275	0,277	0,263	0,278
" " " " -Neuleistung		0,236	0,237	0,239	0,223	0,239
" " auf Reinfrischöl	%	75,5	77,2	77,4	71,3	77,3
darin Benzin -200°	%	23,4	23,3	19,8	24,4	18,9
Schwerölüberschuß auf Reinfrischöl	%	+ 1,7	-2,5	-5,9	+5,0	-2,2
Vergasung auf prakt. Ölgewinn + Vergasung	%	18,8	18,7	21,5	20,0	18,6
Vergasung auf Neubildung + Vergasung	%	21,3	21,1	24,2	22,8	21,0
Vergastes C auf C des Frischöls	%	16,9	17,2	20,6	17,3	17,2
davon als CO	%	2,4	2,6	2,7	3,6	3,8
davon als CO <sub>2</sub>	%	0,3	0,2	0	0	0
Abbau des organ. Festen	%	85,3	84,9	87,0	81,8	86,2
Asphaltabbau	%	96,8	96,8	96,3	96,9	96,6
Neuabschlamm auf Frischöl	%	19,5 <sup>2)</sup>	15,0	15,2	18,2	16,8
Wasserneubildung auf Reinfrischöl	%	1,8 <sup>2)</sup>	2,2	1,8	2,8	2,7

1) Auf butanfreies Benzin gerechnet

2) korrigiert

Tabelle 1 c

Bilanzen.

Analysen des Anfalls

Bilanz Nr.		1	2	3	4	5	
<u>Abstreifer</u>							
	spezifisches Gewicht/20°		1,004				
	- 200°	%	12,0				
	200 - 325°	%	43,8				
<u>Abstreifer + Schwelöl</u>							
	spezifisches Gewicht/20°	1,012	1,004	1,012	1,016	1,018	
	- 200°	%	10,4	10,7	9,3	10,9	8,1
	200 - 325°	%	41,2	42,8	45,7	38,6	45,4
<u>Abschlamm</u>							
	spezifisches Gewicht/50°	1,048	1,060	1,060	1,062	1,058	
	Benzolfestes	%	22,0 <sup>1)</sup>	30,5	25,9	24,9	24,4
	Asche im Festen	%	31,1	34,3	30,2	31,0	27,2
	vom Öl - 325°	%	27,9	27,4	31,4	28,9	28,6
	s-Asphalt	%	3,2	5,0	5,1	3,5	3,3

1) berichtigt entsprechend dem Wert der Betriebsanalysen.

Tabelle 2

Eigenschaften des Frischöls.

	Nittel aus 2 Bestimmungen
spez. Gewicht/100°	1,100
Wasser	0
Benzolfestes	12,0
Asche im Festen	3,7
von Öl -325°	12,1
-350°	18,9
s-Asphalt	17,9
H disp.	6,02
Cl	0,027
UHW cal/kg	8726

Vakuumkurve bei 12 mm Hg	§	spez. Gewicht
100 - 225°	18,0	1,044/40°
- 275°	52,7	1,108/60°
- 325°	70,4	1,130/90°
+ R	99,8	-

Elementaranalyse s. Tabelle 8



Tabelle 3 a

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.	2	4
Benzin aus Abstreifer + Gasbenzin	870 : 130	93,0 : 7,0
Siedebereich	- 200°	- 200°
Roh: spezif. Gewicht/20°	0,798	0,818
Anilinpunkt	+ 3,4	+ 4,0
Phenole	4,2	15,0
ASTM-Siedekurve		
Siedebeginn	43	49
- 50°C	1,0	-
- 60°C	1,0	3,0
- 70°C	1,0	6,0
- 80°C	12,0	10,0
- 90°C	19,0	14,5
- 100°C	28,0	20,5
- 110°C	37,0	27,5
- 120°C	45,0	35,0
- 130°C	53,0	41,5
- 140°C	60,0	48,5
- 150°C	67,0	55,0
- 160°C	74,0	62,0
- 170°C	83,0	70,5
- 180°C	90,0	80,5
- 190°C	95,0	90,5
- 200°C	97,0	96,0
- 206°C	-	97,5
+ R	98,5	99,0
<u>Raffination</u>	mit 10 %iger NaOH be- handelt.	

746

Tabelle 3 b

Benzinuntersuchungen

Bilanz Nr.	2	4
<u>Benzinraffinat</u>		
spez. Gewicht/20°	0,788	0,795
Anilinpunkt I	+ 9,0	+ 4,0
" Ia	+10,0	+ 3,5
" II	+53,0	+53,0
<u>ASTM-Siedekurve</u>		
Siedebeginn °C	56	52
- 60°	1,0	2,0
- 70°	4,0	5,0
- 80°	10,0	9,5
- 90°	18,0	15,5
- 100°	28,0	22,5
- 110°	36,0	31,0
- 120°	44,5	39,0
- 130°	52,5	47,0
- 140°	59,0	54,5
- 150°	67,0	62,0
- 160°	73,0	68,0
- 170°	80,0	75,5
- 180°	86,0	82,0
- 190°	91,5	88,0
- 200°	96,0	96,0
- 204°	97,2	97,5
+ R	98,6	99,0

747

Tabelle 3 c

Benzinuntersuhungen

Bilanz Nr.	2	4
Fraktion 80-100°		
spez. Gewicht/20°	0,711	0,718
Anilinpunkt	+ 32,2	+ 30,5
Fraktion 110 - 140°		
spez. Gewicht/20°	0,773	0,775
Anilinpunkt	+ 9,0	+ 10,6
Fraktion 150 - 180°		
spez. Gewicht/ Anilinpunkt	0,825 -7,4 ber.	0,828 -6,2 ber.
Zusammensetzung		
Paraffine	25,0	22,0
Naphthene	32,0	28,5
Aromaten	39,0	45,0
ungesättigte KW	4,0	4,5
Klopfwert Res.	83,0	83,0

748

Tabelle 4

Untersuchung von Benzinfraktionen

zu Bilanz Nr. 2

Benzin -200° mit 10 %iger NaOH behandelt

Fraktion Nr.		1	2	3	4
Siedebereich		-90°	90-150°	150-180°	180-200°
Gewichts-%		27,3	41,5	19,3	9,0
spez. Gewicht/20°		0,702	0,794	0,848	0,872
Anilinpunkt I	°C	+39,2	+5,2	-7,4 ber.	-11,0 ber.
Anilinpunkt Ia	°C	+39,4	+7,0	-8,4 ber.	-10,4 ber.
Anilinpunkt II	°C	+52,8	+51,5	+59,5	+62,5
ASTM-Siedekurve					
Siedebeginn	°C	42	94	155	179
- 50°		10,5			
- 60°		30,5			
- 70°		51,0			
- 80°		72,0			
- 90°		90,0			
- 100°		95,0	2,0		
- 120°		96,5	26,0		
- 120°			52,0		
- 130°			73,0		
- 140°			86,0		
- 150°			94,0		
- 160°			96,5		
- 170°				7,0	
- 180°				66,5	
- 180°				93,5	
- 190°				97,5	
- 200°					60,0
- 210°					92,0
Endpunkt		108	160	189	214
+ R	%	97,5	98,0	99,0	99,5
Zusammensetzung					
Paraffine	%	36,5	21,5	31,5	35,5
Naphthene	%	48,0	33,5	17,0	13,0
Aromaten	%	13,0	40,5	46,0	48,5
ungesättigte KW	%	2,5	4,5	5,5	4,0
Klopffwert Res.		77,2	81,8	93,0	90,2
Motor		72,0	69,5	75,8	73,7

Tabelle 5

Mittelöluntersuchungen

Bilanz Nr.		2	4
Abstreifer über 200°+Schwelöl		93,6:6,4	93,6:6,4
daraus Mittelöl -325°	%	45,9	51,5
<u>Roh:</u> spez.Gewicht/20°		0,988	0,988
Phenole	%	1,4	3,7
Gew.-Engler			
Siedebeginn	°C	230	230
- 250°	°C	4,2	10,1
- 275°	°C	36,8	35,8
- 300°	°C	72,9	68,3
- 325°	°C	93,4	92,4
- 335°	°C	97,9	-
- 341°	°C	-	98,9
+ R	%	99,9	100,0
<u>Entphenoliert:</u>			
spez.Gewicht/20°		0,986	0,984
Anilinpunkt ber.	°C	- 34	- 35,5
ungesättigte KW	%	12,0	10,0
Fraktion 240 - 270°			
spez.Gewicht/20°		0,960	0,956
Anilinpunkt ber.	°C	- 29	- 34,5
Fraktion 280 - 310°			
spez. Gewicht/20°		0,988	0,986
Anilinpunkt ber.	°C	- 32	- 35,5

Tabelle 6

Schweröluntersuchungen.

Bilanz Nr.		2	4
Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schweröl	%	54,0	48,4
spez. Gewicht/50°		1,042	1,064
Vakuum siedekurve bei mm Hg		14	14
Siedebeginn	°C	180	185
- 225°	%	75,4	45,1
spez. Gewicht/40°		1,038	1,048
- 275°	%	94,9	86,9
spez. Gewicht/60°		1,058	1,066
- 325°	%	97,4	94,7
spez. Gewicht/90°		-	1,082
+ R	%	100,0	99,8

Tabelle 7

Heizöluntersuchungen.

vom Schweröl über 325° aus Abstreifer + Schweröl im Labor hergestellt.

Bilanz Nr.		2	4
Spez. Gewicht/20°		1,085	1,085
Stockpunkt	°C	- 6	- 1
Flammpunkt	°C	174	172
Brennpunkt	°C	227	227
Kokstest	%	0,58	0,55
s-Asphalt	%	1,5	0,6
Asche im Ganzen		Spuren	Spuren
Viskosität			
°E/20°		46,2	63,8
°E/50°		4,24	4,8
unterer Heizwert cal/kg		9266	9239

Elementaranalysen s. Tabelle 8

Tabell 8

Elementaranalysen.

Produkt Bilanz Nr.	Benzin -200°		Mittelöl 200/325°		Schweröl über 315°		Schwefelrück- stand		Frischöl	
	2	4	2	4	2	4	2	4	2 <sup>2)</sup>	2
C %	86,52	86,02	88,25	88,79	90,97	90,48	67,28	76,41	88,49	88,34
H %	12,36	11,14	8,92	8,97	7,58	7,34	1,43	1,60	6,33	5,70
O %	0,85	2,40	2,10	1,53	0,80	1,41	- <sup>1)</sup>	- <sup>1)</sup>	3,91	4,65
N %	0,22	0,42	0,66	0,66	0,59	0,63	0,79	0,33	0,90	0,92
S flüch- tig %	-	-	-	-	-	-	1,13	0,61	-	-
S ge- samt %	0,051	0,021	0,073	0,05	0,10	0,14	4,41	3,26	0,37	0,39
Wasser %	-	-	-	-	-	-	0,87	0,40	-	-
Asche %	-	-	-	-	-	-	30,99	22,56	-	-

1) Asche sulfathaltig

2) Versuchsreihe vom Fahren auf Schwerölüberschuß

Tabelle 9 a

Elementarbilanz (korrigiert)

zu Bilanz Nr. 2

	C	H	O	N	S
Ein: Rischöl	2572,2	174,8	124,5	26,5	11,0
Kontakt 7685	28,5	0,5	0,8	0,1	3,6
Kontakt 6709	-	-	-	-	2,5
Schwerölunterschuß	29,7	2,6	0,3	0,2	0,1
Eingangsgas	16,1	197,3	4,3	-	-
<b>Gesamteingang</b>	<b>2646,5</b>	<b>375,2</b>	<b>129,9</b>	<b>26,8</b>	<b>17,2</b>
Aus: Gesamtbenzin	462,8	66,0	4,6	1,2	0,3
Mittelöl	1553,7	157,0	37,0	11,5	1,2
Abwasser	1,0	19,8	65,3	5,6	6,1
Gas im Produkt gelöst	11,6	2,4	-	-	-
Ofengas	393,6	98,9	19,2	0,4	1,2
Produktgas	88,8	20,0	2,4	0,2	2,6
Abschlammgas	22,0	5,7	0,1	0,2	-
im Wasser der Gaswäsche gelöst	0,1	1,2	0,2	5,4	2,1
Schwelrückstand	111,0	2,4	-	1,3	3,7
Schwelwasser	-	0,1	0,8	-	-
Schwelgas	1,9	1,7	0,3	-	-
<b>Gesamtausgang</b>	<b>2646,5</b>	<b>375,2</b>	<b>129,9</b>	<b>26,8</b>	<b>17,2</b>
Aus/Ein der unkorrigierten Bilanz %	98,3	-	86,6	87,1	137,2

Korrekturen

C-Bilanz:  
O-Bilanz:  
N-Bilanz:  
S-Bilanz:

Ölausgang

Abwasser

NH<sub>3</sub> des Wassers aus der Gaswäsche

S in Schwelrückstand und H<sub>2</sub>S im Ofen-

gas und im Abschlammgas 50:25:25



Tabelle 9b:

Elementarbilanz

zu Bilanz 4

	C	H	O	H	S
Ein: Frischöl	2663,3	181,0	128,9	27,4	11,4
Kontakt 7685	29,0	0,5	0,8	0,1	3,7
Eingangsgas	30,7	177,1	7,3	-	-
<b>Gesamteingang</b>	<b>2713,0</b>	<b>358,6</b>	<b>137,0</b>	<b>27,5</b>	<b>15,1</b>
Aus: Gesamtbenzin	447,3	58,0	12,5	2,2	0,1
Mittelöl	1432,7	144,7	24,7	10,6	0,8
Schwerölübersch.	126,5	10,2	1,9	0,8	0,2
Abwasser	1,2	9,2	68,3	2,0	5,9
Gas im Produkt gelöst	19,6	4,6	-	-	-
Ofengas	377,6	94,6	27,2	1,8	-
Produktgas	97,0	22,2	0,5	0,6	0,8
Abschlammgas	29,0	7,2	0,3	0,5	-
im Wasser der Gas- wäsche gelöst	0,1	1,9	0,2	8,2	2,1
Schwelrückstand	179,6	3,8	-	0,8	5,2
Schwelwasser	-	0,1	1,0	-	-
Schwelgas	2,4	2,1	0,4	-	-
<b>Gesamtausgang</b>	<b>2713,0</b>	<b>358,6</b>	<b>137,0</b>	<b>27,5</b>	<b>15,1</b>
Aus/Ein der unkorri- gierten Bilanz %	100,5	-	98,0	84,8	127,4

1) von Bilanz 2 übernommen

Korrekturen

C-Bilanz: Ölausgang

O-Bilanz: Abwasser

H-Bilanz:  $\text{NH}_3$  im Wasser der Gaswäsche

S-Bilanz: S im Schwelrückstand und  $\text{H}_2\text{S}$  im Wasser der Gaswäsche

1)

1) zu Bilanz 3

754

Hochdruckversuche  
Lu 558

27.1.1943 Gr/Ed

TH (2)

Hydrierversuche im Autoklaven mit Säureharzbitumen von Pape & Co  
und mit einem Weichasphalt von Dollbergen.

Zusammenfassung.

Aufgrund von Hydrierergebnissen im Drehautoklaven lassen sich sowohl der Weichasphalt von Dollbergen als auch das Säureharzbitumen durch spaltende Hydrierung ohne Schwierigkeit zu Benzin und Mittelöl verarbeiten. Beide Produkte verhielten sich bei der Hydrierung sehr ähnlich und gaben ca 90 % Öl bei ca 50 % Benzin + Mittelöl bis 325° und 8-9 % Vergasung auf eingesetztes Produkt; Ansätze oder Ausscheidungen traten dabei nicht auf. Daher erscheint es ohne weiteres möglich diese Produkte gemeinsam mit Erdölprodukten oder für sich allein zu verarbeiten.

gez. Grassl

Gemeinsam mit:

Dr. Schiffmann

" Lemme

755

220436

Auf Veranlassung des Reichsamtes<sup>1)</sup> erhielten wir je eine Probe Weichasphalt (5 kg) von Dollbergen und 1 Faß Säureharzbitumen von Pape & Co, Hamburg zur Beurteilung der Hydrierbarkeit. Wie die Untersuchung zeigt, handelt es sich bei diesen Proben um asphaltartige Produkte aus Erdölen. Nach der Elementaranalyse sind die Unterschiede zwischen diesen beiden Produkten gering. Das Säureharzbitumen hat, wie erwartet, einen höheren Sauerstoffgehalt als der Weichasphalt. Unterschiede bestehen noch im Schmelzpunkt, Paraffingehalt und N-Asphalt. Nach einer von Dr. Lemme ausgeführten Asphaltzerlegung enthält das Säureharzbitumen mehr Asphaltarze, während der Weichasphalt reicher an Ölharz ist, außerdem hat das Säureharzbitumen etwas mehr höhermolekulare Asphalte (Hartasphalt & Carbone). Als Vergleichssubstanz ist ein Rückstand über 325° aus Steinkohlenschwefeltee aufgeführt, der nach der Untersuchung mehr dem Weichasphalt von Dollbergen gleicht (Tabelle 1).

Die Hydrierversuche in der Drehbombe gaben für diese Produkte weitgehend ähnliche Ergebnisse, vor allem bei 600 atm Druck. Bei 250 atm und 425° C ist die Spaltung und Asphaltreduktion noch gering, beim Weichasphalt etwas günstiger. Bei 443° steigt beim Säureharzbitumen die Spaltung auf das 272fache, der Asphaltabbau um ca. 50%. Dabei tritt jedoch eine wesentliche Erhöhung der Festeneubildung (Koks) auf. Bei 600 atm und doppeltem Füllungsgrad ging trotz höherer Temperatur (449°) die Festeneubildung auf etwa 1/4 zurück, Asphaltabbau und Spaltung stiegen noch an. Ähnliche Ergebnisse gab der Weichasphalt von Dollbergen. Auf eingesetztes Produkt wurden aus beiden Produkten ca 90% Öl erhalten. Der zum Vergleich aufgeführte Steinkohlenteerrückstand gab bei gleicher Gesamtneubildung weniger Benzin, etwas geringere Vergasung, aber besseren Asphaltabbau. Ansätze oder Ausscheidungen irgendwelcher Art sind nicht eingetreten (Tab. 2).

Auf beiliegendem Kurvenblatt sind Vergasung auf Einspritzung, Asphaltabbau und Festeneubildung in Abhängigkeit von der Spaltung aufgetragen. Daraus ist ersichtlich, daß Vergasung, Asphaltabbau und Festeneubildung mit der Spaltungserhöhung etwa linear ansteigen. Die günstige Wirkung des hohen Druckes zeigt sich bei diesen Produkten vor allem in dem starken Zurückgehen der Festeneubildung.

1) Briefe Dr. Kranzpuhl v. 28.8. und 2.9.42.

Tabelle 1

Eigenschaften der Einfüllprodukte:

Produkt	Säureharzbitumen v. Pape & Co v. 10.9.42 P 1537	Weichasphalt v. Dollbergen v. 15.9.42	Steinkohlen- Urteer 325° (P 1503)
Erweichungspunkt	18°	44,5	41,5
Spez. Gewicht	1,001 / 100°	0,978 / 120°	1,080 / 100°
% - 325°	3,0	5,8	2,8
% Paraffin (Holds)	0,2	2,1	=
% Festes	1,0	1,1	5,4
% Asche i. Gz.	0,24	0,4	0,23
% Asphalt	17,6 (H)	24,5 (H)	25,3 (S)
<u>Elementaranalyse</u>			
% C	85,99	87,47	
H	9,08	9,43	
O	2,39	1,00	
N	0,56	0,54	
S	1,97	1,55	
Cl	0,01	0,011	
H dispon.	9,93	10,39	
<u>Asphalt-Zerlegung</u>			
% Öl	69,00	60,02	
% Ölharz	2,12	38,84	
% Asph-altharz	26,48	4,04	
% Hartasphalt + Carbone	1,28	0,36	

Tabelle 2

Hydrierergebnisse mit Säureharzbitumen v. Papa & Co und mit Weichasphalt von Dollbergen im Drehautoklaven.

Kontakt: 1,5 % Grude-Eisen-NaOH  
 Anheizzeit: 3 Stunden; Reaktionszeit 3 Stunden

Produkt	Säureharzbitumen v. Papa & Co., v. 10.9.42 P 1537			Weichasphalt v. Dollbergen v. 15.9.42		Steinkohle urteer, > 325
Temperatur MV	22,0	23 <sup>0-1</sup>	23 <sup>4</sup>	22 <sup>0-1</sup>	23 <sup>4-5</sup>	23 <sup>4-5</sup>
Höchstdruck	275	240	635	270	590	585
Beladung (g)	500	500	1000	500	1000	1000
Spez. Gew. v. Anfall	0,970/50	0,980/20	0,940/20	0,962/50	0,910/20	0,982/20
% = 180°	0,2	12,3	15,4	4,0	20,1	11,8
% = 325°	9,5	39,1	49,8	23,3	53,9	52,4
% = 350°	17,9	46,5	58,1	30,0	60,1	62,5
% Asphalt i. Öl	9,4	5,5	2,3	11,2	3,0	0,5
% Asphaltabbau	49,2	73	88,5	59,2	89,0	98
% Neubildg. < 325° im Anfallöl	7,4	37,2	47,8	16,5	49,3	50,7
% Vergasung a. Neu- bildg. + Vergasung	19,0	15,1	16,7	14,7	17,4	16,3
a. einges. Produkt	1,7	5,6	8,4	2,8	9,2	8,6
% Öl a. " "	96,5	86,5	90	90,5	90,0	87,0
Peste-Neubildg. a. einges. Produkt	1,4	5,2	1,3	2,8	1,5	0,51

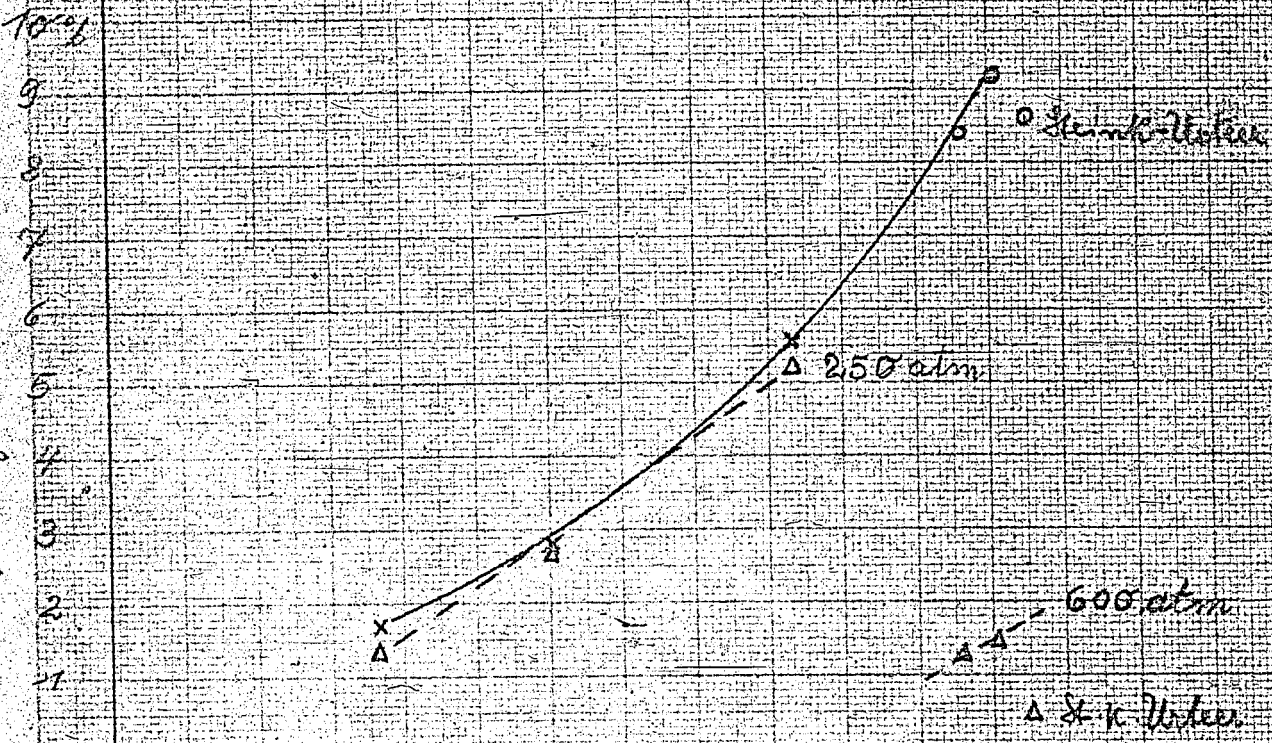
Hydrierversuche mit Säurekatalysatoren in  
 Höchstasphalt bei 250 u. 600 atm

x x 250 atm Höchstdruck

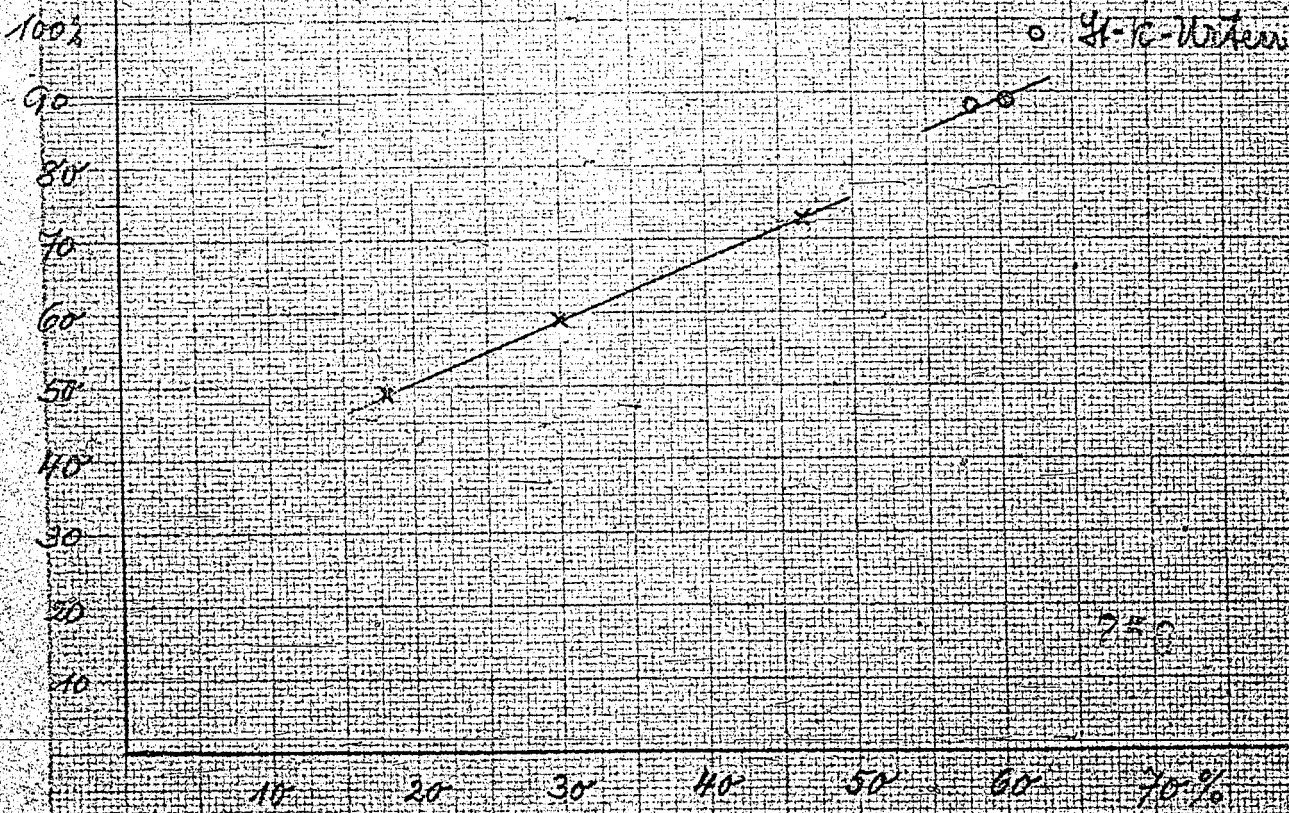
o o 600 " " "

Δ-Δ ? Feats-Neubildung a. Einsatz

% Vergärung a. Einsatz



% Asphaltabbau



100/131

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

DIN-Format A3 (297x420 mm)

% bis 350°

Verarbeitung von mitteldeutschem Braunkohlenteer  
bei 600 atm.

Mitteldeutsche Braunkohlenteere sind bei 600 atm im 10-Ltr.-Ofen bisher nicht verarbeitet worden. Es liegt nur ein sehr kurzer Versuch zur Hydrierung von Topprückstand über 325° aus Böhlemer Teer mit Grude-Molybdän bis 250 atm aus dem Jahre 1938 vor. 1) Der Teer-rückstand hatte folgende Zusammensetzung:

Benzolfestes	0,05 %
Asche im Ganzen	0,02 %
v.01 spez. Gewicht	0,950/50
Engler -325°	4,1 %
s-Asphalt	4,4 %
Vakuumrückstand	33,0 %
H disp.	12,0

In der anliegenden Tabelle sind die Ergebnisse dieses Versuches umgeschätzt auf die, die bei Verwendung von Eisenkontakt vermutlich erhalten worden wären. Man kann gegenüber Molybdän unter Anwendung von einer grösseren Kontaktmenge die gleiche Leistung bei etwas höherer Vergasung und ein wenig vermindertem Asphaltabbau erwarten.

Ferner enthält die Tabelle eine Schätzung der Resultate, wie sie sich bei 600 atm mit Eisenkontakt etwa einstellen dürften. Bei dem auch schon bei 250 atm hervorragenden Asphaltabbau kann die Druckerhöhung nur in Bezug auf Leistung und Vergasung Vorteile bringen.

Im Grossen wurde unter 250 atm Druck in Böhlen die Leistung 0,35 nicht wesentlich überschritten, möglicherweise vor allem deshalb, weil sehr wenig Frischkontakt zugesetzt wurde (unter 0,2 % auf Frischöl), und weil der Olgewinn niedriger abgeschnitten werden musste, um den 6434 als Vorhydrierkontakt verwenden zu können.

Bei 600 atm H<sub>2</sub>-Teildruck sollte in der Grossapparatur eine Leistung von mindestens 0,5 zu erreichen sein. Die Gefahr des Kontaktabsitzens und der Abscheiderverkokung wird bei dem hohen Druck etwas höher sein. Ihr wäre durch möglichst hohen Durchsatz und nicht zu geringe Bemessung der Abschlammrückführung, sowie durch sparsame Kontaktzugabe und gegebenenfalls durch Kaltgaskühlung des Abscheidersumpfes zu begegnen.

Grundsätzliche Schwierigkeiten sind bei der Hydrierung des mitteldeutschen Braunkohlenteeres unter hohem Druck nicht zu erwarten.

1) Zusammenstellung 210771 Hu vom 8.2.43.

gez. Hupfer

Tabelle.

Schätzung der Ergebnisse der Verarbeitung von  
Böhlener Tee: bei 250 und 600 atm mit Eisenkon-  
takt im 10 Ltr.-Ofen.

	250	600
Druck atm		
Eisen-Grude alk. % a. Frischöl	0,6	0,6
Frischöl; Abstreiferschweröl	55:45	55:45
Frischöl; Abschlamm	1:0,5	1:0,5
Durchsatz kg Frischöl/Ltr. Of. Vol./Std.	0,68	0,87
Gas cbm/kg Frischöl	3,0	3,0
Ofentemperatur °C	478	480
<hr/>		
Prakt. Ölgewinn-(Bi + Mi)-Neuleistung	0,58	0,75
davon Benzin -200 %	30	30
Vergasung a. Neubildung + Verg. %	14	12
v. vergasten C als CO %	6,1	6,1
" " CO <sub>2</sub> %	0,6	0,6
Asphaltabbau %	99	100
Wasserneubildung a. Frischöl %	2,8	2,8

799/10



Besprechung am 30.1.1942 in Lu 558  
über die Verarbeitung von Brüxer Teer.

Anwesend: Dr. Dölllein, Leuna  
 Dr. Huthwelker, Pölitze  
 Dr. Simon, Lu  
 " Gesing " (seitweise)  
 " v. Hartmann " "  
 " Grassl " "  
 " Schiffmann " "  
 " Ruppel " "

A. Eigenschaften des Teeres

Versuche mit Teer der kürzlich angefahrenen Schwelerei Brüx sind von Pölitze und Lu bei 600 atm, von Me bei 300 atm angestellt worden. Die den einzelnen Versuchsstellen zugegangenen Teersendungen unterschieden sich nicht allzu sehr voneinander, dagegen enthielten sie merklich mehr Asphalt und Phenole als die frühere probeweise aus Brüxer Kohle gewonnene Teere.<sup>1)</sup>

Untersuchende Stelle		Lu	Me	PU
Ankunft der Probe		13.9.39	8.11.41	Nov. 41
spez. Gewicht/50°		1,007	1,030	1,027
Benzolfestes	%	0,67	0,6	0,5
Asche im Ganzen	%	0,2	0,1	0,1
in Öl	%	6,4	11,3	16,0
- Asphalt	%	36,1	33,3	36
Mittelöl - 335° roh	spez. Gew./20°	0,995	1,020	
	Phenole %	37	45-51	
Mittelöl ortophenol	spez. Gew./30°	0,945	0,987	
	Anilinpunkt °C	15,3	24,2	
Schweröl	spez. Gew./100°	0,991	1,005	1,016
Phenole im Ganzen	%	-	-	24
Paraffin	%	-	5	5,2
Festes (Xylol-Alkohol)	in Originalteer %	-	-	0,12
" " "	in geschiederten Teer %	-	-	0,02

19 inzwischen in Pölitze eingetroffene Kesselwagen enthielten im Durchschnitt 13 % Asphalt und 55 % Phenole im Mittelöl.

1) Die damals nach Lu und Me gesandten Proben waren noch unbehandelt.

799/01

B. Destillationsversuche.

Dillein:

Destillationsversuche sind mit früheren Teerproben in einer Pipe-Still-Anlage unter Atmosphärendruck vorgenommen worden. Nach 8 Std. hatten sich die Raschigringe zugesetzt, die Schlange war nicht zugegangen. Schon das Erhitzen im Labor auf 230 - 300° liess das Pyridinfeste und den Asphaltgehalt ansteigen. Die neue Probe zeigte sich im Labor. noch wärmpfändlicher. Offensichtlich handelt es sich um „ungereiften“ Teer. Korrosion wurde bei der Destillation nicht beobachtet, dagegen von der Materialprüfung in besonderen Versuchen festgestellt. Aufheizversuche in einer Schlange in Bleibad zeigten mit verschiedenen Sendungen des Teeres sehr unterschiedliche Ergebnisse. Gründe hierfür waren nicht festzustellen.

Die Verdünnung mit Abstreifer dürfte keine Verbesserung bringen, denn mit Rückführung über 350° ging die Destillation noch schneller zu.

v. Hartmann:

Der Brüxer Teer hat sich sowohl jetzt wie früher in der Blase in Lu störungsfrei und mit normalen Verlusten destillieren lassen. Von der neuen Sendung wurden in einer Blase 49 % = Mittelölgehalt -350° abgefahren. Dass dabei eine Krackung stattgefunden hat, zeigt die Analyse des Rückstandes:

Festes (Benzol und Tetralin-Kresol) %	6,9
s-Asphalt in Öl. %	20
- 350° %	25

Dillein:

Ein solcher Rückstand würde eine kontinuierliche Anlage verstopfen und auch aus einer Blasendestillation keinen flüssigen Rückstand <sup>störungsfrei</sup> abziehen lassen. Es kommt demnach s.B. höchstens eine Vakuumdestillation in Frage. Andere Destillationsversuche erscheinen zwecklos.

v. Hartmann

hält es demgegenüber für nicht ausgeschlossen, dass sich geeignete Bedingungen für eine kontinuierliche Blasendestillation des Teeres finden lassen.

Simon.

Eine Änderung der Teerkondensation in Brüx käme nur dann in Frage, wenn dies für den Hochdruck greifbare Vorteile bringen würde.

0. Hydrierversuche.

Die Einzelheiten über die verschiedenen Versuche zur hydrierenden Verarbeitung sind in der anliegenden Tabelle aufgeführt.

v. Hartmann Zu Vers. 1). Der Versuch ist störungsfrei gelaufen. Die Breischlange hatte nach Ausbau am Ausgang eine lichte Weite von 5 mm gegen 10 mm bei Einbau, die Volumenabnahme betrug 50 %. Die Kruste hat daher über die ganze Länge gleichmässig zugenommen, ebenso nach im Übergang zum Ofen hin.

Zu Vers. 2). Nach 10 Tagen wurde auf Kontakt aus Brüxer Grude umgestellt. Der Ausbau war nicht einwandfrei, da Druckdifferenz wohl im Ofen unten auftrat und die Schlange schliesslich zuging. Die Schlange hatte an Ein- und Ausgang das gleiche Aussehen wie nach dem 1. Versuch. Wenn man annimmt, dass die Verkrustung gleicher Art <sup>1)</sup> war, dann errechnet sich die Volumenabnahme zu ca. 30 %. Das wäre zwar günstiger als im 1. Versuch, doch lässt sich hieraus noch nicht mit genügender Sicherheit auf einwandfreie Verarbeitbarkeit des Teeres nach diesen Bedingungen schliessen. Nach gleicher Fahrzeit beträgt bei der Steinkohlenhydrierung die Volumenabnahme nur rd. 15 %.

Böllein. Zu Vers. 3). Nach 4 Tagen trat Druckdifferenz in der Vorheizschlange auf. Die Schlange war praktisch zugegangen. Sie wurde zersägt, ausgebohrt und mit einem Magnet das Eisenpulver entfernt. Die Schlange enthielt 330 g Kruste von folgender Zusammensetzung:

Benzolfestes	92 %
Pyridinfestes	91 %
Asche i. Festen	36 %
darin Fe	53 %
Sulfid-Schwefel	25 %
Gesamtschwefel	31 %
CaO	0,5 %

Das letzte Stück am Schlängenausgang war krustenfrei.

Zu Vers. 4). Mit Molybdänkontakt hat der Ofen besser gearbeitet, sodass die Temperatur niedriger gehalten werden konnte.

1) Analysen liegen noch nicht vor.

Die Schlange war beim Ausbau noch etwas stärker verkrustet.

Benzol- und Pyridinfestes	87 %
darin Asche	84 %
darin Fe	50 %
" Sulfid-Schwefel	20 %
" Gesamtschwefel	29,5 %
" CaO	0,8 %
" CO <sub>2</sub>	0,5 %

Es hat sich demnach nicht um Kontaktabsitzen gehandelt, sondern vermutlich wurde im Teer vorhandenes Eisenphenolat zersetzt und angekrustet.

Zu Vers. 51. Mit Schwefel wurden nur 65 g Kruste nach 5 Wochen Fahrzeit gefunden. Wahrscheinlich wird das bei dieser Fahrweise entstehende FeS durch den Ofen durchgeschwemmt.

Analyse der Kruste:

Benzolfestes	98 %
Pyridinfestes	97,5 %
darin Asche	80 %
darin Fe	58 %
" Gesamtschwefel	21 %
" CaO	1 %

In einer Teerprobe wurden 84 mg Asche/100 g mit 22,7 % Fe gefunden, die sich nach 14 Tagen Aufenthalt im Kesselwagen auf 107 mg Asche/100 g mit 23,9 % Fe erhöhten. Der Fe-Gehalt hat also in dieser Zeit von 19 auf 25,7 mg/100 g Teer zu kommen, was erhebliche Korrosion anzeigt.

Zugabe von Schwefel zur Verminderung des Eisenabsitzens hat sich auch bei Steinkohlenteer aus Rauxel und bei Rheinischer Braunkohle bewährt. Zwar bewirkt elementarer Schwefel Polymerisation aber die Vorteile - einschliesslich der Kontaktwirkung überwiegen. Brüzer Teer wurde auch durch Sättigen mit I<sub>2</sub>S auf 3,66 % S gebracht. Der Effekt war geringer als der von elementarem Schwefel.

v. Hartmann Bei diesen Versuchen von Leana war das Rückführgleichgewicht nicht erreicht. Nach Durchsatz und Leistung ist auf einem Schwerflüßerschnitt von rd. 10 % gefahren worden.

Wohlfelder: Durchsatz 2,0 wäre technisch kaum erreichbar.

Zu Vers. 51. Die Schlange war zu 33 % zu und nahm auch

durch Aussäuern nicht wieder das Anfangsvolumen an. Die Kruste scheint also z.T. organisch gewesen zu sein.

Zu Vers. 7). Der Versuch wurde abgestellt, weil die Temperaturdifferenz  $S_4/M_2$  so hoch gestiegen war, dass eine Schädigung der Schlange vermutet werden musste. Die Schlange hatte 44 % ihres Volumens verloren, doch liess sich mit  $H_2$  noch dickes teerartiges Produkt herauspressen. Da die Badelemente bis zu 26 mV angezeigt haben, ist der Versuch hinsichtlich Vorheizungsverkrustung nicht als massgeblich anzusehen.

Simon: Ähnliche Schwierigkeiten wie hier mit Eisen haben sich bei früheren TTH-Versuchen mit Teer gezeigt, der in verzinkten Fässern geliefert war. Die Kontaktschädigung durch Zn liess sich durch Verwendung eines kleinen Abscheiders zwischen Schlange und Ofen unterbinden.

Nach allgemeiner Ansicht muss es möglich sein, für den Brüxer Teer geeignete Verarbeitungsbedingungen zu finden. Da er eine recht hohe Wärmetönung zeigt, wird der Vorheizer niedrig gefahren werden können, um auch vielleicht nicht so tief, wie es in der Kleinapparatur Me unter Verwendung eines Bleibades gelang.

Folgende Versuche wurden abgesprochen:

Brüxer Teer Original auf Benzin und Mittelöl

- a) bei 300 atm (Me und Lu)
- b) bei 600 atm (P8 und Lu)

Bedingungen: Ofentemp. max. 24,5 mV  
Schlange " 22 mV bzw. so tief wie möglich.

Durchsatz rd. 1,5

Abschlammrückführung	1	: 0,5
Eisenkontakt a/Teer		0,5 %
Schwefel a/Teer		0,1 %
Festes im Abschlamme		25 %
Gas oben/kg Teer		2,5 %

Versuchsdauer: je 3 Wochen.

Ferner soll versucht werden durch Me von Brüx mittelblauen Teer zu erhalten, von dem vermutet wird, dass er weniger korrodiert und infolgedessen weniger Fe enthält. Mit diesem Teer wären entsprechende Versuche durchzuführen.

Es wird weiterhin mit dem Originalteer ein Druckdestillationsversuch unternommen und die chemische Entaschung mit  $H_2$  +

Hydrierversuche mit Brüzer Teer

Lfd.Nr.		1	2	3	4	5 <sup>1)</sup>	6	7
Ausgeführt von		Lu	Lu	Me	Me	Me	PS	PS
<u>Bedingungen:</u>								
Brüzer Teer		Orig.	getropft -350°	Orig.	Orig.	Orig.	Orig.	Orig.
Druck	atm	600	600	300	300	300	600	600
Durchsatz		1,5	0,78	2,0	2,0	2,0	1,5	1,5
Schwerölrückführung		70:50	70:50	0	0	0 bzw. 75:25	75:25	75:25
Abschlammrückführung		1:0,5	1:0,5	0	0	0 bzw. 1:0,25	1:0,5	1:0,5
Gas ab/nr Teer		3	3	-	-	-	2	2,5
Kontakt	Wison-Grude alk. %	1,5	1,5	0,5	-	0,5	0,5	0,5
	Molybdän-Grude %	0	0	-	0,25	0	-	0
	Schwefel %	-	-	-	-	0,5	-	0,5
Temperatur	Schlange mV	23,5	23,5	22,2	21,9	22,0	-	-
	Ofen mV	24,7	25,0	24,1	23,8	23,9	24,3	24,2
Versuchsdauer	Tage	25	17	4	4	4+4+13	30	18
Ofen.Vol.	Ltr.	3	3	4,1	4,1	4,1	4,0	4,0
<u>Ergebnisse:</u>								
Gesamtleistung		1,2	0,66	-	-	-	0,90-0,92	0,95-0,97
Heulleistung	-350°	0,53	-	0,43	0,55	0,5 bzw. 0,55	0,33	0,42
Vergärung	%	7	11,5	-	0	-	-	-
	auf Heulleistung + Verg. %	14	-	0	0	0	-	-
Benzin -80°	in Ölgehalt %	18	24	0	0	0	0	0
Neuabschlamm	% v. Frischöl	12	8	2,5	1,25	0	10	3-4
Farbe		blau-grün	blau-grün	-	-	-	-	-
● Abschlamm	% Festes	12-15	14	25	25	0	6-7	15
	% Mittelöl	40	30	0	0	0	20	-
Asphaltabbau	%	99	99	0	0	0	gut	gut

- 1) a) 4 Tage ohne Rückführung,  
 b) 4 Tage mit " v. Abschlamm  
 c) 13 Tage mit Rückführung v. Abschlamm und Schweröl.

14  
14  
13. April 1942. v. Htm/Ls

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Besprechung über Verarbeitung von Brüxer Teer.

Anwesend: Dr. Doellein, Leuna  
Dr. Kold  
Dr. Krönig, Oberschl. Hydr. Werke  
Dr. Pier  
Dr. Simon  
Dr. Donath, Lu.  
Dr. Grassl  
Dr. Schiffmann  
Dr. v. Hartmann

Es wurde zunächst die Verwendbarkeit des auf Basis Brüxer Grude hergestellten Eisenkontaktes zur Verarbeitung von Brüxer Teer besprochen. Dr. Doellein teilte mit, dass er bei jeweils etwa achttägigen Versuchen im geraden Durchgang festgestellt habe, dass der Brüxer Generatorstaub hinsichtlich des Asphaltabbaues bedeutend schlechter sei als die Leuna-Grude, hinsichtlich der Leistung ist der Unterschied nur gering. Diese Versuche wurden bei 300 atm und einer Kontaktkonzentration von 0,5 % durchgeführt. Diesen Versuchsergebnissen wurden Versuchsergebnisse von Ludwigshafen gegenübergestellt, die ergeben haben, dass bei 300 atm und einer Kontaktkonzentration von 1,5 % mit vollständiger Rückführung des Schweröls der Brüxer Kontakt etwas schlechter als der Leuna-Kontakt ist, aber noch unter Umständen brauchbar erscheint. Es wurde festgestellt, dass die Unterschiede der Versuchsergebnisse in der Art der Fahrweise begründet sind, daher nur gradueller Art und dass es möglich erscheint, durch verbesserte Aktivierung der Brüxer Grude einen brauchbaren Kontakt zu erhalten.

Im Zusammenhang mit der Erörterung der Unterschiede dieser Versuchsergebnisse wurden die Ergebnisse der Verarbeitung von Brüxer Teer mit Leuna-Grude bei 300 atm, wie sie in Leuna und in Ludwigshafen durchgeführt worden waren, verglichen. Hierbei wurden die näheren Unterschiede in der angewandten Fahrweise des Genaueren gegenübergestellt, die sich besonders dadurch kennzeichnen lassen, dass in Leuna ohne Rücksicht auf das vollständige Gleichgewicht der Ofenlage, das Hauptgewicht auf die Herausziehung der theoretischen Abschlamme gelegt wurde, während in Ludwigshafen unter Vernachlässigung dieses Punktes (aus fahrtechnischen Gründen) der Hauptwert der vollständigen Gleichgewichtslage des Ofens durch längere Zeit beigegeben wurde. Hierbei war in Ludwigshafen noch besonderer Wert darauf gelegt worden, dem Ofen selbst keine zusätzliche Reaktionswärme zuzuführen, wodurch es unmöglich war, bei 300 atm die Vorheizertemperatur auf 22 mV zu begrenzen und den Durchsatz über 0,8 zu steigern. Da die Versuche in Ludwigshafen mit Rücksicht darauf, dass im 10 ltr. Ofen grundsätzlich höhere Kontaktkonzentrationen angewandt werden müssen als in der Technik, mit einer Kontaktkonzentration von 1,5 gefahren worden war, soll noch ein mit dem Leuna-Versuch besser vergleichbarer Versuch mit niedriger Kontaktkonzentration durchgeführt werden.

Dr. Doellein wurde gebeten, 50 - 100 kg Proben der von ihm geprüften Grudekatalysatoren auf Basis Grude von He, Böhlen, Magdeburg, Zeitz etc. nach Lu zu schicken, damit diese Gruden auch hier unter-

sucht werden können.

Nach Hinzuziehung von Herrn Dr. Fritz Winkler wurde vereinbart, dass Leuna und Lu zunächst je 15 kg aktivierte Brüzer Grude von Op bekommen, die möglichst bald als Kontakt geprüft werden soll. Dr. Winkler hat 15. 20 to Schwelboks in Brügge bestellt, um die Aktivierung im grösseren Ofen durchführen zu können.

Die Herstellung der für Katalysatorzwecke schon gelieferten Brüzer Grude erfolgte unter Bedingungen, die für die Gewinnung des Leunaa Generatorstaubes angewandt werden.

ges. Döllein

ges. Kolb.



Hochdruckversuche

La 558

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

18. März 1942 GR/EB

Einfluß von disponiblen Wasserstoff und Flüchtigem auf Urteerausbeute  
und Abhängigkeit der Hydrierbarkeit von Urteerausbeute, H dispon. und  
Flüchtigem bei Oberschlesischen und Dombrowakohlen.

Zusammenfassung.

Kurvenblatt I zeigt die Abhängigkeit der Schwelteaerausbeute vom disponiblen Wasserstoff und vom Flüchtigengehalt. Mit steigendem disponiblen Wasserstoff nimmt die Urteerausbeute zu. Viel weniger ausgeprägt ist die Abhängigkeit der Schwelteaerausbeute vom Gehalt an flüchtigen Bestandteilen der Kohle.

In Kurvenblatt II ist die Hydrierbarkeit von ober-schlesischen Kohlen in Abhängigkeit von Urteerausbeute, disponiblen Wasserstoff und Flüchtigengehalt aufgetragen. Daraus ist ersichtlich, daß die Kohlen mit hoher Schwelteaerausbeute meist auch gute Hydrierkohlen sind. Zwei von den herausfallenden Punkten sind Kohlen mit beinahe 85% C<sub>2</sub> Reinkohle, die schon wesentlich schwerer hydrierbar sind. Für ober-schlesische Kohlen scheinen die auf-geseichneten Beziehungen nur im Bereich von 79 bis 82% zu gelten. Ganz ähnlich ist der Einfluß des disponiblen Wasserstoffs auf die Hydrierbarkeit. Weniger deutlich ist der Einfluß des Flüchtigengehaltes auf die Hydrierbarkeit, doch ist auch hierbei, die Tendenz ersichtlich, daß Kohlen mit höherem Flüchtigengehalt besser hydrierbar sind als solche mit geringerem.

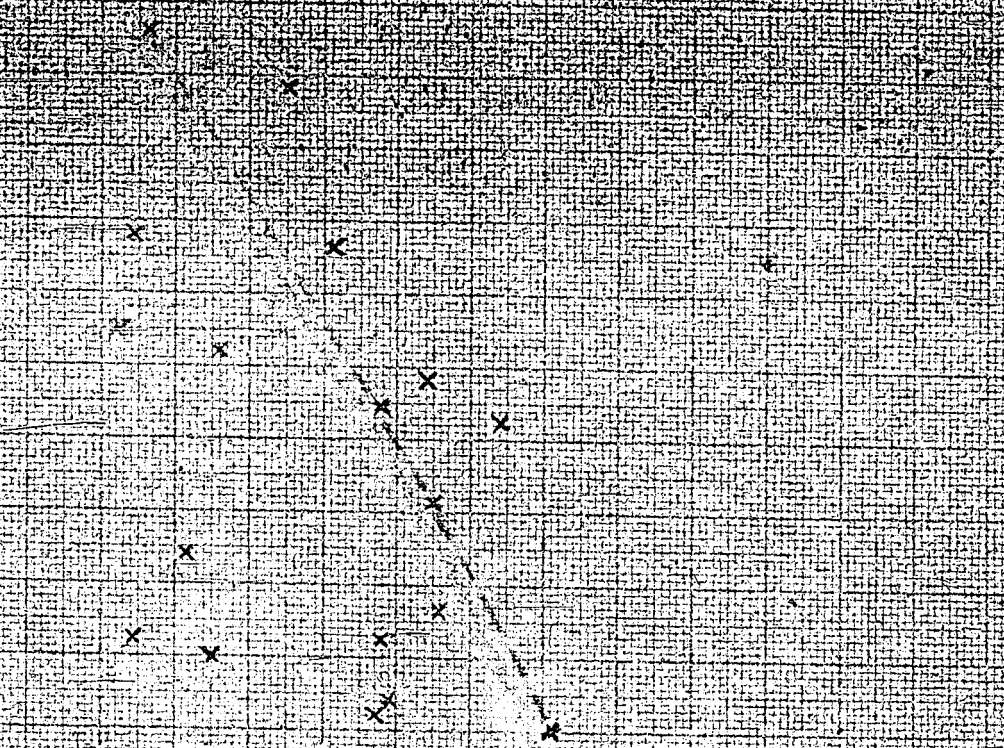
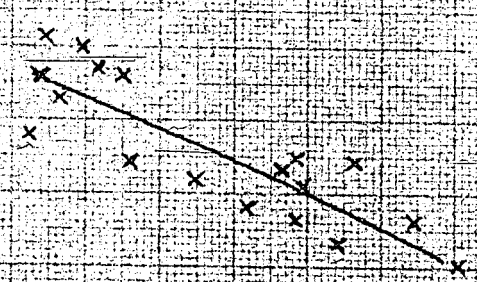
gez. Grassl

Kursverlauf 7

Wittgen - August 1936  
1) Aktizität v. D-Dropen

bei Abbruch  
2) Gehalt der Aktien

14 13 12 11 10 9 8 7 6 5 4 3 2 1



5. Monat

36 37 38 39 40

Farben-Industrie-Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

% Wert a. Punkt

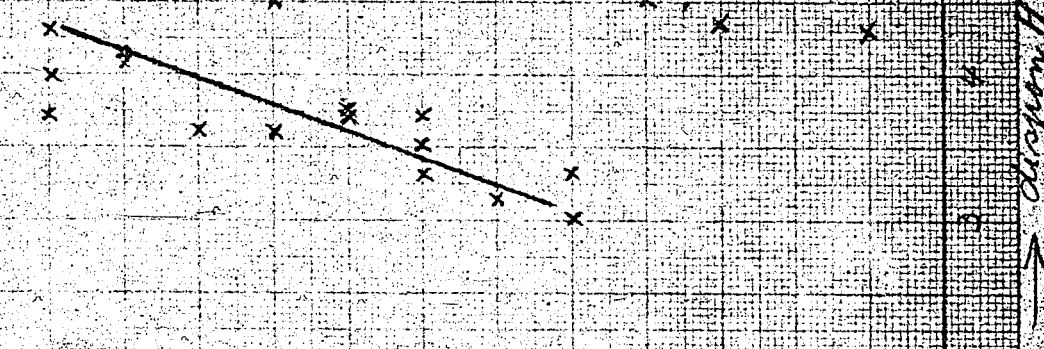
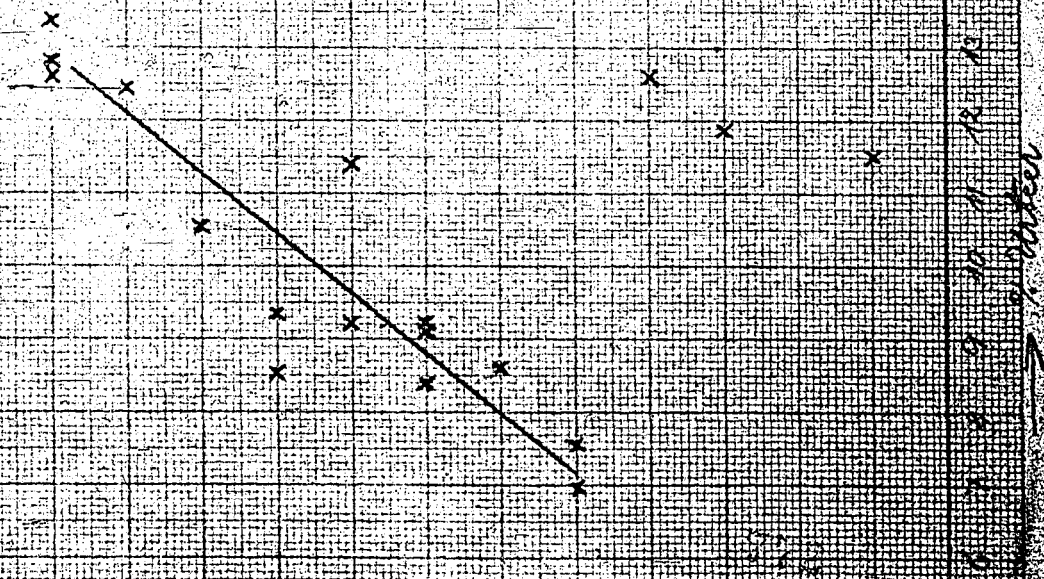
Kunverbreitung

Abhängigkeit der Produktionskosten vom Abmeldezeitpunkt

1) von der Wasserabgabe

2) vom H-Druck

3) vom Flüssigkeitsgewicht



Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

Hydrier-Karte

19. Januar 1942 Be/Ki

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Besprechung in Pölitz am 17.12.1941

mit Dr. Schmitt, Dr. Simon, Dr. Becker.

Betr.: Ölkammer K 11.

Bei der Fahrweise der Kammer 11 sind 3 Perioden zu unterscheiden (bis 2.12., vom 2.12 bis 13.12. und nach dem 13.12.). Die Änderungen sind bedingt durch die niedrige Leistung, welche auf die geringe Wärmetönung zurückzuführen ist.

Die Kammer fährt mit Erdölrückstand ( $>375^{\circ}$ ) aus rumänischem Erdöl (Analyse vergl. unser Schreiben an Pölitz vom 21.4.1941).

Fahrweise bis 2.12.41	Fahrweise vom 2. - 13.12.41
15-16 m <sup>3</sup> Einspritzung 75% Frischprodukt 25% Schwerölrückführung	15 m <sup>3</sup> Einspritzung ohne Schwerölrückführung Zugabe von Reeröl, steigend bis zu 1 m <sup>3</sup> (IG I-Qualität mit 60% - 325° und 90% - 400° siedend).
8 m <sup>3</sup> Kaltabschlamm	8 m <sup>3</sup> Kaltabschlamm
1,5 % Grude-Eisenkontakt bezogen auf Frisch- produkt + Schweröl- rückführung	0,7% Grude-Eisenkontakt bezogen auf Frischprodukt + Schwerölrückführung
20 000 m <sup>3</sup> Eingangsgas prakt. kein Kaltgas	20 000 m <sup>3</sup> Eingangsgas prakt. kein Kaltgas
24,6-24,8 MV Temperatur (Ofen 1, oben)	24,6-24,8 MV Temperatur (Ofen 1, oben)
30% Festes im Abschlamm	15-20% Festes im Abschlamm
	0,2 Asphalt im Abschlamm
	15-25% Vakuumrückstand vom Ab- schlammöl

1988

763

In der Zeit vom 2. - 13.12 fiel der Asphaltgehalt im Abschläm auf 0,2 % und der Vakuumrückstand vom Öl betrug nur noch 15-25%, während im Einspritzprodukt der Asphaltgehalt bei 0,6 % und der Vakuumrückstand bei 45 % lag. Infolgedessen setzte auch der Heißumlauf aus. Daraufhin wurden folgende Maßnahmen getroffen: Die Kontaktmenge wurde von 1,5% auf 0,7 % gesenkt und die Festkonzentration im Abschläm von 30 % auf 15-20 % durch Herausnahme von Feststoff aus dem System erniedrigt.

Gleichzeitig wurde versucht, den gesamten Sumpphase-Abstreifer ohne Destillation über 5058 zu fahren. Diese beiden Änderungen<sup>1)</sup> (nämlich Teerölzusatz und Verarbeitung des gesamten Sumpphase-Abstreifers) riefen eine Schädigung der Gaphase hervor, die nur durch starke Temperaturerhöhung wieder ausgeglichen werden konnte. Die Phenolreduktion und der N-Gehalt im 5058-B-Mittelöl lagen gut, trotzdem zeigten die 6434 Kammern einen starken Abfall der Leistung.

Der Teerölzusatz, der zwar eine deutliche Wärmetönung gebracht hatt, wurde dann wieder fortgelassen und mit folgenden Bedingungen gefahren:

Fahrweise ab 13.12.1941

15 m<sup>3</sup> Einspritzung  
85 % Frischprodukt  
15 % Schwerölrückführung  
5 m<sup>3</sup> Kaltabschläm  
26 000 m<sup>3</sup> Eingangsgas.

Es ist also die Kaltabschlämmenge erniedrigt und die Gasmenge erhöht worden. Letzteres um geringere Verweilzeiten und schlechtere Hydrierbedingungen zu schaffen. Es soll versucht werden, den Umlauf an Kaltabschläm sowie auch den Heißumlauf, der ca. 6 m<sup>3</sup> beträgt, vorsichtig noch weiter zu erniedrigen. Am Tage des Besuchs konnte <sup>bereits</sup> festgestellt werden, daß die Temperatur in den Öfen stieg und die Einspritzmenge erhöht werden konnte.

1) Vermutung von Pölitz. Es ist aber auch möglich, daß die 5058-Kammer 6 nicht mehr genügend aufhydrierte (die Kammer ist schon sehr alt und arbeitet bereits bei 22,5 MV) und dadurch eine Schädigung des 6434 auftrat. Wahrscheinlich hätte eine gut arbeitende 5058 Kammer diese Änderungen noch vertragen.

Die Temperaturen sind auf dem beigelegten Schema angegeben.  
Gemeinsam mit Herrn Dr. Montfort wurde die Produktuntersuchung für eine Paraffinbilanz ausgewertet.

Fahrbedingungen am 2.12.1941	Einspritzgemisch	Abstreifer	Abschlamm
15-16 m <sup>3</sup> Einspritzg. 75% Frischprod. 25% Schwerölrückführung	Einspritzung d=0,918 Paraffingehalt 10,4 %	d = 0,889/20° Paraffingehalt 6,3 % 30 Vol.% -265° 50 " " -320° 70 " " -364° 90 " " -405°	18,5 % Festes Paraffingehalt 9,2 %
8 m <sup>3</sup> Kaltabschlammrückführung	<u>Frischprodukt</u> Paraffingehalt 7,5 %	5,6 Gew.% Bi -160°: 0% Paraffin 67,3 " M'öl -375°: 3,6% " 26,5 Schweröl >375°: 17,0% "	
1,5% Grude-Eisenkont., bez. auf Frischprod. + Schwerölrückfg.			
20 000 m <sup>3</sup> Gas			
24,6 - 24,7 MV Temp. in Ofen 1			

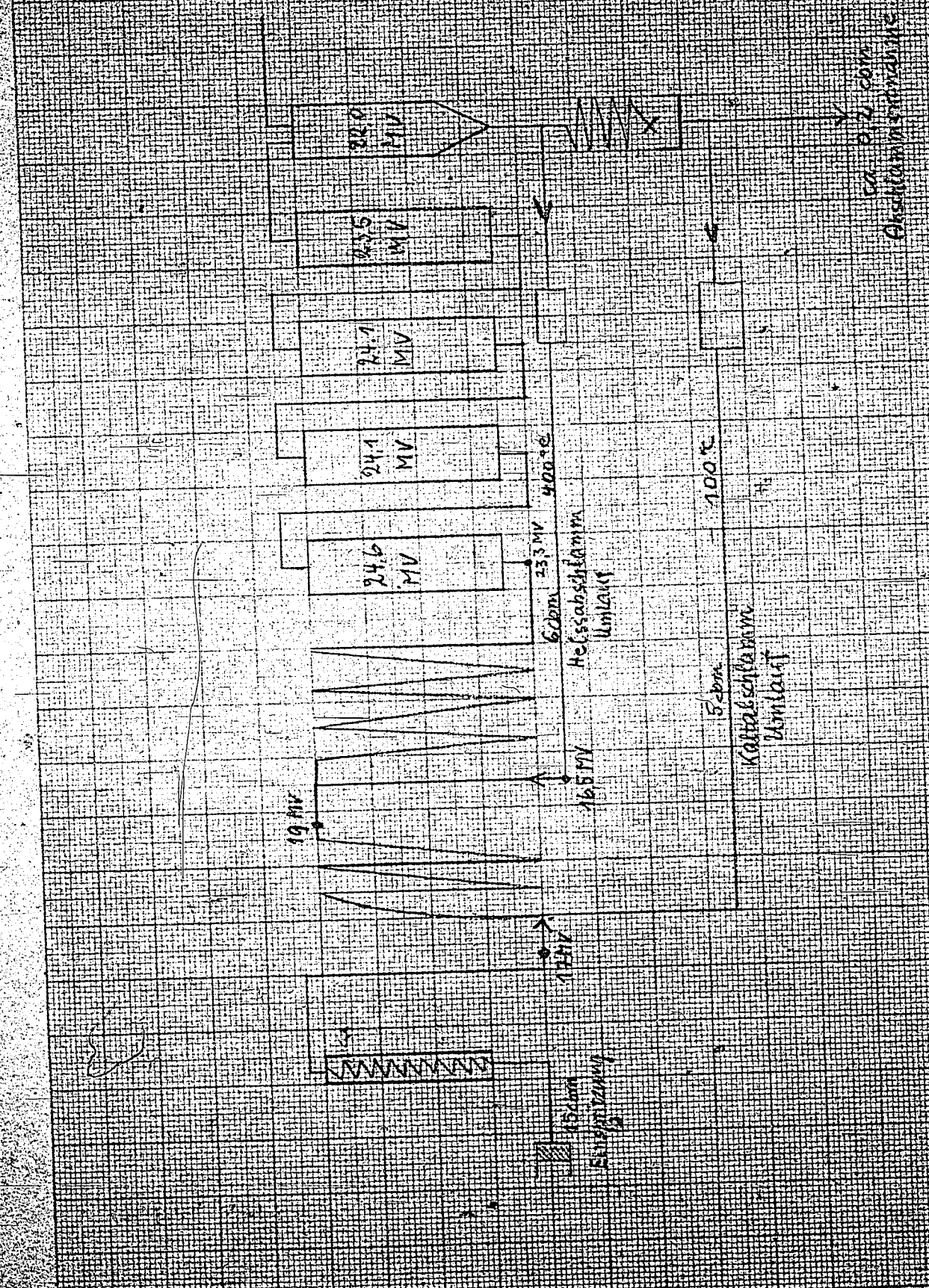
1.) Berechnungsweise.

14,2 stuto Einspritzgemisch mit 10,4% Paraffin = 1,48 to Paraffin  
13,3 stuto Abstreifer mit 6,3% Paraffin = 0,84 to Paraffin } = 62% v. Eingang  
ca-0,75 stuto Abschlammöl mit 9,2% Paraffin = ca 0,07 to Paraffin  
(das sind 0,9 to Abschlamm oder 6% Abschlamm/Einspritzung)

2.) Berechnungsweise.

10,7 stuto Frischprodukt m. 7,5% Paraffin = 0,8 to Paraffin  
9,0 stuto Abstr. Frakt. 160-375° m. 3,6% Paraffin = 0,33 " Paraffin } = 50% v. Eingang  
ca 0,75 stuto Abschlammöl m. 9,2% Paraffin = 0,07 " Paraffin }

Es ergibt sich also, daß bei dieser Fahrweise rund 55-60 % des eingebrachten Paraffins erhalten bleiben und 40-45 % aufgespalten werden.



17

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pfla

Geheim

Reichsamt für Wirtschaftsausbau,  
z.H.von Herrn Dr. Kranepuhl,

B e r l i n W 9

Saarlandstrasse 128.

M. 1-01 P Dr.Krp/Bö. 24.8.42  
N 1-01 P Dr.Krp/Sa. 22.10.42

HOCHDRUCKVERSUCHE  
P/Lu 558

13.11.1942 Hg/Py.

Heizöl aus Kokereiteer.

Wir erhielten Ihre Schreiben vom 24.8. und 22.10.1942, betr. Heizölerzeugung aus Kokereiteer. In der Anlage 1 fügen wir ein von Ihnen gewünschtes Fließschema bei für die Verarbeitung von Kokereiteer zu Benzin und Heizöl. Da die Qualität des Kokereiteers nicht bekannt ist, insbesondere Siedekurve, Feststoff- und Asphaltgehalt, haben wir die Qualität eines Kokereiteers von der Ruhr mit 70% Anteilen -325°C zu Grunde gelegt und den Verarbeitungsgang geschätzt.

Der Verarbeitungsgang 1 wurde abgestellt auf die Erzeugung eines Produktes, das zu etwa 40% aus Heizöl und zu 60% aus Fliegerbenzin besteht. Die gewinnbare Menge Heizöl kann durch andere Einstellung der Siedekurve erhöht werden auf rund 60%. Naturgemäss gehen dann die in dem Heizöl verbleibenden Mittelölanteile für die Fliegerbenzinherstellung verloren. Einen solchen Verarbeitungsgang zeigt Anlage 2.

Die Qualität der Heizöle schätzen wir wie folgt:

	bei etwa:	40 % Heizöl + 60 % Fliegerbenzin	60 % Heizöl + 40 % Fliegerbenzin
Spez.Gewicht		ca. 1,08	über 1,04
Viskosität		ca. 50°E/20°C	unter 10°E/20°C
Stockpunkt		unter -10°C	ca. -20°C

Eine genauere Durcharbeitung des Projektes lässt sich erst durchführen, wenn feststeht, wie die Zusammensetzung des Teeres ist und welche anderen Produkte unbedingt aus dem Teer gewonnen werden müssen. Es erscheint zweckmässig, dass die Herausnahme dieser Stoffe an dem Ort geschieht, wo die Hydrierung erfolgt. Welcher Standort dafür in Frage kommt, wäre noch eingehend zu prüfen.

Heil Hitler!

2 Anlagen.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT