

pyren neben Tetrahydro- und Dekahdropyren. Die Di- und Tetrahydro- und das asym. Hexahdropyren unterliegen unter diesen Bedingungen schnell der Weiterhydrierung. 3.4.5.8.9.10-Hexahdropyren ist dabei stabil, 1,2-Dihdropyren liefert 1.2.6.7-Tetrahydro-pyren und das weiter 1.2.3.4.5.6.7.12.13.16-Decahdropyren. Die Behandlung von 3.4.5.8.9.10-Hexahdropyren in siedendem Amylalkohol mit einem Überschuß an Natrium liefert 1.2.3.4.5.8.9.10.11.12-Dekahdropyren.

Pyren läßt sich mit 8 % Nickel (bei 300-320° aus dem Nitrat reduziert) bei 300° und 80 Atm zu 3.4.5.8.9.10-Hexahdropyren hydrieren, das bei 210° und 90 Atm in das Dekahdrid übergeht. Bei 240° und 107 Atm geht das Dekahdropyren in zwei isomere Perhydro-pyrene über. Die Hydrierung mit Mo-S-C-Kontakt geht bei 400° und 10⁰ Atm bei vierstündiger Reaktionsdauer sehr langsam vor sich. Es wurde 2 % der Theorie 3.4.5.8.9.10-Hexahdrid erhalten, 8 % 1,2-Dihdropyren. Bei sechsstündiger Reaktionszeit wurde 7,5 % 3.4.5.8.9.10-Hexahdropyren und 28 % einer Mischung aus 1,2-Dihydro- und asym. Hexahdrid erhalten; 10 % waren 1.2.6.7-Tetrahydro-pyren und 2 % Naphthalin und ölige Produkte.

Chrysen.

Aus Chrysen läßt sich bei der katalytischen Reduktion in Gegenwart von Nickel Dodekahydrochrysen erhalten, das nur äusserst schwer weiter als bis zum Hexadekahydrochrysen hydriert werden kann. Nur bei Verwendung ganz schwefelfreien Materials gelingt es, mit Nickel das Perhydrochrysen zu erhalten.

Der Verlauf der Hydrierung ist nicht allein vom Katalysator abhängig. So wurde der Einfluss der Seitenketten auf den Benzolring untersucht und festgestellt, dass Methylketten die Hydrierung in Gegenwart eines Ni-Al₂O₃-Katalysators verlangsamt. Eine Verlängerung der Seitenketten ruft keine Änderung in der Reaktionsgeschwindigkeit hervor. Eine verzweigte Kette verlangsamt die Geschwindigkeit gegenüber einer gestreckten. Bis zu drei Gliedern in der Seitenkette folgt die Geschwindigkeit der Gleichung $V_n = 2^{-n} \cdot V$ (V = Hydriergeschwindigkeit von Benzol; n = Zahl der Substituenten) bei mehr als drei Gliedern tritt sterische Hinderung ein.

Folgende Tabelle gibt eine zusammenfassende Übersicht:

Kohlenwasserstoff	Katalysator	Reaktionsbedingungen	Produkt
Naphthalin	-	Na + Amylalkohol HJ + P	} Tetralin
" (S-frei)	O ₂ -reiches Pt-Mohr		Tetralin
" "	O ₂ -armes Pt-Mohr		} Dekalin
" "	Pt-Mohr mit sehr viel O ₂		hauptsächlich cis- Dekalin
"	Pt		
"	Ni	Dampfphase	hauptsächlich trans-Dekalin
"	Ni (bei 280° red.)	200°	Tetralin

Kohlenwasserstoff	Katalysator	Reaktionsbedingungen	Produkt
Naphthalin	Ni (bei 250° red.)	160°	Dekalin
"	Ni ₂ O ₃	260°, komprimierter H ₂	Tetralin
"	AlCl ₃	100-160°	Benzol, Naphthalinhydride, β.β-Dinaphthyl, Perylen, Tetramethylnaphthalin, Tetramethyl-dinaphthanthracen.
" (S-frei)	MoS ₃ (NH ₃ wirkt vergiftend)	unterhalb 400°	80 % Tetralin
"	MoS + 2,5-3% S oder WO ₃ + S	oberhalb 500°	monosubstituierte Benzol-Kohlenwasserstoffe
"	NiO, CuO, Fe ₂ O ₃ , Mo ₂ O ₃ oder Fe	unter 450°	Tetralin
"	"	oberhalb 450°	Benzol-KW
"	Molybdän-säure	520°	wenig Dekalin, mehr Benzole und Homologe
"	Co-Al, Ni-Co-Si, Ni-Co-Al, Ni-Al	30-120 Atm	Tetralin
Tetralin	8 % Ni (bei 300-320° red.)	160°	90 % cis- und 10 % trans-Dekalin
Anthracen	---	Na-Amalgam in sied. Alkohol oder Na oder Ca in Alkoholen	} 9,10-Dihydroanthracen Tetrahydroanthracen Oktahydroanthracen
"	---	H ₂ + P, 160-170°	
"	---	H ₂ + viel P, 250°	
"	---	H ₂ + viel P, 200°	Oktahydroanthracen

Kohlenwasserstoff	Katalysator	Reaktionsbedingungen	Produkt
Anthracen	--	Natrium, 460-470°	Benzol-KW, Tetralin, Naphthalin, 2-Methyl- und 3-Äthyl-naphthalin und Hydride der letzten beiden
"	Nickeloxyd	Hitze, komprimierter H ₂	stufenweise: Tetra-, Deka- und Perhydroanthracen
"	8% Ni (bei 300-320° red.)	97 Atm, 200°	Oktahydroanthracen + 2 isomere Perhydroanthracene
"	Ni-Bimsstein	Gasphase	Tetra- und Oktahydroanthracen
"	Platinoxyd + Platin-schwarz + Halogenwasserstoffsäuren	--	Oktahydro- und Perhydroanthracen
Roanthracen	MoS ₃	--	Benzol u. Homologe, Naphthalin u. Homologe, Tetrahydro-naphthalin, Cyclohexan, Dekalin, hydriertes Anthracen und Phenanthren
Phenanthren	--	Natriumamalgam in siedendem Alkohol	keine Wirkung
"	--	Siedender Amylalkohol + Na	9.10-Dihydro-phenanthren + Tetrahydro-phenanthren
"	--	HJ + wenig P	niedere Hydrierungsstufen
"	--	HJ + mehr P	höhere Hydrierungsstufen, schliesslich Perhydrophenanthren
"	Platin-schwarz	in Ather	Dihydrophenanthren

Kohlenwasserstoff	Katalysator	Reaktionsbedingungen	Produkt
Phenanthren	Ni	175°	Dodekahydrophenanthren
"	Ni	175-200°	Tetrahydrophenanthren
"	Ni	200°	Dihydro- und Tetrahydrophenanthren
"	8% Ni (bei 300-320° red.)	83 Atm, 260°	wenig Tetrahydrophenanthren
"	NiO	wiederholtes Erhitzen mit komprimiertem H ₂	stufenweise Hydrierung bis zum Perhydrid
"	Palladium	160°	Tetrahydro- und Oktahydrophenanthren
"	"	in Cyclohexan	Tetrahydrophenanthren
"	MoO ₃		hydriertes Phenanthren
Tetrahydrophenanthren	8% Ni (bei 300-320° red.)	87 Atm, 175°	Oktahydrophenanthren
Oktahydrophenanthren	"	77 Atm, 160°	Perhydrophenanthren
Pyren	---	Na in Amylalkohol	sym.Hexahydropyren, asym.Hexahydropyren, Tetrahydro- und Dekahydropyren
"	8% Ni (bei 300-320° red.)	300°, 80 Atm	sym. Hexahydropyren
"	Mo-S-C.	400°, 100 Atm, 4 Stunden	sym. Hexahydropyren, 1,2-Dihydropyren
"	" " "	400°, 100 Atm, 6 Stunden	sym. und asym. Hexahydro-, 1,2-Dihydropyren, 1.2.6.7-Tetrahydropyren, Naphthalin
1,2-Dihydro-pyren	---	Na in Amylalkohol	1.2.6.7-Tetrahydro-pyren

Kohlenwasserstoff	Katalysator	Reaktionsbedingungen	Produkt
1.2.6.7-Tetrahydro- pyren	---	Na in Amylalkohol	1.2.3.4.5.6.7.12.13.16- Dekahydro- pyren
sym. Hexahydro- pyren	---	" " "	1.2.3.4.5.8.9.10.11.12- Dekahydro- pyren
" "	8% Ni (bei 300-320° red.)	210°, 90 Atm	Dekahydro- pyren
Dekahydro- pyren	" "	240°, 107 Atm.	2 isomere Perhydro- pyrene
Chrysen	Ni	---	Dekahydrochrysen
Dekahydro- chrysen (S-frei)	Ni	---	Perhydrochrysen.

gez. Honkels

S 39
III D - 53Zur Herstellung von Propylen-Schmierölen.

Zusammenfassung des derzeitigen Standes.

Zwei-Mischungen von Propylenölen mit Duosolraffinaten können mit einem Viskositäts Index von ca. 97 und Laufzeiten von 16-20 Stunden im Einsylindermotor hergestellt werden. (Öl P 18)

Dre-Mischungen (Zusatz von Äthylenschmieröl oder paraffinsynthetisches Öl) können mit einem Viskositäts Index von ca. 104 und einer Laufzeit von ca. 12 Stunden hergestellt werden. Ein Vollmotorversuch ist in Reclin mit gutem Erfolg gelaufen. (P 20 Öl)

Die Laufzeit von neuem Retring (mit 50% Äthylenöl) ist ca. 8-11 Stunden, der Viskositäts Index beträgt 105.

Mischungen von Propylen-Ölen mit Duosolraffinaten erzielen im Einsylindermotor bessere Laufzeiten als Mischungen von Äthylen-Ölen.

Kalt-Startöle mit 25 % Zusatz von Estern können nach Angaben von Herrn Dr. Zorn nur in einer Menge von 30 000 t hergestellt werden, da nur eine Erzeugung von 7 500 t Esterschmieröle möglich ist.

In einer Polymerisationsapparatur für Propylenöle in Pülitz können auch Paraffinackprodukte auf Schmieröl polymerisiert werden.

In der gleichen Apparatur ist auch die Herstellung von Propylbenzol (Kysel) möglich.

Zur Synthese von Schmierölen aus Propylen gingen von uns noch folgende Anmeldungen heraus:

Q.3. 10 800	von 24.V.38.
" " 10 994	" 24.VIII.38.
" " 11 213	" 16.VII. 38.

298441

Propylen-Schmieröle.

Durch Polymerisation von Propylen mit $AlCl_3$ erhält man zunächst nur Öle mit einem verhältnismäßig schlechten Viskositätsindex von 50-80 und einem mittleren Molgewicht von 400-500. Durch Zusatz von ca 1% Oppanol oder Verwendung von ca 1% Polystyrol bei der Synthese, wobei letzteres in einem chlorhaltigen Lösungsmittel weitgehend alkyliert wird, erhält man Öle mit einem Viskositätsindex von ca 95-105, das in seiner Qualität die Eigenschaften eines guten Flugmotorenöles hat.

Propylen-Schmieröl		Aethylen-Schmieröl	
spez. Gewicht	0,842		0,854
Visc. 99°C	3,34°E		3,968E
" 38°C	43,4°E		47,28°E
Vol.	100		110
Flammpunkt	180°C		185°C
Conradson Test	0,04 %		0,07 %
mittleres Molgew.	ca 470		ca 620

Dieses Propylen-Schmieröl hatte bei der Prüfung im BMW - Zinsylinder Motor bei ausgezeichnetem motorischen Verhalten einen enorm hohen Verbrauch - wohl eine Folge seines niedrigen mittleren Molgewichts von ca 470-, so daß ein solches Öl als Flugmotorenöl nicht in Frage kommt.

Wird die Synthese bei Temperaturen von ca + 10°C in einem chlorhaltigen Lösungsmittel wie Aethylenchlorid ausgeführt, dann erhält man in einer Ausbeute von 90 % ein hochviscoses Öl mit folgenden Eigenschaften.

spez. Gewicht	0,858
Viskosität 99°	9 °E
Flammpunkt	230°
Conradson Test	0,04 %
mittleres Molgewicht	800

Mit diesem Propylen-Schmieröl und Gargoyle A bzw. Intava-Mischkomponente 7 als Grundöle wurden folgende Flugmotorenöle hergestellt und im BMW Zinsylinder-Motor ein Vergleich mit Rotring alt

und Rotring neu (mit 50 % Aethylen-Schmieröl) untersucht.

	P 16 65% Gargoyle A 35% Propylenöl	P 18 72% Intava 7 28% Propylen- öl	P 20 52% Intava 7 23% Propylen- öl 25% 88 903	Rotring alt	Rotring neu 50% Intava 7 50% 88 906
spez. Gew.	0,882	0,880	0,873	0,892	0,870
Visc. 99°C	3,56 ^B	3,1	3,12	3,05	3,26
" 50°C	25 ^B	19,3	18,4	17,9	19,95
" 38°C	51,7	39,5	36,3	37,5	38,6
V.I.	96	97	104	98	106
Genradson Test	0,35%	0,2%	0,13%	0,25%	0,12%
Flammpunkt	225°C	225°C	221°C	275°C	230°C
Laufzeit	12 ^h	16-20 ^h	12 ^h	8 ^h	8-11 ^h

Die Schmierölversuchsläufe am BMW 132- Ölprüfmotor werden mit dem Rotringöl der Intava verglichen, das eine Laufzeit von ca 8 Stunden ergibt. Die neuere Qualität Rotring, die aus 50% Aethylenschmieröl und 50% Intavaöl besteht, hat eine etwas bessere Laufzeit (8-11 Stunden).

Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Gargoyle A hatten bisher im Einzylinder-BMW-Motor eine Laufzeit von ca 12 Stunden (P16 Öl.) Dieses Öl wurde auch bei der DVL mit gutem Erfolg geprüft und für den hochbeanspruchten Überlade-Prüfmotor bevorzugt verwendet.

Verwendet man als Grundöl die Mischkomponente 7 der Intava (Dieselraffinat), so steigt die Laufzeit auf 16-20 Stunden (P18-Öl.), während das neue Rotring (50% Aethylenschmieröl + 50% Intavaöl) eine Laufzeit von 8-11 Stunden hat. Auf Grund dieser Versuchsläufe, die mehrfach durchgeführt wurden, kann man sagen, daß Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Dieselraffinaten im Einzylinder-Motor sich in Bezug auf die Laufzeit besser verhalten als Mischungen von Aethylenschmierölen.

Da P-18-Öl nur ca 30 % Propylen-Schmieröl enthält, wurde eine Dreiermischung (P20-Öl) bestehend aus

- 23 % Propylen-Schmieröl
- 25 % Aethylen-Schmieröl
- 52 % Mischkomponente 7

hergestellt, das im Einzylinder-Motor eine Laufzeit von ca 12 Stunden

erreichte, die ca 30 % besser war als die von neuen Ringen. Durch den Zusatz von 25 % Äthylen-Schmieröl wurde aber die Laufzeit von der Zweier-Mischung P18 von 16-20 Stunden wieder auf 12 Stunden verkürzt.

Dieses P20 Öl, das in seinem Viskositäts Index dem neuen Ring entspricht (V.I. 104), wurde in Rechlin im zu 211 N Vollmotor mit gutem Erfolg gefahren. (Sender-Bericht in Anlage).

Mit dem Reichsluftfahrtministerium (Herrn Keilpflug) wurde vereinbart, daß die Zweier-Mischung (P18-Öl) in Rechlin im Einsylindiger BMW-Motor und im Vollmotor geprüft wird.

gez. Christmann

1 Anlage

S' 39
III D-73

Vergleich der verschiedenen Dampfphase-Systeme
hinsichtlich des Wärmebedarfs und des Tempera-
turverlaufs.

Wenn aus Versuchen die in kleinen Systemen (10 Ltr.-Ofen) durchgeführt werden, Schlüsse auf technische Verhältnisse gezogen werden sollen, so muß dabei berücksichtigt werden, daß in der Art des Reaktionsverlaufs stets bedeutende Unterschiede vorliegen. Zwar ist es in langjähriger Entwicklungsarbeit gelungen, die Versuchsführung in 10 Ltr.-Ofen so auszubauen, daß die wichtigsten Zahlen der Versuchsergebnisse mit Großversuch und Technik praktisch übereinstimmen, doch ist diese Übereinstimmung trotz der grundsätzlichen Unterschiede nur durch entsprechende Führung der Versuche erreicht worden. So wird z.B. in 10 Ltr.-Ofen stets mit einer etwas tieferen mittleren Temperatur des Reaktionsraumes gearbeitet als bei großen Systemen. Andererseits wird stets mit dem gesamten Gas durch die Vorheizung gefahren (kein Nullgas im Reaktionsraum) und die Gasverteilung ist sicher infolge des Rührers besser als im Großen, was jedoch wiederum einen geringeren Füllungsgrad zur Folge haben dürfte. Die Hauptunterschiede liegen jedoch in den wärmetechnischen Verhältnissen. Allgemein ist das Verhältnis der Abstrahlung zur aufzubringenden oder entstehenden Wärme immer ungünstiger je kleiner das System ist. Demgemäß muß in der Vorheizung zunächst einmal umso mehr Wärme je kg Reaktionsgemisch (l^{tr}) aufgebracht werden je kleiner das System. Das ist jedoch chemisch ohne Bedeutung. Von erheblicher Bedeutung ist jedoch, daß bei kleinen Systemen die gesamte aufgebrachte Wärme + der Reaktionswärme nicht ausreicht, um die Abstrahlung zu decken, daß also dem Reaktionsraum selbst noch Wärme zugeführt werden muß, um die Reaktion in Gang zu halten (Außenbeheizung). Hierin liegt bei nicht nachgemessener Versuchsführung eine erhebliche Fehlerquelle, da sich in kleinen Systemen ein großer Teil der aufzubringenden Wärme statt der Vorheizung dem Reaktionsraum direkt zuführen muß. Bei den 10 Ltr.-Ofen wurden Fehler in dieser Richtung durch die Bedingung unterbunden, daß die Manteltemperaturen der Ofen nicht oder nur um ein geringes höher als der Ofen innen gefahren werden darf. Immerhin bleibt jedoch der grundlegende Unterschied zum Großen, wo alle Wärme, die aufgebraucht werden muß, um die Reaktion zum Ausbringen zu bringen, nur in der Vorheizung zugeführt werden kann.

In den nachfolgenden Diagramm I sind auf Grund der Verarbeitung der gleichen schlesischen Kohle in 10 Ltr.-Ofen diese Verhältnisse in der Kammer 804 und in Pölitz auf Benzol und Mittelöl nach einem Vorschlag von Herrn Schappert anschaulich gemacht ¹⁾. Es sind die in der Vorheizung (ausgezogene Kurve) und im Reaktionsraum (gestrichelte Kurve) aufzubringenden Wärmemengen als Funktion des (logarithmisch aufgetragenen) Reaktionsraumes der verschiedenen Systeme dargestellt. Hierin ist also der Ordinaten-Abschnitt zwischen der gestrichelten und der ausgezogenen Kurve (gestrichelte Fläche) ein Maß für die an Reaktionsraum aufzubringende Wärme.

1) Die Verhältnisse des 1 Ltr.-Ofens sind auf Grund eines ähnlichen Versuches errechnet.

PS'

Wie dieses Diagramm veranschaulicht, wächst die in der Vorheizung aufzubringende Wärme ziemlich gleichmäßig mit abnehmendem Reaktionsraum des Systems. Ebenso, nur bedeutend stärker, wächst unterhalb eines nicht genau zu bestimmenden Ofen-Volumens zwischen 10 und 220 Ltr. die am Ofen selbst zusätzlich aufzubringende Wärme an.

In dem Diagramm II ist der Temperaturverlauf bei den gleichen Versuchen in den drei Systemen als Funktion des durchlaufenen Hochdruckvolumens aufgetragen ¹⁾. Will man als Grenzfall gleiche Gasverhältnisse annehmen, so gibt dieses Diagramm ein Bild des Temperaturverlaufs in Abhängigkeit von der Verweilzeit. Mit den Gasverhältnissen, vor allem dem Füllungsgrad, würden sich die Kurven etwas verschieben, doch ist das rechnerisch nur ungenau zu erfassen. Das Diagramm zeigt deutlich, daß der Reaktionsraum temperaturmäßig in der Technik am besten ausgenutzt wird. Die Großapparatur hat einen langsameren Anstieg und den ungünstigen Abfall zwischen dem ersten und dem zweiten Ofen. Am ungünstigsten liegt der 10 Ltr.-Ofen, weil der Reaktionsverlauf hier nur durch Beeinflussung der Abstrahlung gelenkt wird (kein Kaltgas).

Demnächst soll ein Versuch in einem 10 Ltr.-Ofen mit Kaltgasstützen durchgeführt werden, um auch hier den Reaktionsraum besser auszunutzen.

gez. v. Hartmann

¹⁾ In Kurve für Pölitz wurde die Zusammenstellung von Herrn Schappert am 5.5.42 20 237 I entnommen.

1407

Diagram I

Stufenweise Wärme in Cal. je kg. Ben.
in der Verdichtung, schmelzender Kette und Benzen'scher Anteil

Verdichtung.

Verdampfung & Abkühlung.

Benzen'scher Anteil (s. 14. Spalte).

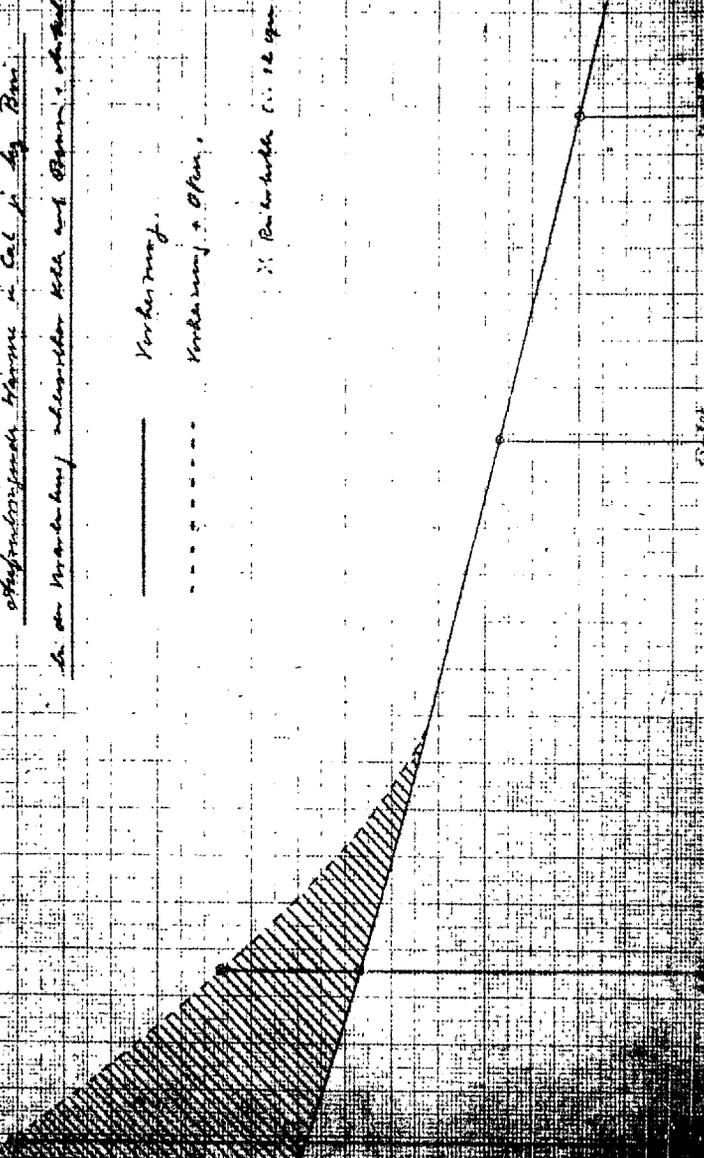


Diagram I

1408



Temperature variation

in air circulation

in the building

is

shown in the system.

Point

is

shown

Beitrag zur chemischen Konstitution der
Asphalte der Steinkohlehydrierung.

(Referat im Kolloquium über Asphalte
am 13. Oktober 1942.)

Über die physikalischen Eigenschaften der Asphalte ist bereits viel geschrieben worden. Weniger interessant, vielleicht noch interessanter ist es, über die chemische Konstitution der Asphalte etwas kennenzulernen. Aber hierüber ist bis jetzt fast gar nichts bekannt.

Wenn im folgenden über die chemische Konstitution der Asphalte etwas berichtet werden soll, so sei vorausgeschickt, daß es sich nicht um ein systematisch bearbeitetes Gebiet handelt. Es sind vielmehr Erfahrungen, die im Laboratorium bei den Versuchen der Rückstandsanarbeitung zugleich mit dem Studium der hochkondensierten Aromaten gesammelt wurden. Es sind keine abgeschlossenen Versuche und zum Teil nur "Reagensglasversuche".

In der Hauptsache soll versucht werden zu zeigen, daß es vielleicht möglich ist, durch das Studium der hochkondensierten Aromaten auf dem Gebiet der chemischen Konstitution der Asphalte etwas weiter zu kommen.

Die Asphalte können in ihrem Charakter je nach der Herkunft, ob aus Erdöl, Teer usw. sehr verschieden sein. Im folgenden soll nur von den Asphalten der Steinkohlehydrierung die Rede sein.

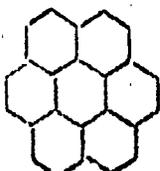
Wenn man sich die Eigenschaften und die chemischen Reaktionen der Asphalte ansieht, so scheint es sich hier bei der Unmenge von chemischen Verbindungen, die vorhanden sein können, besonders um folgende große Körperklassen zu handeln:

- I. Hochkondensierte Aromaten (einschl. Heterocyk. mit O, N, S im Ring)
 - a) in dehydrierter Form
 - b) in teilweise hydrierter Form
- II. Umwandlungsprodukte von labilen, teilweise hydrierten hochkondensierten Aromaten.
 - a) durch Oxydation
 - b) durch Kondensation und Polymerisation.

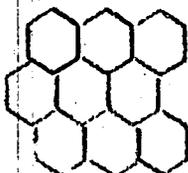
Sankst wäre zu beiden Gruppen I. und II. folgendes zu sagen: Es handelt sich um hochkondensierte Aromaten, die besonders gekennzeichnet sind durch ihren symmetrischen Struktur und bei denen bei der Druckhydrierung die hydrierten Ringe bei höheren Temperaturen nicht aufgespalten, sondern wieder dehydriert werden.

Zur Gruppe Ia)

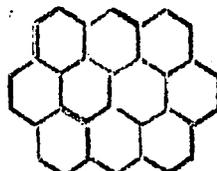
Als Schema dieser hochkondensierten Aromaten seien einige Kohlenwasserstoffe genannt:



Coronon

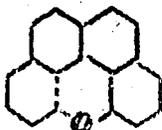


Dibenzcoronon

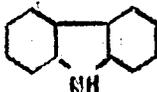


wobei man sich alle diese Kohlenwasserstoffe als noch höher kondensiert vorstellen muß. Coronon selbst als Grundkörper ist in den Asphalten in der Größenordnung von ca. 1 - 5 % vorhanden.

Ferner Kohlenwasserstoffe derselben Art ^{mit} O, N, oder S, im Ring. Als Typen seien genannt:



Naphthoxanthon



Carbasol



Biphenylensulfid

Auch hier kommen natürlich nur hochkondensierte Kohlenwasserstoffe dieser Typen in Frage. Mit den oben erwähnten Eigenschaften der Symetrie bzw. der leichten Dehydrierbarkeit bei der Druckhydrierung bei hohen Temperaturen. Diese Heterocyklen kommen bei der Gruppe I nehmungsweise zu ca. 20 - 30 % in Frage.

Wenn man die Eigenschaften dieser Kohlenwasserstoffe mit den Eigenschaften der Asphalte vergleicht, so sieht man in beiden Fällen ziemlich gleiches Verhalten. S.D.

Ausfällung mit Benzinen,
starker Adsorption an Torana,
schwere Hydrierbarkeit.

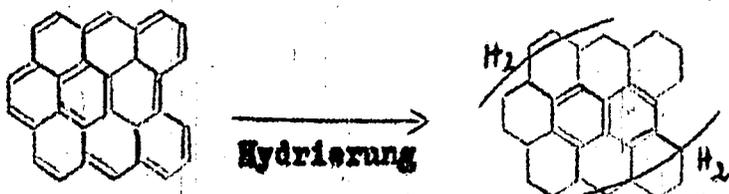
Es ist vielleicht kein Zufall wenn in Scholven bei hohen Asphaltspiegel auch eine relativ hohe Konzentration an hochkondensierten Aromaten ist. (In Schwefel ca. 8-10 % Pyren, ca. 1 % Coronon)

Diese in Gruppe I a) beschriebenen Kohlenwasserstoffe kann man als hartnäckige Asphalte ansehen.

Zur Gruppe I. b)

Alle Kohlenwasserstoffe der Gruppe I. a) können nun auch in teilweise hydrierter Form vorliegen. Besonders die teilweise unsymmetrisch - hydrierten hochkondensierten Aromaten zeigen zuweilen einen tiefen Schmelzpunkt. Es scheint, daß diese Substanzen zum Teil flüchtig ja sogar harzartigen Charakter haben. Dieses zeigt folgendes Versuchsergebnis .

Durch Zufall haben wir eine geringe Menge eines höher kondensierten Aromaten als Coronen aus der Kohleverflüssigung in Händen. Es ist die Begleitsubstanz (das sog. Chrysofen) des Coronens. Bei diesem braunrot gefärbten Kohlenwasserstoff handelt es sich wahrscheinlich um ein Dibenzcoronen, oder jedenfalls um eine in der Struktur ähnliche Substanz (nach Elementaranalyse und Absorptionsspektrum (Dr. Fromherz)).



Bei der Hydrierung dieses Kohlenwasserstoffes zeigt sich die interessante Erscheinung, daß das Anfallprodukt in der Hauptsache ein Harz ist.

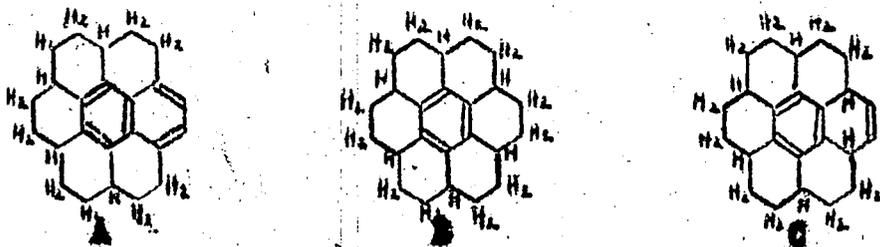
Es handelt sich nach der Elementaranalyse um ein teilweise hydriertes Produkt. Ob dieses Harz ein einheitlicher Körper oder eine Mischung von Substanzen verschiedener Hydrierstufen ist, konnte wegen der geringen Menge des Produktes nicht untersucht werden.

Vielleicht wird dieser harzartige Charakter dadurch hervorgerufen, daß die inneren Ringe des Moleküls aromatisch sind, während die äußeren Ringe aliphatische Struktur haben.

Zu Gruppe II. a) und b)

Hier wäre folgendes zu beachten. Bei der Druckhydrierung bei höheren Temperaturen findet bei den bisher besprochenen Aromaten teils Hydrierung, teils Dehydrierung statt, sodaß wahrscheinlich Substanzen in allen möglichen Hydrierstufen vorliegen können, zum Teil auch in labiler Form, d. h. Substanzen mit konjugierten und anion reaktionsfähigen Doppelbindungen.

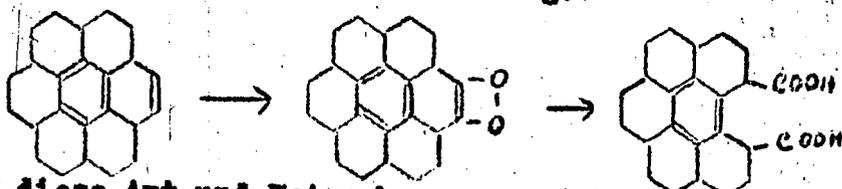
Dieses sei an einem Beispiel erläutert und zwar an dem Coronen. Bei der Hydrierung von Coronen mit Nickel entsteht unter anderem neben verschiedenen anderen Hydroverbindungen ein Produkt,



das nach der Elementaranalyse, der chemischen Reaktion und insbesondere der Absorptionsanalyse (letzte Untersuchung von Dr. Fromherz) zwischen den stabilen Hydrierstufen A und B liegt, also ein Hexadecahydrocoronen ist, und in seinem Aufbau etwa der Form C entspricht (Konstitution noch unbekannt). Es entsteht jedenfalls ein Produkt mit reaktionsfähigen Doppelbindungen.

Diese Substanz ist sauerstoff- und lichtempfindlich, besonders in der Wärme. Unter Sauerstoffaufnahme tritt Dunkelfärbung ein, die immer weiter fortschreitet bis zum schwarzen Aussehen der Substanz. Dabei wird die Substanz, die zuerst in Benzol leicht löslich ist, Benzol-unlöslich, bleibt jedoch Pyridin-löslich. Zum Teil bilden sich auch lang-lösliche Produkte, ein Zeichen, daß COOH-Gruppen auftreten.

Der Elementaranalyse des entstehenden Produktes nach zu urteilen käme etwa folgende Reaktion in Frage:



Auf diese Art und Weise kann man sich die Asphalt- und Feste-Neubildung (Benzol-unlösliches) in den Abschlämmen und Schwelölen vorstellen.

Die bekannte Festneubildung wird ja auch wieder im letzten Bericht Krönig/Hupfer 9.3.1942 (202441) Seite 30 erwähnt, betr. Unstimmigkeit in der Festbestimmung in Abschlämme: "Es zeigt sich, daß in offenen behältnissen Abschlämme, fäße, eine erhebliche Festneubildung stattfindet".

Diese Asphalte der Gruppe II scheinen die weniger hartnäckigen Asphalte zu sein. Es kann sogar sein, daß gerade durch die Oxydation nachher im Ofen ein besserer Abbau erfolgt, da das symmetrische Ringgebilde zerstört ist.

Die Umwandlung labiler Verbindungen bzw. das Dunkelwerden der hohen Fraktionen des Schwelöls kann man stark verhindern, wenn man das Produkt einer raffinierenden Hydrierung (K 8376, 400°, 300 at) unterzieht, wenn man also die reaktionsfähigen Doppelbindungen mit Wasserstoff absättigt.

Zu Gruppe II.b)

Die labilen Kohlenwasserstoffe mit den reaktionsfähigen Doppelbindungen können außer durch Oxydation zum Beispiel auch durch Polymerisation Umwandlungen erfahren. Das vorhin erwähnte Hexakeldecacydrocoronen (Form O) würde in seinem labilen Ring die Struktur eines Dihydrobenzols haben. Die Polymerisation des Dihydrobenzols und ähnlicher Substanzen zu bimolekularen Produkten ist ja bekannt. In wie weit bimolekulare Wasserstoffe in den Asphalten vorhanden sind, darüber liegen keine Erfahrungen vor.

In Zusammenhang mit den Ausführungen in Gruppe II sei erwähnt, daß ähnliche chemische Reaktionen im niedermolekularen Gebiet zu finden sind bei der Peroxybildung und Harzbildung in Benzinen z.B. aus den Cyclohexenen und Indenen.



Allgemein noch eine kurze Bemerkung über die Art, wie die Unmenge dieser chemischen Individuen in den Verband Asphalt zusammengefaßt sind. Es sei hingewiesen auf die Arbeit von Pfeiffer und Saal (Ref. im Zentralblatt 1941 II 1929) "Asphaltbitumen als Kolloidsystem". Hier wird das Asphaltbitumen als Dispersion verschiedener stark peptisierter Micellen in viskosen Ölen gekennzeichnet. Dabei bestehen die Micellen vorwiegend aus hochmolekularen aromatischen Kohlenwasserstoffen (Asphaltene), die dann Harze, aromatische, naphthenische, aliphatische Kohlenwasserstoffe (Maltene) adsorbieren.

Zum Schluß sei nochmals erwähnt, daß mit diesen noch stark mit Hypothesen durchsetzten Darlegungen vorerst nur ein Weg gezeigt werden soll, auf welchem man durch systematisches Studium der Chemie der hochkondensierten Aromaten in das komplizierte Gebiet der Asphaltchemie möglicherweise etwas mehr Licht bringen kann.

gez. Boente

Dresden

J. K. M. 1944

Hochdruckversuche
Lu 558

7. April 1943 Pa/Gth/Ed

Zur Frage der Herstellung von Spezial-Dieselmölen mit tiefem
Stockpunkt und hoher Cetanzahl.

Zusammenfassung.

1.) Die aus Steinkohle-Abstreifer-Schweröl-Vakuumdestillat bei 600 at in 200 cm³ Ofen über Kontakt 8376 hergestellten Spezialdieselmölen mit Stockpunkt minus 60° haben Cetanzahlen von maximal 47. Es wurde deshalb untersucht inwieweit die Cetanzahl durch Vermischen mit Fraktionen aus paraffinreichen Erdöl unter Einhaltung eines Stockpunktes unter minus 60° verbessern läßt.

2.) Zu diesem Zweck wurden Mittelmölen verschiedener Siedegrenzen und 25°-Fraktionen aus:
a) 8376-600 at-Hydrierprodukt aus Vakuumdestillat aus Abstreifer-Schweröl vom Heizölgroßversuch in Kammer 804 aus schles. Kohle K 1242.
b) Bruchsaler Rohöl P 1203 auf ihre Dieselmöleigenschaften untersucht (vgl. Tabellen I und IX und Kurvenblatt I).

Bei dem Steinkohleprodukt steigen die Cetanzahlen der Fraktionen fast linear von 36 in der 175-200°-Fraktion auf 52 in der 350-375°-Fraktion an. Die 25°-Fraktionen bis 325° haben Stockpunkte unter minus 60°.

Beim Erdöl aus Bruchsal steigen die Cetanzahlen von 52 in der 175-200°-Fraktion auf 60 in der 325-350°-Fraktion. Der Stockpunkt liegt nur bei der Fraktion 175-200°, die 2,4% des Rohöles ausmacht unter minus 60°.

Diese Erdölfraction entspricht also den für die Spezialdieselmölen gestellten Anforderungen hinsichtlich des Stockpunktes. Die Cetanzahl ist 5 Punkte höher als die des besten Steinkohledieselmöles.

3.) Die bei Mischungen aus Steinkohledieselmölen 200-350° mit verschiedenen Fraktionen aus Bruchsaler Gasöl erzielbaren Stockpunkte und Cetanzahlen sind aus Kurvenblatt II abzulesen.

In der folgenden Tabelle sind die Mengen verschiedener Erdölfractionen angegeben, die man zu 100 Teilen Steinkohledieselmölen 200-350° zuzumischen kann ohne den Stockpunkt von minus 60° zu überschreiten. Daneben sind die Cetanzahlen dieser Mischungen angeführt. In der letzten Spalte ist verzeichnet wieviel Prozent vom Rohöl die zugegebene Erdölfraction darstellt.

S 39
III D-10

Zu 100 Teile Steinkohle-Dieselloil 200 bis 350 können zugemischt werden		Cetan- zahl	Fraktion % vom Rohöl
2.)	ohne Erdöl *	47,2	-
3.)	+ 27 Teile Erdöl-Fraktion 175-350 ⁰	49,3	39,8
3.)	+ 32 Teile " " 175-325 ⁰	49,5	31,7
4.)	+ 41 Teile " " 175-300 ⁰	49,8	24,2
5.)	+ 56 Teile " " 175-275 ⁰	50,2	19,3
6.)	+ 35 Teile " " 175-250 ⁰	50,9	13,8
7.)	+150 Teile " " 175-225 ⁰	51,6	8,2
8.)	200 Teile " " 175-200 ⁰	52,5	2,4

4.) Weitere Untersuchungen sind in Arbeit.

gez. Peters
Günther

gemeinsam mit
Dr. Schiffmann
Dr. Dehn

Untersuchungen von Dieselölen und Dieselölfraktionen.

Im Rahmen der Herstellung von Spezialdieselölen mit Stockpunkt -60° und möglichst hoher Cetanzahl wurden aus dem Abstreiferprodukt der 600 at-Hydrierung von Steinkohlen-Abstreifer-Schwarzölvakuumdestillat über Kontakt 8376 und aus paraffinasiatischen (Bruchhölzer) Erdöl (P 1293) Gasöle verschiedenen Siedebereiche sowie relativ enggliedfraktionen herausgeschnitten und ihre Dieselöleigenschaften bestimmt. Die Ergebnisse sind auf den anliegenden Tabellen I bis IV und auf Kurvenblatt I wiedergegeben.

Diskussion der Ergebnisse.

1: Dieselöle verschiedenen Siedebereichs aus Abstreiferprodukt der 600 at-Hydrierung von Steinkohlenabstreiferschwarzölvakuumdestillat über Kontakt 8376 (Ofen 322 + 325 vom 15.-28.12.1942).

- a) In einer Untersuchungsreihe wurde 3 Öle mit verschiedenem Siedebeginn und gleichem Siedeendpunkt (325°C) hergestellt. Die Öle unterschieden sich praktisch nicht in A.P., Stockpunkt und Viscosität. Auch die Abhängigkeit des Flammpunkts (geschlossener Tiegel) vom Siedebeginn der Öle ist relativ gering. Hingegen ist der Gehalt der Öle an niedrigsiedenden Gasöl-Anteilen von beträchtlichem Einfluss auf die Cetanzahl. Das Dieselöl 220-325 beträgt seiner Menge nach 80 % des Öles 180-325 und hat eine um 2 Punkte höhere Cetanzahl.
- b) In einer zweiten Untersuchung wurde der Siedebeginn von 200°C festgehalten und Dieselöle mit den Siedeenden 300, 325, 350 und 375°C hergestellt. Mit steigendem Siedeende steigen spez. Gewicht, A.P., Viscosität und Cetanzahl an. Auch der Flammpunkt steigt an. Der Stockpunkt lag bei allen Ölen mit Siedeende bis zu 350°C unter -70° . Dicht beim Stockpunkt der Öle lag ein wenig ausgeprägter Trübungspunkt. Schon bei wesentlich höheren Temperaturen aber wurden die Öle wesentlich zähflüssiger. Es dürfte daher empfehlenswert sein, von einem derartigen Öl eine Viscosität-Temperatur-Kurve aufzunehmen. Erst bei Siedeende über 350°C beginnt der Stockpunkt erheblich anzusteigen. Das Öl 200-375 hatte Stockpunkt -51°C .

2: 25°-Fraktionen aus dem Siedebereich 175°C bis Siedeende aus dem Abstreiferprodukt der 600 at-Hydrierung von Steinkohlenabstreifer-Schwarzölvakuumdestillat über Kontakt 8376. (Ofen 322+323 vom 15. - 28.12.1942).

Acht 25°-Fraktionen aus dem Hydrierprodukt wurden ebenso wie die Gesamtdieselöle im Abschnitt A auf ihre Dieselöleigenschaften untersucht. Die Ergebnisse sind auf Tabelle II und Kurvenblatt I angeführt. Mit steigendem Siedebereich der Fraktionen stiegen spez. Gewicht, A.P., Stockpunkt, Cetanzahl, Viscosität und Gehalt an sauren Ölen an. Im einzelnen ist bemerkenswert: Das spez. Gew. der Fraktionen steigt bis zur Fraktion $325-350^{\circ}\text{C}$ nahezu geradlinig an. Darüber hinaus tritt dann aber Umkehr der Kurve ein, was darauf schließen lässt, daß die obersten Fraktionen mehr paraffinische Charakter haben (ev. auch Hydroaromatenkerne mit langen paraffinischen Seitenketten sind). Auf ähnliches lassen auch die A.P.

der Fraktionen, die besonders oberhalb 375° stark ansteigen, schlossen. Die Stockpunkte liegen bei den Fraktionen bis zu 300° unterhalb -70°C. Bei den höher siedenden Fraktionen steigt dann der Stockpunkt rasch an und erreicht in der Fraktion 300-375°C Werte um 0° herum. Die Cetanzahlen steigen mit geringen Streuungen geradlinig von ca 36 in der Fraktion 175-200° auf fast 52 in der Fraktion 300-375°C an. Die Viscositäten aller Fraktionen bis 350°C fallen in den für Dieselle erwünschten Bereich. Der Gehalt an sauren Ölen ist selbst in der höchsten Fraktion (350-375°C) nur sehr gering.

Der Rückstand über 375°C war fest und wurde in Vakuumfraktionen zerlegt (bei 5 mm bis 200°C, 200-220°C, 220-250°C und 250-272°C). Die unterste Vakuum-Fraktion hatte spez. Gew. 0,910/70° und A. P. 68°C. Die oberste Fraktion hatte spez. Gew. ca 0,865/70°, A. P. 103°C und Schmelzpunkt 45,8°C. Der geringfügige Rückstand über 272°/5 mm hatte sogar einen Schmelzpunkt von 54°C, dürfte also viel paraffinische Anteile enthalten.

Die Dieselle verschiedenen Siedebereiche aus paraffinbasischem (Bruchsaler) Erdöl (P 1203) vgl. Tabelle III.

- Bei festgelegtem Siedende von 325°C hatte der Siedebeginn im Bereich 180-220° nur sehr geringen Einfluss auf A. P., Stockpunkt, Viscosität und Cetanzahl des Öles. Auch der Flammpunkt war relativ wenig von Siedebeginn abhängig.
- Bei festgelegtem Siedebeginn (200°C) zeigte sich ebenfalls nur geringe Abhängigkeit des A. P., der Viscosität und der Cetanzahl vom Siedende im Bereich 300-350°C. Lediglich auf den Stockpunkt hatte das Siedende einen wesentlichen Einfluss. Dieser lag bei Siedende 300°C bei -28°, bei Siedende 350°C bei -14°C.

25°-Fraktionen aus dem Siedebereich 175-350° aus paraffinbasischem (Bruchsaler) Erdöl P 1203 vgl. Tabelle IV und Kurvenblatt I.

Die Untersuchungen der sieben zwischen 175 und 350°C siedenden 25°-Fraktionen ergab: Nach höheren Siedebereichen zu steigt das spez. Gewicht stark an, A. P., Viscosität und Cetanzahl nur relativ wenig. Der Stockpunkt hingegen ist bei diesen paraffinbasischen Produkt stark vom Siedebereich abhängig. Er steigt von -63°C in der Fraktion 175-200° fast geradlinig auf +5 in der Fraktion 325-350°. Der Gehalt an sauren Ölen ist in allen Fraktionen sehr gering (unter 0,2%), nimmt aber nach den höheren Fraktionen deutlich zu.

Diskussion des Kurvenblattes I.

Auf Kurvenblatt I sind Eigenschaften der 25°-Fraktionen aus dem hydrierten Steinkohleprodukt und aus dem Erdöl gemeinsam aufgetragen. Bei beiden Produkten steigen nach den höheren Fraktionen zu mehr oder weniger an: spez. Gewicht, A. P., Viscosität, Stockpunkt und Cetanzahl.

In Hinblick auf die Herstellung von Spezialdieselle mit einem Stockpunkt von -60°C oder tiefer und einer möglichst hohen Cetanzahl ergibt sich eine Betrachtung besonders der Stockpunkte

und Cetanzahlwerten.

In Steinkohlprodukt genügen hinsichtlich des Stockpunkts die Fraktionen -325°C völlig den Anforderungen. Aus Gründen der Ausbeute und wegen der nach den oberen Siedebereichen zuzugewandenen Cetanzahl wäre noch die Mischung der Fraktion $325-350^{\circ}$ als einziger Stockpunkt von -52° hat, Wunschwert, die Tabelle I zeigt, ist dies hinsichtlich der gestellten Stockpunktsforderung auch zulässig. Das Gesamtdestillat $200-350$ hat immer noch Stockpunkt unter -70°C und dabei die Cetanzahl 47.

Bei dem Erdölprodukt liegen die Stockpunkte wesentlich höher. Nur die unterste Fraktion $175-200^{\circ}\text{C}$ hat einen Stockpunkt unter -60° . Miteinander zeichnen sich die Fraktionen aus dem Erdölprodukt durch erheblich bessere Cetanzahlen aus. Die Erdölfraktion $175-200^{\circ}$ hat bei Stockpunkt -63° die gute Cetanzahl 52. Da das Steinkohlprodukt hinsichtlich des Stockpunkts noch einen gewissen Spielraum bietet, wäre zu erwägen, das Steinkohlprodukt mit dem rascheren Fraktionen des Erdölprodukts zu verschneiden und so bei Einhaltung eines Stockpunkts von -60° die Cetanzahl zu verbessern. Versuche, die in der Tabelle I nicht ausgeführt, unter Berücksichtigung der Mischungsregel wurden aber die entsprechenden Daten erbracht (Diagramm 2). Hier sind über die Stockpunkte und unter die Cetanzahlen für alle Mischungen aus Steinkohlprodukt $200-350^{\circ}$ (erste Komponente) und Erdölprodukt $175-200^{\circ}$, bzw. -225° , -250° , -275° , -300° , -325° oder -350° (als zweite Komponente) abgelesen.

Das Gebrauch dieses Diagramms sei in einem Beispiel erläutert: Es soll durch Mischen von Steinkohlprodukt und Erdölfraktion $175-275^{\circ}\text{C}$ Dieselöl mit Stockpunkt -60 hergestellt werden.

A: wie muß ich mischen? Die Linie -60 im Stockpunktdiagramm schneidet die Gerade für Fraktion $175-275^{\circ}\text{C}$ bei 64% Steinkohlprodukt 36% Erdölfraktion. Dies ist der Mischungsverhältnis.

B: welche Cetanzahl hat die Mischung? Man geht von dem bei A gefundenen Schnittpunkt senkrecht herunter und schneidet im Cetanzahldiagramm die Gerade für Fraktion $175-275^{\circ}\text{C}$ bei Cetanzahl 50,2. Dies ist die Cetanzahl der Mischung.

C: auf der gestrichelten Kurve im Cetanzahldiagramm liegen alle aus den beiden Ölen herstellbaren Dieselölmischungen mit Stockpunkt -60°C . Mit einem Erdöl (etwa Fraktion $175-210^{\circ}\text{C}$) ist dabei Cetanzahl 50 bis 55,5 erzielbar.

Um einen Stockpunkt von -60°C oder noch tiefer einzustellen, kann man also bis zu folgenden $\%$ -gehalten an Erdölprodukt in der Mischung gehen und erhält dann die jeweils dahinter aufgeführte Cetanzahl.

	Dieselöl				Cetan-	Menge ²⁾
					zahl	(l) = 100
1.)	100%	Erdöl-Fraktion, $175-200^{\circ}$	+ 0%	Steink.-Dl. Öl $200-350^{\circ}$	52,5	100
2.)	80%	" "	+20%	" " "	52,6	570
3.)	60%	" "	+40%	" " "	50,9	1370
4.)	40%	" "	+60%	" " "	50,2	3200
5.)	20%	" "	+80%	" " "	49,3	3500
6.)	0%	" "	+100%	" " "	49,5	5500
7.)	0%	" "	+100%	" " "	49,5	8000
8.)	0%	" "	+100%	" " "	47,2	Belieb.

2) Um die Cetanzahl zu verbessern, kann man das Erdölprodukt mit dem rascheren Fraktionen des Erdölprodukts verschneiden und so bei Einhaltung eines Stockpunkts von -60°C die Cetanzahl zu verbessern. Versuche, die in der Tabelle I nicht ausgeführt, unter Berücksichtigung der Mischungsregel wurden aber die entsprechenden Daten erbracht (Diagramm 2). Hier sind über die Stockpunkte und unter die Cetanzahlen für alle Mischungen aus Steinkohlprodukt $200-350^{\circ}$ (erste Komponente) und Erdölprodukt $175-200^{\circ}$, bzw. -225° , -250° , -275° , -300° , -325° oder -350° (als zweite Komponente) abgelesen.

Wie diese Werte zeigen, wäre es am günstigsten, zur Herstellung der geforderten Spezialdiesöle mit tiefem Stockpunkt und hoher Cetanzahl niedrigsiedende Fraktionen paraffinbasischer Erdöle zu verwenden und nicht auf Steinkohlhydrierprodukt zurückzugreifen, sofern 1. auf diesem Wege die erforderliche Menge zu beschaffen ist und 2. hinsichtlich der Viskosität der Siedekurve und des Flammpunkts keine speziellen Forderungen bestehen. Sollte jedoch auf diesem Wege die benötigte Menge Spezialdiesöl nicht hergestellt werden können, so kann durch Zuzischen von Ölen aus der Steinkohlhydrierung unter gleichzeitiger höherer Abschneiden der Erdölgasöle die Produktion erheblich gesteigert werden, wobei geringe Verschlechterung der Cetanzahl in Kauf genommen werden muss. Entsprechende Zahlen sind in der obigen Werttabelle in der letzten Spalte angeführt.

Tabelle I.

Dieselöle verschiedenen Siedebereichs aus dem Abstreiferprodukt der 600 at/3375-Hydrieranlage
 von Steinkohleabstreiferölschwunddestillat (Open 322+325 v. 15.-26.12.1942)

Fraktion	180 - 325	200 - 325	220 - 325	200 - 300	200 - 325	200 - 350	200 - 375
% von Abstreifer spes. Gewicht/20°	61,1 0,892	56,0 0,895	48,0 0,897	25,6 0,887	56,0 0,895	73,2 0,905	78,7 0,910
Anilinpunkt	+ 56 1,45	+56,5 1,56	+56,5 1,51	+54,5 1,55	+56,5 1,56	+59,0 1,68	+59,5 1,61
Viscosität°E/20°C	68	80	85	79	80	85	87
Flammpunkt°C	45	46	47	43	46	47	47
Cetanzahl	-70	-70	<-70	<-70	-70	-70	-51
Stockpunkt°C	195	215	230	200	215	204	212
Siedebeginn°C	1,0	3,0	11,0	4,5	3,0	3,5	3,0
% -200°C	7,0	14,0	39,0	38,0	14,0	10,0	7,5
225	22,0	38,0	79,0	79,0	38,0	25,5	20,0
250	43,0	80,0	98,5	96,5	80,0	54,0	43,0
300	82,0	99,0	98,5	-	99,0	90,0	79,0
325	98,5	325/99,0	325/98,5	307/98,5	325/99,0	347/99,0	362/99,0
350	1,5	1,0	1,5	1,5	1,0	1,0	1,0
Siedende°C							
Rückstand							

Tabelle II.

25°-Fraktionen aus dem Abstreiferprodukt der 600 st/3376-Hydrierung von Steinkohle-

abstreiferschwerölvakuumdestillat (Ofen 322-323 von 15.-28.12.42)

1421

Fraktion	175 - 200	200 - 225	225 - 250	250 - 275	275 - 300	300 - 325	325 - 350	350 - 375	Rück 375
% im Abstreifer	2,7	2,9	5,7	4,7	11,6	20,9	26,3	15,2	3,0
Farbe	farblos	farblos	farblos	gelblich	gelblich	gelblich	gelb	hellgelb	braun
spez. Gew./20°C	0,827	0,849	0,865	0,884	0,900	0,919	0,932	0,931	0,924
A.P. °C	46,5	48,5	52,5	56,0	58,0	60,0	63,0	63,0	64,5
Viskosität ⁰ E/20°C	1,18	1,21	1,27	1,38	1,61	2,16	3,39	5,73	-
Flammpunkt, °C	40	58	75	94	109	119	142	140	-
Cetanzahl	36	36	39	42	47	49	49	52	-
Stockpunkt °C	<-70	<-70	<-70	<-70	-72	-56	-24	-2	+22
Siedebeginn %-1750°C	172	197	221	245	271	291	321	343	-
200	4,5	6,0	-	-	-	-	-	-	-
225	92,5	94,0	-	-	-	-	-	-	-
250	-	5,5	92,5	4,5	-	-	-	-	-
275	-	-	93,5	93,5	7,0	-	-	-	-
300	-	-	-	-	95,5	10,0	-	-	-
325	-	-	-	-	-	94,0	8,5	10,0	-
350	-	-	-	-	-	-	97,5	97,0	-
375	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Siedende	209/98,5	232/99,0	260/98,5	282/98,5	310/99,0	332/99,0	353/99,0	377/99,0	-
% Phenole	-	-	-	0,04	-	0,03	-	0,18	-
El.-Analyse % C	86,25	-	-	87,04	-	87,25	87,51	87,48	87,16
H	13,54	-	-	12,66	-	12,23	12,36	12,36	12,07
O	0,18	-	-	0,23	-	0,49	0,11	0,13	0,73
M	0,02	-	-	0,02	-	0,01	0,01	0,01	0,01
S	0,07	-	-	0,05	-	0,02	0,01	0,02	0,03
E, 100 °C	15,77	-	-	14,55	-	14,82	14,91	14,11	19,93
H disp.	15,68	-	-	14,52	-	13,96	14,10	14,11	13,76

Tabelle III.

Diesellole verarbeiteter Diesellole auf Erbsenöle (P 1205).

1422

Fraktion	180 - 325	200 - 325	220 - 325	200 - 300	200 - 325	200 - 350
% Vorlauf	10,9	12,9	15,7	13,3	12,9	12,5
% Diesellole	30,8	29,2	26,3	23,4	29,2	36,9
% Rückstand	58,3	57,9	58,0	63,5	57,9	50,6
spez. Gewicht/20°C	0,807	0,812	0,815	0,805	0,812	0,815
Anflinipunkt°C	73,0	74,0	75,5	72,5	74,0	76,0
Viskosität°C/20°C	1,27	1,30	1,32	1,25	1,30	1,33
Flampunkt°C	70	75	83	68	75	75
Cetanzahl	57	57	58	57	57	57
Stockpunkt°C		-22,5	-20,5	-23,0	-22,5	-14,0
Siedebeginn°C	187	206	220	193	206	201
% -200°C	7,0					
225	18,5	13,0	4,5	21,0	13,0	10,0
250	44,0	40,0	23,5	55,5	40,0	29,5
275	63,0	65,0	60,0	80,5	65,0	49,0
300	82,0	86,5	85,0	94,5	86,5	73,0
325	97,0	97,0	95,5		97,0	91,0
350						98,0
Siedende°C	332/99,0	333/99,0	335/99,0	311/98,5	333/99,0	356/99,0
Rückstand	1,0	1,0	1,0	1,5	1,0	1,0

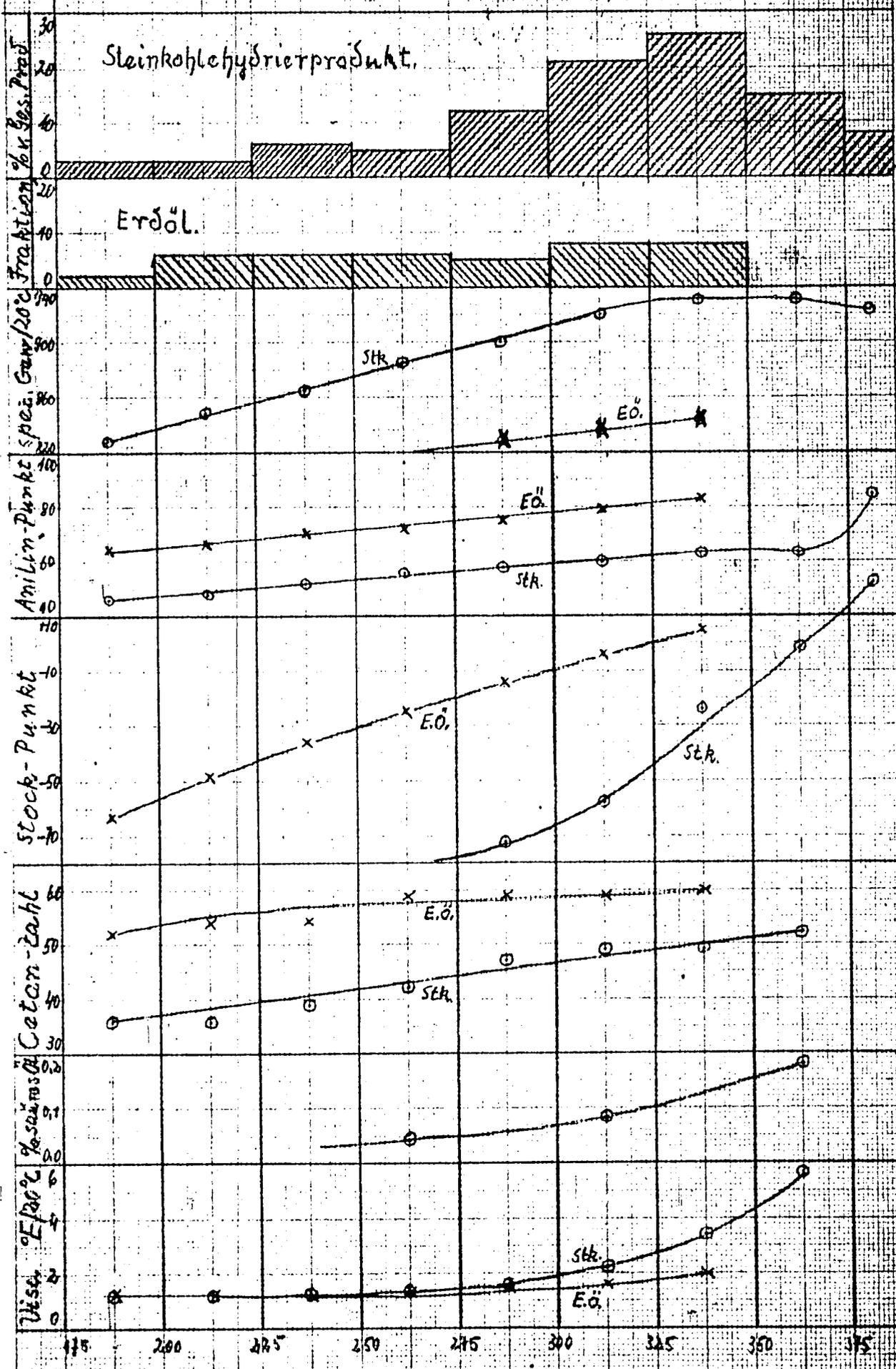
25-Fractionen aus Brunseler Erdöl.

1423

Fraktion	175 - 200	200 - 225	225 - 250	250 - 275	275 - 300	300 - 325	325 - 350	Rt. 350
% im Erdöl	2,4	5,8	5,6	5,5	4,9	7,5	8,1	54,7
Farbe	hellgelb	gelb	gelb	dkl. gelb	gelbgrün	gelbgrün	grün	schwarz
spez. Gew./20°C	0,773	0,786	0,799	0,811	0,824	0,834	0,843	-
A.P. °C	54,0	66,5	69,5	72,0	75,0	79,0	82,5	-
Viskosität ²⁰ °C	1,16	1,18	1,23	1,28	1,39	1,71	1,99	-
Flammpunkt °C	40	52	79	97	107	131	134	-
Cetanzahl	52	54	54	59	59	50	60	-
Stockpunkt	-53,0	-49,0	-36,0	-25,0	-14,0	-4,5	+4,5	-
Siedebeginn	170	200	219	245	269	293	321	-
% -175	8	-	-	-	-	-	-	-
200	95	10,5	-	-	-	-	-	-
225	-	96,5	-	-	-	-	-	-
250	-	-	9,5	-	-	-	-	-
275	-	-	95,5	12,0	-	-	-	-
300	-	-	-	94,0	8,5	-	-	-
325	-	-	-	-	93,5	8,0	6,0	-
350	-	-	-	-	-	92,5	92,5	-
Siedende	208/99,0	232/89,0	259/99,0	283/99,0	310/98,5	333/98,5	358/98,5	-
El-Analyse								
% C	85,59			85,84				
H	14,41			13,70				
O	0,00			0,39				
N	0,02			0,01				
S	0,03			0,06				
H/1000	16,84			15,96				
I disp.	1683			15,90				
				15,90				
				86,31				
				13,43				
				0,13				
				0,01				
				0,12				
				15,56				
				15,54				

1721

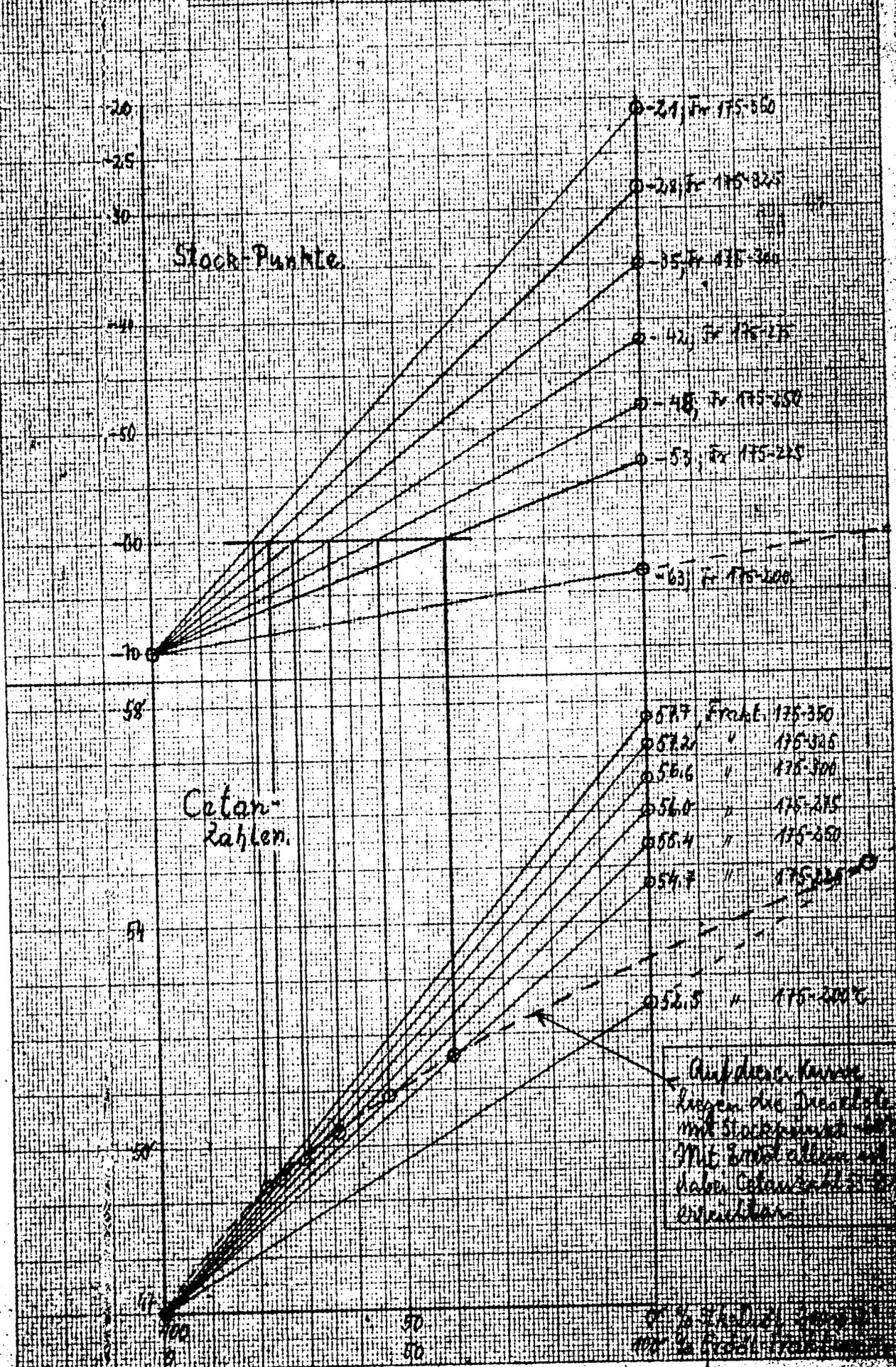
Kürrenblatt I: Dieselöleigenschaften von 25°-Fraktionen
aus hydr. Steinkohleprodukt u. aus paraffinbas. Erdöl.



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhdm.

Kurvenblatt I - Stockpunkte und Oktanahlen von Mischungen aus
Starkkohlenhydrat-Produkt u. Erdöldestillat

(Voraussetzung der Gültigkeit der Mischungsregeln)



Auf dieser Kurve
 liegen die Mischungen
 mit Stockpunkt 60
 mit Erdöldestillat
 haben Oktanahl 80
 und 85

S 39
III D-19

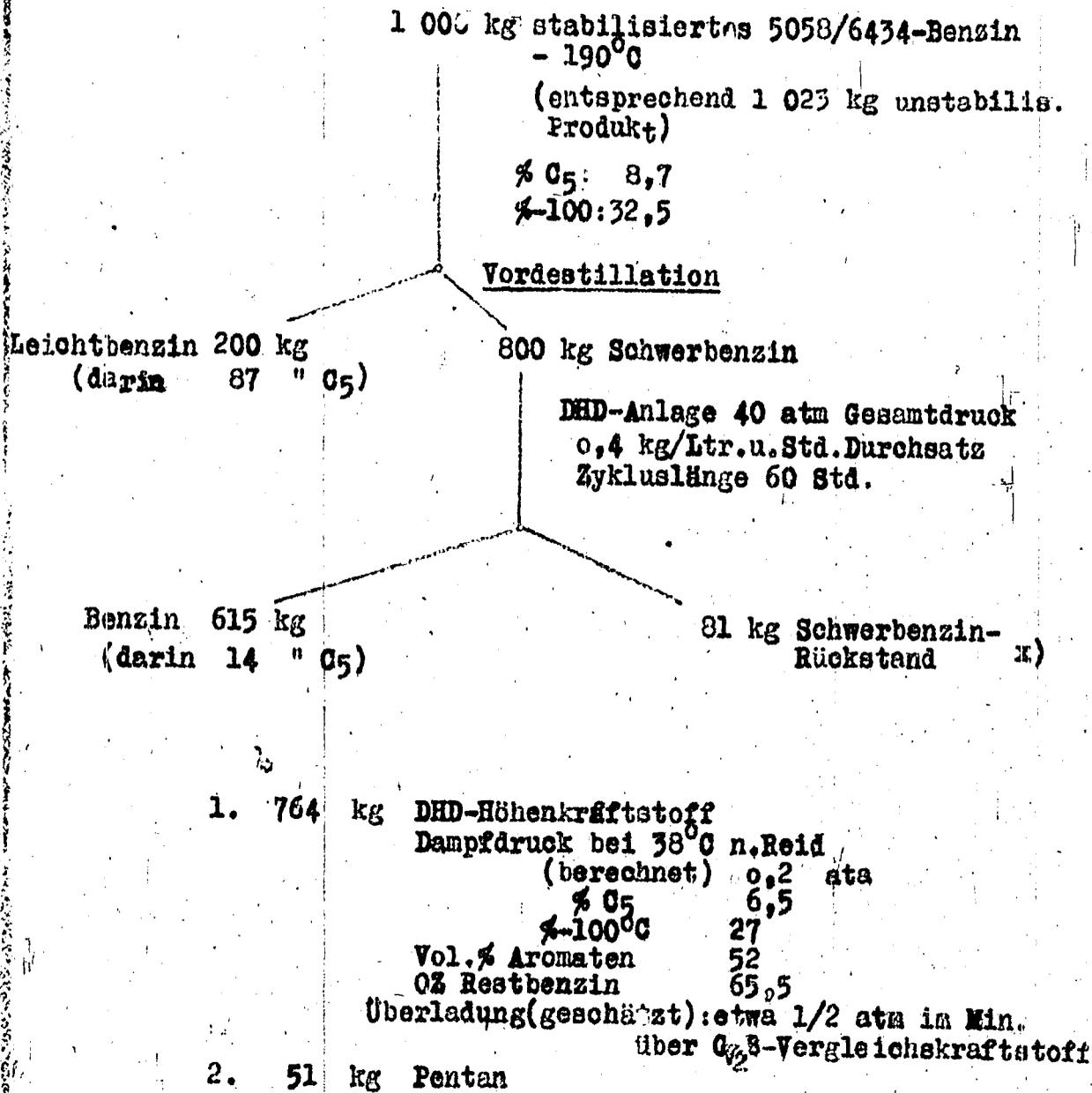
H. J. Pettinger
Becker

Herstellung von Höhenkraftstoff
aus 5058/6434-Benzin - 190°C
von F-holven
nach dem D u D - Verfahren

Vorversuche in einem 1 000 cm-Ofen für Ka.504

Zusammenfassung:

5058/6434-Benzin Scholven mit einem Endpunkt von 190°C wurde in Kleinversuchen nach dem DHD-Verfahren auf Höhen-Kraftstoff verarbeitet. Das folgende Schema zeigt den Verarbeitungsgang, die Qualität und Ausbeute, die auf Grund dieser Versuche für großtechnische Anlagen geschätzt werden:



x) Bei Rückführung des Rückstandes in die Hydrierung erhöht sich die Ausbeute an DHD-Höhenkraftstoff auf 818 kg und am Pentan auf 54 kg.

Verarbeitung von 5058/6434-Benzin -190° von Scholven auf
Höhenkraftstoff.

Eigenschaften des Ausgangsmaterials:

(Genauere Untersuchungen des unstabilierten und stabilisierten Ausgangsmaterials, sowie der Teilfraktionen bis 76°¹⁾ und über 76°¹⁾, und bis 150°¹⁾ (mit 50%-100°) und über 150°¹⁾ sind in Anlagen enthalten. Die wichtigsten Werte sind in der folgenden Tabelle wiedergegeben.

Produkt	Ausgangsmaterial	stabil. ²⁾	Leicht- ¹⁾ benzin 16%	Schwer- ¹⁾ benzin 83,7%	Benzin ¹⁾ 50%-100°	Rückstand über 150° ¹⁾
Gewichts % von Ausgangs-Mat.	100	95 ²⁾	15,2	79,5	64,4	30,4
spez. Gewicht bei 1500	0,767	0,775	0,693	0,791	0,738	0,835
Anilinpunkt	-	42,3	-	41	43,6	-
Gew. % O ₃	0,03	-	-	-	-	-
" O ₄	2,28	-	-	-	-	-
" O ₅	8,5	-	-	-	-	-
Dampfdruck n. Reid ata	0,425	0,239	0,684	-	0,312	-
Siedebereich	44-190°	57-190°	41-101°	83-190°	56-158°	159-194°
% - 70°	9	4	63,5	-	5,5	-
% - 100°	34	30	-	10,5	52	-
% Aromaten	-	9,5	-	11,0	8,5	-
OZ Kot.Meth.	-	63,5	78,5	60,5	71,0	47,5
D.D. mit richtigen Pentangeh.	-	0,289	ca. 0,80	-	ca. 0,37	-
OZ "	-	64	79,5	-	71,5	-

1) durch Destillation in einer Laborkolonne hergestellt.

2) Beim Stabilisieren sind offenbar ca. 2,7 Teile O₃ verlorengegangen.

Wie der Vergleich des im Ausgangsmaterial gelösten Gasnenge mit der bei der Stabilisierung des Ausgangsmaterials erhaltenen Ausbeute zeigt, sind beim Stabilisieren offenbar 2,7% Pentan verlorengegangen. In den beiden letzten Zeilen der Tabelle Seite 2 sind die Dampfdrucke und Oktanzahlen auf den richtigen Pentangehalt angepasst.

Bei Verarbeitung des auf etwa 170°C redestillierten Ausgangsmaterials auf normalen DHD-~~sch~~Kraftstoff mit Endpunkt 16°C, 50% Aromaten und 0,4 atm Dampfdruck würde sich rechnerisch nach dem von Dr. Donath vom 15.7.41 eine Ausbeute von wa. 83% und eine Überlaufkurve, die etwa um 21/2 atm im Minimum über der des Vergleichskraftstoffes CV2B liegt, ergeben.

2. Vordestillation.

2 Fässer des Scholvener Benzins wurden durch Destillation in Leichtbenzin bis ca. 90°C und Schwerbenzin über 90°C zerlegt. Die folgende Tabelle enthält Bilanz und Untersuchung der Leicht- und Schwerbenzin-Fraktion.

Tabelle:

Ausgangsmaterial	P 1400 -190°C v. Juni 1942	
Dest-Datum	5.7.42	
Gew.-% Verlust ³⁾	1,9	
" Leichtbenzin	19,1	
" Schwerbenzin	79,0	
Eigenschaften:	<u>Leichtbenzin</u>	<u>Schwerbenzin</u>
spez. Gew./20°	0,686	0,796
Anilinpunkt	48	43
Siedebeginn	32	105
% - 70°	ca. 80	-
- 80°	91	-
- 90°	94,5	-
-100°	-	-
-120°	-	21
-150°	-	55
-180°	-	90
Endpunkt/Verlust	93/3,3	2,0/-
% Aromaten	6,0	12,5

- 1) Mischdampfdruck des Pentans nach Reid bei 38°C: ca. 1,4 ata (nach Mol.-% Misch-O.Z. " " 85 (gewichtsmäßig) zu berechnen)
- 2) bei Rückführung des Redestillationsrückstandes
- 3) gelöstes C3 C4 evtl. auch C5 !

3. Dehydrierung der Schwerbenzinfraction.

Die Schwerbenzin-Fraktion wurde in einem 1 000 ccm-Ofen bei H₂-Drucken von 10, 20 und 30 atm und Temperaturen von ca. 490°, 505° und 525°C dehydriert. Als Kontakt wurde ein DHD-Kontakt auf Oppauer Tonerde von guter Dehydrier-Aktivität verwendet, dessen Spaltaktivität durch Magnesium-Zusatz abgestumpft war (K 8803 = kreidige Tonerde Oppau + 55 g MoO₃/g Tonerde als MgMoO₄). Die genauen Versuchsbedingungen und die Versuchsergebnisse sind in der Anlage 2 enthalten. In Kurvenblatt 1 sind die wichtigsten Zahlen in Abhängigkeit von der Reaktionstemperatur und vom Aromatengehalt des stabilisierten Abstreifers (incl. Gasbi) graphisch aufgetragen. Kurvenblatt 2 zeigt auf gleiche Reaktionstemperatur bzw. gleichen Aromatengehalt extrapolierte Werte für Ausbeute, C₅-Gehalt und % -100°C des stabilisierten Abstreifers (incl. Gasbenzin) in Abhängigkeit vom Druck.

Die folgende Tabelle enthält für H₂-Drucke von 10, 20 und 30 atm nach den Kurven des Kurvenblattes 2 extrapolierte Werte für einen stabilisierten Abstreifer (incl. Gasbenzin) mit 75% Aromaten.

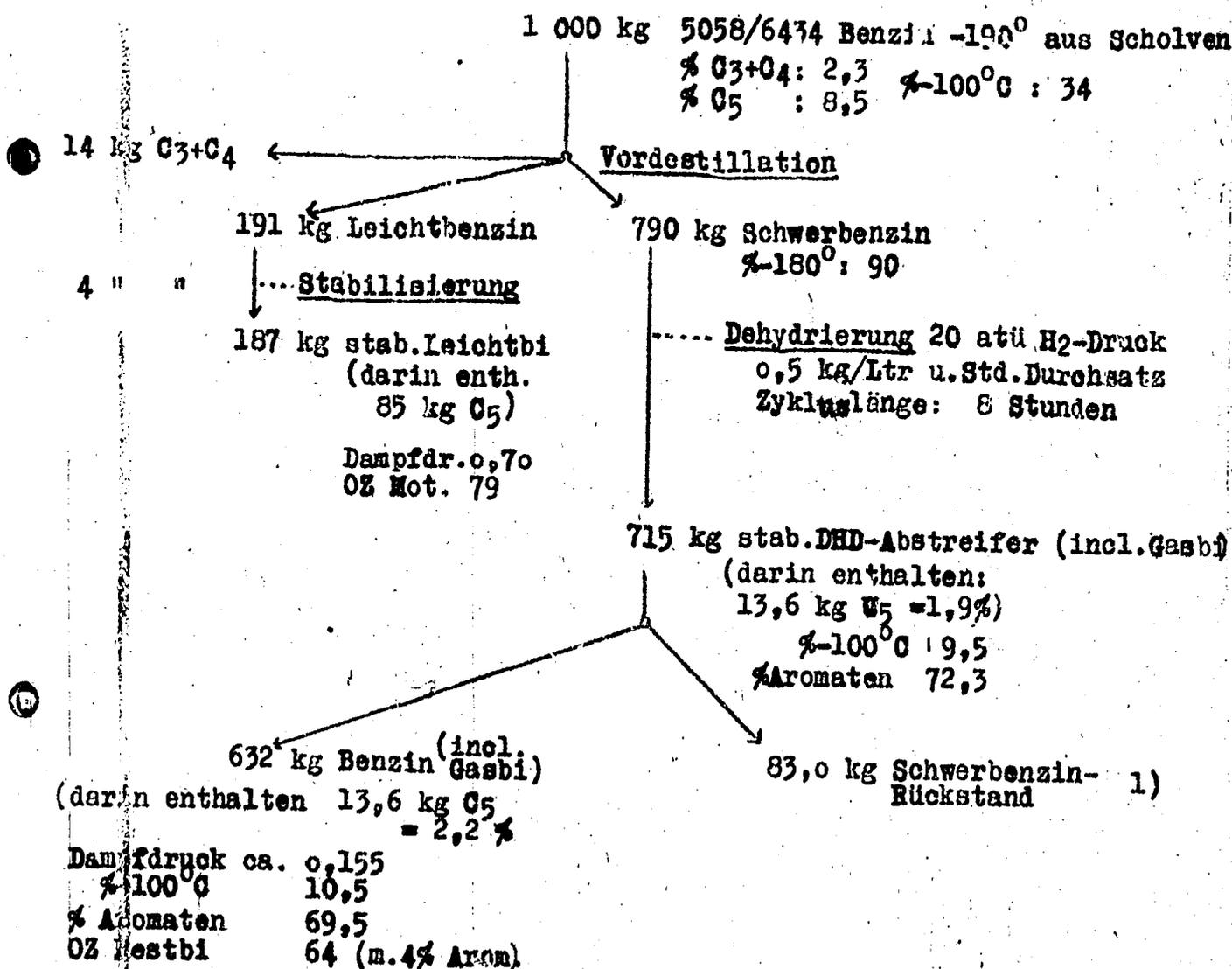
Tabelle:

H ₂ -Druck atm	10	20	30
Temperatur °C	ca. 505	ca. 512	510
Durchsatz kg/Ltr/Std.	0,5	0,5	0,5
% Ausbeute an C ₄ -freiem Produkt	ca. 89,5	ca. 89,5	89,5
C ₄ -freier Ab- streifer incl. Gasbi			
% C ₅	ca. 2,3	ca. 2,8	3,2
% -100°C	" 9	10,5	11,5
% Aromaten	75	75	75

4. Ausbeute und Qualität des DHD-Höhenkraftstoffes (berechnet)

Ein bei 20 atm H₂-Druck erhaltenes Anfallprodukt mit 72,5% Aromaten (ohne das zugehörige Gasbenzin) wurde stabilisiert und auf 188°C redestilliert. Die Bilanz der Stabilisierung und Redestillation und die Untersuchung des stabilisierten und redestillierten Benzins sind in Anlage 3 enthalten. In der letzten Spalte der Anlage ist außerdem eine Untersuchung des zugehörigen im Labor stabilisierten Leichtbenzins bei 1,00 - 90°C mitaufgeführt.

Nach diesen Unterlagen durch Rechnung unter Berücksichtigung des Gasbenzins und des bei der Stabilisierung verlorengegangenen Pentans folgendes Schema:



819 kg DHD-Benzin
 (darin 98,6 kg C₅=12%)
 Dampfdr. n. Reid ca. 0,30 ata bei 38°C
 % -100°C: 31
 Vol. % Aromaten: 50
 OZ Restbenzin: 67,5
 Überladung gesch. im Min. etwa 3/4 atm
 über CV₂B-Kraftstoff
Vergleichs-

49 kg C₅-Überschuss
 + 778 " DHD-Höhenkraftstoff
 (darin ca. 50 kg C₅=6,5%)
 Dampfdruck 0,20
 % -100°C: 27
 Vol. % Arom.: ca. 53
 OZ Restbenz: 65
 Überladung im Min. etwa 1/4-1/2 atm
 über CV₂B-Kraftstoff
Vergleichs-

1) Bei Rückführung des Rückstandes in die Hydrierung erhöht sich die Ausbeute an DHD-Benzin um ca. 39 kg.

Man erhält weiterhin aus 1 000 kg stabilisiertem Scholven 5058/ 6434-Bensin - 190°C (entsprechend 1 023 kg unstab. Produkt) bei Rückführung des DHD-Rückstandes in die Hydrierung:

1. 846 kg DHD-Höhenkraftstoff mit dem geforderten Dampfdruck von 0,2 ata bei 38°C nach Reid, 53 Vol.% Aromaten und einer etwas besseren Qualität als sie der Vergleichskraftstoff CV2B, RLM besitzt.
2. 53 kg Pentan, wovon etwa 15 kg in der DHD-Stufe neugebildet werden; d.h. im Ausgangsmaterial P 1400 - 190°C sind bereits 38 kg Pentan = 3,6% im Überschuss vorhanden.

Die Qualität des Höhenkraftstoffes läßt sich durch folgende Maßnahmen noch etwas verbessern, wobei allerdings die Ausbeute verschlechtert und der Pentanüberschuss vergrößert wird:

1. Tieferes Abschneiden des Ausgangsmaterials
2. Höherlegen des Schnittes bei der Vordestillation und schärfere Dehydrierung des Schwerbenzins.

Bei Übertragung der Ergebnisse auf großtechnische Anlagen ist ein Abschlag von etwa 3% an der Ausbeute des DHD-Höhenkraftstoffes zu machen.

gez. Nonnenmacher

gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Reits
" Hirschberger, Lajos
" Retter

Anlagen: 3 Tabellen
2 Kurvenblätter

Ausgangsmaterial für Höhenkraftstoff

5058 / 6434-Benzin - 190° aus Scholven (aus 3 Kesselwagen)

Produkt	Ausgangs- material	stabil. Benzin	Leicht- benzin 16%	Schwer- benzin 83,7%	Benzin 50%-100°	Rückstand >150°
red.	-	-	-76°	-	-150°	-
Gew. %	-	-	16,0	83,7	67,8	32,0
Garbenzin %	-	2,9	-	-	-	-
Stab. Benzin	-	95,0	-	-	-	-
Verlust	-	2,1	0,3	-	0,2	-
spez. Gew.	0,767/15°	0,775/15°	0,693/15°	0,791/15°	0,738/15°	0,835/15°
Anilinpunkt I	-	142,3	-	+41,0	+43,6	-
" II	-	+50,0	-	+49,8	+50,5	-
C ₃	0,03	-	-	-	-	-
C ₄ iso	2,28	-	-	-	-	-
C ₄		-	-	-	-	-
C ₅	8,5	-	-	-	-	-
Dampfdruck	0,425 atm	0,239 atm	0,684 atm	-	0,312 atm	-
ASTM-Kurve	44°	57°	41°	83°	56°	159°
- 50°	0,5	-	13,0	-	-	-
- 60°	4,0	1,0	45,0	-	1,0	-
- 70°	9,0	4,0	63,5	-	5,5	-
- 80°	16,0	9,0	82,0	-	19,5	-
- 90°	25,0	20,0	91,0	3,0	35,5	-
- 100°	34,0	30,0	-	10,5	52,0	-
- 110°	43,0	41,0	-	24,0	67,0	-
- 120°	51,0	49,0	-	37,0	79,5	-
- 130°	59,0	57,0	-	47,5	88,0	-
- 140°	65,0	65,0	-	58,0	94,0	-
- 150°	71,0	71,0	-	64,5	96,5	-
- 160°	78,0	77,0	-	73,0	-	-
- 170°	85,0	84,0	-	82,0	-	-
- 180°	92,5	93,0	-	91,0	-	25,5
- 190°	-	-	-	-	-	76,0
Endp. %	190/98,8	190/98,8	101/97,5	190/98,8	158/98,8	96,0
Rückstand	1,0	1,2	1,0	1,2	1,2	194/98,8
Verlust	0,2	-	1,5	-	-	1,2
Paraffine	-	30,5	-	-	-	-
Naphtene	-	59,5	-	29,5	32,5	-
Aromaten	-	9,5	-	59,0	58,5	-
Unges. KW	-	0,5	-	11,0	8,5	-
Klopffwert	-	-	-	0,5	0,5	-
Res. Meth.	-	7043 H	7058 H	7059 H	7062 H	7063 H
Motor "	63,5	63,5	78,5	60,5	71,0	47,5
+0,12% P	-	-	-	-	-	-

Versuchsergebnisse:

1433

K 8803 = Kreidige Tonerde Oppan + 55 g NO_3 /Ltr. Tonerde als NO_2

Kontakt:									
Temperatur °C									
Durchsatz kg/ltr u. Std.	10	20	490	507	524				
Zyklusdauer	0,5	0,5	30	30	30				
Zahl der Regen.	8	8	0,5	0,5	0,5				
Ausbeute:	9	7	3	8	8				
Gew. % Produkt O4 frei									
(davon O5 aus Gas)	87,4	90,6	92,6	91,5	82,7				
" Gas Cl - O4	(1,0)	(1,3)	(0,5)	(0,7)	(1,0)				
" Koks (Geschätzt)	12,1	9,2	7,2	8,3	17,0				
(0,5)	(0,2)	(0,2)	(0,2)	(0,2)	(0,3)				
% Gesamtanfall/Binspr.	94,5	93,5	93	92	92,5				
Anfall:									
Gew. % O3	0,255	0,266	0,364	0,448	0,600				
" " O4	0,910	0,860	1,135	1,410	3,010				
" " O5	1,745	0,760	1,286	2,415	3,500				
Spez. Gew./20°	0,845	0,834	0,830	0,832	0,832				
Anilinpunkt I	-23,5 ber.	-16,0 ber.	-13,5 ber.	-16,0 ber.	-24,0 ber.				
II	58,0	58,0	58,5	59,0	60,0				
% Aromaten	77,5	72,5	71,0	73,0	78,0				
Anilinpunkt >100°	-	27,0	29,0	29,0	23,5				
Jodzahl (aus Bromz.)	-27,5 ber.	-21,0 ber.	-18,0 ber.	-22,0 ber.	-37,5 ber.				
Siedebeginn °C	64	4,4	0,7	13,9	2,7				
% - 100°	8	62	67	57	44				
% - 150°	57,0	9	9	12	17,5				
% - 180°	75,0	58,5	58,5	61,0	66,5				
Endpunkt/%	90,0	78,5	79,0	80,0	82,0				
stab. Anfall einschl. Gasbi:	240/96,5	240/98	240/97	235/98	240/97				
Gew. % O5									
% -100°	2,84	2,20	1,84	3,23	4,84				
% Aromaten	8,0	9,5	8,0	11,0	15,5				
Ofen	77,5	72,3	71,7	73,4	79,8				
Datum	1942 I								
	1942								
	10,7	8,7	11,7	9,7	12,7				

1) ohne O5 des Ofen-u. Produktgases, aber incl. gelösten O3, O4.

Anfallprodukt von Ofen 308 I vom 5.7.42 von 10 Uhr -17 Uhr
 Zugehöriges Leichtbenzin P 1400 - 90° vom 5.7.42.

H₂-Druck: 20 atü

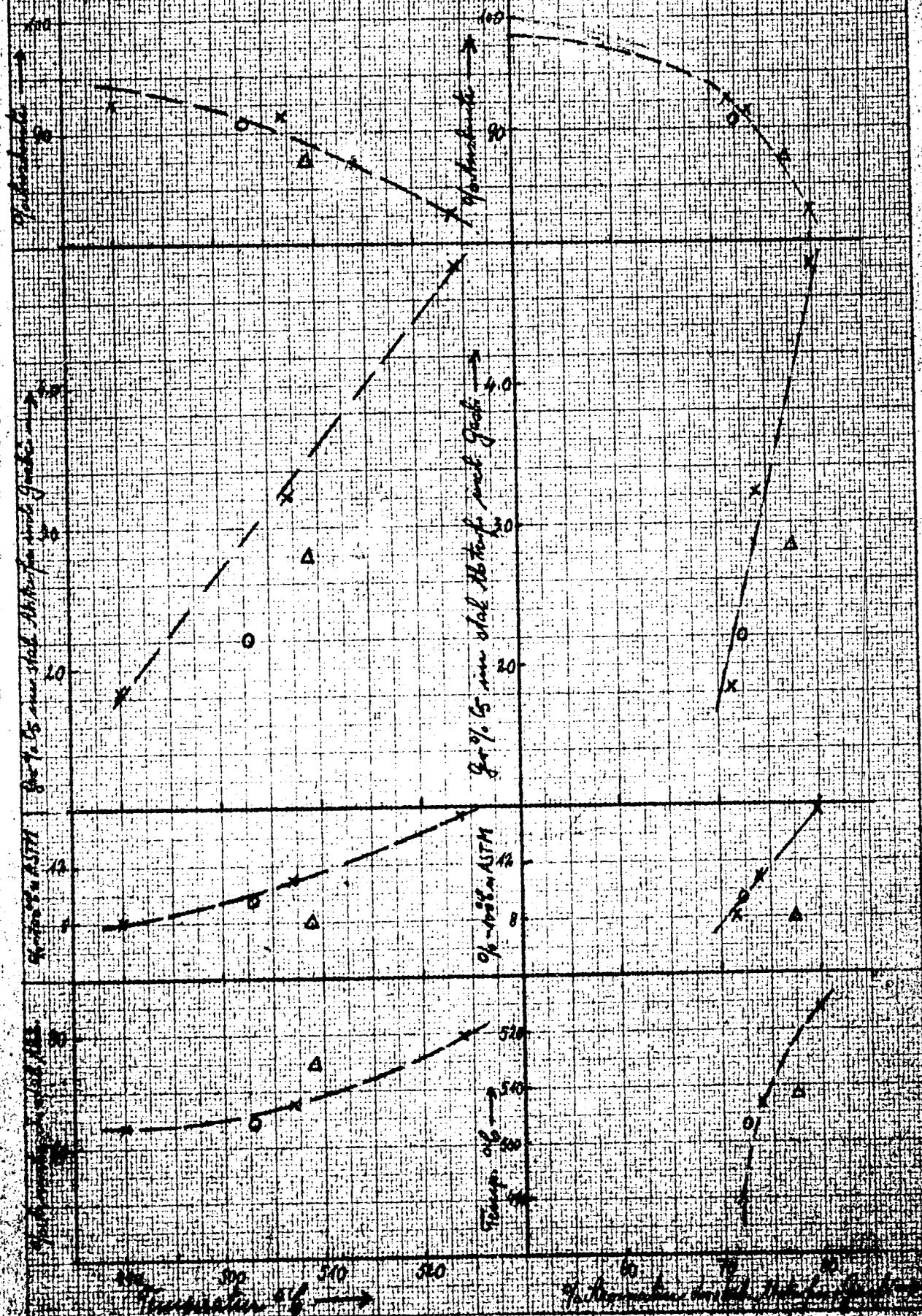
Produkt	Ges. Prod. stabilis.	red. 188°	Rest-Benzin	Extrakt	P 1400 -90° stabilisiert
Gasbenzin %	1,3	-	-	-	2,3
Stabilis. Bi %	98,0	-	-	-	95,6
Verlust	0,71)	-	-	-	2,2 1)
- 188° %	-	87,0	-	-	-
> 188° %	-	11,8	27,4	72,0	-
Verlust %	-	1,2 1)	-	-	-
spez. Gew.	0,848/15°	0,832/15°	0,742/15°	0,875/15°	0,701/15°
Anilinpunkt I	-	-15,4	+54,5	-	+48,4
" II	-	+57,2	+58,0	-54,0	+53,8
ASTM-Kurve	80°	84°	81°	-	38°
% - 90°	2,0	1,5	13,0	-	-50° 6,0 %
% -100°	8,0	8,0	42,0	-	-60° 42,5 %
% -110°	20,5	24,0	61,5	-	+70° 83,5 %
% -120°	34,5	39,0	74,5	-	-80° 89,5 %
% -130°	45,0	52,5	81,0	-	Endp. 91° 99,0 %
% -140°	55,0	64,0	86,0	-	Rü. 0,7
% -150°	63,0	74,0	90,5	-	Verl. 0,3
% -160°	70,0	83,0	94,0	-	-
% -170°	76,5	89,0	97,0	-	-
% -180°	82,5	95,0	-	-	-
% -190°	88,0	-	-	-	-
% -200°	93,0	-	-	-	-
Endp. /%	235°/97,5	188°/98,8	173°/98,5	-	-
Rü	1,5	1,2	1,2	-	-
Verl.	1,0	-	0,3	-	-
Paraffine	-	16,0	57,5	-	42,5
Naphtene	-	11,5	38,0	-	49,0
Aromaten	-	71,5	4,0	-	6,5
Unge. KW	-	1,0	0,5	-	2,0
Dampfdr.	-	0,100 atm	-	-	0,676 atm
Klopfwerte	-	-	7140 H	-	7128 H
Res. Meth.	-	-	-	-	84
Mot. "	-	-	-	-	79
+0,12 Pb	-	-	60,9	-	98
	-	-	84,2	-	-

1) wahrscheinlich in der Hauptsache Pentan.

Delegierung von 5038/1434, Schmelztemp. 100° 48' C. aus Schmelztemp. 1435

Dunkel 1.05 by 1.15, Gewichte 10 durch E.D. 1.15, 1.15

Kochen: Druck 30 30 10 atm
 : : : x o Δ



Handwritten header text, possibly a date or reference number.

Handwritten text: Abkühlung von 550/600 Grad Celsius auf 200 Grad Celsius

Handwritten text: Abkühlung in 1/2 Sekunde

Handwritten text: in der Kältezeit

Handwritten text: Abkühlung auf gleiche Temperatur 550 Grad Celsius

Handwritten text: Abkühlung auf gleiche Temperatur 675 Grad Celsius

Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

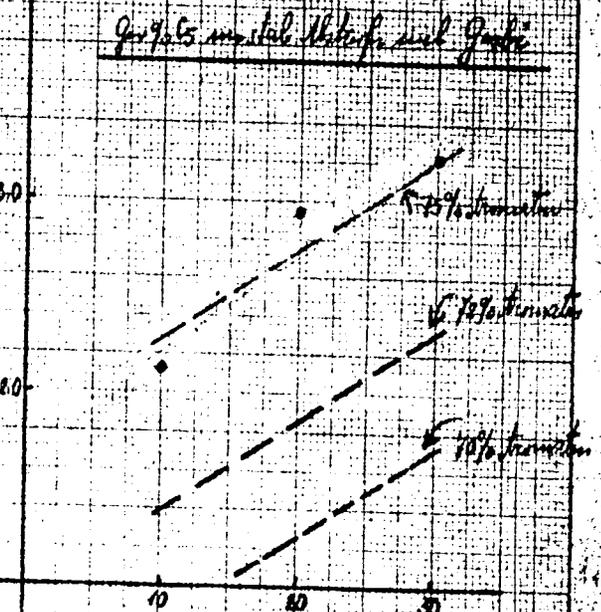
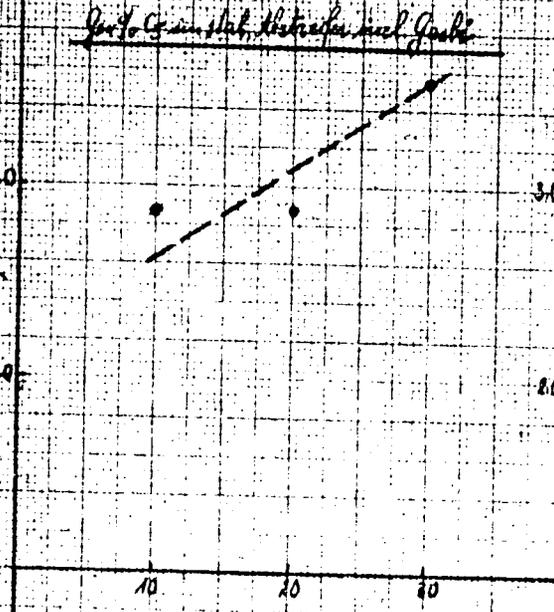
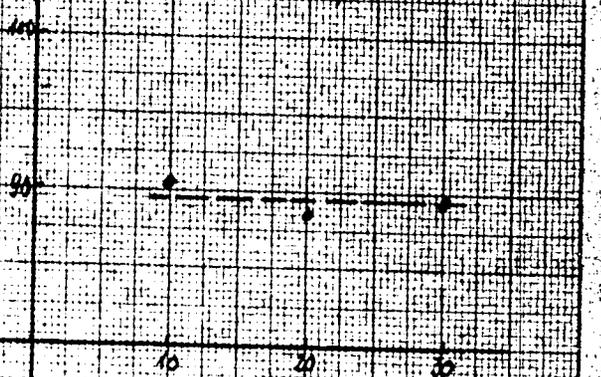
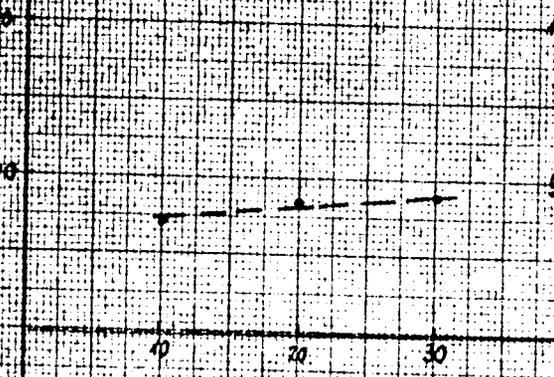
Vertical handwritten label: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Vertical handwritten label: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Vertical handwritten label: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

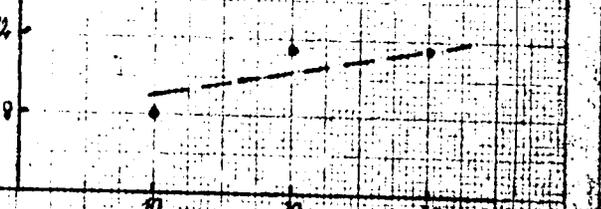
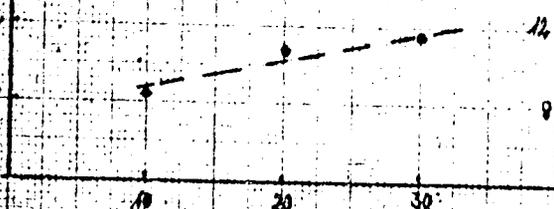
Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas



Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas



Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

Handwritten text: Abkühlung von Stahlblech mit Gas

X/10 (9)

Hochdruckversuche
Lu 559.

4. Januar 1942. E1/La.

Interner Bericht.

Phenol-Extraktionsanlage Lützkendorf.

Fahrperiode I.

Die Phenolextraktionsanlage Lützkendorf konnte erstmalig am 13.8.1940 mit nicht entparaffiniertem Neutralöl in Betrieb genommen werden. Am 15.8.40 war die Anlage im Gleichgewicht und die anfallenden Produkte soweit einwandfrei, dass ab 16.8.40 eine normale Produktion einsetzte. Der Durchsatz war von Beginn an auf Volllast (5,3 cbm/h Frischöl) eingestellt. Die Phenolmenge betrug 120 % d.h. 6 cbm/h. In Anlehnung an die Versuche in Ludwigshafen wurde dem Phenol 5 % H_2O und ausserdem 3 - 5 % H_2O in den Extraktlösungsteil des Extraktionsturms zugegeben. Die Eintrittsstelle des H_2O war unterhalb vom Schwimmer. Da bei dieser Fahrweise eine gewisse Unruhe im Extraktionsturm beobachtet wurde, wurde für den weiteren Verlauf auf die Erzeugung eines Rückflussöls in der Extraktphase im Turm verzichtet und das ganze Wasser (8 - 10 %) dem Phenol direkt zugegeben. Diese Massnahme wirkte sich insofern günstig aus, als die Schwankungen geringer wurden.

Abgesehen von diesen, die Extraktion selbst nicht direkt beeinträchtigenden Schwankungen traten während dieser Fahrperiode noch einige Schwierigkeiten dadurch auf, dass zum Schluss ohne Standmessung in der Trockenkolonne und in einem Phenolbehälter (F_{6a}) gefahren werden musste. In der Trockenkolonne hatte sich die Schwimmerkugel aus dem Gestänge gelöst und lag am Boden der Kolonne, in F_{6a} war die Kette des Schwimmers gerissen. Trotz der durch die fehlende Standmessung bedingten schwierigen Fahrweise konnte aber die beabsichtigte Menge Neutralöl durchgesetzt werden.

Die Anlage wurde am 28.8.41 ordnungsgemäss abgestellt und dann leergezogen, um die verschiedenen notwendig gewordenen Überholungsarbeiten durchführen zu können.

Das zu behandelnde Öl hatte eine Dichte von 0,892 b. 50°. Die Dichte des Raffinats schwankte zwischen 0,865 bis 0,875, die

797

des Extrakts zwischen 0,940 und 0,960. Unter Zugrundelegung einer mittleren Dichte von 0,870 in Raffinat und 0,955 im Extrakt, berechnet sich die Ausbeute zu etwa 74 % Vol. Die tatsächliche Ausbeute kann nicht gegeben werden, da einwandfreie Unterlagen aus der Vorlageermessung fehlen. Das gewonnene Raffinat wurde in zwei Tanks je 500 obm gelagert und diente später als Ausgangsmaterial für die Propanentparaffinierung.

Während dieser Fahrperiode traten grössere Phenolverluste ein die aber ausschliesslich auf grobe Undichtigkeiten an Pumpenstopfbüchsen und in Leitungen infolge mangelhafter Flanschdichtungen zurückzuführen sind. Diese können und sind auch inzwischen weitgehend gehoben.

Die messbaren Phenolverluste waren dagegen ausserordentlich gering. Das Raffinat enthielt im Durchschnitt 0,003 % Phenol, der Extrakt etwa 0,02 %, der kondensierte Stripddampf etwa 0,01 %. Auf den Tag umgerechnet, bedeutet dies einen Phenolverlust von

2,3 kg im Raffinat

0,6 " " Extrakt

0,4 " " Kondensatwasser d. Stripddampfes

3,3 kg / Tag = 0,0024 % bei 140 obm Phenolumsatz/Tag.

Die analytischen Unterlagen sind in Tabelle 1, 2 und 3 zusammengestellt.

Insgesamt wurden während der Fahrperiode I etwa 1300 obm Frischöl durchgesetzt und etwa 900 obm Raffinat erhalten (vgl. Tabelle 20 auf S. 12).

Zusammenstellung.

	17.11. 1940	18.11. 1940	19.11. 1940	20.11. 1940	21.11. 1940	22.11. 1940	23.11. 1940	24.11. 1940	25.11. 1940	26.11. 1940	27.11. 1940	28.11. 1940	29.11. 1940	30.11. 1940
Extraktionstemp.	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
% Phenol + 5% H ₂ O	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
% H ₂ O z. Extrakt	3	3	3	127	127	127	128	128	128	127	130	134		
Frischöl/Tag cbm	134	134	127	101	99	100	101	101	93	100	101	95		
Raffinat/Tag "	94	94	101	79	77	80	79,5	79,5	73	79	79,5	71,5		
% Ausbeute	78	78	79	76,5	77	80	79,5	79,5	73	79	79,5	71,5		
d 50 Raffinat	0,865	0,861	0,865	0,870	0,870	0,870	0,873	0,875	0,875	0,870	0,862	0,870	0,869	0,870
d 50 Extrakt	0,960	0,960	0,960	0,955	0,953	0,955	0,965	0,960	0,960	0,955	0,945	0,945	0,950	0,930
berechnete Ausb.	66	66	68,5	71	70	70	76,5	76,5	76,5	76,5	57	66,5	57,5	58
Kreislauf														
Produktion														

↳ Standschwankungen.

- 4 -

Fahrperiode II.

Die zweite Fahrperiode nach erfolgter Reparatur und Überholung der Apparatur war gekennzeichnet durch anfangs aufgetretene Schwierigkeiten hinsichtlich der Dichtigkeit der Rohrleitungen an Flanschverbindungen. In phenolführenden Druckleitungen waren von erstem Einbau her z. Teil noch Gummi oder andere unbrauchbare Dichtungen, die bei der Hitzebeanspruchung im Laufe der Zeit brüchig geworden waren. In der Zeit von Anfangs November bis Mitte November 1940 waren hierdurch häufige Unterbrechungen aufgetreten, die auch mehr oder weniger grosse Phenolverluste ergaben. Auch andere Schwierigkeiten, wie zeitweises Ausbleiben von Gas und Absinken des Wasserdruckes auf unter 1,8 atü gaben Anlass zu Störungen und besonders im letzteren Fall auch zu grösseren Phenolverlusten.

Ab 17.11.1940 konnte aber dann das vorhandene Neutralöl in einer ununterbrochenen Periode bis zum 29.11.1940 verarbeitet werden. Die Bedingungen waren die gleichen wie bei Fahrperiode I. Während dieser Zeit wurden, wie obige Tabelle zeigt, durchgesetzt:

Frischöl 141,5 obm = 128 obm/Tag = 5,3 obm/h = 100 % d. Solldurchsatzes.

Der Raffinatenfall war 1081 obm = 76 % Vol.

Das spez. Gewicht des Frischöls war 0,895 b. 50°, die Dichte des Raffinats im Durchschnitt 0,870 b. 50° und die des Extrakts 0,96 b. 50°, sofern keine Störungen durch Standschwankungen im Extraktionsturn auftraten. Die hieraus errechnete Ausbeute beträgt 72 % Vol. Die nachweisbaren Phenolverluste lagen im Raffinat bei 0,003 %, im Extrakt bei 0,008 %, waren also sehr gering. Dagegen arbeitete die Absorptionskolonne während dieser Periode nicht ganz einwandfrei, weshalb mit dem kondensierten Strippdampf im Durchschnitt etwa 1 % Phenol verloren gingen. Dies bedeutet einen täglichen Verlust von

2,7 kg	Phenol im Raffinat
2,8 kg	" " Extrakt,
<u>24,0 kg</u>	" " Strippwasser
29,5 kg	Phenol / Tag = 0,022 % der täglich um-

laufenden Menge.

Die tatsächlichen Verluste waren indessen aus oben angeführten Gründen erheblich grösser.

Zum Schluss dieser Fahrperiode war auffallenderweise die

Dichte des Extraktes geringer geworden, als während der übrigen Zeit, obwohl die Extraktionsbedingungen nicht geändert worden waren. Bevor der Anlass zu dieser Erscheinung geklärt werden konnte, war der Vorrat an Neutralöl aufgearbeitet. Die Anlage wurde wiederum leer gefahren und nochmals völlig überholt. Mit Rücksicht auf das jetzt zur Verarbeitung kommende Zylinderöl wurden einige stärkere Motore von Wintershall gesetzt.

Fahrperiode III und IV.

Durch die Schwierigkeiten bei der Propanentparaffinierung von entasphaltiertem und entharztem Vakuumrückstand verzögerte sich das Wiederaufahren der Phenolanlage bis etwa Juli 1941. Die Anlage lief von diesem Zeitpunkt an lediglich im Kreislauf bei niedrigen Temperaturen im Ofen ohne Produktion. Im September 1941 wurde die Anlage kurzfristig auf nicht entparaffinierten, entasph. und entharzten Vakuumrückstand eingestellt (Fahrperiode III). Es sollten lediglich ca. 100 cbm Phenolraffinat erzeugt werden, um dieses nachträglich zu entparaffinieren. Hierbei sollte festgestellt werden, ob phenolraffiniertes Zylinderöl sich leichter entparaffinieren lässt als nicht phenolraffiniertes. Die Bedingungen bei der Extraktion von entasphaltiertem Vakuumrückstand waren folgende: 100 % Öl, 200 % wässriges Phenol (95 + 5). Die Anlage lief während dieser dritten Verarbeitungsperiode unruhig. Es traten wieder einige Unterbrechungen auf durch Undichtwerden von Dichtungen an Flanschen, was auch die Ursache eines grösseren Brandes war. Bevor die Anlage einigermaßen ins Gleichgewicht kam, wurde wieder abgestellt und die Anlage im Kreislauf gefahren. Die aus dieser Fahrperiode stammenden Produkte waren nicht einwandfrei. Das Raffinat war sehr dunkel gefärbt, der Extrakt wiederum zu leicht. Bilanziert wurde dieser Versuch nicht.

Ende November wurde die Anlage erneut mit dem gleichen Ausgangsmaterial in Betrieb genommen. Es war die Aufgabe gestellt worden in dieser vierten Fahrperiode 450 t Phenolraffinat mit einer Polhöhe von 21 zu erzeugen. Die hierfür gewählten Extraktionsbedingungen waren Extraktion mit 200 % wasserfreiem Phenol bei 75°C in Extraktionsturm und gegen Ende des Versuchs Erzeugung eines Rückflusses durch Temperaturerniedrigung der Extraktlösung auf 50°C. Der Durchsatz an Frischöl betrug in den ersten Tagen 87- 100 % der Sollleistung, später wegen Produktmangel etwa 70 %. Die Massnahme der Anwendung von wasserfreiem Phenol führte zu dem Erfolg, dass das Raffinat von sehr ^{schöner} heller Farbe war. Die erreichte Polhöhe war bei Innehaltung obiger Bedingungen viel zu günstig. Sie lag bei 1,7 - 1,85. Dementsprechend war aber die Ausbeute gering, sie lag bei

55 %. Bevor die richtigen Extraktionsmassnahmen festgelegt werden konnten zur Erreichung einer Polhöhe von 2,1 bei maximaler Ausbeute, musste der Versuch abgebrochen werden, da die Menge von 450 to Phenolraffinat erreicht war. Folgende Tabelle gibt den Verlauf des Versuches wieder:

	29.11. 41	30.11. 41	1.12. 41	2.12. 41	3.12. 41	4.12. 41	5.12. 41	6.12. 41	7.12. 41	8.12. 41	9.12. 41
Extraktions- temperatur	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Temp.Gradient	-	-	-	-	-	-	-	-	20°	20°	20°
Frischöl/Tagem	105	116	112	108	120,4	116	129	98	91	89	65
% Phenol H ₂ O/ml	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
Raffinatanz/Tg.	80	64	63	64,5	60	58,5	65,4	44,5	50,3	60	29
% Ausbeute	82	55	56	60	59,8	50,4	50,2	45,2	55,5	67,7	44
4 50 Raffinat	0,890	0,882	0,878	0,874	0,877	0,878	0,877	0,875	0,877	0,885	0,880
4 50 Extrakt	0,930	0,936	0,928	0,933	0,932	0,932	0,931	0,931	0,944	0,948	0,944
berechnete Ausbeute	85	64	54	52,6	54,6	55,6	53,7	51,8	58	63,3	61
Polhöhe	-	1,8		1,7		1,8				2,0	
	Kreis- lauf						Produktion				

Das Ausgangsöl hatte eine Dichte von 0,905 bei 50°C, das Raffinat im Durchschnitt eine solche von 0,876. Der Extrakt zu Beginn 0,932, bei Erzeugung eines Rückflusses durch Temperaturerniedrigung der Extraktlösung 0,945. Das niedrige spez.Gewicht des Extrakts deutet darauf hin, dass wasserfreies Phenol und die Anwendung eines Temperaturgradienten von 75 auf 50° nicht zu Höchstausbeuten führt. Ein grösserer Gradient ist nicht anwendbar wegen des hohen Schmelzpunkts von Phenol (42°C). Es ist daher beabsichtigt, in künftigen Versuchen nur noch wasserfreies Phenol zur Erzeugung guter Farbe und Zugabe von H₂O zum Extrakt zur Erzielung maximaler Ausbeuten anzuwenden.

Die nachweisbaren Verluste während dieser Periode waren wiederum sehr gering, wie aus den Tabellen 11, 12, und 13 hervorgeht.

Die Analysendaten des Raffinats waren folgende:

d 50 :	0,876	V 50 :	21,1	} Werte von Winterhall
Flammpunkt :	276 o.T.	V 90 :	4,02	
Stockpunkt :	-1,44 °C	V 3 :	-	
Neutralisationszahl	0,07	Polhöhe :	1,85	

Nach Propanentparaffinierung im Kippfilter (Werte Lu)

d 50 :	0,887	V 38 :	56,5
Flammpunkt :	206	V 94 :	3,58 o.T.
Stockpunkt :	-12	V 5 :	90

Technische Schwierigkeiten bei der Extraktion von Zylinderöl waren in dieser Periode wie auch in der vorhergehenden, bei der zeitweise die Solldurchsatzleistung unter Anwendung von 300 % Phenol imgehalten wurde, nicht aufgetreten, abgesehen davon, dass wie in den früheren Perioden Standschwankungen im Extraktionsturm auftraten. Zu Beginn der letzten Periode zeigte ausserdem der Kühler C - 03 Kurzschlusserscheinung, die aber leicht behoben werden konnte.

Fahrperiode V.

In dieser Periode sollte das inzwischen angefallene entparaffinierte Maschinenöledestillat mit Phenol raffiniert werden. Forderung war die Erzeugung eines Raffinats mit einer Polhöhe von 2,8.

Die Fahrbedingungen waren 100 % Öl, 120 % Phenol H₂O-frei 5 % H₂O zum Extrakt, zu Beginn, später 100 % Phenol H₂O-frei + 8% H₂O Temperatur 50° im Turm. An Frischöl lagen vor ca. 400 obm. Laut Vorlagenvermessung wurden durchgesetzt: 406,8 obm entparaffiniertes Neutralöl d 50 : 0,902, laut Vorlagenvermessung fielen an Raffinat an: 288,2 obm = 71,2 % Vol. Die berechnete Ausbeute beträgt bei Annahme einer mittleren Dichte von 0,879 im Raffinat und 0,961 im Extrakt 72 % Vol.

	18.12.	19.12.	20.12.	21.12.	22.12.
Extraktionstemp.	50	50	50	50	50
% Phenol H ₂ O-frei	120	100	100	100	100
% H ₂ O n. Extraktlösg.	5	5	5	5	8
Fraschöl/Tag	63,5	123	129,3	69	27
Raffinat/Tag	30,5	103,3	79,8	56,6	18
% Ausbeute	47,2	80,9	61,7	82,2	100
d SO Raffinat	0,870	0,873	0,879	0,875	0,879
d SO Extrakt	0,943	0,954	0,963	0,955	0,972
berechnete Ausbeute	59	66,3	74	70	75
Polhöhe	1,86	2,1	2,2	2,1	2,23

Die Extraktion als solche beobachtet verlief wiederum einwandfrei. Der Durchschnitt betrug 100 % der Sollleistung. Unangenehme waren wiederum die Standschwankungen im Extraktionsturm und zeitweises Anfallen von Extrakt mit zu niedriger Dichte. Diese Schwankungen beruhen vermutlich darauf, dass zwischen Extrakt und Raffinatlösung keine scharf ausgeprägte Trennlinie besteht, sondern dass eine mehr oder weniger hohe Zwischenschicht, die neben der Extraktlösung Öl enthält, vorhanden ist. Der die Trennschicht nach aussen markierende Schwimmer, der gleichzeitig je nach seinem Stand ein Regelventil öffnet oder schliesst, ist so bemessen, dass er auf einer Lösung von der Dichte 1 000 schwimmt und in einer Lösung von 0,950 untersinkt. Gerät nun dieser Schwimmer aus irgend einem Grunde in die Zwischenschicht, die z. B. 0,960 hat und also viel Öl enthält, besteht die Gefahr, dass er in einer Stellung stehen bleibt, dass so das Regelventil dauernd öffnet oder dauernd schliesst mit dem Resultat, dass der Raffinatfall kleiner oder grösser wird. Es kann unter Umständen auch vorkommen, dass statt Extraktlösung Zwischenschicht aus dem Turm abfließt. Nur so lassen sich die ab und zu auftretenden zu niedrigen spez. Gewichte des Extrakts erklären. Diese von den Amerikanern vorgesehene Art der Standsmessung muss daher unbedingt verbessert werden. Vielleicht führt eine elektrische Standsmessung

zum Ziel, die auf der verschiedenen elektrischen Leitfähigkeit der reinen Extraktlösung und der Zwischenschicht beruht.

Energieverbrauch.

	Fahrperiode 1	Fahrperiode 2	Fahrperiode 4
Hochdruckdampf	8 to/Tag ⁺	8 to/Tag ⁺	45 to/Tag = 1,9 to/h
Niederdruckdampf	wird nicht gemessen		
Wasser	2200 m ³ /Tg = 90 m ³ /h	?	2700 m ³ /Tag = 112 m ³ /h
elektr. Energie	wird nicht gemessen, vermutlich 60-68 KW/h (80 % der Motorleistung d. Pumpen).		

⁺ Der Hochdruckdampf konnte zu jener Zeit nicht richtig für die Phenolanlage gemessen werden.

Korrosion.

Korrosion konnte bis jetzt weder an Rohren, Schiebern oder Kühlern entdeckt werden.

Zusammenfassung.

In fünf Fahrperioden wurden in der Phenol-Extraktionsanlage in Litakendorf folgende, in der nachstehenden Tabelle angeführten Produkte durchgesetzt (Siehe Tabelle 20).

Durchsatz:

Hierbei wurde der Nachweis erbracht, dass die Soll-Durchsatzleistung für die beiden in Frage kommenden Produkte Neutralöl und Rückstandsöl erreicht wurde.

Ausbente:

Die Frage der Ausbente an Raffinat kann noch nicht eindeutig beantwortet werden, da die Produkte, mit denen die Unterlagen für die Anlage geschaffen wurden, noch nicht oder nur in unzureichender Menge durchgesetzt werden konnten. Es ist aber mit Sicherheit anzunehmen, dass diese Werte erreicht werden können.

Phenolverlust:

Die Phenol-Verluste sind, soweit sie analytisch nachweisbar sind, ausserordentlich klein. Sie betragen etwa 0,003 % der unlaufenden Phenolmenge. Soweit grössere Verluste auftraten, sind sie auf Leckagen an Pumpenstopfbüchsen, undichte Schieber, schlechte Flanschdichtungen usw. zurückzuführen. Durch Verbesserung der Stopfbüchsenpackung und Wahl richtiger Flanschdichtungen wurden diese Verluste weitgehend vermindert.

Schwierigkeiten:

Ausser durch Undichtwerden von Dichtungsmaterialien, Brechen von Schwimmer-Kugeln und Kette, Undichtwerden von Kühlern und Schiebern, die aber nicht auf Korrosion zurückzuführen sind und die leicht behoben werden konnten, traten gewisse Schwierigkeiten in der Standmessung im Extraktionsturm E_1 auf. Durch Verbesserung der Standmessung lassen sich diese Schwierigkeiten beheben.

Tabelle 20.

Verarbeitungszeit	Behandeltes Material	Durchsatz Öl	Durchsatz Phenol	% d. Soll-durchsatzes	Frischöl insgesamt m ³	Raffiniert insgesamt m ³	% Ausbeute	Polhöhe
I 15-28.8.1940	paraffinhaltiges Neutralöl	5,3 m ³ /h	6 m ³ /h	100	ca. 1300 +	ca. 900 +	ca. 70	
II 17-11.-29.11.40	"	5,3 m ³ /h	6 m ³ /h	100	1415	1080	76	
III Sept. 1941	Zahlenunterlagen sind nicht vorhanden							
IV 29.11.-9.12.41	Vak. Rü. ent. 3,8 m ³ /h seph. paraff. 5,3 " 10,6 "	7,6 m ³ /h	10,6 "	70-100	1045	560	54	1,85
V 18.12.-22.12.41	entparaff. Neutralöl	5,3 m ³ /h	5,3 m ³ /h	100	406	288	70,8	2,1 ⁺ siehe Tab. 19.

+ Zahlen sind geschätzt, da keine Unterlagen, mehr vorhanden.

Tabelle 5.

Spez. Gewicht des Extraktes (Fahrperiode 2 vom 17.11.-29.11.40)
 bei 50
 Paraffinhaltiges Maschinenödestillat d 50 : 0,895.

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
17.11.1940	-	-	-	-	-	-	0,963	-	0,956	-	-	-
18. "	0,942	-	0,940	0,952	-	0,952	0,953	-	-	0,946	-	0,962
19. "	0,954	0,960	-	0,958	0,955	-	0,953	0,952	-	-	-	-
20. "	0,948	-	0,947	0,948	0,955	-	0,955	-	-	-	-	-
21. "	-	0,948	-	0,947	0,955	-	0,952	0,952	-	0,952	0,953	-
22. "	0,942	0,948	-	0,948	0,956	-	0,954	0,964	-	0,964	0,954	-
23. "	0,964	0,944	-	0,944	0,965	-	0,965	-	-	0,964	-	-
24. "	0,960	0,962	0,958	0,956	-	-	0,955	0,955	-	0,955	0,955	-
25. "	0,952	0,948	-	0,958	0,955	-	0,955	0,957	-	0,934	0,933	-
26. "	0,948	0,941	-	0,932	0,948	-	0,942	0,933	-	0,932	0,930	-
27. "	0,940	0,942	-	0,945	0,942	-	0,947	-	-	0,930	0,932	-
28. "	-	0,930	-	0,926	0,939	-	-	0,920	-	0,921	0,920	-
29. "	0,935	-	0,939	0,926	0,996	-	0,931	0,920	-	-	-	-

Tabelle 6.

Phenolgehalt im Raffinat (Fahrperiode 2 vom 17.11. - 29.11.40)
 Paraffinhaltiges Maschinenbldestillat d 50: 0,895.

	6°	8°	10°	12°	14°	16°	18°	20°	22°	24°	26°	40°
14.11.1940	0,002											
15. " "												
16. " "												
17. " "									0,001			0,001
18. " "	0,002		0,001	0,004	0,002	0,002	0,001			0,001		
19. " "	0,001	0,001	-	0,003	0,003	-	0,04	0,003				
20. " "	0,001	0,002	-	0,001	0,001	-	0,038					
21. " "	0,001	0,001	-	0,002	0,003	-	0,005	0,005		0,004	0,001	
22. " "	0,001	0,001	-	0,001	0,004	-	0,005	0,003		0,002	0,003	
23. " "	0,001	0,001	-	0,002	0,002	-	0,003	0,002		0,003	0,002	
24. " "	0,002	0,002	-	0,002	0,002	-	0,006	0,005		0,005	0,036	
25. " "	0,002	0,001	-	0,005	0,001	-	0,001	0,002		0,001	0,001	
26. " "	0,008	0,003	-	0,01	0,001	-	0,004	0,001		0,004		
27. " "	0,002	0,004	-	0,006	0,003	-	0,004	0,004		0,001	0,001	
28. " "	0,01	0,002	-	0,005	0,003	-	0,003	0,26		0,001	0,001	
29. " "	0,0037	0,003	-	-	-	-	-	-		-	-	

Tabelle 7.

Phenolgehalt im Extrakt (Fahrperiode 2 vom 15.11.-30.11.40)
Maschinenöldestillat d 50: 0,895.

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
14.11.1940	0,003											
15. " "												
16. " "												
17. " "							0,002		0,001			
18. " "	0,002		0,002	0,004		0,005	0,005			0,001		0,003
19. " "	0,002	0,002		0,003	0,003		0,02	0,02				
20. " "	0,01	0,002		0,002	0,003		0,007					
21. " "	0,002	0,001		0,002	0,006		0,016	0,016		0,016	0,01	
22. " "	0,001	0,001		0,001	0,004		0,025	0,005		0,005	0,005	
23. " "	0,003	0,001		0,002	0,002		0,002			0,017		
24. " "	0,001	0,002		0,002	0,003		0,01	0,01		0,002	0,008	
25. " "	0,005	0,004		0,014	0,002		0,007	0,002		0,001	0,001	
26. " "	0,012	0,016		0,026	0,001		0,007	0,001		0,002	0,04	
27. " "	0,004	0,006		0,006	0,003		0,01	0,001		0,003	0,001	
28. " "	0,002	0,003		0,005	0,003		0,005	0,005		0,01	0,004	
29. " "	0,02	0,01			0,004							

Tabelle 8.

Phenolwasser (% Phenol im Wasser)Fahrperiode 2 vom 17.-29.11.40) Maschinenöldestillat paraffinhaltig
d 50 : 0,895.

17.11.40	-
18. " "	-
19. " "	2,04
20. " "	0,55
21. " "	0,07
22. " "	0,63
23. " "	1,22
24. " "	1,40
25. " "	1,13
26. " "	-
27. " "	0,07
28. " "	0,85
29. " "	1,16

Tabelle 9.

Spez.Gewichte bei 5° des Raffinats (Fahrperiode 4 vom 28.11. - 10.12.41.)

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	26 ⁰⁰	4 ⁰⁰
28.11.41	0,903	-	0,901	-	0,901	0,901	0,893	0,897	0,898	0,892	0,899	0,895
29.11.41	0,892	-	0,894	0,893	0,892	0,894	0,890	0,890	0,886	0,886	0,879	0,883
30. " "	-	-	0,884	0,884	0,882	0,880	0,873	0,882	0,880	0,880	0,880	0,881
1.12. "	0,872	0,880	0,877	0,877	0,876	-	0,876	0,874	0,871	0,878	0,876	0,877
2. " "	0,876	0,876	0,878	0,872	0,874	0,874	0,876	0,873	0,873	-	0,871	-
3. " "	0,880	0,876	0,875	0,874	0,876	0,878	0,877	0,875	0,876	-	0,877	-
4. " "	0,874	0,874	0,876	0,874	0,875	0,876	0,873	0,875	0,872	-	0,876	-
5. " "	0,878	0,876	0,874	0,876	0,875	0,878	-	0,876	0,871	-	0,876	-
6. " "	0,882	0,878	0,875	0,876	0,874	0,876	0,878	0,877	0,874	-	0,873	-
7. " "	-	-	0,875	0,874	0,875	0,875	0,878	-	0,882	-	0,883	-
8. " "	0,874	0,874	-	0,876	-	-	0,877	-	0,892	-	0,884	-
9. " "	0,887	0,882	-	-	0,877	-	0,877	-	0,877	0,883	0,880	0,881
10. " "	-	0,878	0,880	0,878	0,881	-	0,879	-	0,879	0,881	0,881	0,882

Tabelle 10.

Spez. Gewicht des Extraktes (Fahrperiode von 28.11.-10.12.41).

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
28.11.1941	-	-	-	-	-	0,905	0,931	0,952	0,979	0,976	0,977	0,975
29. "	0,971	0,964	0,972	0,970	0,964	0,963	0,949	0,950	0,937	0,940	0,934	0,938
30. "	-	-	0,946	0,936	0,933	0,943	0,939	0,936	0,930	0,932	0,935	0,932
1.12.	-	0,931	0,924	0,924	0,931	0,928	0,929	0,930	0,929	0,931	0,936	0,934
2. "	0,928	0,930	0,932	0,931	0,928	0,930	0,928	0,933	0,934	-	0,937	0,934
3. "	0,928	0,935	0,932	0,935	0,931	0,932	0,932	0,931	0,932	0,932	0,931	0,934
4. "	0,925	0,929	0,925	0,932	0,932	0,934	0,937	0,935	0,933	0,933	0,939	0,938
5. "	0,924	0,933	0,935	0,934	0,933	0,932	0,931	0,933	0,932	0,932	0,927	0,931
6. "	0,925	0,925	0,925	0,928	0,936	0,935	0,936	0,935	0,930	0,934	0,933	0,930
7. "	0,938	-	0,936	0,934	0,933	0,934	0,930	0,943	0,950	-	0,949	0,950
8. "	0,933	0,935	0,948	0,946	0,945	0,949	0,949	0,949	0,956	0,955	0,951	0,954
9. "	0,943	0,945	0,940	0,935	0,939	0,940	0,944	0,949	0,950	0,953	0,947	0,943
10. "	0,937	0,937	0,936	0,943	0,930	0,938	0,932	0,934	0,943	0,961	0,957	0,956

Tabelle 11.

Phenolgehalt im Raffinat. Fahrperiode 4 vom 28.11. - 10.12.41.

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
28.11.1941	0,001	-	0,001	-	0,005	0,005	0,005	0,006	0,002	0,007	0,003	0,007
29. " "	-	-	0,003	0,002	0,003	0,008	0,005	0,005	0,005	0,001	Sp.	0,003
30. " "	0,001	-	-	0,005	0,009	0,008	0,01	0,01	0,007	0,002	0,007	0,008
1.12.1941	0,04	0,003	0,008	0,005	0,003	0,001	-	0,14	0,18	0,16	0,003	0,003
2. " "	0,004	0,003	0,1	0,004	0,3	0,01	0,9	0,8	0,08	-	0,1	-
3. " "	0,001	0,008	0,008	0,005	0,005	0,002	0,005	0,001	0,001	-	Sp.	-
4. " "	0,007	0,001	0,007	0,003	0,008	0,07	0,003	Sp.	Spuren	-	0,004	-
5. " "	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,004	0,005	0,003	-	0,007	-
6. " "	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003	0,005	0,005	0,001	0,008	-	0,008	-
7. " "	-	-	0,003	0,002	0,003	0,009	0,02	-	0,008	-	0,007	-
8. " "	0,004	0,003	-	0,001	0,004	-	0,003	-	0,004	-	0,004	-
9. " "	0,003	-	-	0,003	0,003	0,005	0,006	0,004	0,003	0,002	0,003	0,002
10. " "	0,05	0,005	0,002	0,009	0,002	-	0,004	-	0,002	0,002	0,001	0,002

Tabelle 12.

Phenolgehalt im Extrakt. (Fahrperiode 4 vom 28.11.-10.12.41).

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	26 ⁰⁰	4 ⁰⁰
28.11.41.						0,002	0,007	0,009	0,005		0,006	
29. " "	0,02	-	0,003	-	0,008	0,009	0,005	0,005	0,006	0,001	0,005	-
30. " "	-	=	-	0,05	0,003	16,9	3,9	0,004	0,005	0,001	0,005	0,004
1.12.	0,02	0,001	0,007	0,003	0,02	0,002	0,004	0,02	0,005	0,006	0,02	0,02
2. " "	0,04	0,005	0,002	0,006	0,003	0,18	0,003	0,003	0,01	0,009		0,009
3. " "	0,009	0,04	0,003	0,006	0,001	0,002	0,003	0,003	0,003	0,003	0,001	0,009
4. " "	0,013	0,002	0,006	0,002	0,005	0,005	0,002	SP.	0,005	0,003	0,004	0,006
5. " "	0,05	0,002	0,005	0,003	0,003	0,002	0,001	0,004	0,005	0,008	0,008	0,005
6. " "	0,02	0,006	0,006	0,003	0,001	0,004	0,006	0,003	0,02	0,007	0,003	0,006
7. " "	0,003	-	0,003	0,004	0,003	0,005	0,002	0,002	0,002		0,003	0,005
8. " "	0,005	0,004	0,002	0,003	0,002	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002	0,001	0,002
9. " "	0,003	0,004	0,005	0,003	0,006	0,005	0,003	0,003	0,005	0,004	0,006	0,003
10. " "	0,003	0,005	0,001	0,003	0,001	0,002	0,002	0,003	0,001	0,001	0,001	0,002

Tabelle 13.

Phenolwasser, (Fahrperiode 4 vom 28.11.41 - 10.12.41.)

Phenolgehalt.

	6 ⁰⁰	10 ⁰⁰	14 ⁰⁰	18 ⁰⁰	22 ⁰⁰	2 ⁰⁰
28.11.41	0,04	0,02	0,17	0,54	0,01	0,01
29. " "	0,07	0,02	0,73	0,20	0,42	0,68
30.11.41	0,44	0,25	0,05	0,13	0,28	0,44
1.12.41	0,03	0,05	0,07	0,09	-	0,04
2. " "	0,06	0,01	0,30	0,00	0,00	0,00
3. " "	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00
4. " "	0,01	0,04	0,01	0,02	0,00	0,00
5. " "	0,07	0,05	0,11	0,10	0,00	-
6. " "	0,08	0,01	0,04	0,09	0,01	0,01
7. " "	0,02	0,06	0,09	0,05	0,02	0,02
8. " "	0,01	0,01	0,05	0,04	0,08	0,05
9. " "	0,07	0,09	0,04	0,03	0,05	0,05
10. " "	0,036	-	-	0,036	0,57	2,96

Tabelle 17.

Fahrperiode 5 vom 18. - 22. 12. 1941 (entparaffiniertes Neutralöl d 50: 0,902).

Phenolgehalt d. Extraktes.

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ³⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
19.12. "	0,002	0,002	0,001	0,001	0,001	0,002	0,001	0,001	0,004	0,003	0,003	0,003
20. "	0,005	0,002	0,001	0,005	0,002	0,001	0,003	0,001	0,002	0,003	0,002	0,002
21. "	SP.	0,001	0,004	0,002	0,001	0,001	0,003	0,001	0,005	0,003	0,004	0,005
22. "	0,002	0,002	0,003	-	-	-	-	-	0,007	0,002	0,003	0,004

Tabelle 18.

Fahrperiode 5 vom 18. - 22. Dezember 1941 (entparaffiniertes Neutralöl d 50: 0,502)

Phenolgehalt des Stripddampf-Kondensats.

	6 ⁰⁰	8 ⁰⁰	10 ⁰⁰	12 ⁰⁰	14 ⁰⁰	16 ⁰⁰	18 ⁰⁰	20 ⁰⁰	22 ⁰⁰	24 ⁰⁰	2 ⁰⁰	4 ⁰⁰
18.12.1941	-	-	-	-	-	-	-	-	0,028	-	0,031	-
19. " "	0,035	-	0,002	-	0,029	-	0,020	-	0,099	-	0,142	-
20. " "	0,075	-	0,021	-	0,013	-	0,001	-	0,173	-	0,013	-
21. " "	0,054	-	0,041	-	0,106	-	0,012	-	0,041	-	0,198	-
22. " "	0,129	-	0,073	-	0,016	-	-	-	-	-	-	-

29. Februar 1944 Ps/Kl

Tätigkeitenbericht Januar - Februar 1944
(Kleine Gasoline-Ölen)

1. u. 2. Prof. Dr. Peters
3. u. 4. Prof. Dr. Trofimow
5. u. 6. Prof. Dr. Güther
7. u. 8. Prof. Dr. Mesée
9. u. 10. Prof. Dr. Graßl

1. Festkörperprüfungen für die Weilerdebetriebe Ludwigshafen und Pöhlitz
2. Neue Benzinierungskontakte
3. Prüfung eines wolframbaltigen ANIC-Kontaktes aus Idvorno
4. Prüfung neuer Vorhydrierkontakte
5. Darstellung von Chlorocerosen
6. Benzinierung von 5058/8376-B-Mittelöl aus Harzberg
7. Benzinierung von 5058/8376-B-Mittelöl aus Gelsenberg
8. Vorhydrierung und Benzinierung von Brüker Produkten
9. Benzinierung von galinischem Erdöl-A-Mittelöl (Turascowka)
10. Systematische Untersuchungen über Vorhydrierung
11. Zur Systematik des WS_2 als Katalysator
12. Versuche über den Einfluß höherer Aromaten und Hydroaromaten auf die Benzinierbarkeit von Mittelölen
13. Versuche zur Herstellung von Spezialtreibstoffen
14. Spaltung von Äthyl- und Propylenschmieröl über Kontakt 8376
15. Verarbeitung von Stahlblechabstreiferschweröl über feststange-geordneten Kontakt
16. Verarbeitung von russischem Rohöl über Kontakt 8376 bei 600 at
17. Verarbeitung von russischer Paozza und estnischem Schieferöl über feststangeordneten Kontakt
18. Hydrerende Spaltung von Schweröl mit gleichzeitiger Destillation bei 150 at H_2 -Druck
19. Versuche zur Herstellung von Vaseline durch Druckhydrierung von Paraffingatschen
20. Versuche in Drehschmelzen
21. Verzeichnis der Zusammenstellungen.

gez. Peters

gez. Trofimow

gez. Güther

gez. Mesée

gez. Graßl

1.) Parallellprüfungen für die Weiserabetriebe Lu und Pölitze.

a) 5058 Lu Fab 3193 - 3312 in drei Chargen

5058 Pö Pö 163, 169, 177, 178 Fab 761 - 960 in vier Chargen

	Fab	Temp. MV	B-Nr. AP	Vorläufige Beurteilung	Ofenblatt
Lu	3193-3232	20,0	48	gut	5612
	3233-3272	20,0	51	hervorragend	5582
	3273-3342	20,0	49	sehr gut	5623
Pö	161-800	20,0	47	gut	5515
	801-840	20,0	47,5	gut	5559
	841-920	20,0	51	genügend	5574
	921-970	20,0	51	hervorragend	5579 a

b) 8376 Lu Fab 2006 - 3045 in zwei Chargen

8376 Pö 169, 172, 182, 183 Fab 996-1155 in vier Chargen
 Ausbau Pölitze vom 2.5.1943 verschieden nachgearbeitet.

Lu	2006-3005	22,5	47,5	gut	5544		
	3006-3045	22,5	48	sehr gut	5571		
2006-3005 gerüstet, mit E ₂ nachgearbeitet lt J 1937				22,5	40,0	unbrauchbar wird wiederholt	5584
Pö	996-1035	22,5	48,5	sehr gut	5517		
	1036-1075	22,5	50,5	hervorragend	5607		
	1076-1115	22,5	50,5	hervorragend	5593		
	1116-1155	22,5	50	hervorragend	5597		
Ausbau Pölitze v. 9.6.42:		Kontaktnr.					
abgerüstet	mit 2% Wo ₃ + 2% H ₂ O	8376/1619	46	gut	5585		
andere gerüstet		9249/1622	44	ungenügend	5589		
Betrieb gerüstet	gerüstet reg. mit 2% Wo ₃ + 2% H ₂ O nachgearbeitet	9259/1621	43	ungenügend	5600		
trück		8376/1618	38,5	unbrauchbar	5445		
J 200	Betriebsprobe in der Rührpflanz getrickt		48,5	sehr gut	5580		
Ausbau Pö, Betrieb gerüstet, Inbau nachgetrickt, nachgeschwert		8376/2107	46	gut	5639		

e) 6434 Fe FaB 8488 - 8647 vier Chargen
 WPS 165, 167, 170, 179, 180 FaB 1241-1440 in fünf Chargen

Kontakt	Temp.	Si-Kont.	Spalt- akt.	Beurteilung	Ofen- blatt
La 8488 - 8527	18,5	82	118	hervorragend	5530
8528 - 8567	18,5	68	98	hervorragend	5577
8568 - 8607	18,0	71	123	hervorragend	5590
8608 - 8647	18,0	70	121	hervorragend	5625
WPS 165 1241-1280	19,0	61	73	genügend	5524
167 1281-1320	19,5	62	62	genügend	5541/5529
170 1321-1360	19,0	76	81	hervorragend	5567
179 1361-1400	18,5	93	84	sehr gut	5591
180 1401-1440	18,5	77	102	hervorragend	5592
TPI aus FaB A 62 neue 100 3-Probe	20,5	58	40	unbrauchbar wird wiederholt	5502
S 2074 6434 ge- brannt	19,5	58	58	ungenügend	5615

2.) Neue Benziniierungskontakte.

Versuche von Herrn Dr.v.Füner, die technische Herstellung des Kontaktes 6434 zu vereinfachen, haben zu Kontakten geführt, bei denen das Wolfram nicht als Gelbsalz aufgeschmolzen wird, sondern bei dem die Wolframsäure in HF gelöst und diese Lösung auf Terran aufgetränkelt wird. Derartige Kontakte zeigten bisher sowohl in geschwefelten wie in ungeschwefelten Zustand bei der Spaltung von Erdöl-Gasöl mindestens ebenbürtige Ergebnisse wie der 6434 der alten Herstellung.

Von Herrn Dr.v.Füner und Dr. Litzner wurde eine größere Anzahl $SiO_2-Al_2O_3-Fe_2O_3$ -Kontakte hergestellt und mit 0,50 und 100 Äquivalent-Prozent HF, bezogen auf Al + Fe, versetzt. Hierbei zeigte sich, daß die mit 100 % HF versetzten Kontakte jeweils am schlechtesten, die mit 50 % HF versetzten jeweils am besten spalteten. Unter diesen Kontakten befanden sich einige mit besserer Spaltaktivität wie 6434, die auch für die Verarbeitung von vorhydriertem Steinkohlens-Flüssiggasgemittelöl geeignet sind (Versuch, geringfügiges Abklingen). Weitere Versuche über den Einfluß des Verhältnisses Al:Fe und über den Einfluß verschiedener Mengen HF-Zusatz sind in Angriff genommen.

3.) Prüfung eines wolframhaltigen ANIO-Kontaktes aus Livorno.

Ein Kontakt der ANIO aus Livorno, der sich von unserem 6434 durch geringeren Wolframgehalt unterscheidet (4,85 Gewichtsprozent WO_3) spaltet ebensogut wie unser 6434. Weitere Ergebnisse stehen noch aus.

4.) Prüfung neuer Vorhydrierkontakte.

In den Bleibädern wurden eine Anzahl Kontakte, deren Verhalten bei der Schwerölsplattung Gegenstand einer weiteren Untersuchung sein soll, auf ihre Vorhydriereigenschaften geprüft. Infolge Leutmangel mußten die Öfen öfters ohne Einlauf gehen, sodaß die vorliegenden Werte nur als vorläufige Resultate gelten können.

Kont./I Nr.	8376 auf Träger	Spez.Gew.	AP M'61 °C	Siedebeginn/ Siedende °C	% -180° % -150°
9260/1827	8500+M-Silikat 1:1	0,845	47	86/291	36/22
9262/1832	" " " 1:3	0,816	49,5	84/286	44/32
9261/1837	" " " 3:1	0,936	48,5	96/304	31/20
9226/1842	8500 + 6752 1:1	0,872	27,5(?)	105/315	24/13
9264/1847	8500 + 6752 1:3	0,840	45,5	97/296	32/18
9263/1852	8500 + 6752 3:1	0,846	43	102/301	27/14

5) Darstellung von Chlorcoronen.

Für Kontaktversuche in B-Bomben wurde Chlorcoronen im Labor aus Coronen hergestellt.

Coronen wird in $COCl_2$ suspendiert und unter Sieden am Rückfluß Chlor eingeleitet. Zur Beschleunigung der Reaktion wird mit einer Hochwatt-Lampe bestrahlt. Das Chlorieren wurde während 12 Stunden fortgesetzt und ein Gemisch mit 27,5 % Chlor erhalten, was dem Ersatz von etwa drei Atomen Wasserstoff durch Chlor im Coronen-Molekül entspricht.

6) Benzinierung von 5058/8376-B Mittelöl aus Merseburg.

Wir erhielten von Merseburg am 23.12.1943 den Abstreifer der 5058/8376-Vorhydrierkammer 11. Das Produkt wurde in Benzin $-150^\circ C$ und Mittelöl über $150^\circ C$ zerschnitten. Das Mittelöl mit AP 54 und Basenzahl (Nac) 2,7 wurde unter den üblichen Bedingungen über Kontakt 6434 benzinert. Die Benzinierbarkeit betrug ca 60 (kein Abklingen in 14 Tagen) und ist danach als gut zu bezeichnen.

7) Benzinierung von 5058/8376-B-Mittelöl aus Gelsenberg.

Vorhydrierabstrgifer der 5058-8376-Kammer aus Gelsenberg wurde in 30% Benzin $\sim 150^\circ$ und B-Mittelöl über 150 zerlegt und das B-Mittelöl (A.P. 48,5, Basenzahl 0,0) unter den üblichen Bedingungen über Kontakt 6434 benziniert. Die Benziniierbarkeit betrug (ohne Abklingen in 13 Tagen) 72, ist also sehr gut. Weitere Ergebnisse stehen noch aus.

8.) Vorhydrierung und Benzinierung von Brüxer Produkten.

Wir erhielten von Brüx am 23.12.1943 das Einspritzprodukt für die Vorhydrierung (P 1588), das rohe Schwelereimittelöl (P 1397 rohes Schwelereimittelöl) und das abgestoßene Waschöl (P 1397 abgestoßenes Waschöl). Alle drei Produkte (das rohe Schwelereimittelöl nach Redestillation) wurden im 1-1-Ofen über Kontakt 8376 bei 21,5 und 22,5 MV aufhydriert, die Anfallöle in Benzin und Mittelöl zerlegt und die B-Mittelöle in 50 ccm-Öfen benziniert. Die Versuche sind bereits abgeschlossen, größere Untersuchungen stehen fast alle noch aus. Bisher stehen folgende Ergebnisse fest:

Ausgangsprodukt	P 1588		P 1397 rohes Schwel.-M'öl		P 1397 Waschöl	
Phenolgehalt (%)	24,5		19,8		30,5	
Arsengehalt (%)	0,002		0,021		0,003	
%-Gehalt an Ungesättigten	32,5		55,0		40,5	
Vorhydrierung bei MV	22,5	21,5	22,5	21,5	22,5	21,5
% Benzin im Anfall	31,3	31,0	37,6	?	15,3	14,5
B-Mittelöl: AP	59,5	59,0	61,8	ca 58,5	55,5	57,0
Phenole	0,002	0,001	0,006	ca 0,07	0,01	0,024
Basenzahl	0,0	0,0	-	-	-	6,1
Benziniierbarkeit	80	78	39	32	76	66

Die Vorhydrierungen mit dem P 1588 und dem abgestoßenen Waschöl verliefen einwandfrei. Die Versuche mit dem rohen Schwelereimittelöl ließen sich nur mit stark gesteigerter Temperatur fahren, vermutlich wegen des hohen Ungesättigtengehaltes des Öls. Dadurch war ein wesentlicher Teil des Ofens auf Untertemperatur. Dies mag die relativ schlechte Benziniierbarkeit des B-Produktes bedingen. Untersuchungen hinsichtlich Abscheidung von Arsen in der Vorheizerschlange sind im Gange. Die Vorhydrierversuche von insgesamt 30 Tagen Dauer ergaben jedenfalls, daß sich die Brüxer Öle bei wesentlich tieferen Temperaturen einwandfrei vorhydrieren lassen, als es zur Zeit in Brüx der Fall ist.

9.) Benzinierung von galizischem Erdöl-A-Mittelöl (Turasowk.).

A-Mittelöl 150-325° aus galizischem Erdöl wurde über Kontakt 6434 unter den üblichen Bedingungen benzinert. Das Öl hat A.P. ca 51, ist also als asphaltbasisch zu bezeichnen. Die Benzinierbarkeit betrug 40, ist also etwa ebensohoch wie bei den meisten deutschen gemischt- oder asphaltbasischen Erdölen. Weitere Untersuchungen, insbesondere auch die genauere Untersuchung des A-Mittelöls, stehen noch aus.

Wie hoch der S-Brenzinhalt? Aromatengehalt?

10.) Systematische Untersuchungen über Vorhydrierung.

Versuche über die Temperaturabhängigkeit der Vorhydrierreaktion an den Kontakten 5058, 7846 und 8376 wurden abgeschlossen. Der Bericht erscheint in den nächsten Tagen.

Ein Versuch über die Durchsatzabhängigkeit der Vorhydrierreaktion am Kontakt 8376 wurde angefahren. Bisher zeigte sich, daß der Kontakt 8376 bei 22,5 MV bedeutend weniger auf Durchsatzänderungen reagiert als der Kontakt 7846. Bei Durchsatz 0,4 wurde B-Mittelöl mit A.P. 51 erhalten, bei Durchsatz 1,2 B-Mittelöl mit A.P. 46,5. Weitere, insbesondere Raffinationsergebnisse, stehen noch aus.

11.) Zur Systematik des WS₂ als Katalysator.

a) Ein 5058 Kontakt, der in der Weise hergestellt worden ist, daß Gelbsalz in Gegenwart von H₂ und Benzoldampf zersetzt und abgekühlt wurde, verhielt sich hinsichtlich Spaltung von Erdölgasöl, sowie hinsichtlich Raffination von Steinkohleverflüssigungsmittelöl genau so wie ein guter 5058 Kontakt der laufenden Produktion.

b) Anknüpfend an etwa 1 Jahr zurückliegende Beobachtungen über die polymerisierende Wirkung von 5058 unter normalen Hydrierbedingungen wurden gemeinsam mit Dr. Boente erneut systematische Versuche aufgenommen. Es hat sich bestätigt, daß bei der Hydrierung von Tetralin bei 14 MV etwa 20-30 % höher als Tetralin und zwar bis über 360° sindende Substanzen entstehen.

Weitere Versuche mit Benzol, Cyclohexan und Diisobutylen haben ergeben, daß auch bei diesen Substanzen offenbar Polymerisations- bzw. Kondensationsreaktionen stattfinden. Die Untersuchung der Produkte wird zur Zeit von Dr. Boente durchgeführt.

12.) Versuche über den Einfluß höherer Aromaten und Hydroaromaten auf die Benzinierbarkeit von Mittelölen.

Bei der Spaltung von Abstreiferschweröl Vakuumdestillat über Katalysator 8376 bei 600 atm wurden Mittelöle mit Endpunkt 330° erhalten, die trotz guter Raffination (Basenzahl unter 10) über 6434 nicht oder nur sehr schlecht zu benzinieren waren. Da bei dieser 600 atm-Verarbeitung von Steinkohleschweröl Coronen und andere hochkondensierte Aromaten bzw. Hydroaromaten auftreten, war zu vermuten, daß

solche Substanzen für die Kontaktschädigung des 6434 verantwortlich zu machen sind (siehe Tätigkeitsbericht Februar-März 1943). Dr. Donath hat festgestellt, daß eine um 300° siedende Fraktion des 600 atm Abstreifers der Schwerölverarbeitung aus Perhydropyren besteht und hat uns für Benzinierungsversuche größere Mengen dieser Substanz zur Verfügung gestellt. Bei der Benzinierung einer 1% Lösung von Perhydropyren in vorhydriertem Steinkohleverflüssigungsmittelöl (P 1271/8376-B-Mittelöl) zeigte sich, daß diese Substanz über 6434 glatt gespalten wird und keinen kontaktschädigenden Einfluß ausübt. Auch eine 5%-ige Perhydropyrenlösung scheint sich glatt benzinieren zu lassen. Die Versuche werden fortgesetzt.

Außerdem sind Versuche mit Pyren und anderen kondensierten Aromaten und Hydroaromaten in Angriff genommen.

13.) Versuche zur Herstellung von Spezialtreibstoffen.

Auf Grund einer Anfrage von Dr. Becker, Leuna, war zu prüfen, unter welchen Bedingungen der Vorhydrierungsabstreifer Merseburg (P 1521) über Kontakt 6434 möglichst weitgehend zu einem Produkt mit den Siedegrenzen 180-250° verarbeitet werden kann.

Eine quantitative Überführung der Fraktion über 250° (C-Zahl 14-19) in die Fraktion 180-250° (C-Zahl 13-14) ist schon aus theoretischen Gründen unmöglich. Die Spaltung in den erwünschten Siedebereich gelingt aber mit schätzungsweise 50 % Ausbeute, wenn man sehr niedrige Spalttemperaturen zwischen 16,5 - 17,5 MV anwendet. Kontaktabklingen ist dabei nicht zu befürchten.

Das bei einem Versuch über 6434 verarbeitete Produkt enthielt noch beträchtliche Mengen unter 250° siedender Anteile. Um eine einwandfreie Beurteilung zu ermöglichen, wird der Versuch zur Zeit mit einem schärfer abgeschnittenen Produkt wiederholt.

14.) Spaltung von Äthylen- und Propylenschmieröl über Kontakt 8376.

Wir erhielten von Dr. Hirschberger je einige kg Äthylen- und Propylenschmieröl zur Spaltung über Kontakt 8376 zu Produkten im Siedebereich von 250 & 300 und 300 - 350° für Prof. Czerny in Frankfurt a.M. Für die Spaltung waren bei diesen Versuchen Temperaturen erforderlich, die mindestens 1 MV höher liegen als bei den von Dr. Donath ausgeführten Vorversuchen.

Die Produkte wurden an Dr. Hirschberger zurückgegeben.

15.) Verarbeitung von Steinkohleabstreiferschweröl über festangeordneten Kontakt.

Der Versuch im Ofen 327 (Ofenblatt 5312) läuft bis jetzt bei einer Betriebsdauer von 140 Tagen störungsfrei. Dieser Versuch hat ebenso wie eine Anzahl anderer Versuche mit verschiedenen Schwerölen gezeigt, daß sowohl bei 600 als auch 250 atm der Kontakt 8376 ohne störendes Abklingen bei relativ hohen Temperaturen gefahren werden kann. Die maximal zulässige Temperatur scheint mit 25,5 MV noch nicht erreicht zu sein.

Die wichtigsten Versuchsergebnisse der Fahrperiode Januar - Februar sind in nachfolgender Tabelle kurz zusammengestellt.

Betriebs- tage	Temp. MV <i>Druck 600 atm</i>	Du	Rü	Im Anfall		Leistung bis		Spez. Gew. vom Anfall bei 70°	Anf. Gesamt	Endp. 81
				%-360°	%-330°	-360°	-330°			
91-107	23,5-24,5	0,8	>360 9:1	90	66	0,72	0,53	0,872	54	52
108-126		0,8	>325 2:1	89	60	0,71	0,48	0,880	56	53
127-140		1,2	>360 9:1	85	57	1,02	0,68	0,898	43	41

Das in Betriebsperiode 53 - 76 Betriebstag bei Durchsatz 0,8 erhaltene B-Produkt ließ sich nach Redestillation bis 330° gut benziniieren. Bei 20,0 MV wurden 65 % siedegerechtes 150° Benzin erhalten.

Das Produkt von 91-126 Betriebstagen ließ sich nach Redestillation bis 330° schlecht benziniieren. Nach Waschen mit 50%iger Schwefelsäure konnte dieses Produkt bei 20,5 MV gut benziniert werden. Ebenso bewirkt eine nochmalige Redestillation auf Endpunkt 310°, daß das Produkt bei 19,5 MV benziniert war.

16.) Verarbeitung von rumänischem Rohöl über Kontakt 8376 bei 600 atm.

Bei früheren Versuchen wurde festgestellt (vgl. Tätigkeitsberichte vom September-Dezember 1943), daß rumänisches Rohöl sich bei Durchsatz 0,8 über Kontakt 8376 bei 600 atm zu einem ausgezeichneten benziniierbaren Produkt mit Endpunkt 340° verarbeiten läßt. Diese Versuche sind erneut aufgenommen worden, mit dem Ziel, bessere Leistungen in der 600 atm Spaltstufe zu erhalten. Zur Zeit läuft ein Versuch bei Durchsatz 1,2 und 23,0 - 24,0 MV, wobei ein reines Produkt mit spez. Gewicht 0,795 bei 70° und Anilinpunkt 87 erhalten wird. Der Anfall enthält 70 % bis 360° und 55 % bis 325° siedende Anteile. Durch Temperatursteigerung wird sich die Spaltleistung noch weiter erhöhen lassen.

17.) Verarbeitung von rumänischer Pacura und estnischem Schieferöl über festangeordneten Kontakt.

a) Um eine bessere Temperaturstaffelung im Kontaktraum zu erzielen, werden die Versuche zur Verarbeitung von rumänischer Pacura im Zwei-ofensystem fortgesetzt, wobei folgende Bedingungen eingehalten wurden:

Druck 250 atm

Durchsatz bezogen auf beide Öfen 0,6

Temperatur: Ofen I 23-24 MV gestaffelt

Ofen II 25-25,5 MV

Rückstand > 360° 3 : 2 vor dem II. Ofen.

Das bei diesen Bedingungen erhaltene weiße bis hellgelbe Anfallprodukt hatte folgende Eigenschaften:

spez. Gewicht	0,790/70
A.P. Gesamt	78°
A.P. 180-330°	66
Siedebeginn °C	115
% - 325	57
% - 330	62
% - 350	70
% - 360	78
Neuleistung bis 325°	0,27
Neuleistung bis 350°	0,30.

Das aus dieser Fahrweise erhaltene B-Mittelöl ließ sich nach Redestillation auf Endpunkt 325° bei 19,5 MV sehr gut benziniern. (Benzinierbarkeit 70).

b) estnisches Schieferöl.

Die Verarbeitung von estnischem Schieferöl bei 600 atm zeigte folgende Ergebnisse:

Produkt	Temperatur	Du	Farbe des Anfallies	spez. Gew. 170	A.P. 180-330	N Ac	Im Anfall	
							>325°	>350°
estnisches Schieferöl + Ru >325° 3:2	23,5-24,5	0,5	schwarz braun	0,840	56	200	50	64
estnisches Schieferöl + rum. Pacura + Ru >325° 3:3:4	24,5-25,5	0,5	gelb	0,806	67	-	56	69
rumänische Pacura + Ru >325° 3:2	24,5-25,5	0,5	hellgelb	0,785	75	-	44	55

Aus diesen vorläufigen Ergebnissen ist zu schließen, daß estnisches Schieferöl ebenso wie eine Mischung mit rumänischer Pacura sich bei 600 atm nicht mit befriedigender Leistung zu benziniertem Produkt verarbeiten läßt. Im Vergleich zum 250 atm Versuch wurde rumänische Pacura anschließend an den Versuch mit estnischem Schieferöl bei 600 atm gefahren. Dieser kurze Versuch zeigt, daß durch das Fahren mit estnischem Schieferöl eine starke Kontaktschädigung eingetreten ist. Demnach erscheint die Verarbeitung von estnischem Schieferöl nach dieser Fahrweise wenig aussichtsreich.

18.) Hydrierende Spaltung von Schweröl mit gleichzeitiger Destillation bei 550 atm H₂-Druck.

(siehe Tätigkeitsbericht November-Dezember 1943)

a) Einspritzung: 320 g Vakuumdestillat (800 l H₂/Stunde)
 Druck: 550 atm
 Temperatur: 23,5 MV
 Durchsatz: 0,5

Rückstand: braun				Destillat: gelb							
g/Std	spez. Geg./70	% -350	% 360	g/Std.	spez. Geg./70	A.P. 180-330	Siedebeg.	% -325	% -330	% -350	% 360
50-80	0,960	29	41	230-260	0,868	56	120	52	60	80	88

b) Einspritzung: 400 g Abstreiferschweröl/1200 l H₂/Stunde
 Temperatur : 25 MV

Rückstand: dunkelbraun				Destillat: gelb bis braun							
g/Std	spez. Geg./70	% -350	% 360	g/Std.	spez. Geg./70	A.P. 180-330	Siedebeg.	% -325	% -330	% -350	% 360
120	0,996	29	38	250	0,882	48	116	66	71	86	92
Temperatur: 26,0 MV											
60-100	1,040	35	44	280-300	0,888	22	105	73	77	86	91

19.) Versuche zur Herstellung von Vaseline durch Druckhydrierung von Paraffingatschen.

Im Juni 1942 wurde bei der Raffination von Petrolatum Lützkendorf (P 1522 vom 11.6.1942) bei 600 atm H_2 Produkte über Kontakt 8376 erhalten, die nach Feststellungen von Dr. Eisenhut allen Anforderungen des DAB an Vaseline für medizinische Zwecke entsprechen.

Nachdem neuerdings die technische Herstellung von Vaseline von besonderem Interesse ist, wurden die Versuche erneut aufgenommen.

a) Wir erhielten von Dr. Eisenhut ein Petrolatum Lützkendorf vom 22.2.1944, das in seinen Eigenschaften dem oben erwähnten Produkt ähnlich ist. Bei der Verarbeitung dieses Produktes konnten die obigen Ergebnisse bestätigt werden. Es wurden weiße bis grünlichgelbe Produkte von vaselinartiger Beschaffenheit erhalten.

Dr. Eisenhut ist z.Zt. mit der Untersuchung des anfallenden Produktes beschäftigt. Ein erster Tipversuch bei 250 atm hat gezeigt, daß es offenbar auch bei 250 atm möglich ist, aus obigem Produkt eine brauchbare Vaseline herzustellen. Die nähere Untersuchung des 250 atm Produktes ist in Arbeit.

b) Es wird versucht, auch aus anderen Ausgangsmaterialien, wie z.B. Erdöl-, Braunkohle- und Syntheseparaffingatschen und -Rückstandsparaffinen vaselineartige Produkte zu erhalten, indem bei Verarbeitung über Kontakt 8376 Zusätze verschiedenartiger Produkte im Mittel- und Schwerbleiebereich angewandt werden. Nach den bisherigen Ergebnissen scheint eine Beeinflussung der Konsistenz, der mikroskopischen Struktur und insbesondere der Kristallform des ausgeschiedenen Paraffins im erwünschten Sinne möglich zu sein.

20.) Versuche im Drehautklaven.

a) Kohlehydrierung.

Bei Schoßener Kohle (Zweckel) läßt sich 0,06 % Zinnoxalat + 1,15 % Ammonchlorid praktisch vollwertig durch 0,5 % Zinkoxalat + 2,1 % Eisenchlorür ($\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) ersetzen.

0,06 % Zinnoxalat + 1,7 % Ammonarsenfluorid (0,75 % P) ist im Vergleich zu 0,06 % Zinnoxalat + 0,75 % Chlor als NH_4Cl nur wenig ungünstiger; Weglassen des Zinns gibt bei Ammonarsenfluorid in Asphalt und Spaltung sehr viel ungünstigere Daten.

Die Untersuchung der Anfallprodukte bei einem Kohlehydrierversuch mit Arsenrichlorid als Kontakt zeigte, daß weitaus der größte Teil des angewandten Arsens in den Hydrierrückstand geht, während im Öl nur sehr wenig und im Gas garklein Arsen gefunden wurde.

Zwei eingegangene Kohleproben der Grube "Gute Hoffnung" (früher Janina) gaben bei der Prüfung auf ihre Hydrierbarkeit ebensogünstige Ergebnisse wie eine frühere Probe vom 12.4.1943. Im Vergleich zu oberschlesischer Hydrierkohle K 1242 wurden in Abbau, Asphalt und Vergasung günstigere Daten erhalten. Beide Proben sind als Hydrierkohlen sehr gut geeignet.

Bei 600 atm Druck und oberschlesischer Hydrierkohle (K 1242) wurden mit Arsenverbindungen etwa gleiche Ergebnisse wie mit der Eisenkontakten erhalten. Arsensulfid war etwas besser als Arsenoxyd. 1,2 % FeSO_4 + 1,7 % Ammonarsenfluorid war in Asphalt, Spaltung und Vergasung günstiger als die Eisenkontaktkombination. Ebensogünstig war 0,5 % Zinkoxalat + 1,0 % $\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$; lediglich bei der Vergasung war etwas höher. Ein Versuch mit 2 % 7019 (A-Kohle Chrom-Vanadin), der im Hinblick auf Pölitz ausgeführt wurde, gab in Abbau, Spaltung und Vergasung ungünstigere Daten als die Eisenkontaktkombination.

3 von Prof. Heinze, Institut für Braunkohlen- und Mineralölforschung, erhaltene rumänische Kohleproben werden z.Zt. auf ihre Eignung für die Hydrierung untersucht. Die Kohlen liegen im C-Gehalt zwischen 68 und 79 % auf Reinkohle. Die Probe mit 68 % C hat nach der Elementaranalyse Ähnlichkeit mit rheinischer Braunkohle und dürfte eine lignitische Braunkohle sein. Sie unterscheidet sich durch höheren Wasserstoffgehalt und etwas höheren Schwefelgehalt von rheinischer Braunkohle, ferner ist die Alkalität wesentlich geringer. Auf Grund dieser Unterschiede kann dieser Kohle günstigeres Hydrierergebnis vorausgeschätzt werden. Die Probe mit 72,3 % C hat pechglanzkohleähnliches Aussehen und nach der Elementaranalyse Ähnlichkeit mit C-ärmerer Sudetenkohle, die Alkalität ist ebenfalls geringer.

Die dritte Probe mit 79,5 % C hat Steinkohlecharakter und ist vermutlich eine Pechglanzkohle; diese Kohle gab mit SnO₂+Cl₂ bei 350 atm Druck ähnliche Hydrierergebnisse wie Scholvener Hydrierkohle; im Abbau liegt sie günstiger.

b) Teerhydrierung.

2 Holsteerproben von Schweden gaben im Vergleich zu Brüxer Teer bei der Hydrierung mit Grudekontakt bei 435° C ebensogünstige Asphaltreduktion, ähnliche Spaltung zu Benzin und Mittelöl und Vergasung. Die Anfallprodukte aus Holsteer sind etwas wasserstoffärmer und enthalten mehr niedrigsiedende Anteile. Über festem Kontakt (K 8376) wurde bei 383° C bessere Spaltung und ein wesentlich stärker aufhydriertes asphaltartiges Produkt mit nur 0,6 % Phenolen erhalten.

Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Bericht Nr.	Datum	Titel
Gth 22170 1	4.1.1944	Verarbeitung von Sumpfmittelöl aus rumänischem Rohöl P 1490 über 8376/6434 bzw. 6434/6434
Gth 22171 1	5.1.1944	Über den Einfluß des Schwefelzusatzes bei der Benzinierung über Kontakt 6434
Gr 22202 1	5.1.1944	Ersatz von Ammonchlorid bei Scholvener Kohle
Gth 22191 1	6.1.1944	Benzinierung von A-Mittelölen aus ungarischer Rohölen
Tro 22224 1	25.1.1944	Verarbeitung von Böhleener Teer P 1238 bei 250 atm über Kontakt 8376
Gr 22207 1	28.1.1944	Aschebilanzen von Autoklavenversuchen mit Steinkohle
Gr 22257 1	16.2.1944	Untersuchung einer Probe Abschlamfestes als Kontakt für Rhein-Braunkohle
Gr 22267 1	16.2.1944	Hydrierergebnisse von zwei Kohleproben der Grube "G...e Hoffnung" (früher Janina) im Drehtautkaven
Gth 22287 1	19.2.1944	Neue Benzinierungskontakte, wolframfreie Benzinierungskontakte der Zusammensetzung Oxyd-Fluorid Gemische des Si, Al und Fe
Gr 22283 1	19.2.1944	Hydrierversuch im Drehtautkaven mit Ammonborfluorid als Kontakt bei Steinkohle.

*J. P. Müller*Abschlammdestillation.

1. Bericht.

Zusammenfassung:

Das in Dkt 735 469 beschriebene Verfahren zur Hochdestillation mit überhitztem Wasserdampf wurde auf seine Eignung für die Destillation von Kohleabschlamm geprüft.

Es gelang, 75 - 82 % des Abschlamms (als Differenz Abschlamm minus Destillationsrückstand, verlustfrei gerechnet) unter geringer Spaltung als feste- und asphaltarmes Destillat überzutreiben. Die Vakuumdestillation würde eine um 25 % geringere Ausbeute ergeben. Daneben wurde ein in der Hitze dickflüssiger hochasphalthaltiger Destillationsrückstand erhalten, der als Brikkettiermittel geeignet ist, vielleicht aber auch extrahiert oder im Kugelfofen verschwelt werden könnte.

Wenn auch die Versuche durch den Mangel an geeigneten Förderungen und durch Gasstörungen infolge von Alarzen beeinträchtigt wurden, so ist doch zu erkennen, daß der temperaturempfindliche Hydrierabschlamm auch bei sehr hoher Strömungsgeschwindigkeit zur Verkokung in der Mischstrecke neigt, wenn die in der Patentschrift genannten Temperaturen - 600° für den Dampf, 500° Mischtemperatur - teilweise überschritten werden. Bedingungen, unter denen ein dem Schwelrückstand des Kugelfofens zu ölfreier Destillationsrückstand erhalten werden kann, sind deshalb bisher noch nicht gefunden worden.

Weitere Destillationsversuche auch in dieser Richtung und Versuche zur Prüfung der Anreibeölqualität des Destillates sind in Arbeit bzw. in Vorbereitung.

Gemeinsam mit
Dipl.-Ing. Orth
Er. Schiffmann

gez. Hupfer
" Leonhardt

J. P. Müller

In DRP 735.469 der Rütgerswerke (Erfinder Kahl) ist ein Verfahren beschrieben, nach welchem die Destillation schwerflüchtiger Öle ohne nennenswerte Zersetzung dadurch ermöglicht werden soll, daß das Öl durch Mischung mit einem als Wärmeüberträger dienenden indifferenten Gas oder Dampf in Bruchteilen von Sekunden aufgeheizt und dadurch ohne Krackung verflüchtigt wird. In den beschriebenen Beispielen werden auf 370 - 380° vorgeheiztes Steinkohlenhochtemperaturpech, Braunkohlenteerpech oder Erdölbitumen mit Hilfe einer düsenartigen Vorrichtung in einen auf 600° erhitzten Wasserdampfstrahl eingesprüht, wobei auf 1 Gewichtsteil Pech 1,1 - 1,4 Gewichtsteile Wasserdampf verwendet wurden. Aus den spezifischen Wärmen und der durchschnittlichen Zusammensetzung solcher Rückstände errechnen sich für diese Beispiele Mischtemperaturen von rd. 495°. Das Pech-Dampfgemisch durchströmte eine Mischstrecke von rd. 200 cm Länge mit einer Geschwindigkeit von ungefähr 5 m/sec, sodaß das Gemisch etwa 0,04 Sekunden auf Arbeitstemperatur blieb. Dann trat es in eine Ausdehnungskammer seitlich ein, wo es auf eine Temperatur von etwa 400° gebracht wurde. Hier trennten sich die an Kopf abziehenden Dämpfe von den unverdampften Rückständen. Es wurden aus den Pechen bei 1-2 % Verlust 30-40 % un-
 verdampftes Hartpech erhalten, das unserer Schätzung nach aus 40 - 60 % Festem und einem hochasphaltartigen Öl bestehen dürfte, sowie ein hochviskoses Öl. Die Ölansorte ist somit höher, als sie nach anderen schonenden Destillationsverfahren, z.B. mit Vakuum, gewonnen werden könnte. Durch Vermischen von Destillat und Rückstand aus Steinkohlenteerückstand wurde das Ausgangs-pech mit den ursprünglichen Eigenschaften wieder erhalten, ein Zeichen dafür, daß hier tatsächlich keine Zersetzung eingetreten war.

Es erschien lohnend, dieses Verfahren auf seine Eignung für die Rückstandsaufarbeitung zu prüfen, dann es eröffnet die Möglichkeit, durch Destillation des Abschlammes ein fest- und asphaltartiges Rücklauföl zu erhalten, dessen Verwendung eine Steigerung des Kohledurchsatzes bei gleichbleibender Brückenarbeit und Feststoffkonzentration des Breies und eine Verminderung der Vergasung durch den Verzicht auf die Rückführung hochkondensierter Asphalte in den Hochdruck erhoffen läßt. Dabei wäre die Frage noch offen, ob es gelingt, den Destillationsrückstand soviel Öl zu entziehen, daß seine Verschmelzung nicht mehr lohnend erscheint, oder er mit größerer Gleichheit in Kugelföfen oder als Kristallisationsmittel für nicht-backende Kohle eingesetzt werden soll.

Versuchsresultate.

Die Versuchsbedingungen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Von vornherein war zu erwarten, daß die Hydrierabschlüsse bei hohen Temperaturen leichter versetzlich sind und damit eher zu apparativen Störungen führen als Teerückstände, die hohe Temperaturen bereits bei niedrigen Drücken erfahren haben. Deshalb wurden im Gegensatz zu den Beispielen der Patentschrift höhere Geschwindigkeiten in der Mischstrecke und damit kürzere Verweilzeiten auf Arbeitstemperatur eingestellt. Dies bedingte ein Einfahren des Gemischstrahles von oben nach unten in den Abscheider, um ein Ankleben des Rückstandes an der gegenüberliegenden Wand des Gefäßes zu verhüten (s. Apparaturbeschreibung).

Die Schmelze von Benzol und Mischtemperatur hat sich
 destilliert. Der Rest auf 32,5 % von 4 schlaesil (wieder verlust-
 27) gerechnet) verbleibt (u. Tabelle 2). In das spezifische Gewicht
 auf 1,0 zeigt (Tabelle 4), was in mehr schwarsiedende Bestandteile
 als in Versuch 2 übergegangen, der Analyse nach auch etwas Asphalt
 15 % von Asphalt des Abschlusses fand sich im Destillat. Der Rest
 ist in der Gas des vorausgegangenen Versuchs. In mittel-
 und hoher Schmelze schmelzt das so zur Verfügung, der Schmelze eine
 Schmelze ist aber von rd. 50° nicht wesentlich überschritten werden
 zu dürfen. In der abschließenden Schmelze und nicht bei 50° werden
 1,0 g in der Hitze schmelzen und mit einem Erweichungs-
 punkt von 160° (unv. - unv.) an, der sich nach dem Versuch von
 der als Erweichungsmittel für nicht hochschmelzende Kohlensäure. Der
 Restteil enthält zu 73 % aus s-Asphalt (Tabelle 5). Der Rest noch
 besteht aus leichtem Asphalten und schwerer, als bei Vor-
 versuch 2. In Destillat und Toluol sind die beiden was nachfolgend.

Unter gleichbleibenden Umständen wurde als Versuch 4 von nur
 2,0 g - s-Asphalt (Tabelle 5) zur Verfügung, der bei Beginn
 der Versuchszeit die Schmelze aus der verlassen. Die Schmelze war nicht
 mehr als 20% zu den Gasen des vorausgegangenen Versuchs. Ihre Ver-
 zusammensetzung auf einem nach 1 g schmelzenden Asphalten festzustellen
 wurde die im letzten Teil des Versuchs zu einem Gas der Schmelze einzu-
 treten. Der Rest enthält 32,0 % Asphalten und ganz. In dem Gas 67%
 von Asphalten flüchtig sind, der Rest war verbleibt. In der
 Schmelze diesmal auf nur 300° geschmolzen werden, enthält der
 Erweichungspunkt nur 45° Restes. In der Gas der Versuchsträger,
 das die in Patent genannte Mischtemperatur von rd. 400°
 erreicht und geschmolzen werden.

Versuch 5. Die weiteren Versuche sollten in besonderem Maße
 darauf abzielen, die Verlebung der Asphalten zu vermindern. Hierfür
 wurde die Geschwindigkeit auf etwa das Doppelte (120 m/sec) erhöht.
 Diese Geschwindigkeit war fast das Doppelte, auf 0,120 g/kg Asphalten
 verbleibt, so daß nun das Asphalten-Gas-Mischgut mit gegenüber dem
 geschmolzen relativ geringen Gasgehalt mit aus der Schmelze austrat.
 Diese sollte verändert werden, daß der Asphalten in der Gas der
 Mischung gegenüberliegendem Vorwand der Versuchsträger gegen Osten
 sich nicht festsetzt und verbleibt. Es zeigte sich, daß bei dieser
 Richtung des Gasstrahles kurzfristiger Asphalten aus der Schmelze an einer
 Stelle der Versuchsträger und evtl. der Übergang in Asphalten
 verbleibt und dies führt, obwohl die Mischtemperatur diesmal nur
 wenig über 50° lag.

Der darauffolgende Versuch 6 zeigte indes, daß es möglich
 ist, trotz des nun entgegenlaufenden Gasstrahles zu fahren. Er lief
 ungestört fast 20 Minuten und beendete sich durch plötzliche Ver-
 stopfung des Gasstrahles und der Misch, die durch momentane Abstei-
 gen des Gasstrahles und damit des Gasdurchganges infolge Bliege-
 alarmes verursacht wurden. Gegenüber dem Versuch 5 bewirkte die
 Herabsetzung der Mischtemperatur um 20° auf 50° ein Sinken der
 Gasausbeute um rd. 5 % auf 77 % von Asphalten. Da weniger schwere
 Gas übergetrieben werden, fiel ein etwas leichteres Destillat an.

Sein Gehalt an Festem und an Asphalt blieb praktisch unverändert. Der Rückstand hatte erwartungsgemäß einen geringen Festgehalt (54 %) und sein Öl enthielt weniger Asphalt. Demgemäß besaß der Rückstand einen mit 140° etwas niedrigeren Erweichungspunkt. Die schonende Verarbeitung zeigte sich auch bilanzmäßig in einer geringeren Feststoffbildung. Auch blieb diesmal der Asphalt zu 80% erhalten. Die Erhöhung der Abscheidertemperatur von 377 auf 388° in Versuch 5 hatte somit keinen erkennbaren Einfluß auf die Resultate.

fa-t

In allen Bilanzen ergab sich ein Unterschub in der Ausgangsseite der Aschebilanz. Vermutlich wird bei der Destillation das Natriumsulfid durch den überhitzten Wasserdampf weitgehend zerstört, so daß bei der Veraschung des Festen keine Sulfatbildung (CaSO_4) mehr eintreten kann.

Nachdem sich die Empfindlichkeit der Apparatur gegen Schwankungen der Gasmenge gezeigt hatte, wurde in Versuch 7 das Gas weggelassen. Um dadurch die vergrößerte Gefahr des Zuges für die Düse zu vermindern, wurde der Abschläm kälter eingefahren (350°) und dafür die Dampftemperatur erhöht. Nach 2 Stunden fiel die KBR für mehrere Minuten aus, dadurch trat natürlich Verstopfung der Düse ein.

Im nächsten Versuch 8 wurde wieder mit Gas gefahren. Die Bedingungen unterscheiden sich von denen des Versuchs 6 durch niedrigere Brennfheizung und z.T. hierdurch bedingt höhere Dampftemperatur (627 gegen 575°) und außerdem höhere Mischtemperatur (518 gegen 504°). Während Versuch 6 nach 28 Stunden nur durch äußere Einflüsse zum Erliegen kam, war es hier nur 13 Stunden möglich, zu fahren. Es trat eine allmähliche Verstopfung der Mischstrecke ein und schließlich ging auch die Düse fast zu. Die in der Patentschrift genannten Temperaturen - 600° für den Dampf, 500° für die Mischung - dürfen demnach bei der Destillation des empfindlichen Hydrierabschlammes auch dann nicht wesentlich überschritten werden, wenn wie hier die Strömungsgeschwindigkeit in der Mischstrecke gegenüber den Patentbeispielen auf über das Zwanzigfache erhöht wird.

Da infolge der Verstopfung der Mischstrecke zeitweise weniger Dampf gefahren wurde, sind die Bilanzergebnisse dieses Versuches etwas ungünstiger als die des Versuches 6. Insbesondere zeigt sich eine Erhöhung der Neubildung an Benzolfestem, die vermuten läßt, daß auch unter diesem Gesichtspunkt eine Mischtemperatur von über 500-510° vermieden werden sollte.

Versuchsanordnung. (Umgebante Druckdestillation Lu 622).

In einem Gasvorwärmer, elektrisch beheizt, aufgewärmtes Gas mischt sich mit dem von der K.B.P. eingedrückten Abschläm. Dann gemeinsam durch 10er Rohr zum Vorheizler, Auf- und Ab-Schlange 10 x 24 x 6000 in elektrisch beheiztem Luftbad, von da zum Schlangeofen Auf- und Ab-Schlange 10 x 24 x 6000 in elektrisch beheiztem Luftbad, dann durch elektrisch beheizten Übergang zur Mischdüse. Dampfaufheizung in Dampfschlange in elektrisch beheiztem Luftbad hängend, dann abwärts durch 10er Rohr zur Mischstrecke.

Mischstrecke 24er Rohr, von oben in Abscheiderdeckel eingepaßt. In die Mischstrecke ragt bis zur Rohrmittle die Mischdüse, 4er Rohr, im Winkel von rd. 45° zur Rohrriechung eingeführt und zur Rohrriechung gekrümmt.

Abscheider 265 Ø, 1300 mm hoch, elektrisch beheizt, mit auswechselbarem Einsatz von 71 ltr. Inhalt. Dampfausgang oben durch den Deckel.

Weiterer Destillationsweg: durch Wasserkühler in eine Trennkolonne zur Scheidung von Öl und Wasserdampf. Ölabzug am Boden durch Schwanzhals, Dampfabgang am Kolonnenkopf, wieder durch langen Wasserkühler in ein Kondensationsgefäß (Leichtölgefäß), von da durch teilweise wassergelähnte Leitung über Dach.

Versuchsabanschreibung.Versuch 1.

9.3.44 4000 lit/Std. Nullgas durch Vorheizung. Temperaturen Gasvorwärmer 9 mV, Vorheizler 12 mV, Schlangeofen 19,5 mV.

10 kg Dampf/Std. durch Dampfeingang, Dampfschlange 34 mV.

Abscheider innen 20 mV.

Ab 15^h mit Einlauf: 8,5 kg/Std. Abstreiferschweröl von K₀ 804 aus schlesischer Kohle. Die Apparatur sollte zunächst mit einem sauberen Öl ausprobiert werden. Das Verhältnis Dampf : Öl ist das gleiche wie in den Beispielen der Patentschrift, ebenso wird die gleiche Temperatur eingestellt.

K.B.P. und Hydro ficula aus, wurden repariert.

24⁰⁰ umgestellt auf P 1598 v. 2.2.44 (Steinkohleabschläm aus Pölitz).

430 Ausfall beider Kl., Reparaturen.

10.3.44

215 umgestellt auf Abstreiferschweröl.

Nur KFP waren wieder ausgefallen, sollten mit
OI ausprobiert werden.

2200.3²⁰ wieder auf P 1598.

330 umgestellt auf Abstreiferschweröl.

Zur Spülung der Aufheizschlangen vor dem
Abstellen.

Gleichzeitig Dampftemperatur zurückgenommen und Apparatur
kaltgefahren.

11.3.44

Abscheiderersatz, ausgewechselt. In den Wänden hing eine
mehrere cm starke koksartige Schicht, die das Aussehen
nach durch gelegentliche Abschlaamspritzer entstanden
war. Im Einsatz unten befand sich eine schwarze feste
Masse mit spiegelglatter in der Mitte lochartig einge-
wölbter Oberfläche. Diese bestand aus dem beim Kalt-
fahren im Abscheider kondensierten Abstreiferschweröl.
Der Dampfstrahl blieb bis zum Boden des Abscheiders.
Mischstrecke ausgebeutet und gereinigt.
Wer unterhalb der Mischdüse weitgehend mit Koks besetzt.

Wieder eingebaut.

Die Verkokung der Mischstrecke ist vermutlich auf
das unregelmäßige Arbeiten der KFP und ungleich-
mäßige Dampfsufuhr zurückzuführen.

Versuch 2.

Angabe: 100 g. Wdr. Holzgas, 10 kg Dampf, Temperaturen wie bei Versuch 1.

12.3.33

Die LSP arbeiteten unregelmäßig, da sie nicht für drucklosen Betrieb gebaut sind und sich deshalb als Ansaugventile nicht schlossen. Durch Verstärken der Saugventilfedern und Durchschneiden der Ventile auf maximal 0,5 atm war ein besseres Arbeiten möglich.

16 lit mit Wasserdampf 1000 g, 1 kg/Std.

Im Reaktionsgefäß fand wieder ein Gemisch an von Wasser und untererleuchteter Öl.

Die Reaktionszeit ist offensichtlich klein dimensioniert.

Aus dem Reaktionsgefäß wurde ein wenig Wasser enthaltendes etwas hellbraunes Öl abgezogen wie bei Versuch 1.

21^a umgestellt auf Abstrahlvorrichtung zur Freispülung der Schlangen.

22^a ohne Einlauf. Koltzofahren, Gas und Dampf abgestellt.

15.3.44

Abscheiderinsatz umgebaut. In den Werten sah eine Stille Koksenlicht wie bei Gas 1. Auch bei Rückstrom am Boden hatte diesmal keine glatte Oberfläche und keine Einwölbung. Es sah kokertig aus.

Beide Schlangen des Verweilers gelötet, hatte keine Verkrustung. Das Aufheizen und Abschleppen unter den gewählten Bedingungen erscheint daher ungefährlich.

Aluminiumblech eingebaut. Unterhalb der Düse war sie wieder fast völlig mit hartem Kohle zugesetzt.

Abscheiderisolierung unten entfernt, um ein Verkoken des Rückstromes künftig zu verhindern.

Versuch 3.

11.4.44

- 4. ... kg/Std. ...
- 2 kg ...

Die ... sollte ...

11.4.44

... 16 kg/Std., da ...

14h mit ... 8 kg ...

... hoch ... 38 mV ...

Dabei ... der Dampf ...

... des ...

Die ... war ...

11.4.44

... des ...

Die ... ist also ...

Kaltgefahren.

Auscheidereinsatz ...

10.1.44. Dampfdruck 10 kg/Stk., war 1-2 cm unterhalb der Dampfdruckhöhe verengt. Es wurde gereinigt und wieder eingesetzt.

Vorgang A.

10.1.44. Angekocht, 8 kg Dampf/Stk., 2 kg Stk. Dampf/Stk., Dampfdruck 10 kg/Stk.

10.1.44. 2 Stk. mit Dampf 4 kg/Stk. 10 kg/Stk.

A sollte mit 1,5 Stk. mit Dampfdruck sein.

Die beiden Kessel werden sofort festgestellt werden, wo die Verengung der Dampfstrecke beginnt.

Vorgang B.

Die beiden Kessel werden sofort festgestellt werden, wo die Verengung der Dampfstrecke beginnt.

Die Verengung der Dampfstrecke beginnt bei Beginn des Dampfdruckes.

Die beiden Kessel werden sofort festgestellt werden.

Vorgang C.

Die beiden Kessel werden sofort festgestellt werden, wo die Verengung der Dampfstrecke beginnt.

Der Dampfdruck des Kessels und der Dampfstrecke von Kesselstrecke und Dampfstrecke wird erhöht, um die Dampfstrecke an der Dampfstreckenzugwand durch Anstrahlung zu vermindern und zur Erleichterung des Ausbaues der Dampfstrecke.

Angekocht, 5 kg Dampf/Stk. Dampf durch Verengung.

Durch die Verengung der Dampfstrecke und die Verminderung der Dampfdichte soll die Strömungsgeschwindigkeit des Dampfes relativ hoch gegenüber der Dampfdichtegeschwindigkeit des Abblases des Dampfes gehalten werden, um zu vermeiden, daß der Abblaser durch die Dampfstrecke mit dessen gegenüberliegende Wand geschossen wird und dort festkleben und verformen kann.

Dampf 8 kg/Stk., Temperatur 31 mV.

Die Verminderung der Dampfdichte gegenüber der früheren Versuche läßt eine Zurücknahme der Dampftemperatur zu. Außerdem soll die Mischtemperatur zur Verengung der Dampfstrecke etwas vermindert werden.

21.4.44

mit Mineralöl 4,0 kg/Std. 1528.

Nach 2 Stunden lief bei 1528, die Gasmenge zu regulieren, die im Motor für längere Zeit praktikabel war. Darauf wurde die Maschine in den Ruhezustand am Motorstand vorübergeführt.

Versuch 5:

Die Maschine wurde bei 1528 abgestellt, war bei 1528 vor dem Abstellen mit eingeregelter Drehzahl verstopft, diese Drehzahl war wieder fast völlig verfallen.

Nach dem Wiederanlassen der Maschine füllte sich der Zylinder mit dem Gasgemisch mit 1528 und der Motor lief bei dieser Drehzahl. Die Drehzahl wurde durch das Drehen des Drosselventils mehr und mehr vermindert, bis die Maschine nach der Konstanthaltung der Drehzahl wieder verstopfte. Die in der Tabelle auftretenden Schwankungen der Drehzahl sind die mit der veränderlichen Drehzahl verbunden.

Versuch 6:

23.4.44

5,0 kg/Std. 1528, abgestellt in Versuch 5, der wiederholt werden sollte.

mit Mineralöl 4,0 kg/Std. 1528.

24.4.44

Nach 20 Stunden Einspritzung plötzlich kein Gasgemisch mehr, die Drehzahl fiel zurück auf 4-5 kg/Std. Überprüfen der Einspritzung abgestellt.

Infolge Fliederschwamm war der Gasdruck zeitweilig zurückgefallen, die danach und durch Regulierungsversuche erhaltene Gasströmungen des Gasdurchlasses ließen wieder zur Verstopfung der Nadelstange und schließlich auch der Nadel geführt, wie der Versuch bestätigte.

Versuch 7:

25.4.44

Angewandt 5,0 kg/Std. Dampf, Temperatur 34,0 °C. 10 kg 1528, Gasgemisch 17,5 kg.

27.4.44

Nachdem die Unzuverlässigkeit der Abwechslung von Bedingungen der Gaszufuhr erwiesen war, sollte ohne das gefahrlos werden. Zur Sicherung der Drehschlägen wurde deren Temperatur zurückgenommen.

RBF arbeiten sehr unregelmäßig, daher nach 2 Std. Verstopfung der Nadel abgestellt.

Die Pumpen sind für das drucklose Fahren sehr wenig geeignet.

Versuch 8:

28.4.44

Bedingungen wie bei Versuch 7, aber mit 500 Drehzahl. Nach 4 Std. und nach 10 Std. war langsames Abnehmen des Dampfdruckes zu bemerken, was ev. auf geringe Stöße.

- 11 -

des Gasleitungsnetzes mit auszuführen ist. Schliesslich
5 ata Überdruck am Schlangenofen.

29.4.44

Dabei nach 14 Std. 1 Std. mit Abstrahiereschwefel, dann
kaltgefahren.

Dieses Verfahrensteil wird, wie üblich fast zugegangen.

Tabelle 2.

Ergebnisse
(Bilanzwerte vor Steuern)

	1	2	3	4
Veränderung				
destilliertes Erdöl	7	59,2	65,1	60,0
von Abschlägen				
7. Öl in Abschlägen	7	75,3	82,5	77,0
zu dem es entspricht in				
asphaltfreies Öl in Abschlägen	7	94,5	104,9	94,3
Presolneubildung				
in Abschlägen	7	3,5 ¹⁾	2,15	2,7 ¹⁾
Presolneubildung				
Presol in Abschlägen	7	19,2	9,9	5,6
Presol " " in Abschlägen	7	-	3,8	2,7
Asphaltabbau	7	92,5	50,3	18,9
Asphalt 1. destilliert auf				
Asphalt 1. in Abschlägen	7	7,5	15,2	16,2
Asphalt 1. in Abschlägen	7	80	79,5	64,9
Asphalt 1. in Abschlägen	7			110,6

1) Mindestwert.

Tabelle 3.

Eigensschaften des Arzschöls.

		Originalprobe	Vers. 3
Atom. Gewicht/800		1,120	1,110
...	%	0	0
...	%	21,1	21,3
...	%	53,1	49,5
...	%	17,0	17,5
...	%	58,9	56,6
...	%	22,0	17,0
...	%	350	248
...		2,2	4,3
...		19,7	
...		15	
...	%	13,0	
...		1,030	
...	%	42,8	
...		1,073	
...	%	56,2	
...		1,092	
...	%	10,0	
Elementaranalyse:		01	Foster
0	%	90,07	43,84
1	%	6,64	1,69
2	%	2,32	---
3	%	0,96	0,53
3 ges.	%	0,08	3,67
3 Richtig		---	3,69
Alip. g/100 G		6,33	---

Tabelle 4

Eigenschaften der Destillate

Versuch-Nr. Ort	2 Gesamtöl	Schweröl	3 Gesamtöl	Schweröl	6 Gesamtöl
spez. Gewicht/80°	1,065	1,076	1,080	1,097	1,068
Densität	1,3		1,3	1,9	0,9
Asche i. Ganzem	-		0,4	0,7	0,3
Schwefel i. G.	2,2		4,0	6,6	4,6
Siedebeginn °C	278		315	324	184
Endpunkt -325°	7,5		1,3	1,4	6,5
Verschleissabw. i. mg/kg		15			
Mischungsprozent		140			
-325°		23,8			
spez. Gew./40°		1,023			
-275°		1,02			
spez. Gew./60°		1,057			
-325°		1,058			
spez. Gew./90°		1,082			
Mischstand		1,090			

Tabelle 5

Eigenschaften der Rückstände

Versuch-Nr.	2 Rückst.	Wendebelag	3 Rückst.	4 Rückst.	6 Rückst.	8 Rückst.
Asche (Benzol)	98,9	86,0	75,6	45,0	54,3	73,5
Asche darin	24,7	27,6	33,5	37,5	35,5	37,9
Asche (Benzol + Kresol)	98,0	68,0	53,5	—	40,0	39,0
Asche darin	—	31,5	43,7	—	45,4	48,8
Schwefel i. G.	—	69,9	73,0	45,0	63,8	81,4
Krausen	—	—	160	—	140	16,200
Schwefelwasserstoff (Dr. 10)						5,2
Feuer						6,5
Wasser						85,3
Koks						5,0
Gas + Verlust						—
Schwefel a. Öl in Mischstand						34,7

An Wand und Deckel Ausscheidung feinsten Kristallmahlung, vermutlich Goren.

1) Schmelzpunkt.

Hochdruckversuche

Ia 1

Heisölgrossversuch

Kammer 804

15. Juli 1941 - 21. Sept. 1941.

I

Heißölrossversuch.Zusammenfassung.

Bei der Kohlehydrierung wurde der Einfluss des Kohledurchsatzes und der Anreibeölzusammensetzung, insbesondere der Einfluss verschiedenen Mittelölgehalts im Anreibeöl in Kleinversuchen geprüft. Hierbei ergaben sich Möglichkeiten zur Steigerung des Durchsatzes der Kohleöfen bei der Herstellung von Schweröl neben Mittelöl. Für die Herstellung von Schweröl mussten die technisch richtigen Verfahrensweisen in einem halbertechnischen Versuch untersucht werden.

In einem System mit $1,6 \text{ m}^3$ Reaktionsraum gelang es, oberschlechtige Steinkohle bei 700 atm ohne Schwierigkeiten auf Benzin, Mittelöl und Schweröl (Heißöl) zu verarbeiten und den Anschluss an die Ergebnisse der Kleinversuche (10 Ltr. Öfen) zu gewinnen.

Ausserdem wurde die Kohlebreiregeneration mit Erfolg durchgeführt.

Im Einzelnen wurden folgende Versuche gemacht:
Mischkohle (Leuthen + Heinitzgrube 1:1) wurde auf 100 % Benzin + Mittelöl, auf 65 % Benzin + Mittelöl + 35 % Schweröl, sowie auf 50 % Benzin + Mittelöl + 50 % Schweröl teils mit der üblichen Eisenkontaktkombination, teils unter Verwendung geschwefelter Bayermasse neben Eisensulfat und Sulfigran gefahren. Heinitzkohle wurde mit den üblichen Eisenkontakten auf 65 % Benzin + Mittelöl + 35 % Schweröl verarbeitet.

Die wichtigsten Bilanzresultate sind in folgender Tabelle enthalten:

Kohle	Beuthen + Heinitzgrube 1 : 1			Heinitz- grube	
	Fahrweise	100 % Benzin + Mittelöl	65% Benzin + Mittelöl + 35% Schweröl	50% Benzin + Mittelöl + 50% Schwer- öl	50% Benzin + Mittelöl + 50% Schwer- öl
Katalysatoren	1,2% FeSO ₄ · 7 H ₂ O + 1,5 % Bayermasse + 0,3 % Sulfigran			1,2% FeSO ₄ · 7 H ₂ O + 1,5 % geschwefelte Bayermasse + 0,3% Sulfigran	
Reinkohledurch- satz	0,45	0,61	0,65	0,62	0,60
Abbau	97,0	96,6	96,2	96,4	95,5
Gesamtleistung	0,26	0,38	0,41	0,41	0,38
Benzin + Mittelöl Leistung	0,25	0,25	0,19	0,20	0,25
Asphalt i. Ab- schlöl	14,6	15,6	17,1	16,3	18,2
Vergasung/ prakt. Ölge- winn + Vergasung	23,4	20,5	19,0	18,0	(18,6)
Zusammensetzung des prakt. Ölge- winn					
% Benzin	21,8	23,5	23,5	22,2	23,7
% Mittelöl	74,0	41,7	22,2	27,4	43,3
% Schweröl	4,2	34,8	54,3	50,4	33,0

Die Zahlen zeigen, dass bei der Fahrweise auf 65 % Benzin + Mittelöl + 35 % Schweröl die gleiche Benzin + Mittelölleistung (0,25) erreicht wird wie bei der Fahrweise auf 100 % Benzin + Mittelöl, nebenbei wird mit 0,13 % Leistung Schweröl erzeugt. Bei der Fahrweise auf 50 % Benzin + Mittelöl + 50 % Schweröl ist die Schwerölleistung auf Kosten der Benzin- und Mittelölleistung entsprechend höher.

Die Verwendung von geschwefelter Bayermasse zeigt gegen die Anwendung von normaler Bayermasse als Katalysator kleine Vorteile.

Im Vergleich zur Mischkohle (Beuthen + Heinitzgrube 1:1) war Heinitzkohle allein deutlich schlechter.¹⁾

Im Kurvenblatt I sind für die Mischung von Beuthen- und Heinitzkohle (1:1) die Ergebnisse der verschiedenen Fahrweisen bildmässig

1) Der Vergasungswert erscheint etwas unsicher.

festgehalten. Als Bestätigung wurde die Verteilung des Ölgewinnes gewählt. Bei den Fahrweisen auf Schweröl im Ölgewinn liegt der Abbau etwas niedriger als beim Fahren auf 100 % Benzin und Mittelöl. Die höheren Durchsätze beim Fahren auf Schweröl steigern den Asphaltgehalt im Abschlaummöl. Damit ist gleichzeitig bei Anwendung der normalen Rückstandsaufarbeitung durch Schleudern und Schwelen eine Grenze für die Durchsatzsteigerung gegeben. Die bei dem halbtechnischen Versuch beobachteten Maximalwerte von etwa 17-18 % Asphalt im Abschlaummöl konnten von der Rückstandsaufarbeitung noch ohne Schwierigkeiten bewältigt werden. Die auf Ölgewinn + Vergasung bezogene Vergasung ist bei den Schwerölfahrweisen naturgemäss niedriger als bei der vollständigen Aufspaltung der Öle zu Mittelöl.

Der Übergang von der Benzin- und Mittelölfahrweise zu den Schwerölfahrweisen erfolgt durch Einsatz eines Gemisches von Mittelöl und Schweröl bzw. reinen Mittelöles als Schleuderverdünnungsöl im Gegensatz zur Verwendung von reinem Schweröl bei der Benzin- und Mittelölfahrweise. Die maximale Ofentemperatur ist bei allen Fahrweisen praktisch dieselbe.

Versuchstechnisch sind folgende Hauptresultate des Versuches hervorzuheben:

Die bei den Schwerölfahrweisen angewandten hohen Durchsätze konnten ohne Schwierigkeiten beherrscht werden, ebenso verursachte der Mittelölgehalt im Anreiböl hochdrucktätig keine Komplikationen.

Etwa 60 % der Reinkohle wurden in Form eines 42%igen Breies (32-33 % Reinkohle) im Temperaturintervall 250-410 °C durch Wärmeaustausch mit dem hinter dem Heissabscheider abzichenden Produkt-Gas-Gemisch aufgeheizt. Bei praktisch konstanten Wärmeübergangswerten liess sich bei diesen Festkonzentrationen die Regeneration durch etwa 7 Wochen ohne Störungen durchführen. Kurzfristig wurde eine Steigerung der Festkonzentration in dem zu regenerierenden Brei bis auf 47 % vorgenommen. Dabei zeigte sich, dass solche Festkonzentrationen unverhältnismässig starke Verschlechterungen der Wärmeübergangszahlen verursachen und ausserdem die Gefahr des Auftretens erhöhter Druckdifferenzen mit sich bringen. Der Ausbau der 3 Regeneratoren zeigte, dass sowohl auf den Hinweg, wie auf dem Rückweg keinerlei Ansätze und Absetzungen vorhanden waren.

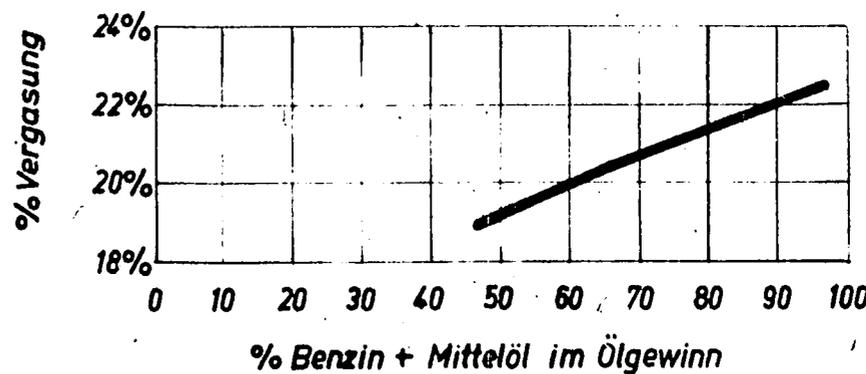
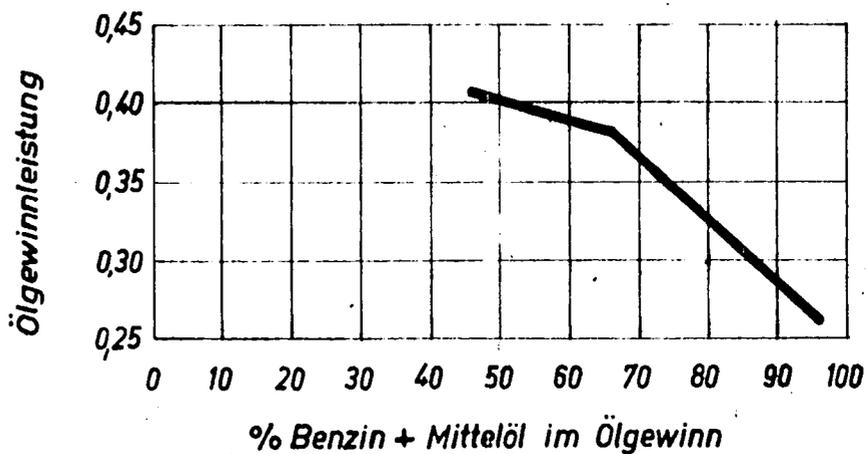
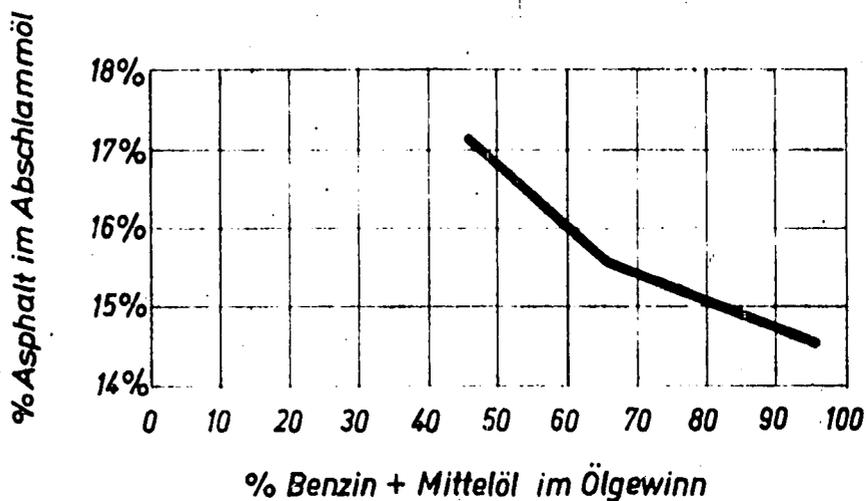
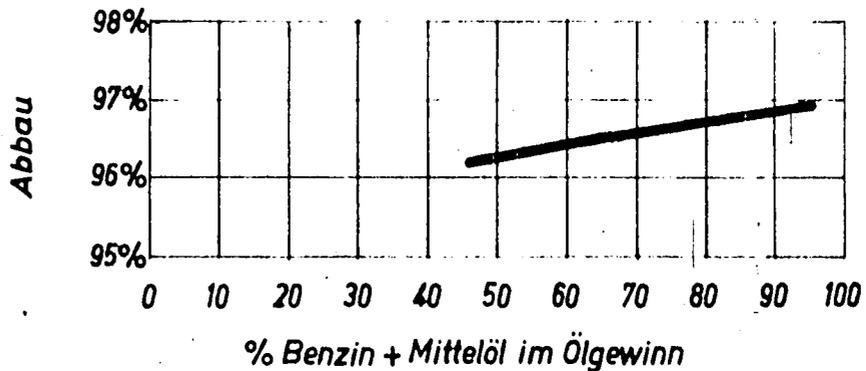
Beim Ausbau der Apparatur wurde ausserdem noch Folgendes festgestellt: Die Verkastungen der Haarnadeln in der kalten und heissen Gasse des Spitzenvorheizers waren mit 1-2 mm normal. Dagegen zeigte die mittlere Gasse (Dickbreikomponente) für die verhältnismässig kurze Betriebszeit ziemlich grosse Ansätze. Dafür scheint neben der dort herrschenden hohen Breikonzentration im wesentlichen die geringe Strömungsgeschwindigkeit (0,7 m/sec.) massgebend gewesen sein.

Ofen I war im unteren Drittel mit Steinkohle Gries angefüllt. Ofen II war sauber. Das Innere des Heissabscheiders war beim Ausbau völlig einwandfrei, auch in Trichter zeigten sich keine Fokansätze.

Bei der Kohlemahlung, Breiherstellung und Rückstandsaufarbeitung traten keine wesentlichen verfahrensbedingten Störungen auf. Bei Verwendung von reinem Mittelöl als Schleuderverdünnungsöl machten sich leichte Asphaltausfällungen in den Schleudern bemerkbar.

gez. Locher
Brank
Simon

Abbau, Asphalt, Leistung und Vergasung
in Abhängigkeit von der Ölgewinnverteilung.



2-1-1944
A. Anderson E/E

3-1-1944

4-1-1944

5-1-1944

6-1-1944

7-1-1944

8-1-1944

9-1-1944

10-1-1944

11-1-1944

12-1-1944

13-1-1944

14-1-1944

15-1-1944

16-1-1944

17-1-1944

18-1-1944

19-1-1944

20-1-1944

21-1-1944

22-1-1944

23-1-1944

24-1-1944

25-1-1944

Ungleichungen und Brüche:

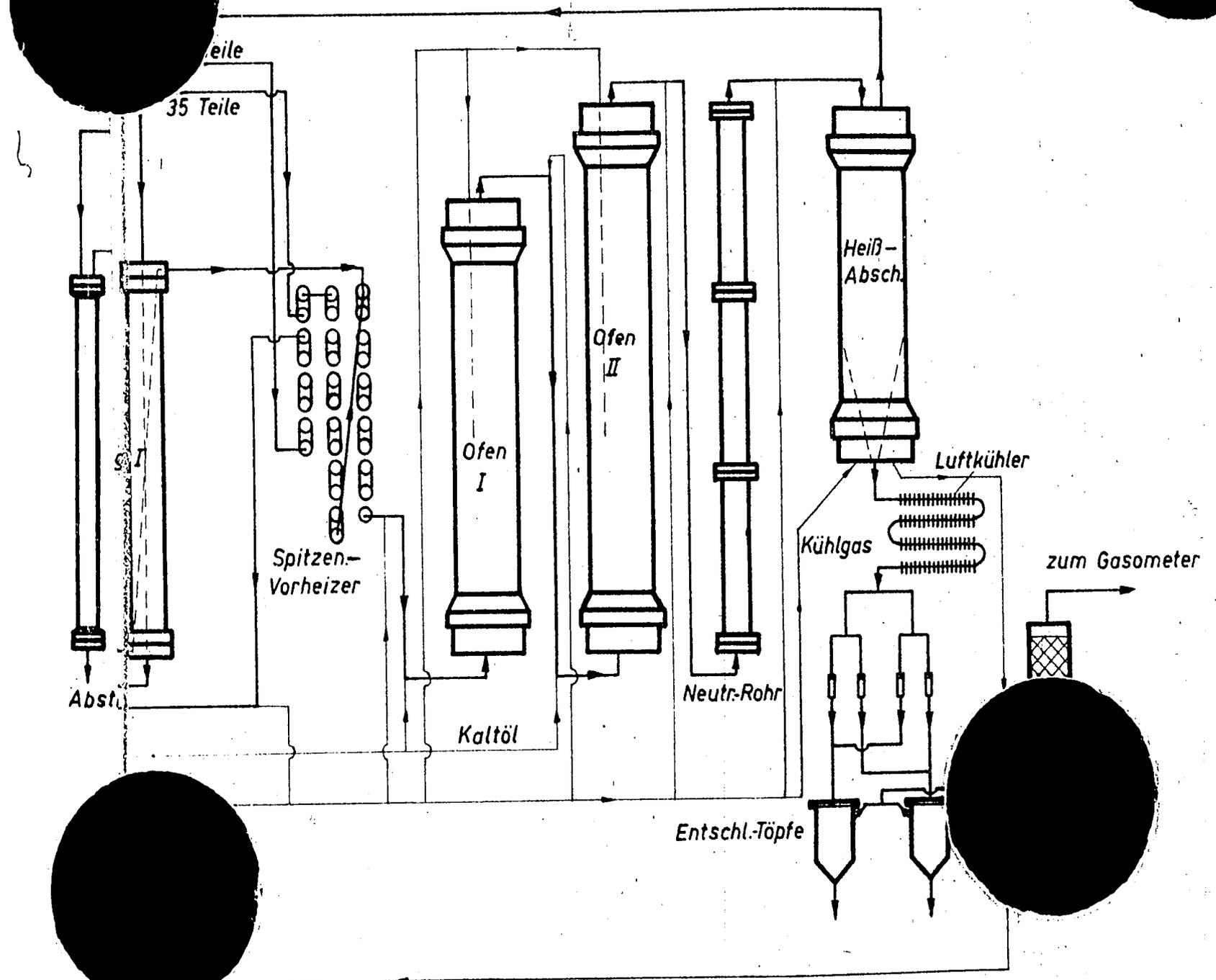
- a) $\frac{1}{x} > \frac{1}{y}$
- b) $\frac{1}{x} < \frac{1}{y}$
- c) $\frac{1}{x} = \frac{1}{y}$
- d) $\frac{1}{x} > \frac{1}{y} > \frac{1}{z}$
 - a) $x < y < z$
 - b) $x > y > z$
 - c) $x < z < y$
 - d) $x > z > y$

1) VersuchsordnungA) Einrichtung der Kammer (vergleiche Schema)Vorheizung

- 1) Gasvorwärmer: Doppelaantelschlange, 20 atm Dampf, H_2 , 24 mm \varnothing x 120 m lg, 13 m² Heizfläche, Teilung des Eingangsgases zu Dickbrei- und Dünnbreiweg.
- 2) Gasbeheizter Vorheizer: 3 Schildobrenner, Brennkammern nach Ludwigshafener System, 3 Heizgassen.
- Heizgasse I: Vorwärmung des Dünnbreies. 4 Haarnadeln, N 8, 45 \varnothing x 7,5 m Schenkellänge, $F_a = 224$ m², $F_i = 8,6$ m²
- Heizgasse II: Vorheizung des Dickbreies. 6 Haarnadeln, N 10, 45 mm \varnothing x 7,5 m Schenkellänge, $F_a = 336$ m², $F_i = 12,7$ m²
- Heizgasse III: Endvorheizung des Gemisches. 3 1/2 Haarnadeln, N 10, 34 mm \varnothing x 7,5 m Schenkellänge, $F_a = 130$ m², $F_i = 5,5$ m².
- 3) Regeneration: 3 Regeneratoren, Aufheizung des Dünnbreies.
- Regenerator III: 600/850 \varnothing x 12 m lg, 30 Rohre 18 \varnothing x 4 x 11 m lg, Strömungsquerschnitt $F_i = 25,5$ cm², $F_a = 65$ cm², mittl. Heizfläche 15,3 m².
- Regeneratoren II und I: 240/160 \varnothing x 8 m lang, 22 Rohre, 18 \varnothing x 4 x 7080 mm lang, mittlere Heizfläche 7,3 m², Strömungsquerschnitt $F_i = 17,3$ cm², $F_a = 46$ cm².
- 4) Ofen: 2 Ofen
- Ofen I: 600/850 \varnothing x 8 m lg. Reaktionsraum 330 \varnothing , 645 Ltr.
- Ofen II: 600/850 \varnothing x 12 m lg, Reaktionsraum 330 \varnothing 955 Ltr.
- Gesamtreaktionsvolumen: 1,6 m³
- 5) Neutralisationsrohr: 120 li \varnothing , 13,2 m lang.
(Das Neutralisationsrohr war für nicht ausgeführte Versuche mit Chlor als Katalysator vorgesehen).

- 6) ...
 ...
 ...
- 7) ...
 ...
 ...
- 8) ...
 ...
 ...
- 9) ...
 ...
 ...
- 10) ...
 ...
 ...
- 11) ...
 ...
 ...
- 12) ...
 ...
 ...
- 13) ...
 ...
 ...
- 14) ...
 ...
 ...

1)
2)
3)
4)
5)
6)
7)
8)
9)
10)



h Ka. 804

(1)

Wirtschaftsbericht

Die ... (faint text)

Die ... (faint text)

Die ... (faint text)

b) ...

Die ... (faint text)

c) ...

Die ... (faint text)

Die ... (unvollständig) ...

Die ... (unvollständig) ...

Die ... (unvollständig) ...

2) Der ...

Das ... (unvollständig) ...

Die ... (unvollständig) ...

1) Die ... (unvollständig) ...

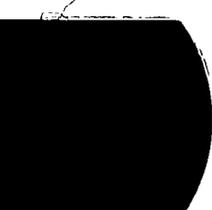
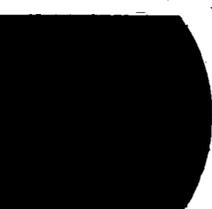
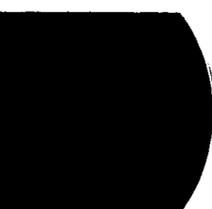
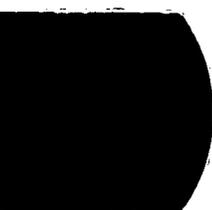
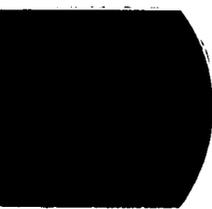
Die ... (O.S.) ...

Die ... (O.S.) ...

Die ... (O.S.) ...

	Wert in \$ M. C.	% Anteil / RE
...	205	4,0
...	1 002	6,1
...	2 010	2,0
...	25	3,0
...	10,0	1,0
...	5 085	3,0

Die ... (O.S.) ...



g

Die ...

Versuchsperiode 2: Fahren von Mischkohle (Heuthenkohle und Heinitzkohle 1:1) auf Basis + 50 % Schwerölüberschuß vom 3.-15.8.1941.

10.8.41: Umstellung der Heinitzkohle. Statt 100 % Schweröl wurde der Schlendervorgang nun aus 50 Teilen Schweröl und 50 Teilen Mittelöl zusammengesetzt, gleichzeitig erfolgte Abschlammrückführung (ca. 10 % bezogen auf Anreizöl). Bei vollkommener Gleichlaufender Geschwindigkeit 2500 m^3 wurde der Durchsatz im Dichtrohrstrom erhöht auf 1800 kg (1400 kg Diebstrolch + 400 kg Anreizöl), durch den Diebstrolch also um ca. 1000 kg 50 %iger Diebstrolch, ebenso wie die Schlendervorgänge mit 500 kg unverändert. Die Durchsatzsteigerung bewirkte eine ziemlich bessere Regenerationswirkung im kalten Regenerator.

11.8.41: Bei 478° mittlerer Ofentemperatur 1500 m^3 Gesamtgas.

14.8.41: Erhöhung der Diebstrolchkonzentration auf 50 % Festes. Eine Erhöhung der auf 25 % erfolgte Steigerung des Abschlammsatzes, auf welche sonstigen Arbeiten des Heithauswerks zurückzuführen wurde, wurde durch Senkung der Abscheiderausgangstemperatur von 425° auf 417° ausgeglichen.

16.8.41: Bei höherem Kammerdruck von 28 atm wurden die Eingangsgase nun auf 500 m^3 durch den Diebstrolchstrom und 1400 m^3 durch die Ölheizleitung erhöht, gleichzeitig wurde teilweise die Wasserdampfheizung verstärkt. Die Kammerdruck ging infolge dieser Maßnahmen auf 25 atm zurück. Nebenher wurden auch Etagerkühler und Ausgangskühler geändert.

17.8.41: Die Rücklaufmengen wurden schließlich auf 1050 kg Diebstrolch und 1950 kg Diebstrolch (1450 + 450) erhöht.

Der Regenerator III arbeitete nun so gut, daß die Kaltgasabgabe vor dem Regenerator weglassen werden konnte.

Die Schlendervorgänge hinter dem Produktbereiter wurde auf 100 kg erhöht.

18.8.41: Juvarkontrolle.

Versuchsperiode 3: Fahren von Mischkohle (Heuthenkohle + Heinitzkohle 1:1) mit ungeschwefelter Bayernmasse als Kat. II auf Basis + 50 % Schwerölüberschuß vom 15.8. - 2.9.41.

19.-22.8.41: Umstellung auf die Fahrweise auf 50 % Schwerölüberschuß. Erhöhung der Abschlammrückführung auf 24 - 25 % bezogen auf Anreizöl. Die richtige Zusammensetzung des Schlendervorgangsgases wurde für diese Fahrweise mit 95 % Mittelöl + 5 % Schweröl erstellt und beibehalten.

25.8.41: Störung: Die Abschaltprozedur, welche zur Herstellung des DR-Abgas erforderte Ölflüsse, lief für etwa 1 Stunde aus. Dadurch gab für diese kurze Zeit Starker Druck durch die Regeneratoren. Die Folge war ein schnelles Absinken des Regenerations-R-Wertes von ca. 300 auf ca. 90 unter gleichzeitigen Anstieg der Druckdifferenz der Regeneration um 5 - 6 ata. (Nicht aus dieser Regenerationsbericht). Trotz Einstellung der Störung lief der Motor durch nicht unter mechanische Arbeit sonst weiter, K-Wert und Differenz erreichten wieder ihren alten Wert.

21.-26.8.41: Bei ca. 25 % Lasten im Abschnitt Abscheider und dem des Heißluftlaufs. Zur Beeinträchtigung des Festgehalts wurde eine Abschaltvorrichtung (oben) auf 408° zurückgenommen und auf dem Schweröl in dem Heißluftstrom zwischen Ofen II und Abscheider (bis 250 kg/St.) eingestellt. Bei niedrigerer Abschalt-Vorrichtung arbeitete der Heißluftlauf weiter.

28.8.41: Juvendant.

26.-7.9.41: Heißluftaufgabe auf 1200 kg/St. erhöht. Entsprechend der Schwereinlage vor dem Heißluftabscheider wurde ein Verdünnungsöl 100 % Mittelöl eingesetzt.

28.8.41: Durch Heißluftabfall des K-Wertes Temperaturabfall in Vorwärmer und Ofen.

29.8.41: Mittlere Ofentemperatur wieder 475°.

30.8.41: Beim Verdünnen des Abschlams mit reinem Mittelöl waren folgende Unregelmäßigkeiten zu beobachten, die sich in sich vor dem Schleudern und weiterhin auch in den Schleudern selber bemerkbar machten. Trotz wiederholter Spülungen traten Schleudernfälle ein. Es wurde wieder auf ein Verdünnungsöl, bestehend aus 85 % Mittelöl und 15 % Schweröl umgestellt. Gleichzeitig erlaubte der erhöhte Festgehalt im Abschlamm (19 - 20 %) die Einstellung der Schwereinlage vor dem Heißabscheider. Der obere Ausgang des Heißabscheiders wurde bei 408° gehalten.

1.9.41: Störung: Die letzten Elemente des Ofens II gingen kurz auf 540° hoch, der Ofen konnte durch Zugabe von Kaltöl an Ofeneinlage abgelenkt werden.

2.9.41: Ofenlage: Ofen I mittlere Temperatur 460°, Ofen II mittlere Temperatur 475°.

Versuchsperiode IV: Fahren von Klischkohle / Bauthenkohle + Heinitzkohle 1:1 / mit geschwefelter Bayermasse als Kat. II auf Benzin und 50 % Schwerölüberschuß. D. - 19.9.41:

3.9.41: Umstellung auf 1,5 % geschwefelte Bayermasse.

4.-7.9.41: Unverändert. Der Wechsel des Katalysators verursachte keine direkt erkennbare Änderung der Ofenlage.

8.-9.9.41: In der Zeit vom 15.7.-7.9.41 wurde 40-42% festhaltiger Müllbrei zusammen mit Gas im Temperaturintervall von 250 - 410° mit Erfolg regenerativ aufgeschicht und dabei ziemlich konstante K-Werte von 500 über die gesamte Regeneration erhalten. Es folgte nun der Versuch, die Festkonzentration des Müllbrei weiter zu steigern. Damit sollte die Festgrenze festgestellt werden, bei der noch Regeneration möglich ist bzw. bei der noch erträgliche Wärmeübergangswerte erzielt werden können. Ab 8.9.41 wurde zu diesem Zweck der Anreibeölansatz in den Müllbreistreng stufenweise vermindert.

10.9.41: Umstellung auf ungeschwefelte Bayermasse. Störung: Korros Hochziehen des Ofens II auf 527°. Der Ofen wurde mit kaltem Anreibeöl getuscht.

Versuchsperiode V: Fahren von Heinitzkohle¹⁾ auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß vom 11.9.-21.9.41:

11.9.41: Umstellung auf Heinitzkohle. Störung: Geringer Heizwert des Kraftgases verursachte Absinken der Temperaturen. Kurzer Ausfall des Heißlaufes.

12.9.41: Störung: Ansteigen der Kammerdifferenz vermutlich infolge Verstopfung der Leitungen zwischen Wasserabstreiferflasche und Gascher durch Propanhydrat infolge tieferer Außentemperatur. Umstellung auf Anreibeöl.

13.9.41: Verbesserung der Heizung der Ausgangsleitungen.

14.-15.9.41: Umstellung auf Kohlebrei wie früher, normale Kammerdifferenz von 18 - 20 atm wurde wieder erreicht. Zur Drückung des Abschlauffestes wurden 100 kg Abstreifer-Schweröl in das Neutralisationsrohr eingespritzt und die Schleuderverdünnung entsprechend gewählt.

1) mit ungeschwefelter Bayermasse als Katalysator II

16.-17.9.41: Der Festgehalt im Dünnbrei war seit 8.9.41 langsam auf 47,5 % gesteigert worden. Dabei konnte ein schnelles Absinken der K-Werte auf 120 - 130 und darunter festgestellt werden.

Ab 17.9. wurde der Dünnbrei wieder auf 42 % Festes eingestellt. Die Folge war eine starke Verbesserung des Wärmeübergangs bis auf K-Werte, die wenig unter den früheren Normalwerten lagen.

18.9.41: Unverändert.

19.-21.9.41: Beendigung des Versuches, Umstellung auf Anreibeöl, Zurücknahme der Temperaturen und des Druckes, Umstellung auf Schleuderöl, Abstreiferschweröl und schließlich Mittelöl. Die Öfen etc. ließen sich bei 250 atm normal entschlammen.

4. Versuchsergebnisse

A) Bilanzen und Ausbeuten

(vergleiche Bilanzübersicht Seite 18)

Versuchsperiode 1: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin und Mittelöl:

Bei einem Reinkohledurchsatz von 0,45 (davon 43 % regenerativ aufgeheizt) wurde bei 430° Maximaltemperatur ein Reinkohleabbau von 97 % und 0,25 Benzin + Mittelölleistung erzielt. Der praktische Ölgewinn bestand aus 21,8 % Benzin, 74,0 % Mittelöl und 4,2 % Schweröl. Die Vergasung bezogen auf Benzin + Mittelöl + Vergasung betrug dabei 23,4 %. Das Abschlamöl hatte 14,6 % Asphalt.

Als Schleuderverdünnungsöl diente Abstreiferschweröl. Die Eingangsgasmenge war 3,4 m³/kg RK, an Kaltgas wurden 1,7 m³/kg RK verbraucht.

Versuchsperiode 2: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß.

Bei einem Schleuderverdünnungsöl, das sich aus 50 % Mittelöl und 50 % Schweröl zusammensetzte, bestand der praktische Ölgewinn aus 23,5 % Benzin, 41,7 % Mittelöl und 34,8 % Schweröl. Der Reinkohledurchsatz betrug dabei 0,61, davon wurden 59 % regenerativ aufgeheizt.

Die maximale Ofentemperatur war 481° . Bei einem Abbau von 96,6 % und 20,5 % Vergasung (bezogen auf praktischen Ölgewinn + Vergasung) betrug die praktische Ölgewinnleistung 0,38, die Benzin- und Mittelölleistung 0,25. Im Abschlamöl waren 15,6 % Asphalt. An Gas wurden $2,5 \text{ m}^3/\text{kg}/\text{RK}$ Eingangsgas und $1,5 \text{ m}^3/\text{kg}$ RK Kaltgas gefahren.

Versuchsperiode 3: Fahren von Beuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 50 % Schwerölüberschuß mit ungeschwefelter Bayermasse.

Für diese Fahrweise bestand das Schleuderverdünnungsöl aus 85 % - 92,5 % Mittelöl und 15 % - 7,5 % Schweröl. Bei 481° , 0,65 Reinkohledurchsatz (davon 59 % durch die Regeneration) und 96,2 % Abbau wurde eine praktische Ölgewinnleistung von 0,41 erzielt. Der praktische Ölgewinn setzte sich aus 23,5 % Benzin, 22,2 % Mittelöl und 54,3 % Schweröl zusammen, entsprechend einer Benzin + Mittelölleistung von 0,19. Die Vergasung betrug 19,0 % bezogen auf praktische Ölgewinnleistung + Vergasung. Im Abschlamöl waren 17,1 % Asphalt vorhanden. An Eingangsgas wurden $2,1 \text{ m}^3/\text{kg}$ RK, an Kaltgas $1,3 \text{ m}^3/\text{kg}$ RK angewendet.

Versuchsperiode 4: Fahren von Beuthen + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 50 % Schwerölüberschuß mit geschwefelter Bayermasse.

Bei diesem Versuch wurden im wesentlichen die Fahrbedingungen der Versuchsperiode 3 eingehalten. Der Reinkohledurchsatz war mit 0,62 nur 4,6 % kleiner als bei Versuchsperiode 3. Gegenüber der Anwendung ungeschwefelter Bayermasse wird mit geschwefelter Bayermasse bei praktisch gleichem Abbau und gleicher Leistung etwas bessere Vergasung (18 % gegen 19 %), etwas niedrigerer Asphalt (16,3 gegen 17,1 %) und etwas mehr Benzin und Mittelöl im praktischen Ölgewinn (22,2 % Benzin, 27,4 % Mittelöl, 50,4 % Schweröl) erhalten. Diese kleinen Verbesserungen liegen jedoch nahe an der Fehlergrenze der Bilanzierung, da die Versuchsperiode 4 nur etwa 7 Tage dauerte.

Versuchsperiode 5: Fahren von Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß mit ungeschwefelter Bayermasse.

Dieser etwa 8 Tage gelaufene Versuch ist mit Versuchsperiode 2 (Fahren von Leuthen- + Heinitzkohle 1:1 auf Benzin + 35 % Schwerölüberschuß) zu vergleichen. Bei praktisch gleichem Heizkohledurchsatz (9,60) und gleicher Temperatur (481°) gab die Heinitzkohle gegenüber der Leuthenkohle mit 95,5 % gegen 96,6 % einen etwas schlechteren Abbau, jedoch praktisch gleiche Belastung und Spaltung. Die niedrige Verbrennung von 10,6 % erscheint in Anbetracht der kurzen Versuchsdauer etwas unsicher. Der Asphaltwert liegt bei der Heinitzkohle 3 % höher (13,2 % gegen 15,6 % im Abschlamöl).

Bei vergleichender Betrachtung der Kohleanalysen (Tabelle 1) kann dafür als Erklärung eventuell der etwas höhere Sauerstoffgehalt der Heinitzkohle und ihr höherer Aschgehalt herangezogen werden.

Allgemeines.

Die Ergebnisse des halotechnischen Versuches bestätigten im wesentlichen die im Leitra-Ofen erhaltenen Resultate. Abbau und Veraschen lagen im halotechnischen Versuch etwas besser.

Wie bei den Versuchsperioden 4 und 5 zu niedrig gefundene Wassergehalte von 6 - 6,5 % sind wahrscheinlich die Folge von Meßfehlern.

Auch bei den höheren Asphaltingehalten der Schwerölfahrweisen traten im Schmelofen keine profunden Störungen auf. Wie in den Versuchsperioden 3, 4 und 5 gegen 1 und 2 trotz höherer Asphaltingehalte höher liegenden Schwelansbeuten (83 %) sind durch größeren Durchsatz (Füllungsgrad) und durch Einlaufen des Ofens zu erklären.

Grundsätzlich können die chemischen Ergebnisse des Fahrens auf Schweröl folgendermaßen formuliert werden:

Der Übergang von der Benzin- und Mittelöl-Fahrweise zu den Schweröl- bzw. Heizölfahrweisen erfolgt durch Einsatz eines Gemisches aus Mittelöl und Schweröl bzw. reinem Mittelöl als Schleuderverdünnungsöl, im Gegensatz zur Verwendung von reinem Schweröl bei der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl. Gleichzeitig erfolgt eine Durchsatzernöhung. Wie bei den Schwerölfahrweisen angewandete Gesamt-Gemenge war mit 3,5 - 3,9 m³/kg RK um 25 % geringer als beim Benzin und Mittelölfahren (5,0 m³/kg RK).

Für die Mischkohle (Leuthen- + Heinitzgrube) zeigt Kurvenblatt 1 die Verteilung des praktischen Ölgewinns im Benzin, Mittelöl und Schweröl bei den im Großversuch gewählten Durchsätzen und Temperaturen in Abhängigkeit von der Art des Verdünnungsöles. Während sich der Benzingehalt des Ölgewinns nur wenig verschiebt, nimmt der Schwerölgehalt mit wachsender Mittelölmenge im Verdünnungsöl zu und gleichzeitig der Mittelölgehalt ab.

Der vorzunehmenden Durchsatzernöhung sind bei gleichbleibender Temperatur Grenzen gesetzt durch den damit gleichzeitig ansteigenden Asphaltpiegel, welcher vom Schmelofen noch bewältigt werden muß. Asphaltmengen von 17 - 18 % im Abschlam entsprechend 11-12 % Asphalt im Öl des Schleuderrückstandes konnten wie erwähnt im Schmelofen noch glatt verarbeitet werden.

Bei etwa 35 % Schwerölgehalt im praktischen Ölgewinn konnte der Feinkohledurchsatz von 0,61 gefahren werden. Der Durchsatz beim Fahren auf 50 % Schweröl im Ölgewinn wurde nach den 10 Ltr.-Ofen-Versuchen unter Rücksichtnahme auf den Asphaltspiegel mit 0,65 gewählt, dabei ergibt sich zwangsläufig ein Verdünnungsöl, bestehend aus 85 - 92,5 % Mittelöl und 15 - 7,5 % Schweröl. Ein ohne Rücksicht auf den Asphaltspiegel weiter erhöhter Durchsatz bzw. die Anwendung von reinem Mittelöl als Verdünnungsöl würde erlauben, den Schwerölgehalt im Ölgewinn noch weiter zu steigern.

Der Einfluß der Durchsatzhöhung (0,45 beim Benzin und Mittelölfahren auf 0,65 beim Fahren auf 50 % Schweröl) auf den Abbau der Kohle war bei gleichbleibender Temperatur gering (97 % gegen 96,2 %).

Kurvenblatt 2 zeigt weitere Zusammenhänge, insbesondere die Abnahme der Vergasung für die Fälle, bei denen die Aufspaltung der Kohle in der Hauptsache nur bis zum Schweröl erfolgt.

In Kurvenblatt 3 ist die Leistung ein und desselben Hochdruckraumes bei den verschiedenen Fahrweisen festgehalten. Im selben Hochdruckraum wird beim Fahren auf 35 % Schweröl im Ölgewinn praktisch dieselbe Benzin- und Mittelölmenge wie beim Benzin- und Mittelölfahren erhalten. Zusätzlich leistet derselbe Hochdruckraum noch etwa 0,12 kg/ltr./Stunde Schweröl. Soll eine weitere Steigerung der Schwerölmenge auf 50 % erzielt werden, so kann mit Rücksicht auf die Asphaltmenge die Steigerung der Gesamtleistung nur mehr in weniger großem Maßstab erfolgen. Die in gleichem Hochdruckraum erzeugte Benzin- und Mittelölmenge fällt dann zu Gunsten des Schweröls gegen die Benzin- + Mittelölfahrweise ab.

Bilanzübersicht

1519

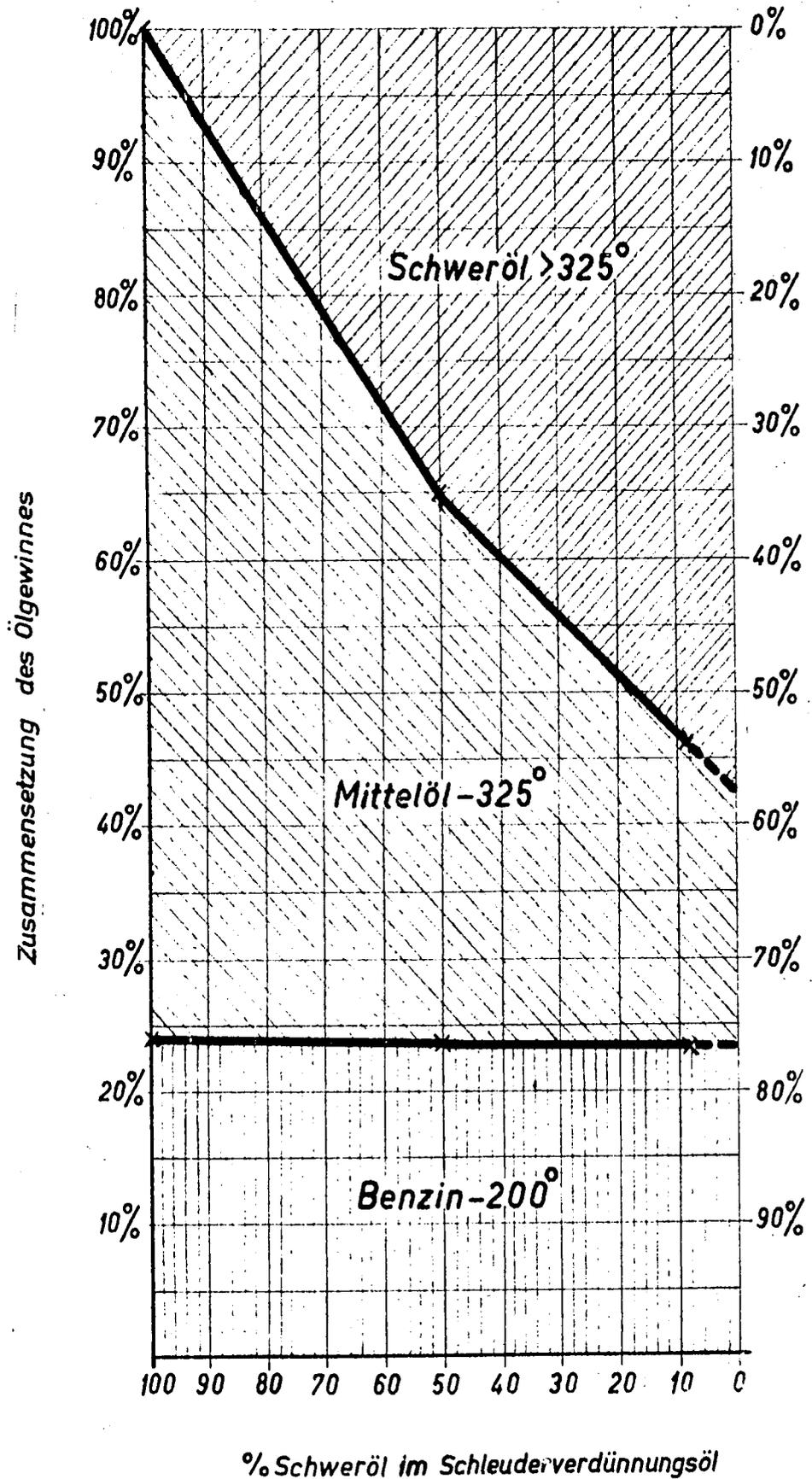
Fahrer	1	2	3	4
Kohle				Heinitzkohle
% Asche			4,3	5,5
% C / RA			81,95	81,61
Kohlevorber und Kontaktgröße				wie 1-3
Schleudervord. Kontaktgröße				
Verfärbung/ Kontaktgröße				
% Vergasung davon % als CO % als CO ₂				
% Feinabblaugung / TK + Ka. Anschleimverschleiss: in Öl: % Mittelöl				
% Festes in Schleuderrückstand % Schmelzschlacke				
50% Schweröl 50% Mittelöl	1:0,41 28,2 15,6 2,0 1,1	1,5% Schweröl 32,5% Mittelöl	1:0,44 34,0 15,3 2,2 3,1	15% Schweröl 85% Mittelöl 1:0,45 31,0 15,3 2,0 3,9
100% Schweröl	1:0,22 25,4 15,1 1,8 2,7	1,5% Schweröl 32,5% Mittelöl	1:0,44 34,0 15,3 2,2 3,1	27% Schweröl 73% Mittelöl 1:0,27 29,5 15,1 1,2 2,1
100% Schweröl	100		102,5	111,2
			20,8	22,3
			53,0	51,0
			17,1	17,2
			10,5	10,5
			4,5	4,5
			20,0	21,8
			7,9	8,5

Beuthen- + Heinitzkohle 1:1

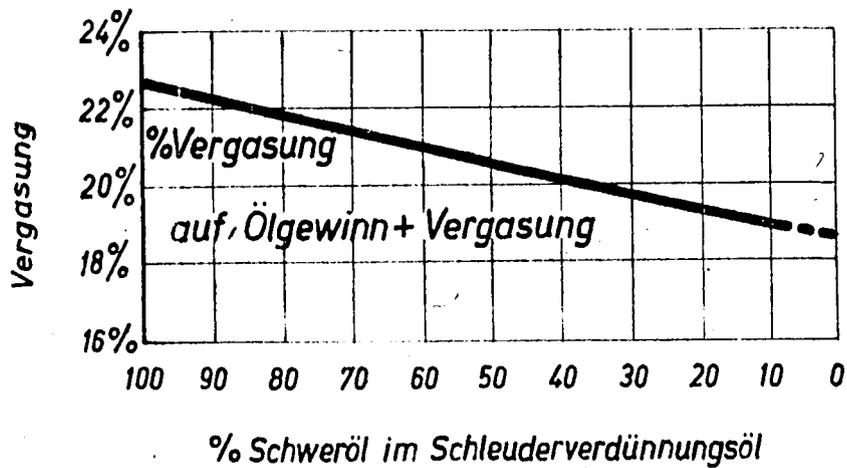
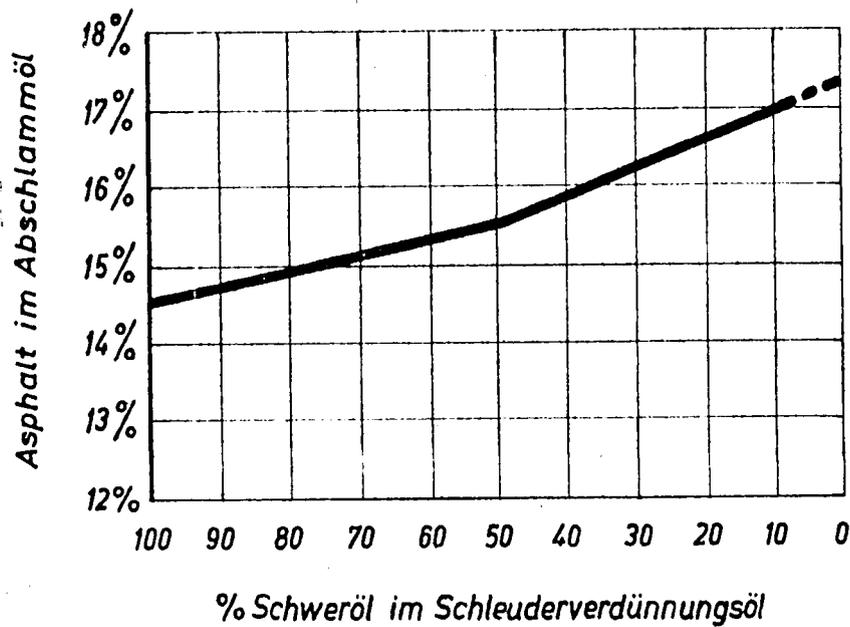
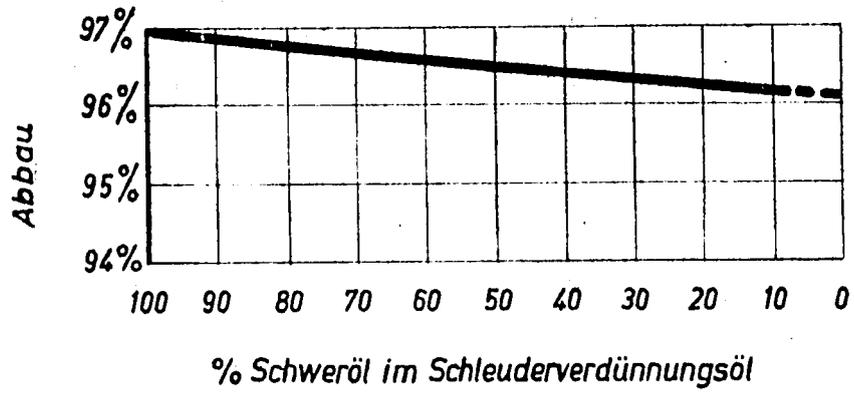
Kohle Geschrotten, gesamlet, bestrahlt mit 1,2% FeSO₄ · 7 H₂O, getrocknet, mit 1,5% Bayermausebad, 0,3% Sulfidat versetzt

Fahrperiode	1	2	3	4	5
Kohle		Heutlich- + Heinitzkohle 1:1			Heinitzkohle
% Asche / TK		4,9			5,3
% C / RK		81,96			81,61
Kohlevorbehandlung und Kontaktangabe		Kohle geschrotet, gemahlen, getränkt mit 1,2 % FeSO ₄ · 7 H ₂ O, getrocknet, mit 1,5 % Bayernmasse und 0,5 % Sulfigras vermischt			wie 1-3, jedoch geschwefelte Bayernmasse
Schleuderverdichtung	100% Schweröl	50% Schweröl 50% Mittelöl	1,5% Schweröl 2,5% Mittelöl	15% Schweröl 85% Mittelöl	27% Schweröl 73% Mittelöl
Abschleim : Verdünnungsgrenze	1:0,52	1:0,41	1:0,44	1:0,45	1:0,37
Zusammensetzung des Schleuderrückstands	Schleuderrückst. + Vorkühleröl	Schleuderrückst. + Vorkühleröl + Rückf. Abschl.	Schleuderrückst. + Vorkühleröl + Rückf. Abschl.	Schleuderrückst. + Vorkühleröl + Rückf. Abschl.	Schleuderrückst. + Vorkühleröl + Rückf. Abschl.
% Festes	3,2	13,7	11,6	12,8	13,4
% Asphalt i. Öl	9,2	9,6	12,6	11,0	11,5
% - 325° im Öl	2,8	15,4	27,8	23,0	25,6
T-Kohle + Kat : Rückführabschl.	-	1:0,21	1:0,28	1:0,30	1:0,37
Gesamt-Kohlebrei : % Ges. Festes	46,0	44,8	45,8	44,3	44,9
% Reinkohle	38,4	34,2	36,5	34,2	34,2
Dünnbrei : % Ges. Festes	41,0	41,6	41,8	40,5	42,5
% Reinkohle	33,3	30,7	32,6	30,5	31,1
Fahrbedingungen:					
Temperaturen: Vorheizerausgang (144)	452°	455°	446°	441°	444°
Ofen I maximal	480°	481°	481°	481°	481°
Ofen II maximal	480°	481°	481°	481°	481°
Abscheiderausgang	434°	429°	412°	412°	416°
Druck atm:	700	700	700	700	700
Durchsatz : Gesamtbrei	1,37	1,79	1,79	1,82	1,75
Dünnbrei	0,53	1,13	1,18	1,19	1,14
Reinkohle Gesamt	0,449	0,612	0,653	0,622	0,595
Reinkohle im Dünnbrei	0,193	0,362	0,386	0,363	0,355
Einlassgas: m ³ /kg RK	3,35	2,46	2,11	2,18	2,10
Kaltgas: m ³ /kg EK	1,72	1,47	1,34	1,42	1,40
Gesamtgas: m ³ /kg EK	5,07	3,93	3,45	3,60	3,50
H ₂ -Partielldruck am Einlass atm	590	587	590	570	550
Verschlussergebnisse:					
Rohbilanz	98,2	97,8	97,9	98,6	97,5
Aschebilanz	98,3	100,2	99,5	104,3	101
Abbau	97,0	96,6	95,2	96,4	95,5
Reinheitsölgehalt / RK	69,5	71,6	71,2	73,0	71,4
% Abwasser / RK	9,2	6,5	8,6	6,5	6,0
Praktische Ölgewinnleistung	0,264	0,365	0,410	0,410	0,377
Zusammensetzung des praktischen Ölgewinns:					
% Benzin - 200°	21,8	23,5	23,5	22,2	23,7
% Mittelöl 200-325°	74,0	41,7	22,2	27,4	43,3
% Schweröl	4,2	34,8	54,3	50,4	33,0
Leistung: Benzin + Mittelöl	0,253	0,250	0,187	0,204	0,248
Schweröl	0,011	0,133	0,223	0,206	0,129
Vergasung/Prakt. Ölgew. + Verg.	22,6	20,5	19,0	18,0	18,6
Benzin + Mittelöl + Verg.	23,4	28,2	34,0	31,0	25,5
% Vergasenes C vom C der Reinkohle	18,1	16,6	15,3	15,3	15,1
davon % als CO	1,6	2,0	2,2	2,2	1,3
% als CO ₂	3,3	3,1	3,1	3,9	5,1
% Neunabschlamm / TK + Kat.	106	124	102,5	114,5	111,2
Abschlammigenschaften:					
% Festes	19,7	21,9	20,8	21,6	22,3
% Asche i. P.	53,6	49,4	51,0	51,9	51,0
im Öl: % n-Asphalt	14,6	15,6	17,1	16,3	18,2
% Mittelöl	1,5	4,5	10,5	9,9	11,1
% Festes im Schleuderrückstand	38,5	40,0	38,5	39,0	41,1
% Schwefelgehalt	80	79	82,7	83	83

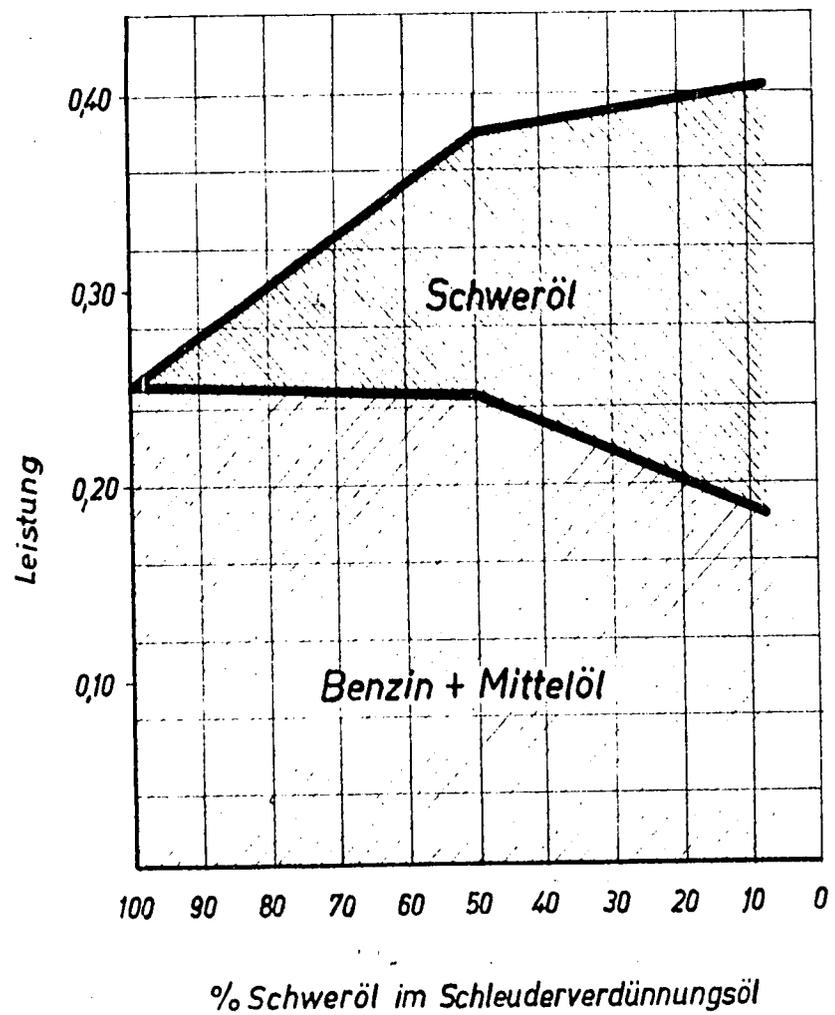
Ölgewinnverteilung in Abhängigkeit von der Zusammensetzung des Schleuderverdünnungsöles



Abhängigkeit des Abbaues, des Asphaltgehaltes im
Abschlammöl und der Vergasung von der Zusam-
mensetzung des Schleuderverdünnungsöles



Kurvenblatt 3

Ölgewinnleistung bei verschieden zusammengesetzten Schleuderverdünnungsölen

Erzeugung von Brikettiermittel aus Schleuderrückstand

Nach Beendigung des Versuches wurden etwa 32 Tonnen Schleuderrückstand auf Brikettiermittel von 85° Krü-Sar verarbeitet. Der Schleuderrückstand wurde in dem etwas abgeänderten Kugelofen (siehe Abschnitt Versuchsanordnung) getoppt.

Der Ofen lief mit 1000-1250 kg Durchsatz¹⁾. Das Produkt wurde unter 20 atm Druck unter Zugabe von 20 m³/Stunde Stickstoff auf 408° aufgeheizt. Nach der Entspannung wurde das Produkt mit etwa 280° in den auf 320-340° aufgeheizten Ofen eingespritzt, in den noch im Gegenstrom 20 m³ Stickstoff eingeblasen wurden.

Aus 100 Teilen Schleuderrückstand wurden 69,3 Teile Topprückstand und 30,7 Teile Toppöl erhalten.

Analysen der Einspritz- und der Anfallprodukte:

	Schleuderrückstand	Toppöl	Topprückstand (wasserfrei)
% Benzol-Festes	35,4	1,4	54,7
% Asche i.F.	54,4	-	52,2
spez. Gewicht	1,270/100°	1,060/20°	-
v. Öl: % - 325°	25,6	53	1,5
- 350°	36,6	-	6,6
% s-Asphalt	10,9	-	21,5
Krü-Sar	-	-	85°

Die Bilanzierung ergibt eine geringe Festeneubildung von 11 % bezogen auf das im Schleuderrückstand eingebrachte organische Peste. Diese Neubildung ist auf die lange Verweilzeit des Gutes im Kugelofen zurückzuführen (über 1 h). Die verwendete Granuliertvorrichtung läßt teilweise schaumigen und wasserhaltigen Rückstand anfallen. Durch neuere Erfahrungen in Scholven ist diese Vorrichtung überholt.

B) Analysen der Zwischen- und Endprodukte.Kohle:

Die Kohleanalysen sind im Abschnitt "Rohstoffe" besprochen. Aus Tabelle 4 sind die erreichten Mahlfeinheiten ersichtlich. Die Kohle wurde zunächst auf 69 % Rückstand auf Din 400 geschrotet.

1) Durchsatz beim Schwelen 750 kg

Die zermahlene Trockenkohle hatte 38 % Rückstand auf Din 400 und 70 % Durchgang durch Din 10 000. Die durch die Endmahlung in der Stangenmühle erreichte Feinheit des Kohlebreies war: 1,9 % Rückstand auf Din 100, 7,4 % Rückstand auf Din 400 und 60 % Durchgang durch Din 10 000. Bei dieser Mahlfeinheit traten weder niederdruckseitig noch hochdruckseitig Störungen auf.

Anreibeöl bzw. Gleitöl:

Mit Anreibeöl wird die fertige Mischung von Schleuderöl, Vorkühler-schweißöl und Rückführabschlamm bezeichnet. Das zur Dünnbreiherstellung verwendete Gleitöl war Schleuderöl allein.

Tabelle 3 enthält die in den einzelnen Fahrperioden an diesen Produkten gefundenen Analysenergebnisse. Bei Fahrperiode 1 (Benzin + Mittelöl, ohne Abschlammrückführung) lag das Feste im Anreibeöl bei 8 %, der Mittelölgehalt im Öl bei 2,5 %, der s-Asphaltgehalt bei 9 %. Die Anreibeöle der Fahrweisen auf Schwerölüberschuß zeigten Festehalte von 11,6 - 14,4 % und Asphaltgehalte im Öl zwischen 10 und 13 %. Je nach der Wahl des Schleuderverdünnungsöles waren 16,7 - 29,6 % Mittelöl in den Ölen enthalten.

Die Gleitöle enthielten 8,8 - 11,5 % Festes, 10,9 - 11,7 % Asphalt im Öl und 16,9 - 35 % Mittelöl.

Beim Fahren auf Benzin + Schwerölüberschuß waren die Öle etwas wasserstoffreicher als bei der Benzin- und Mittelöl-Fahrweise.

Kohlebrei:

Tabelle 5 gibt Viskositäten von Dick- und Dünnbreien. In einem Engler-Viskosimeter mit 6 mm Düse wurden bei 90° Durchflußzeiten bestimmt und mit dem Festehalt des Breies in Beziehung gebracht. In Anbetracht der Tatsache, daß auch die Ölqualität selber einen erheblichen Einfluß auf die Viskosität hat, ist eine solche Parallele nicht streng gültig, doch zeigt die Tabelle auf jeden Fall eine starke Erhöhung der Durchflußzeit bei Erhöhung der Festkonzentration auf über 46 - 47 %, was mit den Erfahrungen der Regeneration (siehe Regenerationsbericht) gut in Übereinstimmung gebracht werden kann.

Abschlamm: (siehe Tabelle 6)

Die Festehalte der Abschlämme lagen zwischen 20 und 22 %. Auf je mehr Schwerölüberschuß gefahren wurde, desto höher lag die Asphaltkonzentration. Der Abschlamm aus Reinitzkohle (5) zeigte deutlich höheren Asphaltgehalt als derjenige aus Mischkohle. Der Mittelölgehalt war beim Fahren auf Schwerölüberschuß maximal 11 % und lag somit höher als beim Benzin und Mittelöl-Fahren.

In Tabelle 5 sind Abschlammviskositäten aufgeführt, welche im Leunaviskosimeter bei 100° gemessen wurden. Es ist ein deutlicher Einfluß von hohen Feste- und Asphaltwerten auf die Viskosität festzustellen. Etwas höherer Mittelölgehalt (Fahrperioden 3 - 5) bringt eine geringe Viskositätserniedrigung.

Die Probe mit dem 2. Filter (Tabelle 4) enthält 0,1 % Asche und 27,5 % Dreck, was durch die 15 000.

Filtereigenschaften des Acetylaminol-Decks-Filter (5 mm, 150°), durch die Asche mit 2 Filter Schmelzöl verunreinigt wurde, ergibt folgende Filterleistung (1/2/3):

Filter	Filterleistung	Gebläseleistung (ersetz. ab)
1. Filter	33	17
2. Filter	77	23

Diese Filterleistung sind, wie nach früheren Erfahrungen zu erwarten war, ungewöhnlich. Der Abschluss aus der Schweißfahre wurde in keiner Hinsicht als der Bausil- und Mittelklasse...

Schleieröl, Schleierrückstand (Tabelle 7 und 8)

Die Festgehalte der Schleieröle liegen zwischen 5,5 und 12,6 % mit 25 - 35 % Asche. Die Festgehalte der Schleierrückstände waren mit 37,5 - 40,0 % merklich höher. Es wurde eine Ascheanreicherung im Faktor von 53,6 - 55,4 % erreicht.

Das Öl der Schleieröle enthält etwas mehr Asphalt als das Öl des entsprechenden Schleierrückstandes. Die Mittelölgehalte der Schleieröle und Schleierrückstände sind etwa gleich. In den Elementaranalysen der Öle, des Fetts und der Asche aus der verschiedenen Fraktionen ergab sich praktisch keine Unterscheidung. Es wurde auch keine merkliche selektive Wirkung der Schleieröl Eigenschaften hinsichtlich der elementaren Zusammensetzung der einzelnen Komponenten beobachtet.

Der Vergleich der Siebanalysen des Fetts aus Schleieröl und Schleierrückstand (Tabelle 4) deutet, wie zu erwarten, auf etwas höheres Festes im Schleierrückstand hin.

Schweißöl.

Die Tabellen 9, 10, 11 und 12 enthalten die Analysen der Schweißöle. Etwa 10 % des Schweißöls sind als Verdünnöl, etwa 20 % als Zerschmelzöl und das Verdünnöl ging zur Anreicherung, das Nachschmelzöl zur Anreicherungsdestillation.

Die Mittelölgehalte des Schleierrückstandes beim Schweißölfahren zeigen sich deutlich in den Schweißölen. Der Mittelölgehalt des Verdünnöls (Tabelle 9) entsprach ungefähr dem Mittelölgehalt des in die Schmelzöl eingegebenen Öles.

Die Festgehalte des Nachschmelzöls (Tabelle 10) stieg mit zunehmender Mittelölgehalt an.

Ergebnisse:

Die Güte der Schwefelkohlenstoff-Säure beträgt bei 0,5 %.

Ergebnis 15 zeigt auch bei der Reinerzeugung der Schwefelkohlenstoff-Säure auf. Die Reinerzeugung beträgt 42 - 45 % GHS-Gehalt und Reinerzeugung bei 1940 und 1940 %.

Abwasser:

Abwasser vom 1. Teil 14. Das Wasser aus der Säureherstellung und Kohlenwasserstoff, der Abwasser aus dem Versuch zur Herstellung von Schwefelkohlenstoff aus Schwefelkohlenstoff gegen das Benzol- und Mittelöl, das bei der Säureherstellung, jedoch als Nebenprodukt aus der Kohlenwasserstoff-Herstellung, wurde mittels Wasser (10,5 % Benzol 45 % Wasser 50 %). Es wurde durch Wasser, das die Reinerzeugung beim Schwefelkohlenstoff-Säureherstellung.

Das Wasser der Säureherstellung 14, 15 und 16 wurde durch Wasserstoff- und Stickstoffgas, das Schwefelkohlenstoff-Säureherstellung.

Von Benzol, Mittelöl und Schwefel aus der Abwasser wurden ebenfalls Produkte der Lagerkorrosion-Korrosionvermeidung und andererseits auch die Produkte der technischen Destillation untersucht. Bei der Lagerkorrosion wurde das Mittelöl der Benzolherstellung untersucht, die es lediglich in der technischen Reinerzeugung enthalten. Bei der Lagerkorrosion wurde die Lagerkorrosion untersucht das Abwasser (und/oder Schwefel) herangezogen.

Spezialuntersuchung:

Ergebnis 16 wurden die mit Benzol, das technische Benzol (Tabelle 15 - 20). Zuvor wurde das Benzol der Abwasser-Lagerkorrosion (Tabelle 15 und 17), Benzol der technischen Destillation (15 und 16) und Benzol der technischen Destillation, das die Lagerkorrosion (G) enthält, untersucht werden (Tabelle 19 und 20).

Zwischen der Lagerkorrosion und der technischen Benzolherstellung untersuchte in Abwasser. Die Lagerkorrosion des Wasserstoffgas ist die technische (Ergebnis bei 220° bei ersterem). Dadurch wird untersucht, wie die Lagerkorrosion, der Lagerkorrosion, in Reinerzeugung aus. Ergebnis.

Zwischen Benzol- und Mittelölfahrt und der Lagerkorrosion auf Schwefel besteht insofern eine Übereinstimmung bei der Lagerkorrosion, als der Anteil der Benzol- und Mittelölfahrt der Lagerkorrosion deutlich höher liegt, als die Lagerkorrosion auf Benzol- und Mittelöl. (Tabelle 16, 17, 18). Entsprechend geht damit eine Erhöhung der Motor-Ölqualität von 69 auf 71 - 73,3.

Abwasseruntersuchung (Tabelle 21 und 22)

Außerdem wurden Lagerkorrosions- und technische Produkte untersucht. Die Ergebnisse der Lagerkorrosion weisen gegen die Benzol- und Mittelölfahrt eine höhere Sauerstoff- und Stickstoffwerte.

Abstreifer-Schwärze

Die Tabellen 23, 24 und 25 geben Überprüfungen einerseits von im Labor vorgenommenen und andererseits von technisch gewonnenen Abstreifer-Schwärzen. Die Abstreifer-Schwärze der Schneidfabrik... (1,05° gegen 1,042) ...

Tablette (Tabelle 23 und 24)

Um den der Abstreifer-Schwärzen im Vergleich¹⁾ hinsichtlich zu ermitteln, wurden Mischungen aus Abstreifer-Öl, Schmelzharz und ...

Das Abstreifer-Schwärze der Schneidfabrik... 74 Teile Schmelzharz und 26 Teile ...

Die Abstreifer-Schwärze der Schneidfabrik... 28 - 35 Teile ...

Alle Öle waren hinsichtlich "Säurewert" den Anforderungen ent- ...

Am Ende des Versuchs wurden Metallproben hergestellt und an den ...

Tablette 23 enthält ein Verzeichnis von die Analyseergebnisse dieser ...

Man ersieht daraus, dass die Mischungen der Abstreifer-Schwärze ...

Phenole in den Ölen und im Abstreifer (Tabelle 29)

Die Abstreifer der Schneidfabrik enthalten 0,9 - 1,1 % ...

Die Phenolmengen im Abstreifer zeigen so starke Schwankungen, ...

1. Kennzeichnung Abstreifer ... Auftrag OEW an Versuchsanstalt ...

Die Schwärze

1. Auftrag des OEW von Qualität A ... 27 - ...

Wasseröl (Tabelle 30):

Als Wasseröl wurde ein stickstoffhaltiges Ölölöl von spez. Gewicht 0,950/20° zur Verfügung, von dem bei 150° ohne 92 % Übergang.

KW-Verhalten

In Tabelle 31 ist die Verteilung des KW-Verhaltens, einerseits in Gasen, andererseits in flüssigen Kohlenwasserstoffen, andererseits in Gasen, andererseits in flüssigen Kohlenwasserstoffen, sowie der Gehalt an Ungeklärtem und an Isoprenen.

Der Vorgang der Schwerölfraktionierung gegen die Benzol- und Mittelölfraktion ist in der Richtung auf höhere Schwerefraktionen der Benzol- und Mittelölfraktionen erkennbar.

Der Gehalt an Ungeklärtem und an Isoprenen in Gasen und in flüssigen Kohlenwasserstoffen.

Gasanalyse (Tabelle 32)

Bezüglich der Gasanalyse ist in Tabelle 32 angegeben, dass die Gasanalyse die H₂, CO, N₂ und CH₄ sowie die Kohlenwasserstoffe, insbesondere den Rest der Methan- und Acetylenfraktion, enthält.

Die Unterschiede der Methanfraktion in Abwesenheit anderer Benzol- und Mittelölfraktion von Schwerefraktionen sind beträchtlich und zeigen die Schwerölfraktionierung gegen die Isoprenen. Bei Schwerölfraktion sind die in Gasen enthaltenen Methanfraktionen (infolge der Methanfraktion) und die in Benzol- und Mittelölfraktionen. Diese Fraktionen sind in Abwesenheit anderer Benzol- und Mittelölfraktionen nicht in dem gleichen Maße erkennbar. Es hat daraus geschlossen werden, dass eine Erhöhung der Schwerefraktion wurde, die bei Benzol- und Mittelölfraktion Gasen enthalten wurde.

CO₂, H₂S, NH₃:

In Tabelle 33 ist die Verteilung der gasförmigen CO₂, H₂S und NH₃ auf Gase und flüssigen Kohlenwasserstoffen.

Organischer Schwefel:

Die Ergebnisse der Bestimmungen des organischen Schwefels in den Abgasen sind in Tabelle 34 enthalten. Die starken Diskrepanzen der erhaltenen Zahlen lassen keine charakteristischen Eigenschaften der einzelnen Fraktionen erkennen. Der Gehalt an organischen Schwefel ist in Abwesenheit an geringfügig.

Die Kieselemente bestehen also praktisch ganz aus anorganischen Elementen. Die Hauptbestandteile des Glühverlustes sind $S O_2$, $Fe_2 O_3$, $Al_2 O_3$, $H_2 O$. Schwefel in sulfidischer Form und C im größten in gasförmiger Menge auf.

$S O_2$, $Fe_2 O_3$ und $Al_2 O_3$ entstehen wahrscheinlich aus organischen Verbindungen der Kohle. Die starke Anreicherung von Alkalien im Chlor gibt zur Vermutung Anlaß, daß diese Kohlenbestandteile durch Alkalichloride aus eventuell auch durch Eisensulfid (vielleicht aus Kohlenätheren) ausgetrennt wurden. Bei einem Chlorgehalt der Kohle von 0,014 % gerechnet sich, daß etwa 10 % weniger auf das mit der Kohle abgetrennte Chlor in den Absetzungen enthalten sind.

In Hülfsarbeit Pöllitz, bei mit nachher der gleichen Kohle¹⁾ arbeitet, wurden ähnliche Absetzungen beobachtet. Da bei Erprobung im Großbetrieb bei 700°C ein mit Elektrizität in diese Beschleunigung bisher nicht auftrat, liegt die Vermutung nahe, daß es sich um eine Eisenverbindung der oberirdischen Kohle handelt. Möglicherweise bestehen Zusammenhänge mit der hohen Alkalität dieser Kohle.

Die Absetzungen selbst glanzlose Reaktionsmasse war, während die Kohle sich ohne Gefahr nur für den Fall, die die Ofen erloschen werden müssen.

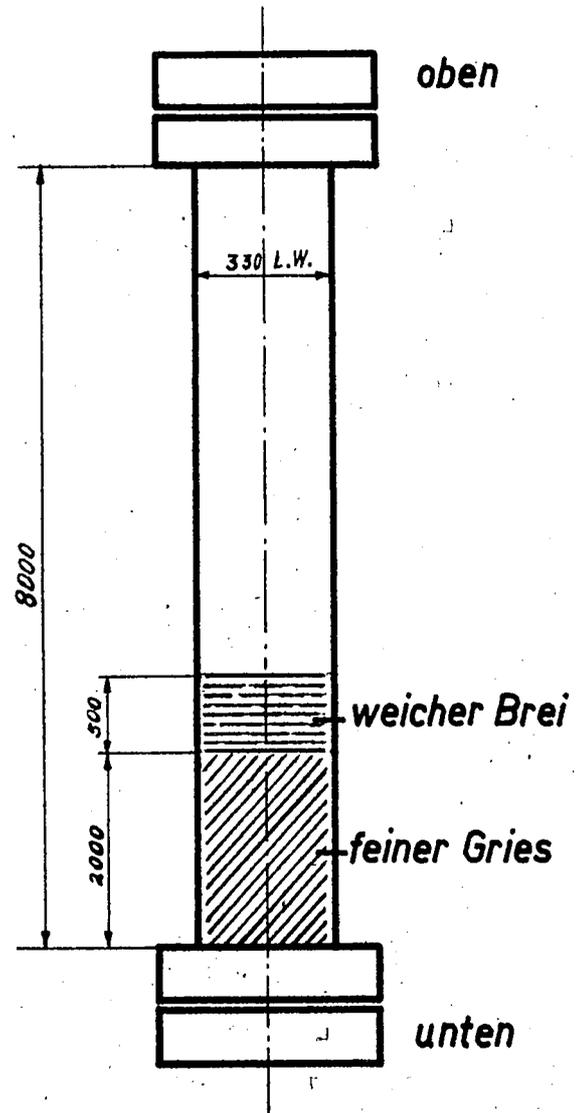
Vorbemerkungen zu der A. Theilung.

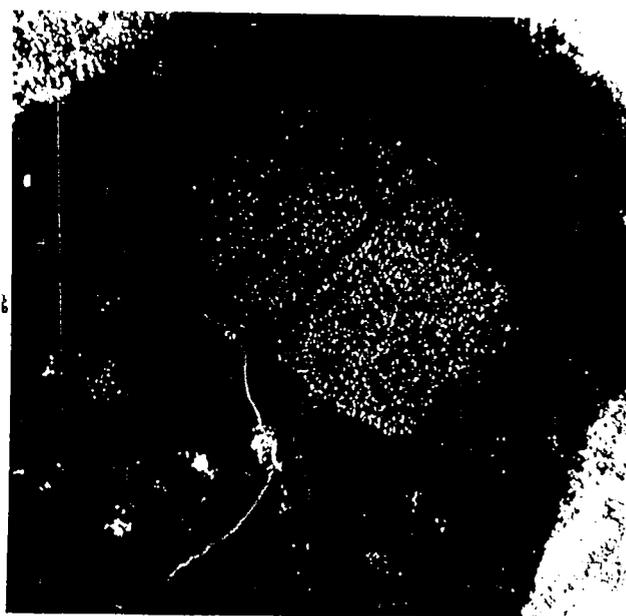
In Ergänzung zu den Mitteilungen in dem obliegenden Anhang befindet sich noch eine Reihe von Analysen der Klappen und Absetzungen vor (siehe Tabelle Seite 33). Trotzdem keine Vollanalysen vorhanden sind, läßt sich folgendes erkennen: Die Hauptteil der Absetzungen ist Eisensulfid. Daneben wurden kleinere große Chlor- und auch Alkali-Mengen festgestellt. Dieser Umstand läßt vermuten, daß bestimmte Beziehungen zwischen den Absetzungen in der Aufschmelzung und der "Gries"-Bildung in einem Ofen bestehen. Ob die Chloride bereits in der Vorbehandlung auf dem organisch anorganischen Chlor der Kohle gebildet werden, oder ob dies erst im Ofen stattfindet und die Chloride mit dem Aschenschlamm in das System zurückgeführt werden und sich absetzen, kann auf Grund des vorliegenden Materials nicht entschieden werden.

1) Pöllitz hat allerdings ungewaschene Kohle mit 7 % Asche

Ausbau Ofen I Ka. 804
Heizölgroßversuch 1941

Reaktionsvolumen 645 ltr.





Ort der Kruste	Kruste	Be- trag	I. E.	II. E.	III. E.	I. E. (Kruste I)			Σ
						Σ	%	Σ	
Letzte Krummel Gasse II	4	20,5	20,5	-	1,0	20,7	2,0	20,7	20,7
Letztes Steigrohr Gasse II von Gasse I nach Gasse III	4	72,5	93,1	-	2,4	20,0	2,1	11,5	112
Übergehende Gasse II nach Gasse III (welcher Abzweig)	-	67,5	90,0	7,4	7,4	17,9	1,5	19,9	110
Vereinigungsrohr Zw. I - Gasse III	17	15,0	20,5	-	7,2	33,3	4,5	11,5	115
Letztes Pa.-rohr Gasse III	3 - 4	100	98,0	-	1,7	20,5	0,0	20,4	0,4
Übergang Vorläufer zum Ofen I (welcher Teil d. Kruste)	-	8,3	90,9	-	-	60,0	-	7,7	17,9
Übergang Vorläufer zum Ofen I (welcher Teil d. Kruste)	-	70,0	90,0	5,4	-	-	-	-	-

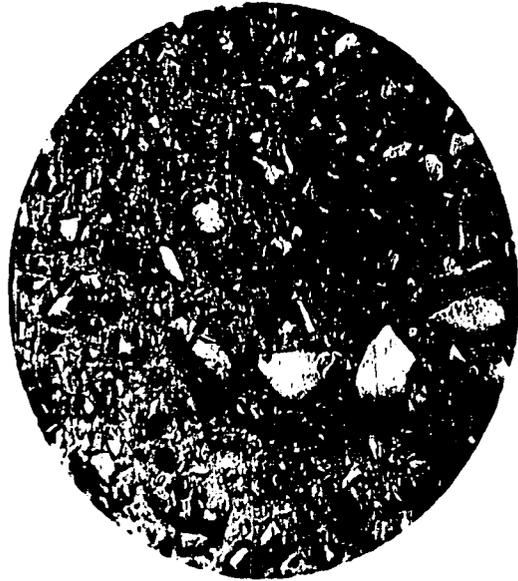
Tabella.

Versuchskohlen

Kohle	Beuthen-Grube	Heinitz-Grube	Mischkohle Beuthen + Heinitz im Anlieferungsverhältnis
Sortiment	Fuß- + Feinkohle im Anlieferungsverhältnis	Fußkohle 8-30 mm	Fuß- + Feinkohle
% Wasser	7,94	8,88	7,65
% Asche / TK	4,78	5,29	4,88
Reinkohle : % C	81,69	81,61	81,96
H	5,04	5,02	5,04
O	11,24	11,73	11,03
N	1,62	1,18	1,67
S fl	0,37	0,42	0,29
H ges	0,65	0,64	0,66
Cl	0,04	0,045	0,014
H disp.	3,99	4,01	3,97
Flüchtiges	37,17	37,55	37,59
Alkalität g H ₂ SO ₄ /kg TK	20,0	19,35	17,7
Schwefelanalyse der Reinkohle:			
% Koks	78,4	76,69	77,8
% Urteer	10,3	10,21	10,1
% Wasser	5,1	5,45	5,2
% Gas + Verlust	6,2	7,65	6,9
Bitumengehalt der Reinkohle	0,30	0,30	0,30
<u>Trockenkohle:</u>			
Verwärmungswärme	7494	7354	7468
Heizwert	7235	7097	7210
<u>Ascheanalyse:</u>			
% SiO ₂	33,02	31,68	32,65
Fe ₂ O ₃	9,96	11,88	10,36
Al ₂ O ₃	28,31	26,59	28,11
CaO	9,76	9,88	9,47
MgO	5,10	5,07	4,94
K ₂ O	} 1,75	} 1,83	} 1,71
Na ₂ O			
SO ₃	8,78	12,09	10,25
P ₂ O ₅	0,98	0,73	0,89
Cl	-	-	-
TiO ₂	1,27	1,20	1,27
Schmelzpunkt	1253°	1237°	1245°

Abbildung nach Tabelle 1

Schnittbilder der Versuchskohle



Besteckene Durchschicht



Relativkohle



Mikroskopische Darstellung + Maßstab (1:1)

Katalysatoren

Katalysator	$\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	Bayernmasse getrocknet	Bayernmasse geschwefelt	Sulfigran
% Fe	19,00			
% SO_4	34,77			
% Na				56,03
% S			19,2	38,52
% H_2O	45,24	2,01		
% SiO_2	0,03	8,57		0,16
% Fe_2O_3		40,38		0,47
% Al_2O_3		22,71		0,10
% CaO	0,004	1,68		0,44
% HgO	0,59	0,70		0,19
% Na_2O		7,84		
% SO_3		0,18		
% CO_2		2,74		0,59
% P_2O_5		0,50		
% TiCl_2	0,35	5,66		
% Cl	Spur	Spur		Spur

Arbeitsblätter GLEITST. (Diam. Probenreihe)

| Arbeitsblätter
(Gleitst.) |
|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |

Arbeitsblätter GLEITST. (Diam. Probenreihe)

Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)	Arbeitsblätter (Gleitst.)
1	2	3	4	5	6	7	8
2,1 10,5 56,3	0,5 11,4 42,7	0,5 11,5 43,5	0,5 12,7 45,9	1,058/100° 12,7 45,9	1,059/100° 12,7 45,9	1,079/100° 9,4 38,4	1,104/100° 13,3 42,5
2,082/50° 1,071/100°	1,057/100° 1,057/100°	1,052/100° 1,052/100°	1,044/100° 1,044/100°	1,058/100° 1,058/100°	1,047/100° 1,047/100°	1,079/100° 1,079/100°	1,091/100° 1,091/100°
2,1 10,5 56,3	15,9 11,3 29,6 20,4 32,8	21,5 12,8 33,6 26,8 30,1	29,8 9,8 35,3 52,3 55,5	29,8 9,8 35,3 52,3 55,5	31,5 11,7 37,0 32,7 37,0	38,4 11,5 42,2 49,9 62,2	38,4 11,5 42,2 49,9 62,2
1,012/40° 1,043/50° 1,052/90°	0,991/40° 1,047/50° 1,055/90°	0,990/40° 1,040/50° 1,050/90°	0,979/40° 1,059/50° 1,075/90°	0,999/40° 1,059/50° 1,075/90°	0,979/40° 1,059/50° 1,075/90°	0,979/40° 1,059/50° 1,075/90°	0,951/40° 1,056/50° 1,071/90°

analyse der Öl

99,02 7,44 1,55 0,01 0,01 0,01 0,01 91,35 95,41	99,91 7,51 1,55 0,01 0,01 0,01 0,01 91,29 95,32	99,45 7,41 1,55 0,01 0,01 0,01 0,01 91,29 95,44	99,38 7,46 1,16 0,95 0,01 0,01 0,01 91,03 95,06	99,71 7,48 1,16 0,92 0,01 0,01 0,01 91,23 95,36	90,08 7,53 1,50 0,07 0,05 0,01 0,01 90,19 94,48	90,08 7,53 1,50 0,07 0,05 0,01 0,01 90,19 94,48	90,08 7,53 1,50 0,07 0,05 0,01 0,01 90,19 94,48
---	---	---	---	---	---	---	---

in: (Gleitst.)

55,25 38,58 1,47 0,42 4,38 1,19 3,81 3909	41,77 53,40 2,17 0,77 2,17 3,15 4,07 5009	43,54 50,10 2,17 0,51 2,17 3,21 4,33 4700 4818	37,30 57,75 2,45 0,58 2,06 2,98 0,19 5,05 5748	44,35 50,05 2,13 0,40 2,96 4,60 0,17 4,26 4628 4755	34,00 50,85 2,45 0,52 2,45 3,55 4,02 5590 5735	42,69 51,62 1,95 0,49 2,50 4,38 0,21 5,78 4753 4858	40,92 52,70 2,25 0,49 2,50 4,38 0,21 5,78 4753 4858
--	--	--	--	--	--	--	--

27,39 19,57 29,72 3,15 2,95	26,85 20,46 27,92 3,10 3,05	27,39 20,78 25,13 5,71 3,32	28,45 20,21 27,24 5,18 3,03	24,44 25,07 21,62 6,11 3,23	25,13 28,19 20,11 6,17 3,11	23,78 22,48 23,30 5,82 3,31	23,78 22,48 23,30 5,82 3,31
---	---	---	---	---	---	---	---

Siebanalyse (Mittelwerte)

Untersuchtes Produkt	Sieve Analysis (Mittelwerte)				Summe
	100	400	4900	10000	
Roinkohle (geschrotet)	42,7	26,2	3,1	2,1	7,2
Trockenkohle	23,5	14,7	5,9	6,0	25,7
Festes aus Kohlebrei	1,9	5,5	6,8	6,8	20,1
Festes aus Abschlamm	0	Spur	0,7	0,7	0,4
Festes aus Schleuderöl	0	0	0,2	0,4	0,9
Festes aus Schleuderrückstand	0	0	0,8	1,1	0,8
					16000

1539A

Untersuchtes Produkt	% Rückstand auf Din										Gesamt auf Din
	100	400	900	2500	4900	10000	12000	16000	16000	16000	
Rohkohle (geschrotet)	42,7	26,2	10,6	6,8	3,1	2,1	0,3	0,5	0,5	7,2	
Trockenkohle	23,5	14,7	9,7	9,7	5,9	6,0	3,1	1,7	1,7	25,7	
Festes aus Kohlebrei	1,9	5,5	7,9	11,3	6,8	6,8	3,3	2,4	2,4	54,1	
Festes aus Abschlamm	0	Spur	0,1	0,4	0,7	0,7	0,4	0,4	0,4	97,3	
Festes aus Schleuderöl	0	0	Spur	0,4	0,2	0,4	0,2	0,9	0,9	97,9	
Festes aus Schleuderrückstand	0	0	0,1	0,5	0,8	1,1	0,3	0,8	0,8	95,4	

15390

Table 2

Temperature

Experiments

Duration: 100 min. 190° C. in water vapor atmosphere

Expt. No.	Time	Temp. (°C)	Pressure (atm)	Durchschnittswert
1	0	190	1.0	30.3
2	10	190	1.0	30.5
3	20	190	1.0	30.1
4	30	190	1.0	30.7
5	40	190	1.0	30.7
6	50	190	1.0	30.5
7	60	190	1.0	30.2
8	70	190	1.0	30.3
9	80	190	1.0	30.5
10	90	190	1.0	30.0

Material: Lanthanumoxide (L2O3) - 0.5 g

Expt. No.	Time (min)	Temp. (°C)	% H ₂ O	Weight loss (%)
1	0	190	4.5	0.0
2	10	190	4.8	0.030
3	20	190	5.0	0.040
4	30	190	11.1	0.050

Durchschnitt

Tabelle 6

Ausgangsmaterialzusammensetzung

Verfahren	1	2	3	4	5
Verfahrensspezifische					
Spez. Gew. / 100°	1,343	1,373	1,207	1,317	1,192
% Benzollöslich	21,7	21,3	20,8	21,2	21,3
% Acide L. Flossen	59,0	49,4	51,6	24,3	21,0
V. 01:					
Spez. Gew. / 100°	1,023	1,112	1,113	1,127	-
% Benzollöslich	21,7	21,3	20,8	21,2	21,3
% - 385°	11,5	11,3	10,3	11,0	11,1
V. 02: (1, 2, 3) an H₂					
Spez. Gew. / 100°	1,002	1,014	0,935	1,002	-
% Benzollöslich	21,3	21,3	15,0	14,2	-
% - 100°	1,043	1,052	1,046	1,054	-
% - 175°	11,4	11,1	11,4	13,7	-
% - 200°	1,011	1,018	1,004	1,006	-
Elementaranalyse: % C					
	-	-	-	99,70	-
H	-	-	-	1,27	-
O	-	-	-	1,06	-
N	-	-	-	0,24	-
S	-	-	-	0,04	-
Cl	-	-	-	0,20	-
% H / 100 C	-	-	-	7,6	-
Heizwert	-	-	-	9043	-
V. 01. - 100°	-	-	-	11,1	-
Von Polymer: Infrarotspektre					
% Acid. (G. - 100°)	21,62	21,37	21,25	21,00	21,35
% O	42,21	42,05	42,70	42,35	42,62
% H	1,73	1,62	1,80	1,70	1,75
% N	-	-	-	-	-
% S	0,57	0,56	0,45	0,50	0,46
% S H	2,95	2,93	1,94	2,94	2,93
% S ges	3,01	2,91	4,25	3,47	4,39
% Cl	-	0,16	0,18	0,18	0,23
% H / 100 C	4,1	3,0	4,3	4,2	3,9
Heizwert	4110	4245	4200	4050	4070
V. 01. - 100°	11,1	11,1	11,1	11,1	11,1
Elementaranalyse:					
% Si O ₂	21,3	21,2	21,3	21,3	21,2
% Fe ₂ O ₃	21,7	21,4	21,3	21,3	21,6
% Al ₂ O ₃	21,7	21,6	21,4	21,3	21,3
% CaO	0,5	0,5	0,5	0,4	0,5
% H ₂ O	3,1	3,3	3,2	3,7	3,3
% K ₂ O + H ₂ O	6,8	6,6	6,4	6,5	6,6
% SO ₃	10,1	10,0	10,3	10,6	10,7
% P ₂ O ₅	0,6	0,6	0,6	0,9	0,8
% Cl	-	-	-	-	-
% H ₂ O	3,3	3,4	3,3	3,6	3,9

Untersuchung des Schlackeröls

Versuchsperiode	1	2	3	4
spez. Gewicht/100°	1,082	1,092	1,100	1,093
% Benzolfesten	8,9	12,6	8,8	11,5
% Asche im Festen	33,1	35,0	31,3	28,9
Öl: spez. Gewicht / 100°	1,052	1,064	1,059	1,061
s-Asphalt	9,9	12,2	12,4	13,4
% - 325°	2,8	17,3	33,3	30,2
Schmelztemp. bei 18 mm				
Schmelztemp. - 225° : %	22,0	30,7	38,8	36,8
spez. Gew./40°	1,012	0,991	0,975	0,983
225 - 275° : %	33,7	20,7	12,7	13,8
spez. Gew./50°	1,033	1,047	1,045	1,053
275 - 325° : %	12,2	11,7	10,0	10,6
spez. Gew./90°	1,057	1,053	1,061	1,065
Elementaranalyse: % C	90,21	89,85	89,16	89,72
H	7,41	7,45	7,54	7,39
O	1,47	1,78	2,25	1,91
N	0,00	0,06	0,00	0,05
S	0,00	0,05	0,04	0,04
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,01
% H / 100 C	8,2	8,3	8,5	8,2
Heizwert	9180	9130	9084	9134
Verbr.-Wärme	9580	9530	9491	9533
Feststoff: Trockenprobe:				
% Asche (Glührückst.)	41,10	40,85	32,69	35,30
% C	53,72	54,95	61,24	58,90
% H	2,15	2,16	2,63	2,50
% O	-	-	-	-
% N	0,63	0,68	0,80	0,67
% S fl	2,09	1,77	2,10	2,78
% S ges	3,41	3,40	3,07	3,88
% Cl	0,13	0,10	0,16	0,13
% H / 100 C	3,8	3,9	4,3	4,2
Heizwert	4970	5031	5600	5390
Verbrennungswärme	5086	5155	5742	5530
Chemanalyse: % Si O ₂	27,2	27,7	26,1	25,2
% Fe ₂ O ₃	20,6	19,3	22,6	27,1
% Al ₂ O ₃	28,0	29,5	25,6	17,7
% Ca ₂ O	5,5	4,8	5,3	6,0
% Mg O	2,9	3,0	3,1	3,1
% K ₂ O + Na ₂ O	5,9	6,8	6,7	5,9
% SO ₃	5,9	4,6	7,6	13,0
% P ₂ O ₅	0,7	1,0	1,1	1,0
% Cl	-	-	-	-
% Ti O ₂	3,2	2,5	2,0	3,0

Untersuchung des Schleuderrückstandes

Versuchsperiode	1	2	3	4
spez. Gew. / 100°	1,266	1,263	1,255	1,264
% Benzolfestes	33,6	37,8	33,5	40
% Asche im Festen	55,3	53,8	55,4	55,4
von Öl: spez. Gew. / 100°	1,058	1,061	1,050	1,059
a-Asphalt	8,2	11,3	11,5	11,6
% - 325°	3,4	18,5	32,2	30,2
Vakuumdestill. bei 10 mm				
Fractionen: - 225° : %	23,7	29,4	10,3	37,1
spez. Gew. / 40°	1,014	0,991	0,976	0,983
225 - 275° : %	31,5	21,8	12,5	13,8
spez. Gew. / 60°	1,038	1,045	1,047	1,052
275 - 325° : %	13,4	12,0	9,7	9,5
spez. Gew. / 90°	1,058	1,061	1,063	1,067
Elementaranalysen: % C	90,31	89,90	89,26	90,03
H	7,45	7,38	7,56	7,52
O	1,40	1,78	2,28	1,38
N	0,81	0,88	0,65	1,02
S	0,03	0,05	0,05	0,04
Cl	-	0,01	0,01	0,01
% H / 100 C	8,2	8,2	8,5	8,4
Heizwert	9188	9172	9118	9115
Verbrennungswärme	9590	9571	9526	9521
von Festen: Trockenprobe				
% Asche (Glührückst.)	57,40	54,85	56,15	57,10
% C	37,85	40,50	38,95	36,42
H	1,62	1,80	1,71	1,56
O	-	-	-	-
N	0,50	0,54	0,39	0,43
S fl	3,48	2,83	2,08	2,80
S ges	5,76	5,34	5,15	5,59
Cl	-	-	-	0,12
% H / 100 C	4,3	4,4	4,4	4,3
Heizwert	3525	3775	3550	3337
Verbrennungswärme	3620	3875	3646	3414
Aschenanalyse: % Si O ₂	24,1	25,5	26,2	25,1
% Fe ₂ O ₃	23,8	23,7	23,2	21,1
% Al ₂ O ₃	22,6	26,2	23,2	22,1
% Ca ²⁺ O	6,7	6,7	7,4	8,0
% Mg O	3,4	3,6	3,6	3,9
% K ₂ O + Na ₂ O	4,9	7,4	7,1	5,8
% SO ₃	10,8	4,8	7,5	10,8
% P ₂ O ₅	0,4	0,8	0,6	0,7
% Cl	-	-	-	-
% TiO ₂	3,3	2,2	1,5	2,6

Tabelle 9

Vergleichung der Schweröle

Vorkühleröl:

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
spez. Gew./100°	1,138	1,117	1,085	1,073	-
% H ₂ O	0,1	0,2	0,1	0,1	-
% Festes	4,0	4,5	3,0	6,1	-
% Asche in Festen	21,3	22,8	20,5	16,5	-
von Öl: spez. Gew./100°	1,142	1,076	1,069	1,063	-
% Asphalt	11,6	7,8	9,1	8,7	-
% - 325°	3,8	15,2	36,7	32,4	-
Vakuumdestill. bei 18 mm Hg					
Fractionen - 225° %	14,4	32,6	39,5	33,5	-
spez. Gew./40°	1,043	1,021	1,025	1,013	-
225 - 275° %	36,4	23,0	22,8	22,3	-
spez. Gew./50°	1,092	1,081	1,094	1,090	-
275 - 325°	16,0	12,4	12,7	12,3	-
spez. Gew./90°	1,112	1,109	1,105	1,101	-
Elementaranalyse: % C	90,22	91,03	90,24	90,13	-
H	5,93	6,77	6,89	7,00	-
O	2,50	1,38	2,11	2,14	-
N	0,95	0,75	0,90	0,67	-
S	0,10	0,06	0,05	0,05	-
Cl	0,01	0,01	<0,01	0,01	-
% H / 100 C	6,6	7,4	7,4	7,8	-
Heizwert	8901	9050	9026	8996	-
Verbrennungswärme	9220	9415	9357	9374	-

Nachkühleröl:

spez. Gew.	1,037 _{15°}	1,042 _{20°}	0,986 _{20°}	1,012 _{20°}
% H ₂ O	2,6	0,3	1,5	-
% Festes	0,4	0,4	0,3	0,6
% Asche in Festen	0,2	0,02	Spur	Spur
% Asphalt	2,5	1,4	0,5	0,6
Phenole	-	-	20,2	23,8
Elementar-Analyse: % C	88,52	89,25	86,00	84,82
H	7,22	7,44	7,99	7,94
O	3,95	2,82	5,23	6,34
N	0,34	0,42	0,69	0,86
S	0,06	0,06	0,04	0,03
Cl	<0,01	0,01	0	<0,01
% H / 100 C	8,2	8,3	9,3	9,4
Heizwert	9091	9101	9017	8799
Verbrennungswärme	9481	9503	9448	9228

Tabelle 10

Roßbenzin aus Nachkühleröl (Schmelofen) Laboranalyse

Fraktion	1	2	3
% von Nachkühleröl	9,6	15,0	25,0
spez. Gew./15°	0,957	0,940	0,936
A.P. 1	26,1	36,0	26,5
Siedebeginn °C	135°	108°	80°
% - 100°	-	-	3,5
- 150°	5,0	3,0	12,2
- 180°	47,0	51,5	57,6
- 200°	81,8	85,0	92,3
- 220°	95,0	95,0	-
Endpunkt °C / %	222°/95,5	239°/97,9	208°/93,2
Rückst.	3,0	1,5	1,4
Verlust	1,5	0,6	0,4
<u>Elementaranalyse:</u>			
% C	84,94	86,55	82,93
H	8,45	6,68	8,58
O	6,10	4,19	7,65
N	0,47	0,51	0,72
S	0,03	0,05	0,02
Cl	0,01	0,01	-
% H / 100 C	10,0	10,0	10,5
Heizwert	8985	9461	8727
Verbrennungswärme	9439	9431	9196
% Phenole	-	-	16,6
% Paraffine 1)	-	-	32
% Naphthene	-	-	29,5
% Aromaten	-	-	29
% Ungesättigte	-	-	9,5

4

entphenolisiert

Tabelle 11

Mittelöl aus Nachkühleröl (Schmelofen) Laborzerlegung

Vorperiode	1	2	3
<u>Mittelöl</u>			
von Nachkühleröl	45,2	42,6	62,9
Spez. Gew. / 15°	1,015	1,016	0,990
Planch	11,7	11,6	25,2
A.P. I	-35,0	-35,3	-33,3
• G. Dichter: Stöbebeginn	200°	200°	200°
% - 225°	15,7	15,7	50,7
- 250°	25,2	45,9	61,8
- 275°	10,4	63,1	93,6
- 300°	79,6	80,0	-
- 325°	93,2	92,5	-
Endwert / %	340°/97,4	329°/95,6	292°/97,3
Rückst.	2,1	4,0	2,5
Verlust	0,5	0,4	0,2
<u>Mittelöl: Abphenoliert:</u>			
Spez. Gew. / 15°	0,975	1,002	0,971
A.P. I	-45,8	-40,7	-38,2
Ungesättigte	21,6	22,7	18,5
<u>Fraktionen</u>			
- 225° : Spez. Gew. / 15°	0,965	0,967	0,956
A.P. I	-47,9	-46,8	-41,4
225 - 250° : Spez. Gew. / 15°	0,976	0,980	0,966
A.P. I	-45,4	-45,3	-40,1
250 - 275° : Spez. Gew. / 15°	0,994	0,996	0,978
A.P. I	-43,0	-43,2	-35,8
275 - 300° : Spez. Gew. / 15°	1,012	1,013	0,997
A.P. I	-38,8	-40,1	-32,4
300 - 325° : Spez. Gew. / 15°	1,022	1,030	-
A.P. I	-27,9	-34,7	-

Schweröl aus Nachkühleröl (Schmelofen) Laborzerlegung

Fahrperiode	1	2	3
% von Nachkühleröl	45,2	41,4	11,3
spez. Gew. / 20°	1,107	1,116	1,081
Vakuumdestill. 22 mm Hg			
Fractionen:			
- 200° : %	-	-	-
spez. Gew.	-	-	-
- 225° : %	10,4	9,5	19,2
spez. Gew.	1,041/30°	1,070/40°	1,018/40°
225 - 250° : %	31,5	30,8	17,4
spez. Gew.	1,063/30°	1,070/30°	1,048/40°
250 - 275° : %	19,4	19,3	19,2
spez. Gew.	1,101/30°	1,102/30°	1,057/30°
275 - 300° : %	9,3	8,1	22,6
spez. Gew.	1,104/30°	1,107/30°	1,079/30°
300 - 325° : %	5,4	6,3	20,9
> 325° : %	21,5	24,4	-
Verlust %	1,6	1,0	0,7

Analysen des Schmelzrückstands

	1	2	3	4
von Fe ₂ O ₃				
von FeO				
% SiO ₂ (Schmelzrückst.)	42,05	46,10	40,92	41,35
% Fe	55,62	52,21	53,26	53,45
% Al	1,36	1,14	1,42	1,57
% Ca	-	-	-	-
% Mg	0,73	0,58	0,44	0,35
% Na	1,15	1,09	1,14	1,89
% K	4,11	4,54	4,02	4,00
% P	-	0,12	0,21	0,14
% H ₂ O	2,3	2,2	2,7	2,9
Verlust	9030	4810	4365	4589
Ergebnis	4959	4740	4787	4492
Anteil an:				
% SiO ₂	-	23,7	25,3	-
% Fe ₂ O ₃	-	25,0	23,8	-
% Al ₂ O ₃	-	23,3	22,0	-
% CaO	-	6,5	6,1	-
% MgO	-	3,4	3,1	-
% K ₂ O + H ₂ O	-	6,7	6,7	-
% CO ₂	-	7,8	9,9	-
% P ₂ O ₅	-	0,7	0,7	-
% TiO ₂	-	2,4	1,5	-

Abstreiferuntersuchung

Parameter	1	2	3	4	5
spez. Gew. / 15°	0,999	0,995	0,998	0,984	0,986
% H ₂ O	2,0	2,4	2,3	1,4	1,8
% Feuchte	9,3	10,2	10,9	14,2	16,5
Gewichtsa. Angler:					
Startgewicht	65 ⁰	59 ⁰	65 ⁰	63 ⁰	67 ⁰
- 100 ⁰	1,7	2,3	1,8	2,3	2,8
- 125 ⁰	3,0	3,5	2,6	3,0	3,4
- 150 ⁰	4,6	5,2	3,8	5,9	4,5
- 175 ⁰	7,2	8,4	7,6	7,7	7,1
- 200 ⁰	9,2	11,3	11,5	11,3	11,5
- 225 ⁰	13,4	18,2	21,0	19,0	20,4
- 250 ⁰	19,5	27,1	31,2	31,5	34,4
- 275 ⁰	25,2	35,6	41,1	42,1	44,6
- 300 ⁰	33,0	45,6	54,7	55,7	56,0
- 325 ⁰	45,8	57,3	64,8	64,6	65,1
- 350 ⁰	63,4	74,3	75,9	75,1	75,0
Rückstand	35,8	27,9	23,4	25,7	24,0
Verlust	0,8	0,8	0,7	1,2	1,0
Labor-Kolonne- Zerlegung:					
- 200 ⁰	14,7	16,7	16,9	17,0	14,7
200 - 325 ⁰	29,7	40,5	48,1	48,0	48,2
325 ⁰	55,8	61,9	34,0	33,5	35,9
% H ₂ O	0,7	0,6	0,8	0,5	0,7
% Verlust	1,1	0,5	0,2	1,0	0,5
El. Analyse : % C	87,39	86,85	86,76	87,22	86,53
H	9,09	9,24	9,44	9,38	9,55
O	2,79	3,34	3,15	2,59	3,23
N	0,63	0,54	0,61	0,76	0,65
S	0,03	0,02	0,03	0,04	0,03
Cl	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
g H / 100 C	10,4	10,6	10,9	10,75	10,80
Heizwert	9392	9294	9316	9267	9302
Verbrenn.-Wärme	9887	9792	9826	9794	9807

Tabelle 15

Rohschmelzanalyse (Laborzerlegung des Abstreifers
ohne Zusatz von Schwefel)

Wahrnehmung	1	2	3	4	5
Erweichungsp. / 15°	0,335	0,853	0,853	0,810	0,834
A.P. I	18,0	26,6	24,5	18,7	18,4
A.P. II	+15,2	+10,2	+16,0	+14,4	+15,5
A.P. III	+50,5	+7,1	+7,5	+14,7	+17,0
A.P. IV	+54,1	+53,5	+53,9	+51,0	+48,0
Erweichungsp. / 15°		31,5	19,4	17,5	13,7
A.P. I	46	43	46	38	37
A.P. II	0,5	1,3	0,2	1,5	2,0
A.P. III	6,4	10,3	6,6	6,5	8,0
A.P. IV	20,0	20,8	18,4	20,9	23,4
A.P. V	51,3	48,0	45,9	50,7	53,4
A.P. VI	70,7	70,9	72,3	73,7	79,3
A.P. VII	82,1	92,4	92,3	95,9	95,8
Erweichungsp. / 15°	214°	214°	218°	203°	205°
A.P. I	95,2	97,9	97,9	95,5	97,4
A.P. II	1,2	1,2	1,3	1,6	1,5
A.P. III	2,5	0,9	0,3	1,9	1,1
<u>Erweichungsp.:</u>					
100 - 100° : 5	9,6 ¹⁾	3,9	4,7	6,4	6,4
Spez. Gew. / 15°	0,750	0,739	0,739	0,743	0,740
A.P. I	+36,4	+36,8	+33,7	+37,5	+35,0
100 - 140° : 5	10,3	10,8	10,4	6,6 ²⁾	12,2
Spez. Gew. / 15°	0,795	0,796	0,794	0,793	0,795
A.P. I	+21,1	+22,5	+22,3	+23,6	+23,0
100 - 170° : 5	21,1	19,3	19,7	21,6	20,6
Spez. Gew. / 15°	0,826	0,835	0,835	0,835	0,835
A.P. I	+4,5	+3,0	+3,5	+3,5	+4,0
100 - 210°		210°	209°	208°	205°
Spez. Gew. / 15°		10,0	10,2	6,8	8,2
A.P. I		0,954	0,954	0,960	0,955
		-3,5	-5,9	-7,0	-5,1
Zusammensetzung: % Paraff.	50,5	21,2	22,5	21,5	17,5
% Naphthene	33,5	25,0	23,8	36,0	45,0
% Aromaten	23,0	40,8	43,5	35,5	32,0
% Ungesättigte	13,0	13,0	8,2	7,0	5,5
<u>Elementaranalyse: %</u>					
C	83,51	82,89	82,92	83,81	83,40
H	11,85	11,56	11,33	11,71	12,02
O	4,11	4,81	5,16	3,81	3,97
N	0,50	0,73	0,58	0,64	0,60
S	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01
Cl	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
% H / 100 C	14,2	13,9	13,7	14,0	14,4
Wärmerwert	9512	9423	9366	9568	9453
Vorbr.-Wärmerwert	10152	10022	9977	10200	10102

1) 100 - 100°

2) 100 - 130°

Tabelle 16

Rendementuntersuchung (technische Destillation des
Abstrahlers unter Schwelblausatz)

Salpeterminhalt	1	2	3	4	5
Spez. Gew. / 15°	0,792	0,810	0,798	0,806	0,794
% Phosphor	3,6	6,9	4,3	3,3	3,8
A.P. I	+19,5	+15,5	+17,3	+15,5	+17,6
A.P. II	+31,1	+14,4	+15,6	+15,5	+17,1
A.P. III	+53,5	+54,1	+55,3	+52,4	+52,7
Jahreszahl		29,0	21,7	18,5	14,3
ASPH: Siedepunkt °C	44	54	42	45	58
% - 50°	0,6	-	2,0	-	2,0
- 70°	0,6	4,5	7,7	7,0	5,0
- 100°	26,8	18,4	25,8	23,0	27,0
- 150°	59,8	61,9	63,8	62,0	64,4
- 200°	69,8	68,6	66,1	65,4	64,0
- 300°	92,3	95,3	94,0	94,8	92,2
Abstrahler °C / %	204° /	207° /	216° /	210° /	210° /
Rückstand	98,5	97,9	98,7	97,6	95,4
Vorlauf	0,8	1,4	1,5	1,2	1,6
	0,9	0,7	0,4	1,0	3,0
Fraktionen:					
90 - 100° : %	6,2 ¹⁾	6,5	7,2	7,4	6,0
Spez. Gew. / 15°	0,742	0,737	0,736	0,742	0,740
A.P. I	+31,6	+23,7	+30,1	+30,9	+30,5
120 - 140° : %	17,3 ²⁾	15,3	14,2	16,2	13,8
Spez. Gew. / 15°	0,780	0,783	0,789	0,794	0,796
A.P. I	+15,8	+20,0	+18,8	+19,7	+19,0
170 - 190° : %	19,3 ³⁾	17,6	14,8	16,2	11,2
Spez. Gew. / 15°	0,849	0,850	0,855	0,858	0,853
A.P. I	+7,2	+7,2	+3,2	+4,2	+4,4
190° -		207°	209°	205°	210°
%		4,0	5,5	7,0	6,4
Spez. Gew. / 15°		0,875	0,888	0,894	0,887
A.P. I		+1,6	+5,2	+5,2	+6,3
Zusammensetzung:					
% Phosphor	30,0	34,5	26,0	25,0	25,5
Naphthene	36,0	27,2	27,8	35,5	33,0
Aromaten	23,0	36,5	35,5	35,0	36,0
Ungesättigte	11,0	11,8	8,7	6,5	5,5
Elementaranalyse: % C	85,31	85,12	85,60	86,23	85,70
H	12,33	12,59	12,76	12,42	12,97
O	1,45	1,80	1,43	0,92	0,97
N	0,34	0,41	0,38	0,41	0,33
S	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
% H / 100 g	15,1	14,8	14,9	14,4	15,1
Reiswert	9982	9917	10002	9944	9967
Vorlauf - 30me	10678	10597	10690	10614	10687

1) 60-90°

2) 110-130°

3) 150-170°

Verhalten des anisotropen Rohkautschuks (Lagerung
des Abstrichs ohne Zusatz von Schwefel)

Zeitraum	1	2	3	4	5
Spez. Grav./15°	0,795	0,803	0,800	0,794	0,783
Veränderung %	0,5	7,4	8,8	7,0	6,5
A.F. I	+17,5	+15,2	+15,2	+17,4	+19,3
A.F. II	+32,5	+18,4	+20,2	+22,3	+24,0
A.F. III	+54,3	+54,2	+54,3	+52,3	+52,5
Temperatur		18,7	14,0	14,1	9,5
Wärmehinweis	48°	45°	49°	45°	43°
90°	-	0,9	-	0,2	0,6
70°	4,0	5,7	3,2	5,3	6,0
100°	25,0	21,0	20,4	22,4	27,9
130°	62,0	34,4	57,1	62,0	63,5
140°	82,6	73,8	76,9	80,6	82,7
200°	91,6	86,3	90,2	92,2	95,5
Wärmehinweis	214°	220°	221°	212°	212°
Reibwert	96,6	98,0	98,1	97,0	97,5
Veränderung	1,2	1,2	1,4	1,8	1,2
Expansionskoeffizient	2,2	0,8	0,5	1,2	1,3
100 - 100°	0,0	0,4	6,8	0,0	11,0
100 - 110°	0,737	0,725	0,733	0,737	0,744
A.F. I	+33,2	+29,5	+33,0	+33,5	+33,3
120 - 140°	16,4	15,7	13,2	19,1	14,8
Spez. Grav./15°	0,787	0,767	0,783	0,770	0,785
A.F. I	+19,0	+25,7	+21,1	+20,0	+21,0
160 - 180°	12,8	13,5	13,6	10,2	13,0
Spez. Grav./15°	0,837	0,831	0,834	0,835	0,838
A.F. I	+5,8	+4,4	+4,6	+6,0	+7,5
180°		210°	211°	212°	212°
		10,6	11,3	9,4	7,6
Spez. Grav./15°		0,867	0,870	0,870	0,870
A.F. I		-2,5	-1,7	-1,2	+0,3
Reibwert	22,5	27,8	29,5	26,5	26,0
Veränderung	35,0	30,0	30,8	37,0	38,0
Expansionskoeffizient	22,5	34,7	34,5	31,0	30,0
Umschmelztemp.	10,0	7,5	5,8	5,5	4,0
Spez. Grav./15°	35,73	36,72	36,16	36,55	36,21
H	12,90	12,74	13,04	13,32	13,08
O	0	0,10	0,39	0,60	0,55
N	0,35	0,42	0,40	0,41	0,34
S	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
M / 100 C	1,9	14,7	15,1	15,0	15,2
Reibwert	10142	10092	10126	10179	10115
Veränderung	10039	10780	10030	10882	10821
Reibwert	80,8	76,2	80,5	77,0	77,0
Optischer Faktor	69,2	72,0	73,3	72,0	71,0

1) 80-90°

2) 110-150°

3) 150-170°

Umwandlung des entkohlichten Rohbenzins (Technische
Distillation des Abgeriffers unter Nachdruck)

Fraktion	1	2	3	4	5
Spez. G. 20/15°	0,707	0,733	0,739	0,736	0,756
Dichte bei 20°	6,9	7,3	8,5	8,5	7,5
A.I. I	+20,4	+19,5	+18,3	+16,2	+17,7
A.P. I	+50,3	+24,0	+25,0	+21,5	+21,0
A.I. II	+53,3	+53,8	+52,0	+52,4	+52,8
Johann	21,5	22,9	13,6	16,0	11,5
ADM: 50°C	47°	39°	42°	47°	40°
50°	--	5,4	0,7	1,5	1,0
70°	4,2	9,0	5,4	8,4	8,0
100°	26,2	25,6	26,9	30,8	29,7
150°	39,5	66,8	66,4	70,0	66,9
200°	38,9	66,5	64,8	39,4	83,5
260°	96,4	96,2	93,7	96,2	93,5
Wendepunkt °C/g	205°/	205°/	208°/	215°/	211°/
Wendepunkt	98,4	97,8	96,8	97,2	96,5
Wendepunkt	1,0	1,2	1,5	1,6	1,6
Wendepunkt	0,6	1,0	1,7	1,2	1,7
Fraktion					
80 - 100°	7,0 ¹⁾	8,4	8,1	9,6	9,7
Spez. G. 20/15°	0,740	0,733	0,739	0,741	0,741
A.I. I	+52,7	+53,9	+50,3	+32,0	+50,4
120 - 140°	17,22)	14,4	14,6	15,2	15,7
Spez. G. 20/15°	0,735	0,732	0,724	0,735	0,731
A.I. I	+19,7	+18,9	+18,4	+16,6	+17,5
160 - 180°	13,22)	12,2	11,7	13,4	11,5
Spez. G. 20/15°	0,852	0,836	0,836	0,840	0,838
A.P. I	+9,1	+7,3	+5,2	+4,5	+4,5
180°			208°	215°	211°
			6,2	5,6	7,0
Spez. G. 20/15°			0,870	0,874	0,873
A.P. I			-3,6	-3,6	-1,2
Zusammensetzung:					
% Benzol	30,0	29,0	25,8	26,0	27,0
% Heptan	37,5	32,0	37,5	35,5	32,0
% Aromaten	24,0	30,0	29,5	32,0	33,0
% Unbekanntes	8,5	9,0	7,2	6,5	5,0
Elementaranalyse: % C	86,26	86,22	86,32	86,67	86,92
H	13,28	13,19	13,09	12,87	12,89
O	0,19	0,31	0,44	0,09	0,90
N	0,25	0,26	0,13	0,34	0,28
S	0,01	0,02	0,02	0,02	0,01
Cl	0,01	<0,01	<0,01	<0,01	Spur
% H / 100 G	15,4	15,3	15,2	14,9	14,8
Dichtwert	10113	10140	10133	10092	10074
Versäuerungsstärke	10830	10852	10840	10730	10770
O.Z.:					
Reinheitsgrad	-	-	79,3	77,0	79,5
Motor	69	ca 70	72,3	73,6	72,0

1) 80 - 90°

2) 110 - 130°

3) 150 - 170°

Ergebnis der technischen Destillation + Gasbenzin
Rohbenzin

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% Gasbenzin d. d. Maschine	11,8	7,1	11,7	12,2	14,5
spez. Gew. / 15°	0,795	0,794	0,787	0,806	0,786
Phenole %	6,8	4,8	2,3	2,7	3,2
A.P. I	+22,0	+20,1	+20,5	+16,7	-
A.P. II	+18,3	+17,7	+21,2	+17,7	+18,0
Jodzahl	+53,7	54,1	+51,8	+52,7	+52,2
	21,9	24,2	21,7	15,8	11,9
ASTM: Siedebereich °C					
% - 50°	32°	40°	35°	49°	38°
% - 70°	3,6	2,6	3,5	-	2,0
% - 100°	13,4	10,4	12,8	3,5	11,0
% - 150°	34,0	29,5	34,2	21,2	36,0
% - 170°	65,8	65,1	68,2	62,8	70,2
% - 200°	88,6	88,1	87,1	87,4	88,2
Endpunkt °C / %	95,4	94,9	94,8	95,4	95,2
	210° / 97,8	207° / 98,7	209° / 96,7	205° / 97,4	206° / 97,2
Rückstand	1,2	2,4	1,6	1,6	1,4
Verlust	1,0	0,9	1,7	1,0	1,4
Fractionen:					
90 - 100° : %	7,0 ¹⁾	7,3	7,9	7,2	9,5
spez. Gew. / 15°	0,720	0,735	0,738	0,740	0,741
A.P. I	+36,4	+32,8	+33,3	+34,3	+31,6
120 - 140° : %	12,6 ²⁾	13,6	13,1	16,6	13,2
spez. Gew. / 15°	0,793	0,790	0,794	0,790	0,792
A.P. I	+21,6	+19,6	+18,5	+20,5	+19,3
160 - 180° : %	15,0 ³⁾	15,8	12,7	15,8	13,0
spez. Gew. / 15°	0,850	0,857	0,859	0,852	0,850
A.P. I	+3,5	+6,4	+3,4	+4,2	+4,4
190° ..	210°		209°	205°	
%	4,0		5,4	4,4	
spez. Gew. / 15°	0,895		0,889	0,889	
A.P. I	-1,4		-4,9	-3,1	
Zusammensetzung:					
% Paraffine	25,5	21,5	24,3	25,0	24,5
% Naphthene	31,5	35,0	36,2	33,5	35,0
% Aromaten	34,0	34,0	30,8	35,0	35,5
% Ungesättigte	9,0	9,5	8,7	6,5	5,0
Elementaranalyse: % C	84,67	85,05	85,59	85,60	85,31
H	12,85	12,78	12,93	12,52	13,15
O	2,24	1,74	1,00	1,52	1,25
N	0,21	0,40	0,44	0,11	0,23
S	0,02	0,02	0,03	0,04	0,08
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
% H / 100 C	15,2	15,0	15,1	14,6	15,0
Heizwert	9961	9873	10049	9914	9863
Verbr.-Wärme	10655	10563	10747	10590	10575

1) 80-90°

2) 110-130°

3) 150-170°

Beleg der technischen Destillation + Gasbenzin
Entschwefeltes Rohbenzin

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% Gasbenzin in der Mischung	11,8	7,1	11,7	12,2	14,5
spez. Gew./15°	0,776	0,748	0,781	0,797	0,779
Ungesättigte %	5,6	8,5	7,2	7,0	5,5
A.P. I	+21,7	+20,9	+20,7	+17,3	-
A.P. Ia	+26,0	+25,4	+24,8	+21,5	+27,0
A.P. II	+54,2	+54,5	+52,5	+52,5	+52,4
Jodzahl	20,2	22,7	17,0	14,2	12,4
ASTM: Siedebeginn °C	44 ⁰	42 ⁰	40 ⁰	54 ⁰	42 ⁰
- 50°	0,4	0,8	1,5	-	1,0
- 70°	9,0	7,2	10,5	2,0	9,0
- 100°	33,2	28,6	31,8	19,4	35,2
- 150°	69,4	67,8	66,9	63,6	72,8
- 180°	87,4	87,4	84,4	86,2	88,2
- 200°	96,4	96,4	92,9	94,6	95,2
Endpunkt °C / %	208 ⁰ / 98,2	205 ⁰ / 98,0	209 ⁰ / 96,0	207 ⁰ / 97,4	205 ⁰ / 97,4
Rückstand	1,2	1,2	1,8	1,5	1,4
Verlust	0,0	0,8	2,2	1,1	1,2
<u>Fractionen:</u>					
90 - 100° : %	8,2 ¹⁾	8,4	7,3	8,6	10,4
spez. Gew./15°	0,721	0,733	0,739	0,734	0,735
A.P. I	+34,7	+33,9	+32,7	+34,8	+33,8
120 - 140° : %	15,0 ²⁾	14,4	13,1	17,8	13,2
spez. Gew./15°	0,781	0,782	0,792	0,785	0,783
A.P. I	+21,1	+18,9	+17,0	+20,2	+20,5
160 - 180° : %	12,0 ³⁾	12,2	12,1	15,2	10,2
spez. Gew./15°	0,833	0,836	0,852	0,835	0,835
A.I. I	+8,2	+7,8	+1,2	+5,5	+6,2
190° -	203 ⁰		209 ⁰	207 ⁰	205 ⁰
%	5,6		7,0	6,2	5,7
spez. Gew./15°	0,861		0,885	0,870	0,871
A.P. I	+6,8 ⁰		-5,3 ⁰	-2,0	+1,0
<u>Zusammensetzung:</u>					
% Paraffine	50,5	31,0	20,0	26,5	29,0
% Methene	33,0	31,0	37,5	36,0	33,5
% Aromaten	28,5	29,0	27,8	32,0	26,5
% Ungesättigte	8,0	9,0	6,7	5,5	5,0
<u>Elementaranalyse:</u> % C	-	86,22	86,36	86,70	86,38
H	-	13,18	13,23	12,81	13,25
O	-	0,31	0,12	0,32	0,17
N	-	0,26	0,26	0,13	0,12
S	-	0,02	0,03	0,03	0,07
Cl	-	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
% C / 100°C	-	15,3	15,3		
Heizwert	-	10140	10173	10015	10157
Verb.-Wärme	-	10852	10888	10707	10873
Oktan-Z. (Reagenz)	-	74	-	-	-
(Motor)	69,7	69,7	72,4	70,2	-

1) 80-90°

2) 110-130°

3) 150-170°

Tabelle 21

Mikroelementanalyse (Laborerlegung des Abstrahiers
ohne Zusatz von Schwefel)

Rohmittelöl

Vorversuchsperiode	1	2	3	4	5
spez. Gew./15°	0,979	0,981	0,964	0,976	0,971
A.P. I °C	-31,0	-30,1	-30,2	-29,4	-28,3
% Phorole	12,9	15,0	15,5	22,1	24,1
Gewichte in dest. Siedeb. im					
- 225°	221°	222°	191°	205°	201°
- 250°	1,3	0,4	7,0	12,2	18,3
- 275°	17,7	24,8	40,1	43,5	50,6
- 300°	55,9	56,9	60,0	62,7	74,2
- 325°	30,7	35,2	69,6	90,2	91,4
Endpunkt °C / %	327° /	324° /	319° /	319° /	316° /
Rückstand	27,5	96,4	97,9	97,6	97,2
Verlust	1,9	3,0	1,9	2,2	2,7
	0,6	0,6	0,2	0,2	0,1
Elementar-Analyse : % C	87,08	86,68	86,54	86,24	86,32
H	9,65	9,42	9,55	9,64	9,55
O	2,53	3,36	3,28	3,56	3,45
N	0,64	0,51	0,60	0,53	0,84
S	0,03	0,02	0,01	0,02	0,03
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
% N / 100 C	11,1	10,9	11,0	11,2	10,3
Schwefel	9343	9357	9354	9317	9267
Verbrennung	9865	9865	9844	9839	9772

mikroelement. Mittelöl

spez. Gew./15°	0,968	0,963	0,956	0,957	0,950
A.P. I °C	-23	-25,6	-24,0	-26,6	-25,7
Ungef. Phorole	15,0	14,0	9,8	10,0	11,0
Fractionen: Siedeb. im					
bis 225° spez. Gew./15°	227°	226°	215°	200°	210°
A.P. I °C	-	-	0,930	0,903	0,922
225-250° spez. Gew./15°	-	-	-22,4	-21,2	-26,1
A.P. I °C	0,939	0,936	0,933	0,932	0,932
250-275° spez. Gew./15°	-25,0	-24,8	-25,0	-26,6	-25,1
A.P. I °C	0,955	0,946	0,947	0,950	0,950
275-300° spez. Gew./15°	-27,4	-25,3	-25,7	-27,2	-22,1
A.P. I °C	0,975	0,959	0,969	0,970	0,970
300° bis	-29,6	-25,2	-26,1	-27,4	-25,1
spez. Gew./15°	323°	325°	324°	309°	
A.P. I	0,991	0,987	0,986	0,984	
	-30,7	-25,9	25,3	-24,8	

Mittelwertuntersuchung (technische Destillation des Abstrahlers
unter Schwelölzusatz)

Rohölfraktion

Verfahrensperiode	1	2	3	4	5
spez. Gew./15°	0,979	0,981	0,982	0,982	0,978
A.P. I °C	-25,7	-28,7	-27,8	-27,3	-27,8
% Phosphate	21,6	15,9	15,5	22,1	21,4
Eigenschaften					
Siedepunkt	161°	191°	197°	194°	196°
200°	2,5	1,3	1,1	0,9	1,4
225°	12,9	15,4	17,5	20,1	19,8
250°	32,4	35,5	40,4	42,8	43,9
275°	55,5	56,6	53,7	66,2	65,4
300°	80,5	79,3	77,9	83,1	84,9
325°	-	-	92,6	94,5	-
Endpunkt °C/%	324°/96,5	326°/97,2	331°/96,8	327°/96,3	322°/96,8
Rückstand	3,2	2,7	2,9	2,8	2,9
Verlust	0,3	0,1	0,3	0,9	0,3
elementar-Analyse: %					
C	86,18	85,69	85,62	85,96	85,73
H	9,43	9,45	9,42	9,30	9,30
O	3,69	4,12	4,13	3,87	4,08
N	0,67	0,71	0,80	0,84	0,86
S	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
d ₄ ¹⁵ / 100 °C	10,9	11,0	11,0	10,8	10,8
Kalwert	9197	9249	9219	9175	9139
Verbr.-Wärme	9706	9760	9722	9677	9642
Antikollidiertes Mittelöl					
spez. Gew./15°	0,965	0,965	0,961	0,956	0,956
A.P. I °C	-16,5	-28,4	-26,4	-26,1	-24,7
% Unversehrte	16,5	14,4	11,9	9,5	12,6
Fraktionen:					
Siedepunkt	195°	216°	204°	207°	197°
bis 225°: spez. Gew./15°	0,910	0,924	0,917	0,919	0,914
A.P. I °C	-19,5	-21,2	-24,0	-24,1	-23,7
225-250°: spez. Gew./15°	0,925	0,929	0,929	0,932	0,937
A.P. I °C	-24,5	-25,4	-25,2	-24,5	-26,5
250-275°: spez. Gew./15°	0,950	0,950	0,948	0,950	0,954
A.P. I °C	-28,5	-27,3	-25,7	-25,7	-26,0
275-300°: spez. Gew./15°	0,974	0,974	0,979	0,970	0,977
A.P. I °C	-31,9	-29,4	-26,8	-26,5	-28,3
300° bis	325°	325°	325°	320°	322°
spez. Gew./15°	0,993	0,995	0,992	0,990	0,998
A.P. I °C	-50,3	-30,7	-27,1	-25,3	-27,3

Abstreifer-Schwarzöluntersuchungen (Laborserlegung des Abstreifers ohne Schweißzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
spez. Gew./30°	1,042	1,052	1,052	1,054	1,052
% Phenole	1,0	5,2	4,4	6,3	7,2
Gew. Äthyläther:					
Siedeb. im Vak.	322°	340°	330°	338°	354°
% - 350°	21,2	12,8	18,0	19,2	19,0
Gewichte Verunreinigtill. (22 ml H ₂)					
Staubmenge	195°	204°	204°	200°	194°
Fractionen:					
-225° : %	25,7	19,1	23,2	23,8	30,8
spez. Gew./40°	1,016	1,024	1,024	1,022	1,022
225-250° : %	35,5	34,4	32,2	29,8	29,8
spez. Gew./40°	1,034	1,040	1,045	1,046	1,048
250-275° : %	17,0	18,6	17,7	15,6	16,2
spez. Gew./30°	1,032	1,040	1,041	1,045	1,042
275-300° : %	9,2	10,5	9,0	10,5	7,3
spez. Gew./30°	1,053	1,051	1,049	1,058	1,056
300-325° : %	5,7	6,7	7,6	4,9	6,9
Rückstand : 325° : %	6,5	10,1	9,7	9,0	8,1
Verlust : %	0,6	0,6	0,6	0,4	0,4
Elementar-Analyse: % C	89,53	89,37	89,01	89,14	88,63
H	8,22	7,92	8,20	8,00	8,08
O	1,45	2,09	2,33	1,90	2,25
N	0,71	0,59	0,42	0,92	0,99
S	0,03	0,02	0,03	0,03	0,04
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
% H / 100 C	9,2	8,9	9,2	9,0	9,1
Heizwert	9275	9233	9227	9295	9265
Verb.-Wärme	9713	9705	9666	9727	9701

Äthyläther-Schmelzüntersuchungen (Technische Destillation
des Abstreifers unter Schwefelwasserstoff)

Versuchsreihe	1	2	3	4	5
Spez. Gew. / 30°	1,045	1,055	1,056	1,060	1,049
% Ethyläther	1,2	2,2	2,5	6,5	2,5
Gen. Siedep.					
Siedebeginn °C	333	337	351	351	338
Ende °C	20,5	9,4	-	-	11,4
Gen. V. D. 4/411. (22 mm Hg)					
Siedebeginn	203°	208°	214°	219°	-
Fraktionen:					
-225° : %	24,2	12,7	19,4	8,1	29,2
Spez. Gew. / 40°	1,021	1,033	1,031	1,029	1,022
225-250° : %	32,0	37,3	39,0	39,6	29,5
Spez. Gew. / 40°	1,045	1,045	1,045	1,048	1,044
250-275° : %	21,0	20,2	38,1	20,5	17,9
Spez. Gew. / 30°	1,034	1,042	1,042	1,042	1,041
275-300° : %	9,6	10,9	12,4	13,3	7,5
Spez. Gew. / 30°	1,050	1,055	1,057	1,060	1,059
300-325° : %	6,4	7,1	9,9	6,5	6,9
Rückst. > 325° : %	6,1	9,8	8,2	10,7	8,1
Verlust : %	0,7	1,5	1,1	1,3	0,9
Elementar-Analyse: % C	89,48	89,27	88,65	88,88	89,59
H	8,19	8,08	8,08	7,87	8,02
O	1,53	2,16	2,25	2,63	1,68
N	0,76	0,45	0,99	0,52	0,85
S	0,03	0,02	0,04	0,04	0,05
Cl	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
H / 100 O	9,1	9,1	9,1	8,8	9,0
Heizwert	9274	9260	9265	9168	9237
Verbr.-Wärm.	9717	9697	9701	9593	9670

Reinheitsgradeigenschaften der Abstreiferschweröle
(Labordestillation des Abstreifers ohne Schwefelzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün	-
spez. Gew./50°	1,046	1,055	1,049	1,056	-
Stockpunkt	+ 5°	+ 7°	+ 12°	+ 8°	-
Flammpunkt	183°	193°	182°	180°	-
Brennpunkt	236°	238°	235°	233°	-
Kokstest %	0,4	1,7	1,0	1,5	-
Asphalt %	0,9	1,8	2,2	1,7	-
Aesche %	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren	-
Phenole %	1,2	5,2	2,3	6,3	-
Viskosität °S / 20°	-	-	-	-	-
" " / 50°	12,4	19,7	17,6	21,9	-
" " / 80°	2,7	3,4	3,2	3,5	-
Heizwert	9275	9283	9227	9295	-
Verbrennungswärme	9713	9705	9666	9727	-

Reinheitsgradeigenschaften der Abstreiferschweröle
(Technische Destillation des Abstreifers unter Schwefelzusatz)

Versuchsperiode	1	2	3	4	5
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	-	d'grün
spez. Gew./50°	1,048	1,057	1,056	-	1,054
Stockpunkt	+ 7°	+ 8°	+ 9°	-	+ 7°
Flammpunkt	184°	189°	189°	-	185°
Brennpunkt	238°	250°	241°	-	236°
Kokstest %	0,7	1,1	1,1	-	1,3
Asphalt %	1,0	1,9	2,0	-	2,0
Aesche %	Spuren	Spuren	Spuren	-	0,01
Phenole %	1,0	4,4	2,6	-	8,5
Paraffine %	-	1,1	1,3	-	-
Viskosität °S / 20°	-	-	-	-	-
" " / 50°	12,2	18,5	16,8	-	21,9
" " / 80°	2,7	3,3	3,1	-	3,5
Heizwert	9274	9260	9168	-	9237
Verbrennungswärme	9717	9697	9593	-	9670

Tabelle 26

Eigenschaften von Schweröl-Mittelölmischungen
(Schweröl und Mittelöl aus Vakuumdestillation des Abstreifers ohne Schwefelzusatz)

Zählpipette	1	2	3	4
Mischungsschweröl: Schweröl : Mittelöl	74,2:25,8	69,5:30,5	72:28	71:29
spez. Gew. / 20°	1,044	1,046	1,044	1,043
Farbe	d'grün	d'grün	d'grün	d'grün
Stichtpunkt	- 3°	- 10°	- 1,5°	- 10°
Flammpunkt	132°	131°	124°	112°
Brandpunkt	170°	163°	159°	150°
Kohlstoff %	0,55	0,30	0,62	1,3
Schwefel %	0,6	0,8	1,5	1,4
Asche %	Spuren	Spuren	Spuren	Spuren
Phosphor % Mittelöl	12,9	15,0	15,5	22,1
Paraffin %	0,9	-	-	-
Viskosität $\frac{1}{2}$ / 20°	35,6	35,3	35,3	35,2
$\frac{1}{2}$ / 50°	3,3	3,7	3,7	3,7
"Schwefelhaltigkeit"	12 000 Maschen Sieb, bei 0° saurefrei			saurefrei
Gew. Engler: % - 250°			2,0	4,9
% - 275°			9,1	12,2
% - 300°	11,5	16,3	15,1	20,5
% - 325°	22,8	27,6	24,1	29,5
% - 350°	42,1	42,7	39,3	42,0
Elementar-Analyse: % C	87,10		86,64	85,24
H	9,63		9,54	9,64
O	2,45		2,49	2,56
N	0,79		0,91	0,53
S	0,02		0,01	0,02
Cl	0,01		0,01	0,01
% H / 100 C	11,1		11,0	11,2
Heizwert	9333		9354	9317
Verbrennungswärme	9853		9869	9839

Reinheitsgradeigenschaften von Schweröl-Mittelbleichungen
(Schweröl und Mittelöl aus Technischer Destillation
des Abstrichers unter Schwelblausatz)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
Mischungsverhältnis Schweröl : Mittelöl	74:26	71,8: 28,2	65:35	66:34	69:31
Farbe	d-grün	d-grün	d-grün	d-grün	d-grün
Spez. Gewicht / 20°	1,046	1,050	1,045	1,050	1,046
Stockpunkt	-5°	-7°	-12°	-13°	-8°
Flammpunkt	122°	122°	114°	114°	114°
Brumpunkt	159°	154°	148°	145°	142°
Koksgehalt	0,58	0,84	0,9	1,4	0,85
s-Asphalt	0,7	1,0	1,4	1,8	1,0
Asche	Spuren	Spuren	Spuren	0	Spuren
Phenole in Mittelöl	21,3	14,8	16,0	22,1	21,4
Paraffine	0,9	0,9	0,7		
Viskosität °B / 20°	35,4	35,4	29,4	35,4	35,0
°B / 50°	3,8	3,8	3,3	3,7	3,6
"Satzfreiheit"	12 000 Maschen Sieb, bei 0° satzfrei			satzfrei	
Gewichts Ergler: %					
- 250°			8,0	7,9	7,2
- 275°			15,8	16,4	15,6
- 300°	14,1		22,2	23,3	19,5
- 325°	23,2	26,3	30,2	29,1	28,3
- 350°	40,7	40,6	43,4	38,1	41,5
Elementar-Analyse: %					
C	86,11			85,96	86,04
H	9,41			9,30	9,35
O	3,51			3,87	3,67
N	0,94			0,84	0,91
S	0,02			0,02	0,02
Cl	0,01			0,01	0,01
% H / 100 C	10,9			10,8	10,9

Bestimmungsort		
Verwendetage		
Abgabe		
Abgabebezeichnung		
Zusammensetzung:		
Abstreifer-Schweröl	neu ³⁾	Für Lieferungen
" Mittelöl		Für die Flotte
Analyse: spez. Gew. / 20° Viskos. °E/20° " °E/50° Herabwert Kal/kg " Kal/C. C H S Stockpunkt °C Kreosot H ₂ O Asche Normalbenzinunlösliches (n-Asphalt) Xylolunlösliches Koks nach Konradson % Flammpunkt (PM) °C Flammpunkt (DVM) °C	> 1,040 nicht > 0,5 unter 2,0 > 100°	ohne Viskos.-Grenze von Verdünnungsölen abhängig. nicht > 35°E/20° nicht über 300°E 0° bei 0° ausscheidungsfrei bei 0° ausscheidungsfrei, falls Viskosität bei 0° unter 200° Engler liegt Dickere Öle müssen bei der Temp. ausscheidungsfrei sein, bei der sie eine Viskosität von 200°E haben

normales Mittelöl 200-325°
 Mittelöl 250-325°
 nicht in Kraft getreten

Tabelle 29

Phenolzerlegungen

Fahrweise	2		3
Untersuchtes Produkt	Benzin ¹⁾	Mittelöl ¹⁾	Abstreifer
% Phenole	7,1	14,8	12,7
Zusammensetzung:			
% Vorlauf	3,9	2,8	3,2
% Karbolsäure	64,9 2)	4,7	3,9
% o-Kresol	11,0	8,5	2,6
% m-p-Kresol	11,8	12,5	11,0
% Xylenole	-	16,6	14,6
% Höhere	4,8	54,9	59,7
% Verlust	3,6	-	-
von Abstreifer:			
% Karbolsäure		0,85	1,1
% Kresole		1,73	1,7

Phenolgehalt des Abwassers

Fahrperiode	1	2	3	4	5
g Phenole/Ltr	0,2-2,9	3,6-4,3	0,9-4,8	0,5	0,4-1,1

1) techn. Abstreiferdestillation: 10,8 % Benzin, 50 % Mittelöl

2) 84,7 % Reinheit, 31,6° Erstarrungspunkt

Tabelle 3C

Analyse des Waschöles

spez. Gew. 0,950/15°
% Phenole 9,9 %

Gewichtsanalyse: Siedebeginn 83°
 % - 100° 0,8
 - 150° 2,7
 - 180° 5,8
 - 200° 8,3
 - 250° 39,2
 - 300° 74,2
 - 325° 85,9
 - 350° 91,5

Elementaranalyse: % C 86,68
 H 10,15
 O 2,56
 N 0,53
 S 0,08
 Cl 0
 % H / 100 C 11,7

Heizwert 9445
 Verbr.-Wärme 9995

Verteilung der KW-Vergasung (Gewichtsprozente)

Fahrperiode	1	2	3	4	5
% CH ₄	27,1	30,8	33,1	31,6	31,9
% C ₂ H ₆ + C ₂ H ₄	24,2	23,8	22,9	22,7	21,9
% C ₃ H ₈ + C ₃ H ₆	30,4	26,6	27,0	28,1	21,4
% C ₄ H ₁₀ + C ₄ H ₈	18,3	18,8	17,0	17,6	11,8
Ungesättigte					
% von C ₂	1,8	1,4	1,8	1,5	1,4
% von C ₃	2,1	2,2	2,3	2,4	2,3
% von C ₄	4,2	3,1	4,2	3,8	4,2
% Isobutan im Butan	11	10	11	10-11	11

Verteilung des C der KW-Vergasung

Fahrperiode	1	2	3	4	5
C in CH ₄ %	25,5	28,8	31,3	29,8	30,1
C in C ₂ H ₆ +C ₂ H ₄ %	24,2	23,8	23,0	22,8	23,1
C in C ₃ H ₈ +C ₃ H ₆ %	31,2	27,2	27,8	29,0	30,4
C in C ₄ H ₁₀ +C ₄ H ₈ %	19,1	20,2	17,9	18,4	16,4

Tabelle 32

Löslichkeiten

Waschöl $\text{m}^3/\text{m}^3/\text{atm}$

Fahrperiode	1	2-5
spez.Gew. des Öles Temperatur ¹⁾	0,950/15° 18°	0,950/15° 18°
Löslichkeit: H ₂	0,067	0,066
CO	0,097	0,112
N ₂	0,074	0,075
CH ₄	0,216	0,185
C ₂ H ₆	0,525	0,432
C ₃ H ₈	0,801	0,579

Abstreifer $\text{m}^3/\text{to wasserfr. Abstreifer/atm}$

Fahrperiode	1	2-5
spez.Gew. des Öles Temperatur	0,999/15° 40°	0,991/15° 40°
Löslichkeit: H ₂	0,060	0,059
CO	0,104	0,090
N ₂	0,059	0,067
CH ₄	0,184	0,180
C ₂ H ₆	0,607	0,567
C ₃ H ₈	1,18	1,02

Abschlamm $\text{m}^3/\text{to Abschlammöl/atm}$

Fahrperiode	1	2-5
spez.Gew. des Öles Temperatur ²⁾	1,096/100° 430°	1,112/100° 430°
Löslichkeit: H ₂	0,199	0,135
CO	0,246	0,121
N ₂	0,170	0,127
CH ₄	0,296	0,170
C ₂ H ₆	0,459	0,239
C ₃ H ₈	0,718	0,309

- 1) Eintrittstemperatur des Öles in den Wascher
2) Abscheidereingang

Tabelle 33

Verteilung des CO_2 , H_2S und NH_3 -Anfalles
auf Abgas und Abwasser¹⁾

(in Gew.% auf durchgesetzte Reinkohle)

Fahrperiode		1	2	3	4	5
CO_2	Abgase	0,83	0,77	0,90	1,20	1,59
	Abwasser	0,92	0,77	0,65	0,68	0,71
	Summe	1,75	1,54	1,55	1,88	2,30
H_2S	Abgase	0,06	0,06	0,08	0,12	0,10
	Abwasser	0,41	0,29	0,37	0,31	0,26
	Summe	0,47	0,35	0,45	0,43	0,36
NH_3	Abgase	0,05	0,10	0,06	0,11	0,08
	Abwasser	0,75	0,63	0,64	0,62	0,63
	Summe	0,81	0,73	0,70	0,73	0,71

1) Destillations- und Schwelabgase blieben unberücksichtigt

Gehalt an organisch gebundenem Schwefel in den Gasen
mg S/m³ Gas

Art des Gases	Fahrperiode			
	1	2	3	4
Abgas I	19,4	8,3	9,9	
Abgas II	11,5	8,3	20,0	
Wascher Abgas I	16,8	7,5	6,5	8,6
Wascher Abgas II	11,9	17,8	25,1	10,3
Abschlaamgas	7,8	4,7	5,7	

Tabelle 35

Wasserstoffverbrauch

Fahrperiode	1	2	3
m ³ verbrauchter H ₂ /Tonne Reinkohle	1190	1020	983
davon % chemisch	66,0	69,1	70,7
% gelöst	27,5	28,0	26,0
% Verlust	6,5	2,9	3,3

J. L. Müller

Dresden

5. 6. 1941. Cott/Pf.

*3. März
& mit Einverständnis*

Betr.: Dieselöl-Produktion in Steinkohle-Hydrieranlagen ¹⁾.

Zusammenfassung.

In der anhängenden Tabelle I sind einige Möglichkeiten der Dieselölherstellung in einer Steinkohle-Hydrieranlage angezeigt.

Es ergibt sich:

I. Die maximal in einer Steinkohle-Anlage (Kapazität 200 000 Jato Autobenzin) zu gewinnende Dieselölmenge ist 125 000 Jato, daneben fallen 82 000 Jato Autobenzin an. Bei einer Produktion von ca. 100 000 Jato Flugbenzin beträgt die Dieselölmenge ca. 90 000 Jato.

Wird eine Steinkohle-Anlage mit einer Kapazität von ca. 200 000 Jato Autobenzin und 200 000 Jato Heizöl auf Dieselöl-erzeugung umgestellt, so kann jetzt bedingt durch die höhere Sumpphasebenzin-Menge nur 78 000 Jato Dieselöl neben ~ 125 000 Jato Autobenzin und 200 000 Jato Heizöl erzeugt werden. Bei der Herstellung von Flugbenzin geht obige Dieselölmenge auf ca. 55 000 Jato zurück.

II. Bei der Erzeugung von Dieselöl geht die Qualität der dabei gleichzeitig anfallenden Benzine entsprechend der Dieselölmenge zurück (O.Z. des I-Benzins geschätzt ca. 71 M.M., O.Z. des Autobenzins 55-60).

III. Die 6434-Gasphase liegt teilweise bzw. ganz still.

IV. Das erzeugte Dieselöl hat eine Oktanzahl von 35 bis 40. (Verdünnter oder konzentrierter Vorhydrier-Kontakt.)

Der Stockpunkt des Dieselöls liegt sehr tief (unter -350°)

Die Viskosität ist mit 1,08⁰₂₀ etwas gering.

1) Vergl. Bespr.-Ber. v. 12.5.41 1736 und Schreiben RWA v. 16.5.41.

S 39
III D-10

18.11.41

V. Wenn in einer Steinkohle-Anlage Dieselöl erzeugt werden soll, ist vorzusehen:

- a) getrennte Abstreifer-Destillation für 5058 und 6434.
- b) Die 5058-Abstreifer-Destillationskolonne muß so ausgelegt werden, daß ein Leichtbenzin - 120° eine Zwischenfraktion 120 - 180 und Mittelöl > 180° herausgeschnitten werden können.
- c) Lauge und Wasserwäsche für das Dieselöl sind vorzusehen.
- d) Entsprechende Zwischentanks und Fertigtanks sind vorzusehen.

Ausgehend von 1 000 kg Sumpphase-Benzin und Mittelöl sind in der anhängenden Tabelle I einige Möglichkeiten aufgezeigt, Dieselöl aus der Gasphase herauszuziehen.

Im Fall a) wird die Sumpphase auf Benzin und Mittelöl gefahren, im Fall b) auf Benzin, Mittelöl und Schweröl (Heizöl).

Es wird jeweils die normale Fahrweise auf Auto- bzw. L-Benzin verglichen mit einer Fahrweise, bei der nach der Vorhydrierung Dieselöl herausgezogen wird und zwar wird neben Dieselöl Autobenzin bzw. L-Benzin hergestellt.

Für den Fall a) (kein Heizöl) ergeben sich für eine 200 000 Jato Autobenzin-Anlage folgende Produktionsmöglichkeiten:

Produktion in Jato				
Autobenzin	200 000	---	82 000	---
L-Benzin OZ. 87	---	180 000	---	100 000
Dieselöl	---	---	126 000	93 000
Gesamt-Produktion	200 000	180 000	208 000	193 000

f) in den Fall b (Heizölfahrweise) ergeben sich etwa folgende Produktionsmöglichkeiten:

Produktion in Jato				
Autobenzin	200 000	--	127 000	--
L-Benzin OZ. 87	--	185 000	--	134 000
Dieselöl	--	--	78 000	54 000
Heizöl	200 000	200 000	200 000	200 000
Gesamt-Produktion	400 000	385 000	405 000	388 000

Wie aus Tabelle I ersichtlich, wird bei der Herstellung von Autobenzin und Dieselöl das Vorhydrierungsbenzin als Autobenzin herausgezogen (Benzin ist nicht ganz siedegerecht), das über dem Benzin siedende Mittelöl wird als Dieselöl herausgezogen. (Maximale Dieselölmenge.) Die 6434-Kammern stehen hierbei still. Wird ein Teil des Dieselöls über 6434 verarbeitet, so kann die Autobenzin-Menge und die Qualität des letzteren entsprechend verbessert werden.

Soll neben Dieselöl Flugbenzin erzeugt werden, so wird es zweckmäßig sein, 5058- und 6434-Abstreifer getrennt zu destillieren und zwar derart, daß der 5058-Abstreifer zerlegt wird in Benzin bis ca. 120°, ein Schwerbenzin 120-180° und Mittelöl >180°. Das Schwerbenzin und ein Teil des Mittelöls wird über 6434 auf L-Benzin so verarbeitet, daß die Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin bis ca. 120° das fertige Flugbenzin ergibt. Dies so gewonnene Flugbenzin dürfte in seiner Qualität nahezu die Qualität des VT 705 erreichen.

Allgemein gilt, daß bei Herausnahme von vorhydriertem Mittelöl als Dieselöl, die 6434-Kammern teilweise oder ganz außer Betrieb sind.

Dieselöl-Qualität.

In der Tabelle II sind einige im 6- und 1 Ltr.-Ofen erhaltene b-Mittelöle aus der Vorhydrierung von Steinkohle zusammengestellt.

Daraus ergibt sich, daß die bei der Vorhydrierung von Steinkohle-Verflüssigungsmittelöl erhaltenen b-Mittelöle eine Cetanzahl von ca. 35 haben. Bei der Vorhydrierung mit Kontakt 5058 dürfte eine Cetanzahl von ca. 40 erreicht werden. Die Steinkohlen-Dieselöle haben einen sehr tiefen Stockpunkt - unter - 35°C -, die Viskosität ist mit 1,08°C bei 20°C allerdings etwas gering.

Ferner dürfte es nötig sein, falls in einer Steinkohle-Anlage Dieselöl erzeugt werden soll, für die ses Dieselöl eine Laugewäsche und Wasserwäsche vorzusehen.

gez. Oettinger

2 Tabellen.

1575

Tabelle I.

	a) 1000 kg S-Bi + Mi S-Phase auf Bi + Mi 5058		b) 1000 kg S-Bi + Mi S-Phase Bi + Her 5058		40 % S-Bi - 200°	
	962	oder 962	950	950	950	950
kg Abstreifer	378 - 180°	296 - 150°	586 - 180°	520 - 150°	586 - 180°	360 - 120°
kg Benzin EP	---	---	---	---	---	226 120°
kg Schwerbenzin	580 180°	672 150°	360 180°	426 150°	360 180°	180°
kg b-Mittelöl 6434	↓	↓	↓	↓	↓	↓ 1)
kg Benzin EP	540 - 180°	542 - 150°	325 - 180°	342 - 150°	---	258 - 140°
Endprodukte					586	---
kg Autobenzin	918	---	921	---	---	618
kg I-Benzin	---	828	---	862	---	250
kg Dieselöl	---	---	---	---	360	868 x)
Sa. Endprodukte	918	828	921 x)	862 x)	945 x)	868 x)
						1) Frischöl für 6434 188 kg Schwerbi 155 kg b- Mittelöl
						x) Außerdem Schweröl als Heizöl
						920 kg S-Phase Abstreifer- als Heizöl

Tabelle II.
Eigenschaften des b-Mittelöls aus der Vorhydrierung von Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl

	5058	5058	5058	5058	5058	5058/ 7846	7846	7846
Vorhydrierungs- Katalysator	53	37,3	23,4	20,7	25,4	27	22	44
Benzin im Abstreifen	0,861	0,856	0,876	0,888	0,878	0,872	0,876	0,876
b-Mittelöl								
spez. Gewicht	53	49	41	34	31	38	38	38
Siedepunkt °C	212	190	196	195	189	200	187	187
Siedebeginn °C	303	305	310	308	309	307	318	310
P. P. °C	--	43 x)	40x)	35 x)	30	37	34,5	35
Cetanzahl	--	--	--	--	unter -350	unter -350	--	--
Stockpunkt °C	--	--	--	--	1,085	1,085	--	--
Viskosität cP/20°	--	0,03	0,07	0,35	0,007	--	--	--
Phenole	--							

x) Aus Cetanzahl umgerechnet.

H. Becker

Autoklavenversuche zur hydrierenden Spaltung von
Paraffinen an Wolframsulfid.

H. v. W. ...
Stey G.
H. v. W. ...

Zusammenfassung.

Statisch und unter einem Wasserstoffdruck von 200 bis 250 atm mit K 5058 durchgeführte Versuche haben folgende Ergebnisse:

Die Geschwindigkeit der Spaltung hängt sehr stark von der Kettenlänge ab. Während Äthan bei 24 mV noch vollkommen beständig ist, zerfällt Propan bei dieser Temperatur bereits mit einer Halbwertszeit von 20 bis 40 Stunden. Bei 22 mV ist Propan ebenfalls noch beständig, während Butan mit einer Halbwertszeit von 5-10 Stunden zerfällt und n-Heptan innerhalb von 1 Stunde bereits in durchschnittlich 2, Octan in durchschnittlich 4 Bruchstücke gespalten ist (Halbwertszeiten siehe Kurvenblatt 5).

Verzweigte Paraffine werden erheblich schneller gespalten als Normalparaffine, Isooktan z. Bsp. etwa 20 mal schneller als n-Heptan bei gleicher Temperatur. Aus Isooktan entsteht dabei zunächst fast reines Isobutan, während n-Heptan bei niedriger Temperatur hauptsächlich Butan mit einem Isogehalt von rund 50 % und Propan, bei höheren Temperaturen in zunehmendem Maße Äthan und schließlich Methan liefert (s. Kurvenblatt 4).

Die scheinbare Aktivierungswärme für die Spaltung der Paraffine dürfte in der Größenordnung von 20 kcal liegen.

Für den Mechanismus der hydrierenden Spaltung von Paraffinkohlenwasserstoffen an Wolframsulfid (und wahrscheinlich auch an anderen isomerisierenden Kontakten) ergibt sich folgendes wahrscheinliche Bild:

Isoparaffine können direkt gespalten werden, wobei die Spaltung am wasserstoffärmsten C-Atom einsetzt, d.h. beim Vorliegen eines wasserstofffreien C-Atoms wie im Isooktan an diesem. In der Regel wird dabei die längste Kette an dem betreffenden C-Atom abgespalten, bei hohen Temperaturen wird aber auch die Abspaltung sogar von Methan merklich.

Der Spaltung von Normalparaffinen, vielleicht mit Ausnahme des n-Butans, geht ihre Isomerisierung voraus, wobei vermutlich in der Regel eine Methylgruppe in 2-Stellung, seltener in 3-Stellung (oder einer anderen Stellung) entsteht. Diese Isomerisierung erfordert eine höhere Temperatur als die Spaltung des entstehenden Isoparaffins, die nach den obigen Regeln erfolgt, woraus sich die Erfahrungsregeln ergeben, daß Normalparaffine gegen die Spaltung beständiger sind als Isoparaffine und daß eine Isomerisierung der höheren Paraffine ohne gleichzeitige merkliche Spaltung nicht möglich ist. Längere Ketten werden durch eine Aufeinanderfolge von Isomerisierungen und Spaltreaktionen abgebaut.

Als Folge der Isomerisierung vor der Spaltung kann das bei der Spaltung entstandene Butan einen höheren Isogehalt aufweisen, als nach der Lage des thermodynamischen Gleichgewichtes zwischen *n*- und *iso*-Butan bei der Spalttemperatur zu erwarten wäre.

Ausführung der Versuche.

Die vorliegenden Versuche zur hydrierenden Spaltung reiner Paraffinkohlenwasserstoffe an K 5058 unter einem Wasserstoffdruck von etwa 200 bis 250 atm wurden statisch durchgeführt. Der verwendete Autoklav 415 hatte bei den ersten 4 Versuchen ein Volumen von 2,86 Ltr., bei den folgenden Versuchen ein Volumen von 3,54 Ltr., da ein anfangs vorhandenes Aluminiumfutter entfernt wurde. Der Autoklav enthielt in einer Hülse aus V₂A-Drahtnetz 1 Ltr. Kontakt 5058 (Faß 2112 - 51, 10 mm Pillen, 2320 g); mit der gleichen Kontaktfüllung wurden jeweils mehrere Versuche durchgeführt, mit frischem Kontakt wurden nur die Versuche 1, 5 und 10 (vgl. Übersicht über die Versuche weiter unten) gefahren. Es wurden jeweils 100 g Kohlenwasserstoff verwendet und zwar bei den höheren Kohlenwasserstoffen direkt in flüssiger Form, während das Propan gasförmig aus einer auf etwa 50° geheizten Flasche entsprechend einem Druck von etwa 15 atm in den auf etwa 80° geheizten Autoklaven eingefüllt wurde. Der Autoklav wurde dann mit etwa 124 atm Wasserstoff aufgefüllt und hochgeheizt, wobei die Schaukelvorrichtung solange betätigt wurde, bis mit Sicherheit keine flüssigen Anteile mehr vorlagen. Die Aufheizgeschwindigkeiten in dem Gebiet vor Erreichung der Solltemperatur (s. Versuchsübersicht) waren teilweise recht langsam, sodaß eine genaue zeitliche Festlegung des Reaktionsbeginnes nicht möglich ist. In verschiedenen Zeitabständen nach Erreichen der Solltemperatur bis zur Beendigung des Versuches nach 24 oder bisweilen 32 Stunden wurden Gasproben entnommen, von denen technische Analysen und meist auch Podbianalysen ausgeführt wurden. Bei einem Teil der Versuche wurden außerdem auch bei Erreichen der Solltemperatur Analysen genommen. Nach Beendigung der Versuche wurde der Autoklaveninhalt bei einer Temperatur von 80 bis 130° (je nach dem Ausgangsstoff) langsam über 2 hintereinandergeschaltete Tiefkühler entspannt und der Tiefkühleranfall ebenfalls analysiert.

1579

- 3 -

Übersicht über die durchgeführten Versuche.

Nr.	Datum	Produkt	Vers.-Temperatur (Aufheizgeschwindigkeit der letzten Stunde)	Erreichter Maxialdruck und End- druck	Tiefkühler- anfall in g beim Ent- spannen	Bemer- kung
1	16/17.4.43	Propan	22 mV (1,5mV)	308 at/210 at	ohne T.K.	frischer Kontakt
2	22/23.4.	n-Heptan	" (1,0")	250/140	--	
3	26/28.4.	Propan	24 " (2,0")	305/148	--	
4	29/30.4.	"	--	Autoklav undicht	--	Versuch un- brauchbar
5	1/2.5.	n-Heptan	22 " (4,0mV in 1/2Std.)	885/246	(35 g H ₂ O aus Kont.)	
6	4/5.5.	"	24 " (0,8)	276/242	(6g " ")	
7	5/6.5.	"	22 " (1,0)	250/198	21	
8	7/8.5.	Oetan	22 " (2,0)	242/62 (etwas un- dicht)	10	
9	8/9.5.	n-Heptan	(22)	Autoklav undicht	--	Versuch un- brauchbar
10	13/14.5.	"	22 " (3,0 in 1/2Std.)	245/212	24	frischer Kontakt mit H ₂ unter Druck 3 Std. bei 22 mV redu- ziert
11	16/17.5.	Propan	24 (2,8)	300/252	12	
12	19/20.5.	n-Heptan	20 (0,5)	242/200	89	
13	21/22.5.	"	23 (2,5)	215/162	15	
14	23/24.5.	"	21 (1,6)	236/214	83	
15	26/27.5.	Propan	20 (3,2)	278/240	(10, nicht untersucht)	
16	28/29.5.	"	24 (3,4)	300/255	(7, ")	
17	30.5./1.6.	Isooktan	20 (3,0)	170/165	66	

-4-

Versuche mit Propan.1.) 20 mV = 391°O (Vers.Nr. 15).

Innerhalb von 24 Stunden findet offenbar noch kein merklicher Umsatz statt, denn bei der technischen Gasanalyse ergab sich das mittlere \bar{C} von der 1. bis 24. Stunde konstant zu 2,9. (Die Ergebnisse der Podbianalysen weichen allerdings hiervon ab. Hier wurden nämlich nach der 1. Stunde neben C_2H_6 noch 22 % C_4H_{10} gefunden, dagegen bei den späteren Analysen nach der 4., 8. und 24. Stunde 25 - 30 % C_2H_6 und nur noch 2,5 % C_4H_{10} neben C_2H_6 . Dabei fällt aber auf, daß die C_2H_6 -Menge von der 4. bis zur 24. Stunde praktisch gleich bleibt und jedenfalls keinen Gang zeigt. Unter Berücksichtigung des oben mitgeteilten Ergebnisses der technischen Analyse dürfte es sich daher um Fehler bei der Podbianalyse handeln.)

2.) 22 mV = 425°O (Vers.Nr. 1).

Zum Unterschied von den übrigen Propanversuchen wurde dieser Versuch mit frischem Kontakt durchgeführt. Innerhalb von 16 Stunden zeigte sich auch bei dieser Temperatur noch kein meßbarer Umsatz. Die Podbianalyse ergab: C_4 und C_5 nicht nachweisbar, $C_1 + C_2$ in nicht meßbaren Spuren, sonst alles C_3 . Die technische Analyse ergab zwar für das mittlere \bar{C} etwas niedrigere Werte als 3, nämlich nach der 1., 2., 4. und 16. Stunde die Werte 2,4-2,7-2,6-2,5-2,5, jedenfalls aber ebenfalls keine Änderung des mittleren \bar{C} innerhalb der Versuchszeit.

3.) 24 mV = 459°O (s. Tabelle 1 und Kurvenblatt 1; Versuche Nr. 3, 11, 16).

Bei dieser Temperatur ist die Spaltung des Propan bereits deutlich. Aus dem 24-Stunden-Wert läßt sich die Halbwertszeit für den Zerfall unter den vorliegenden Versuchsbedingungen zu etwa 40 Stunden extrapolieren. Der Zerfall dürfte nach $C_2H_6 + H_2 = C_2H_4 + CH_4$ erfolgen, wenn auch bei der Untersuchung der KW -Zusammensetzung die CH_4 -Menge mäßig anfängs stärker, später weniger hinter der C_2H_4 -Menge zurückbleibt, jedenfalls liegt kein Anzeichen dafür vor, daß das primär gebildete C_2H_4 unter den vorliegenden Bedingungen bereits weiter zu CH_4 zerfällt, da in diesem Falle die Anzahl der Mole CH_4 größer sein müßte. Die bei der Podbianalyse gefundenen geringen Mengen an C_4H_{10} und höheren Kohlenwasserstoffen dürften nicht reell sein, da bei dem vorliegenden hohen H_2 -Partialdruck eine merkliche Polymerisation der primären Spaltstücke sehr unwahrscheinlich ist. Nach dem Ergebnis der Podbianalyse nach der 4. Stunde scheint die Spaltung bei dem Versuch 3 mit dem höheren Produktpartialdruck bereits weiter fortgeschritten zu sein als bei den Versuchen 11 und 16. Ob diese Partialdruckabhängigkeit allerdings reell ist, muß dahingestellt bleiben.

- 4) Aus den Versuchen zur Spaltung von n-Heptan bei 24 mV (s. weiter unten) ergibt sich für die Propenspaltung eine Halbwertszeit von etwa 20 Stunden, also ein nur halb so großer Wert wie oben, doch dürfte obiger Wert genauer sein.

Versuche mit Isooktan bei 20 mV = 391°C (Vers.Nr. 17).

Versuchsdauer Stdn.	1	4	9	24
Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe				
Vol.% (Gew.% ¹⁾ CH ₄	---	---	---	---
" " C ₂ H ₆	---	---	---	12,0 (6,5)
" " C ₃ H ₈	---	---	---	18,2 (14,8)
" " C ₄ H ₁₀	93,1 (87)	96,7 (~94)	97,3 (95)	67,0 (72,5)
" " höhere Kohlenwasserstoffe	6,9 (~13)	3,3 (~6)	2,7 (~5)	2,8 (6,2)
Mittleres C nach technischer Gasanalyse	3,7	4,1	3,7	3,4

Die Zahlen der obigen Tabelle zeigen, daß der Zerfall primär am quartären C-Atom einsetzt und nach $1 - C_8H_{18} + H_2 = 2 \cdot 1 - C_4H_{10}$ erfolgt und nach 1 Stunde schon praktisch beendet. Die Halbwertszeit für diesen Primärschritt dürfte in der Größenordnung von 1/4 Stunde liegen. Das Butan bestand bei der nach 24 Stunden genommenen Probe zu 86 % aus Isobutan. Da das verwendete Isooktan ziemlich rein gewesen sein dürfte, zeigt der geringe n-Butangehalt, daß entweder bei der Spaltung selbst oder nachträglich eine gewisse Umwandlung von Iso- und n-Butan erfolgt, die aber nicht thermodynamischen Gleichgewichtswert erreicht, der bei 391°C 32 % Isobutan + 67 % n-Butan beträgt. Dies ist insofern auffallend, als bei niedrigerem H₂-Druck eine Isomerisierung von n-Butan zu Isobutan an K 5058 ohne gleichzeitige Spaltung möglich ist. Zur Erklärung könnte angenommen werden, daß die Erhöhung des H₂-Druckes die Spaltung so stark beschleunigt, während sie die Geschwindigkeit der Isomerisierung nicht beeinflussen kann, daß die Geschwindigkeiten beider Reaktionen bei den hier angewendeten H₂-Drucken mindestens vergleichbar werden. Es bleibt dann aber immer noch die Unstimmigkeit, daß die oben erwähnte Isomerisierung von n-Butan an K 5058 bereits bei niedrigerer

1) Bei der Umrechnung von Vol.% in Gew.% wurde angenommen, daß die höheren Kohlenwasserstoffe praktisch aus unzersetztem Oktan bestehen. Falls sie bereits höhere Spaltstücke mitenthalten, würden sich die Werte für die Gew.% höhere Kohlenwasserstoffe etwas erniedrigen.

Temperatur und geringerer Versohlzeit verläuft, als sie hier angewandt wurden.

Der Weiterzerfall des primär entstandenen Butans erfolgt erheblich langsamer und ließ sich in der Podbianalyse überhaupt erst nach 24 Stunden nachweisen. Die Halbwertszeit für diese Sekundärreaktion dürfte in der Größenordnung von 60 Stunden liegen. Dabei kann Isobutan nur in Propan + Methan zerfallen, während Äthan nur aus n-Butan entstehen kann. Bei der Podbianalyse wäre danach das Auftreten von Methan zu erwarten, das vielleicht in dem gefundenen Äthan mitenthalten ist.

Vergleicht man die Spaltung des Isooktans mit der von n-Heptan bei gleicher Temperatur (s. weiter unten), so erkennt man, daß die Spaltung des geradkettigen Paraffins erheblich langsamer erfolgt als die des verzweigten, und zwar größenordnungsmäßig 10-mal langsamer, wenn man die Zeiten vergleicht, in denen das mittlere C auf die Hälfte der C-Zahl des Ausgangsstoffes gesunken ist.

Versuche mit n-Heptan.

Bei der Auswertung der Gasanalysen mußte bei diesen Versuchen teilweise eine gewisse Korrektur angebracht werden. Der Dampfdruck von n-Heptan beträgt nämlich bei 20° etwa 40 mm gegenüber einem errechneten Partialdruck nach der Entspannung der Bombe von 56 mm, falls kein Heptan umgesetzt ist. In den Fällen eines geringen Umsatzes muß daher ein Teil des Heptans sich auf dem Wasser der Analysenflaschen kondensieren und sich dadurch der Analyse entziehen. Dies äußert sich in einem starken Ansteigen des Wertes von Kohlenwasserstoff + Zunahme von der nullten bis zur 24. Stunde bei den bei tieferer Temperatur durchgeführten Versuchen, während ohne Eintreten einer Kondensation dieser Wert konstant bleiben müßte (wie dies bei den Propan- und Isooktanversuchen auch tatsächlich beobachtet wurde), da ja die Reaktion $C_n H_{2n} + 2 H_2 = C_n H_{2n} + 2 + C_n H_{2n} + 2$ ohne Volumänderung erfolgt. Aus dem erreichten Endwert von Kohlenwasserstoff + Zunahme einerseits oder aus der bekannten Ausgangsmenge an Heptan und dem Versuchsdruck andererseits ließen sich aber die jeweils kondensierten Heptanmengen abschätzen und in Rechnung setzen. Die folgenden Tabellen enthalten die so korrigierten Werte.

1) 18 mV = 357°C (Vers.-Nr. 13).

Bis zur 8. Stunde war bei dieser Temperatur nach dem Ergebnis der technischen Gasanalyse noch kein merklicher Umsatz festzustellen (mittleres C nach 0, 1, 4, 8 Stunden 7,4 - 7,9 - 6,5 - 6,8). Nach 24 Stunden ist die Spaltung aber bereits deutlich (mittleres C = 4,4). Eine Untersuchung des beim Entspannen des Autoklaven erhaltenen Tiefkühleranfaltes zeigt ebenfalls, daß Spaltung eingetreten ist, es wurden nämlich 1 Gew.-% C_2H_6 und 27 Gew.-% C_4H_{10} gefunden. Von den niedrigeren Kohlenwasserstoffen ist beim Entspannen offenbar ein großer Teil verloren gegangen, da man eine der C_4 -Menge mindestens äquivalente C_3 -Menge erwarten sollte. (Der Maximaldruck des Autoklaven hatte 215 atm betragen, der Druck nach 24 Stunden 162 atm; von den eingebauten 100 g Heptan hätten demnach noch insgesamt 75 g Kohlenwasserstoffe vorhanden sein müssen. Es wurden aber nur 30 g Kondensat erhalten

Bemerkenswert ist die starke Isomerisierung des Butans. Im Butan des Kondensates wurden nämlich 65,5 % Isobutan gefunden, während nach der Lage des thermodynamischen Gleichgewichtes nur 35 % Isobutan zu erwarten wären. Teilweise Butanverluste beim Entspannen können wegen des tiegeren Siedepunktes des Isobutans den gefundenen Isogehalt höchstens herabsetzen. Man muß daher wohl wohl annehmen, daß sich das Heptan selbst an dem Kontakt zunächst isomerisiert (hierfür liegt das Gleichgewicht stärker auf der Iso-Seite als für Butan) und daß dann erst die Spaltung einsetzt. Die isomerisierende Wirkung des K 5058 ist ja bekannt. Ferner werden Isoparaffine leichter gespalten als Normalparaffine (vgl. die Bemerkung am Schlusse des Abschnittes über den Isooktanversuch).

2) 20 mV = 391°C (vgl. Tabelle 2 und Kurvenblatt 4; Vers.-Nr. 12).

Bei dieser Temperatur ist bereits in weniger als 8 Stunden das Heptan zu 50 % gespalten. Genaue Angaben über die Halbwertszeiten lassen sich bei den Heptanversuchen nicht machen, da die höheren Kohlenwasserstoffe über C_4 nicht getrennt werden. Die in ihnen enthaltenen C_5 - und C_6 -Mengen sind aber offenbar anfangs nur gering, da im Anfangsteil der Reaktion nur wenig C_1 und C_2 auftritt. Die Spaltung erfolgt anscheinend im wesentlichen in der Mitte der Kette. Am Ende des Versuches bestanden die höheren Kohlenwasserstoffe allerdings hauptsächlich aus C_5 . Im einzelnen sind die Ergebnisse nicht ganz widerspruchsfrei, z.B. ist nach den Versuchen mit Propan bei 20 mV noch kein Zerfall des Propanes, also noch keine Abnahme der Propanmenge mit fortschreitender Spaltung des Heptans zu erwarten; ferner dürfte der Iso-Gehalt des Butans mit nur 33 % zu niedrig gefunden sein, da bei den höheren Temperaturen (s.o.) wieder höhere Isobutengehalte

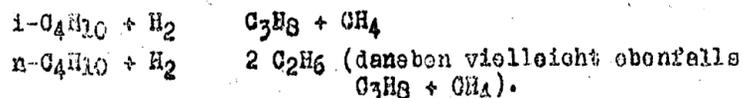
gefunden werden ¹⁾.

5) 21 mV = 408° (vgl. Tabelle 2 und Kurvenblätter 2 u. 4; Vers. Nr. 14).

In diesem Falle macht sich schon deutlich eine Reaktion während der Anheizperiode bemerkbar. Die Halbwertszeit der Heptanspaltung dürfte bei etwa 3 Stunden oder etwas darunter liegen. Eine merkliche Spaltung des primär entstandenen Butans scheint innerhalb von 24 Stunden noch nicht einzutreten. Auch in diesem Falle ergeben sich einige Widersprüche (geringe Abnahme der C₃-Menge, Fehlen von C₁). Die hohe C₂-Menge erklärt sich wahrscheinlich aus einer Reaktionsfolge C₇H₁₆ + H₂ C₅H₁₂ + C₂H₆; C₅H₁₂ + H₂ C₃H₈ + C₂H₆.

4) 22 mV = 425° (vgl. Tabelle 3 und Kurvenblätter 2 u. 4; Versuche Nr. 2, 5, 7, 10).

Bei dieser Temperatur wurden 4 Versuche durchgeführt, von denen 3 genauer untersucht wurden (Podbianalysen). 2 Versuche (7 und 10) stimmen gut überein, sodaß sie zur Zeichnung der Kurven gemittelt wurden. Versuch 5 stimmt qualitativ mit Versuch 7 und 10 überein, zeigt aber bei gleichen Zeiten jeweils stärkere Spaltung, was vielleicht auf höhere Kontaktaktivität in diesem Versuch zurückzuführen ist. Bis zur Erreichung der Versuchstemperatur ist das Heptan schon praktisch verschwunden, im weiteren Verlauf zeigt sich im wesentlichen nur noch der Zerfall des Butans und zwar wahrscheinlich nach



Bei Versuch 7 + 10 ist zu Anfang vielleicht noch eine Andeutung des C₅-Zerfalls zu erkennen. Das primär entstandene C₅H₁₂ zerfällt danach jedenfalls leichter als C₄H₁₀, wobei über den Isomerisierungsgrad des C₅H₁₂ allerdings nichts ausgesagt werden kann. Aus der Analyse der Spaltprodukte ist der Zerfall von n-Butan und Isobutan nicht voneinander zu trennen. Der Unterschied der Reaktionsgeschwindigkeit der beiden Isomeren scheint nicht so groß zu sein, wie bei n-Heptan und Isooktan mit seinem quartären β-Atom. Es ist auch darauf hinzuweisen, daß nach dem bei der

1) Bei gleichzeitigen Versuchen zur Benzinsierung von Bruchöl Gasöl mit K 5058 (verschiedene Füllengrößen) wurden stark schwankende Isobutangehalte gefunden. Da hierbei die realen Schwankungen nur gering sein dürfen, können die betreffenden Werte ein Maß für die Unsicherheit der Isobutanbestimmungen zu dem damaligen Zeitpunkt abgeben:

Ofen-Temp. mV	Ofengas	44-74% Iso im C ₄	Schwankung
Ofen-Temp. 19,5 mV	Produktgas	33-73	± 15 %
	Gelöstes Gas	30-72	± 20 %
	Ofengas	31-89	± 21 %
	Produktgas	54-79	± 29 %
	Gelöstes Gas	31-78,5	± 12,5 %
			± 24 %

Es muß also mit einer Unsicherheit der Isobutanbestimmungen von mindestens ± 20 % gerechnet werden.

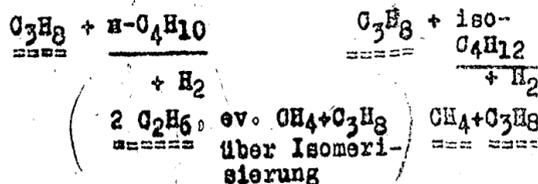
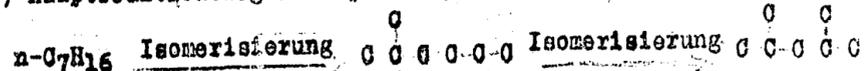
Isoktenspaltung Gelegentlich unter den vorliegenden Versuchsbedingungen die Geschwindigkeiten von Isomerisierung und Spaltung möglicherweise von gleicher Größenordnung sind, wodurch sich der Unterschied in der Spaltgeschwindigkeit der beiden Isomeren vermischen müßte. Die Halbwertszeit des C₄-Zerfalls dürfte zwischen 5 und 10 Stunden liegen.

5) 24 mV = 4.900 (vgl. Tabelle 4 und Kurvenblätter 3 u. 4; Vers. 6).

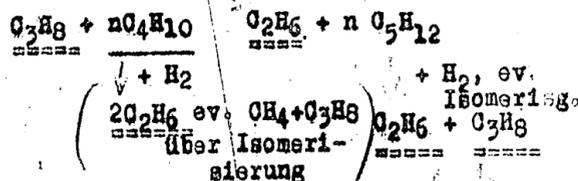
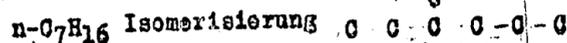
Bei Erreichung der Versuchstemperatur, wobei allerdings die Anheizgeschwindigkeit besonders gering war, ist sogar das Buten schon völlig verschwunden, im folgenden beobachtet man nur noch den Zerfall des Propans. Da nach dem Ergebnis der Propanversuche bei 24 mV noch kein Zerfall des Äthans zu erwarten ist, dürfte das Ansteigen der CH₄-Menge über die C₂H₆-Mengen nicht reell sein. Möglicherweise ist der CH₄-Wert der 1. Stunde zu niedrig. Die hohen CH₄-Mengen scheinen darauf hinzudeuten, daß bei der hohen Temperatur die Abspaltung von endständigen C-Atomen gegenüber der Spaltung in der Mitte der Kette stärker in den Vordergrund tritt (z.B. C₇H₁₆ → CH₄ + C₆H₁₄; C₅H₁₂ → CH₄ + C₄H₁₀; n-C₄H₁₀ → CH₄ + C₃H₈). Die Beobachtungen bei den verschiedenen Temperaturen stimmen jedenfalls mit der allgemeinen Erfahrung der Hydrierung überein, daß sich mit steigender Kontakttemperatur die Zusammensetzung der Vergasung immer mehr in Richtung auf die Methanbildung verschiebt.

Für den Mechanismus der Spaltung von n-Heptan an Wolframsulfid oder anderen isomerisierenden Katalysatoren in Gegenwart von Wasserstoff ergibt sich aus den vorstehenden Versuchen folgendes mögliche Schema:

1) Hauptreaktionsweg über „2-Methyl“-Isomerisierung:



2) Nebenreaktionsweg über „3-Methyl“-Isomerisierung:



Bevorzugt wird hierbei wahrscheinlich die Abspaltung der längsten

Kette am tertiären C-Atom, d.h. die Abspaltung in $C_2H_6 + n-C_4H_{10}$. Die Spaltung des Butans (in Kammer) tritt erst bei Temperaturen über 21 mV stärker in Erscheinung.

3) Methanabspaltung aus höheren Kohlenwasserstoffen als Butan bei höherer Temperatur (etwa 24 mV) ist an verschiedenen Stellen des obigen Schemas möglich.

Versuche mit Cetan bei 22 mV = 425°C (vgl. Tabelle 4 und Kurvenblätter 3 u. 4; Vers. Nr. 8).

Die Spaltung von Cetan erfolgt noch erheblich rascher als die von n-Heptan bei gleicher Temperatur. Nach einer Stunde ist das Cetan, wie sich aus dem mittleren C ergibt, bereits durchschnittlich in etwa 4 Bruchstücke zerfallen, Heptan dagegen erst in etwa 2 Bruchstücke. Im weiteren Verlauf sinkt sogar das mittlere C der Spaltprodukte des Cetans unter das mittlere C bei Heptan. Die Primärreaktion (Spaltung in 2 Bruchstücke) ist beim Cetan bereits innerhalb der Anheizperiode beendet. Die Spaltergebnisse lassen sich ebenfalls nach dem obigen Schema deuten: Die außerordentlich hohe C_2 -Menge läßt sich durch eine Aufeinanderfolge von „2-Methyl“-Isomerisierung und Propanabspaltung bis zum völligen Abbau der Cetankette erklären, durch „3-Methyl“-Isomerisierung kann daneben Butan entstehen, das bei der Reaktionstemperatur bereits weiter zerfällt. Auf diese Weise läßt sich auch der auffallend hohe Propangehalt der Vergasung etwa gegenüber den Heptanversuchen erklären. Der Iso Gehalt des Butans ist praktisch der gleiche wie bei Heptan und der gleichen Temperatur.

Gemeinsam mit

Dr. Donath, Dr. Nonnenmacher,

Dr. Rotter, Dr. Meier.

gez. Reitz

Tabelle 2:

1588.

(391°C)

Zunahme der

Ver.	24	Kondensat
Zusammensetzung Kohlen (Mol.-% 3)		
CH ₄		--
C ₂ H ₆ (9,2 % C / 32,2 Mol.-%)		--
C ₃ H ₈ (20,9 " / 48 ")		29,3 Gew.-%
C ₄ H ₁₀ (54,2 " / ")		53,4 2)
höhere Kohlenwasserstoff (15,7 " / ")		7,3 1)
Summe	100,0	100,0
Mittleres C nach technischer Analyse Podbinalyse		
21 mV (408°C) Zunahme der		
Versuchsdauer Stunden	24	Kondensat
Zusammensetzung der Kohlen Vol.-% CH ₄	--	--
C ₂ H ₆	43,6	
C ₃ H ₈	23,6	
C ₄ H ₁₀	26,2	
höhere KW.	6,6	
Mittleres C nach technisch nach Podbinal	2,6 3,0	
C - Bilanz: % C von C ₂ H ₆	28,8	35,6
C ₃ H ₈	23,4	52,2 5)
C ₄ H ₁₀	34,6	12,2 6)
in höher	13,2	
Aus 100 Mol.-% Ausgangsrept erh.		
KW.		

1) 12,0 ... 5,3 % höhere an er...

4) enthält aber die Anheizpe

Tabelle 2: Spaltung von n-Heptan bei 20 und 21 mV

20 mV (391°C)

Zunahme der Kohlenwasserstoffe von der 1. bis 24. Stunde von 9 bis 28,6 Vol.-% (?)

Versuchsdauer Stdn.	8		24		Kondensat
	1	4	8	24	
Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe					
OH ₄ Vol.-% (% C/Mol.-% 3)			2,7	16,6	
O ₂ H ₆			5,2	25,1	
O ₃ H ₈			37,5	48,8	29,3 Gew.-%
O ₄ H ₁₀			27,3	53,4	2
höhere Kohlenwasserstoffe			27,3	9,5	17,3
Summe			100,0	100,0	100,0
Mittleres O nach technischer Analyse	~ 6	~ 4-5	3,2	3,2	
Podbielanalyse			3,7	3,3	
21 mV (408°C) Zunahme der KW. von der 0. bis 24. Stunde von 15 bis 24 Vol.-%.					
Versuchsdauer Stunden	0	4	8	24	Kondensat
Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe					
Vol.-% OH ₄			17,9	20,8	
O ₂ H ₆			24,3	32,6	
O ₃ H ₈			11,2	23,5	
O ₄ H ₁₀			46,6	25,1	
höhere KW.			5	4,7	
Mittleres O nach technischer Analyse	~ 5	~ 4,8	4,3	3,7	
nach Podbielanalyse			8,3	11,2	
C - Bilanz: % O von O ₂ H ₆			15,8	26,5	
O ₃ H ₈			10,4	25,5	
O ₄ H ₁₀			64,5	37,2	
in höheren KW.					
Aus 100 Mol.-% Ausgangsheptan werden erhalten					
Mol.-% O ₂ H ₆			29,0	39,2	100,8
O ₃ H ₈			59,2	61,3	54,6
O ₄ H ₁₀			18,2	44,3	60,5
höhere KW.			75,2	43,4	15,4
Summe Mol.-% KW.	246	183	161,5	203,5	231

1) 12,0 O₅H₁₂ 5,3 % höhere KW. 2) 33,0 % Isobutan im Daten 3) die aus 100 Mol.-% Ausgangsheptan erhalten werden

4) enthält aber die Anheizerperiode 5) 44,5 % Isobutan im Daten 6) 10,85 % O₅H₁₂, 1,35 % höhere

Tabelle 4: Spaltung von n-Heptan bei 24 mV und von Cetan bei 22 mV.

Heptan bei 24 mV (459°0)

Zunahme der Kohlenwasserstoffe von der 1. bis 24. Stunde von 26 bis 40 Vol.%

1590

Versuchsdauer Stunden	1	4	8	24	Kondensat
Zusammensetzung der KW.					
Vol.% CH ₄	14,3	37,0	35,3	49,5	
C ₂ H ₆	23,1	30,5	31,4	37,5	
C ₃ H ₈	62,5	32,5	33,3	13,0	
höhere KW.	---	---	---	---	
Mittleres C nach technischer Analyse	2,4	2,1	1,9	1,6	
Podbiaanalyse	2,5	2,0	2,0	1,6	

O-Bilanz					
% O in CH ₄	5,8	18,9	17,8	30,3	
C ₂ H ₆	18,5	31,2	31,8	45,8	
C ₃ H ₈	75,7	49,9	50,4	23,9	
Aus 100 Mol.% Ausgangs-heptan werden erhalten					
Mol.% CH ₄	40,6	132,3	124,6	212,1	
C ₂ H ₆	64,7	109,2	111,3	160,6	
C ₃ H ₈	176,6	116,5	117,6	57,8	
Summe Mol.% KW.	281,9	357,0	353,5	430,5	

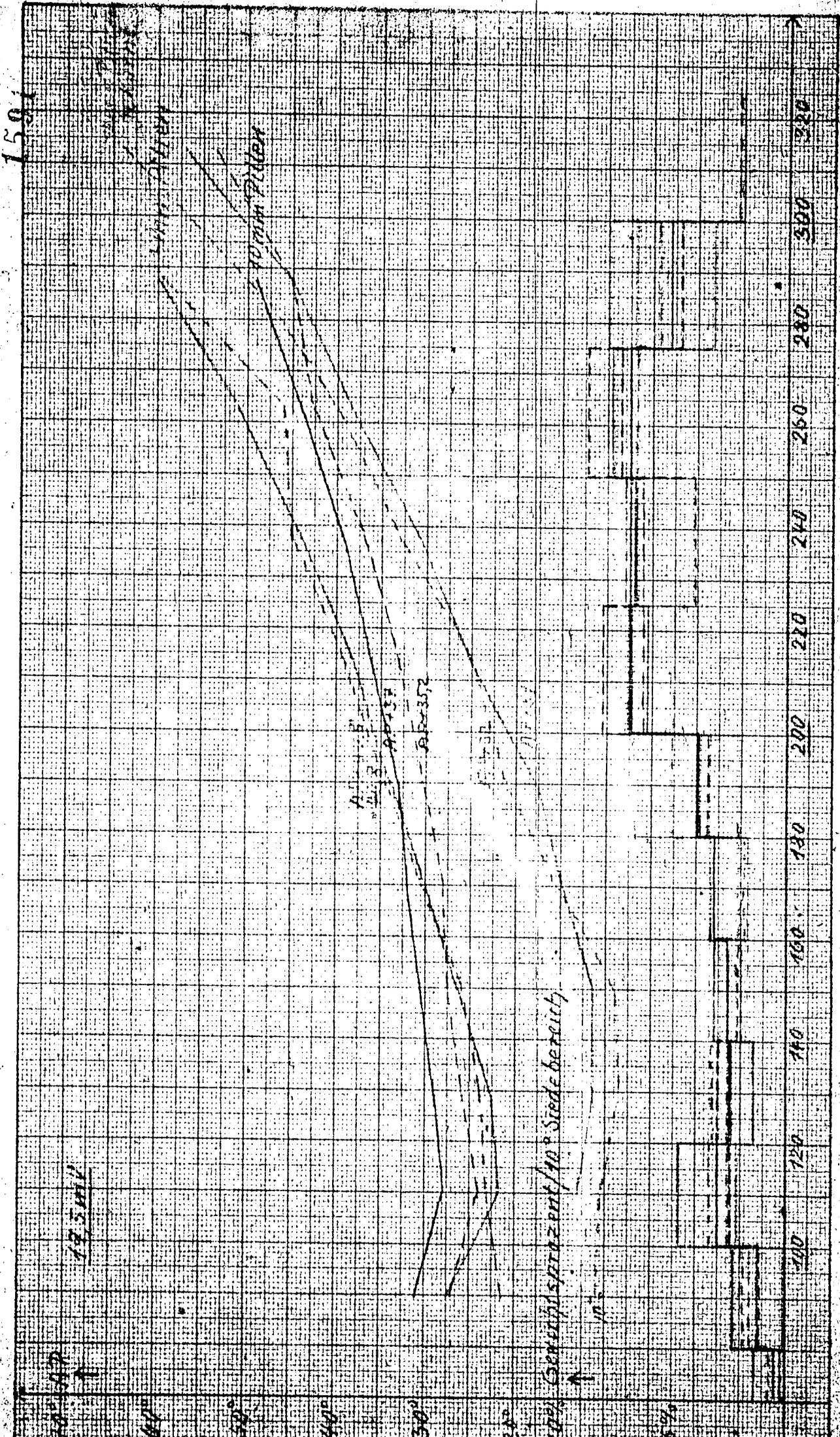
Cetan bei 22 mV (425°0)

Zunahme der Kohlenwasserstoffe von der 1. bis 24. Stunde von 20 bis 40 Vol.%

Versuchsdauer Stunden	1	4	8	24	Konden-sat
Zusammensetzung der KW.					
Vol.% CH ₄	12,5	6,5	14		---
C ₂ H ₆	11,5	20	17		---
C ₃ H ₈	26	34	43		67,5
C ₄ H ₁₀	28	26	21		29
höhere KW 1)	22	13,5	5		3,5
Mittleres C nach technischer Analyse	~4	~3	2,7	2,0	
Podbiaanalyse	4,5	3,9	3,1	---	
O-Bilanz: % O im CH ₄	3	2	4,5		---
C ₂ H ₆	5	10	11		---
C ₃ H ₈	17	26	41,5		59,3
C ₄ H ₁₀	25	27	27		34,8 2)
in höheren KW	~50	~35	~16		5,9
Aus 100 Mol.% Cetan werden er-halten					
Mol.% CH ₄	48	32	72		
C ₂ H ₆	40	80	88		
C ₃ H ₈	91	139	222		
C ₄ H ₁₀	100	108	108		
höhere KW	~80	~56	~25		
Summe Mol.% KW.	~360	~415	~515		

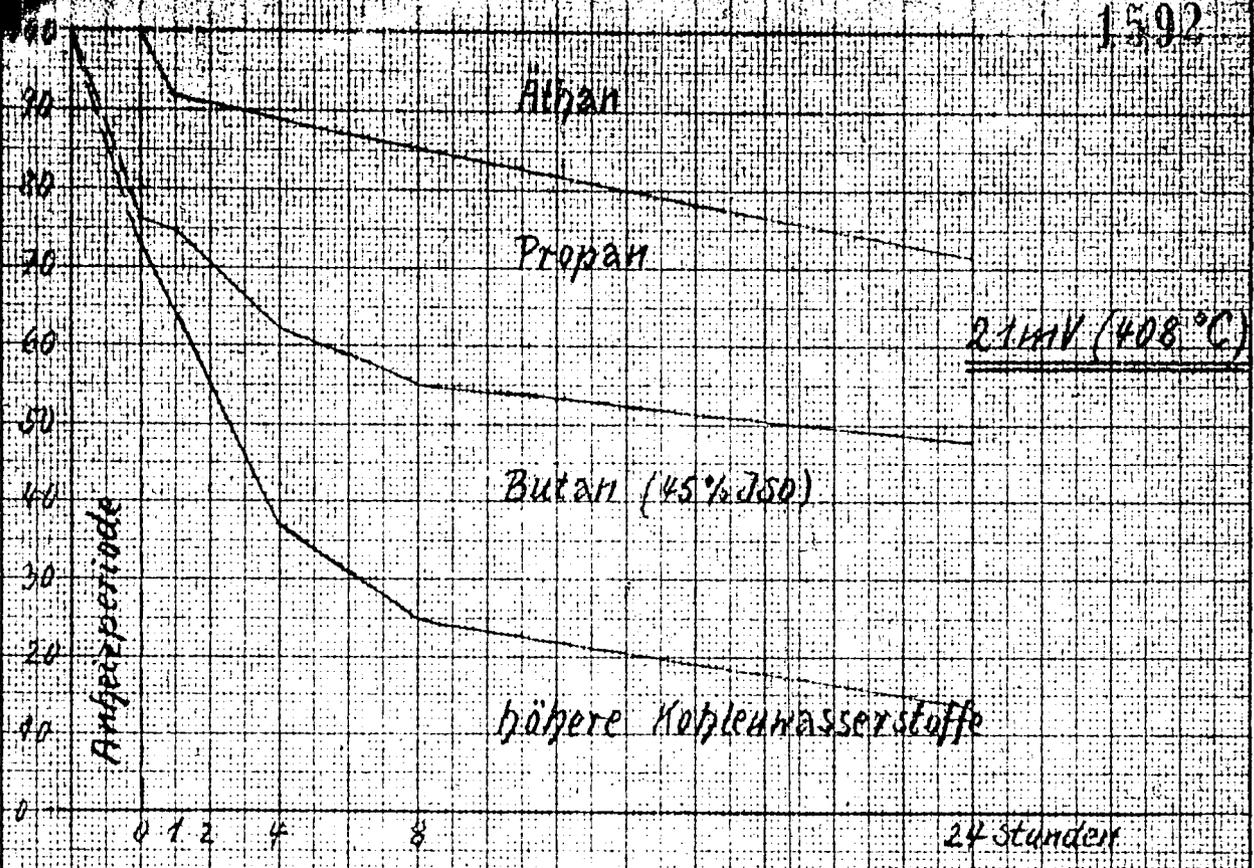
1) mittleres C = 10 angenommen

2) 54,5 % Isobutan im Butan

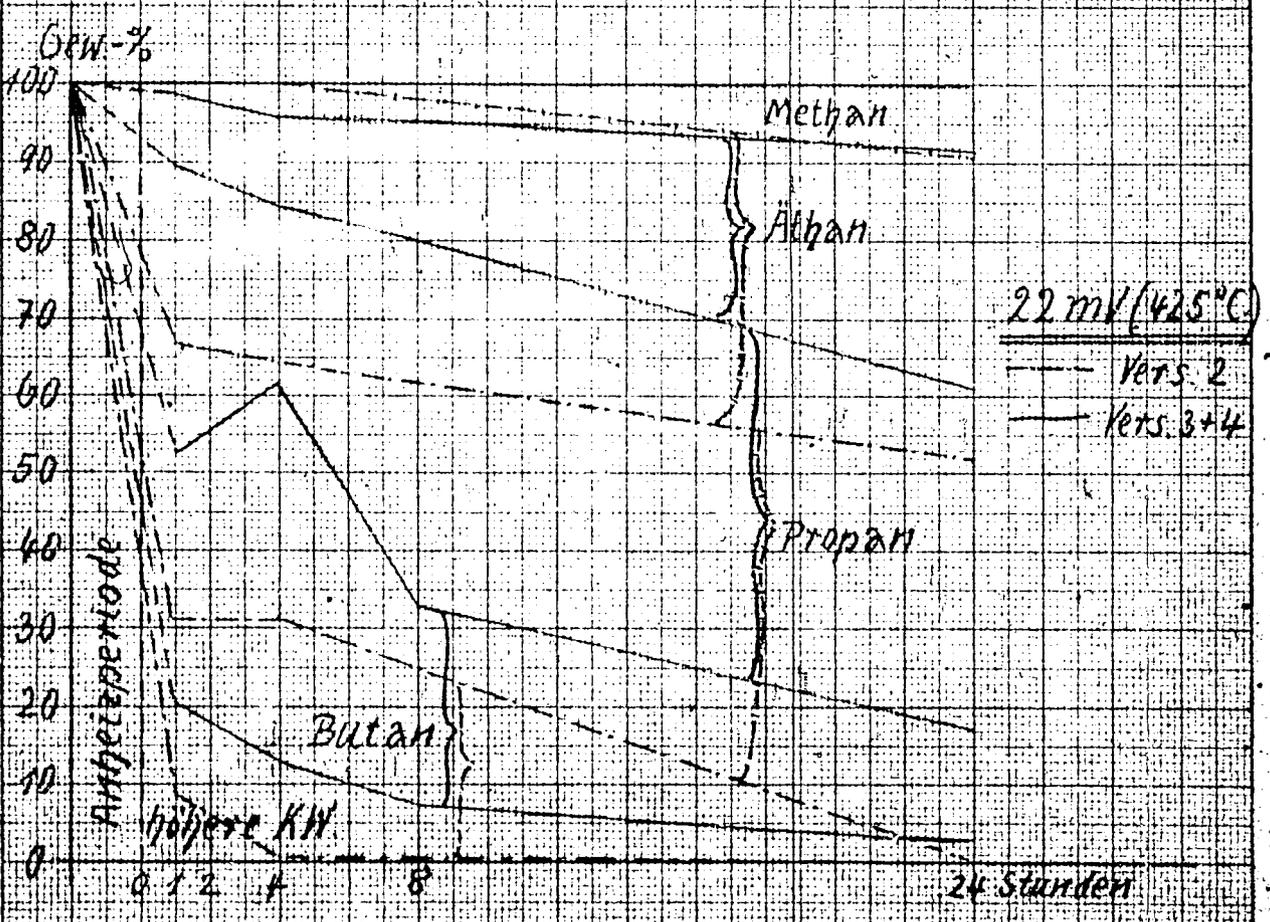


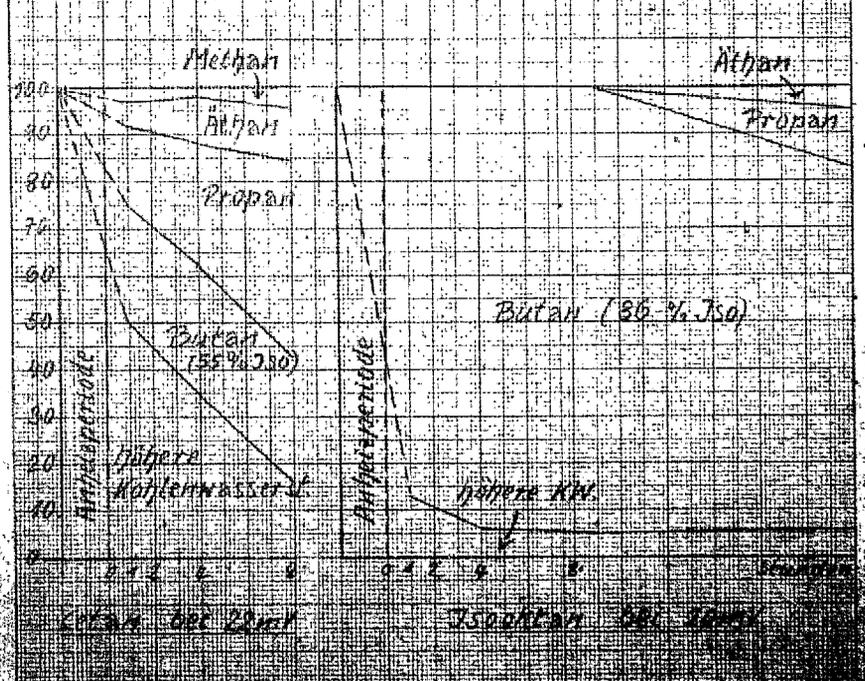
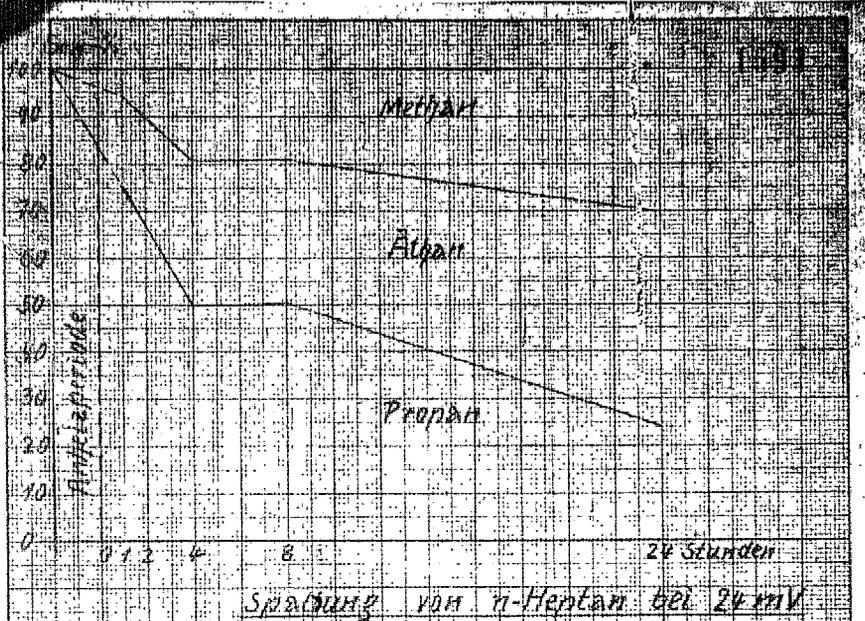
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein. Anilinpunktfraktionen bei Vorhydrierung mit K5058 Blatt 1 KB

1592

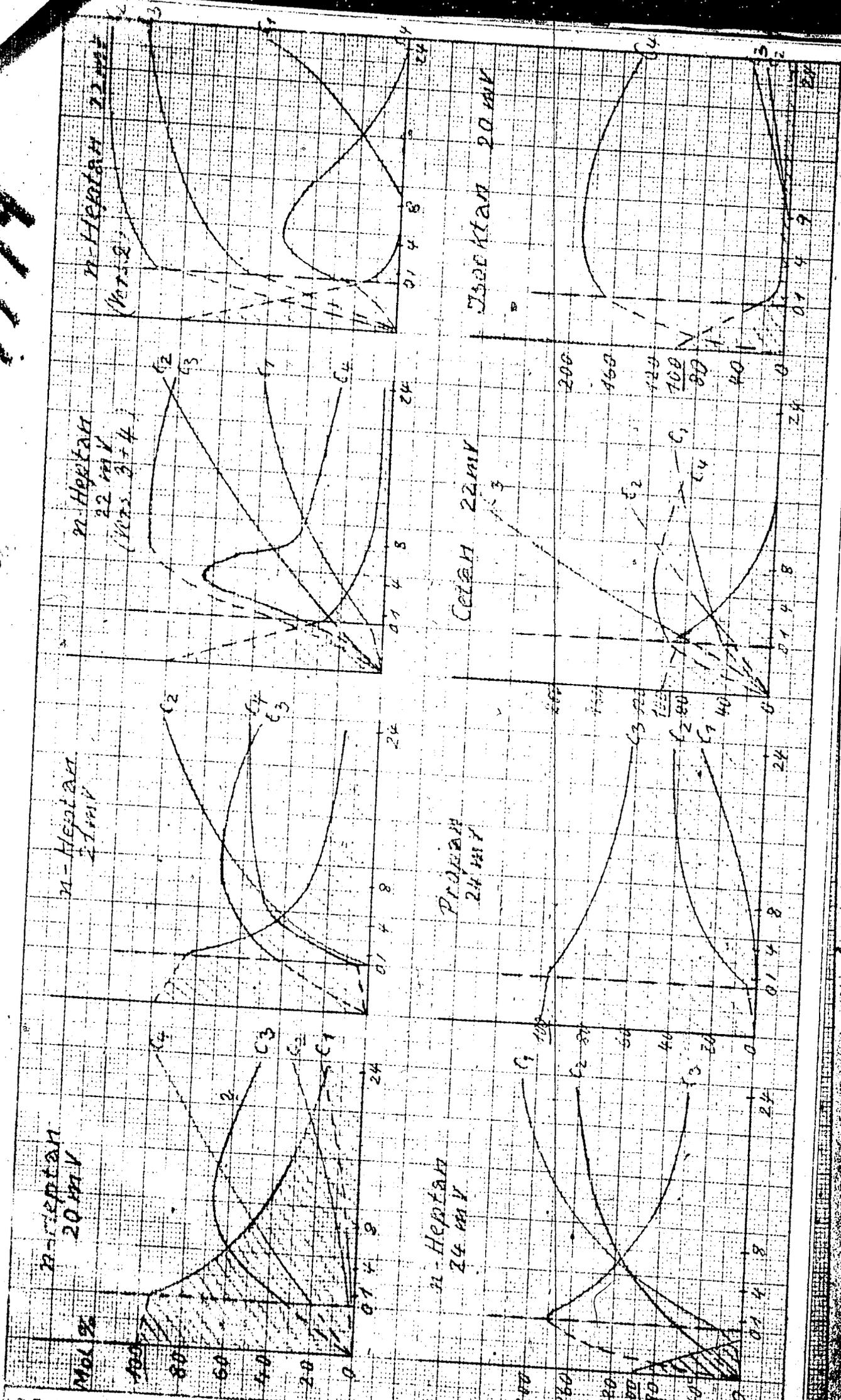


Spaltung von n-Heptan

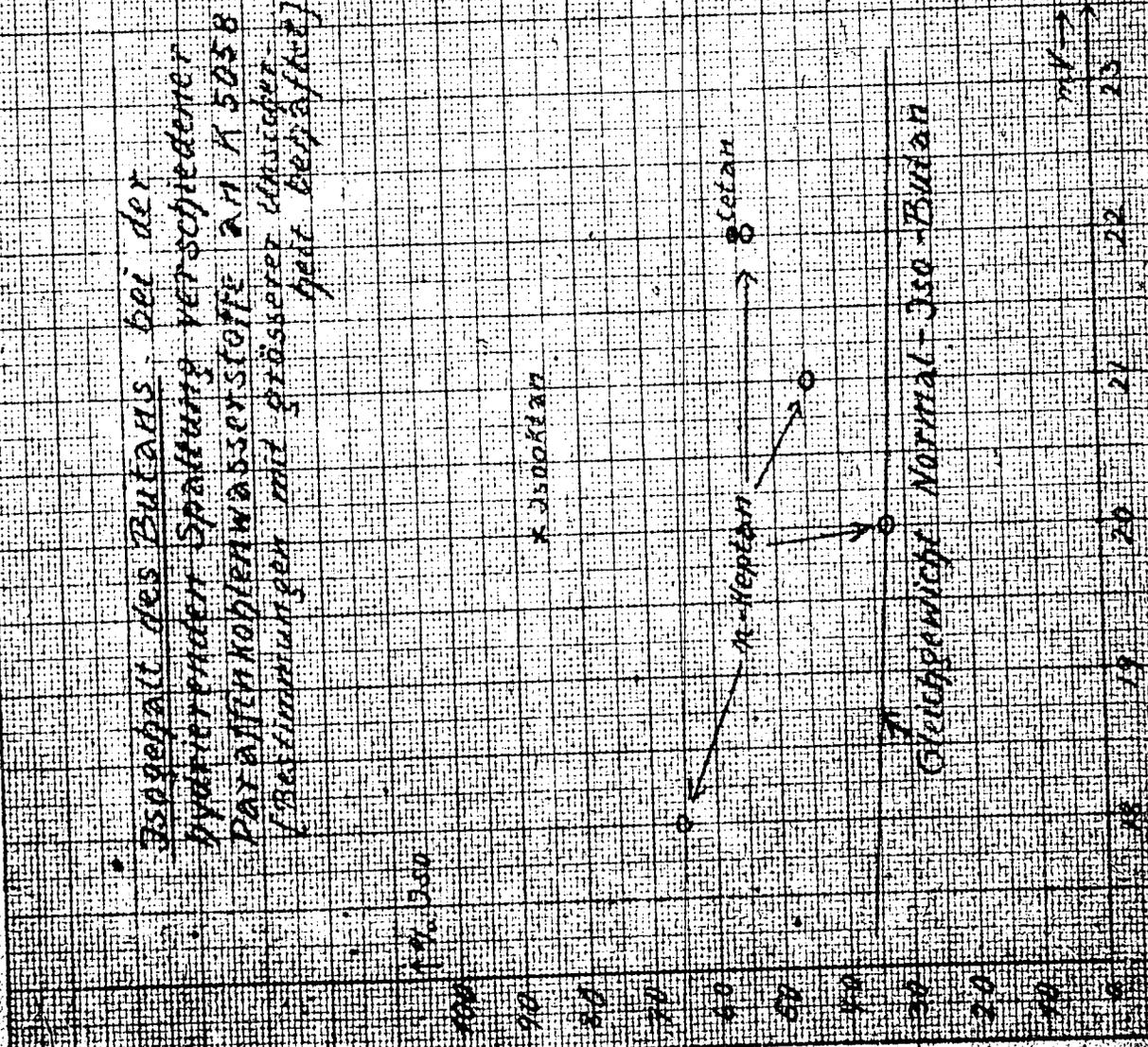
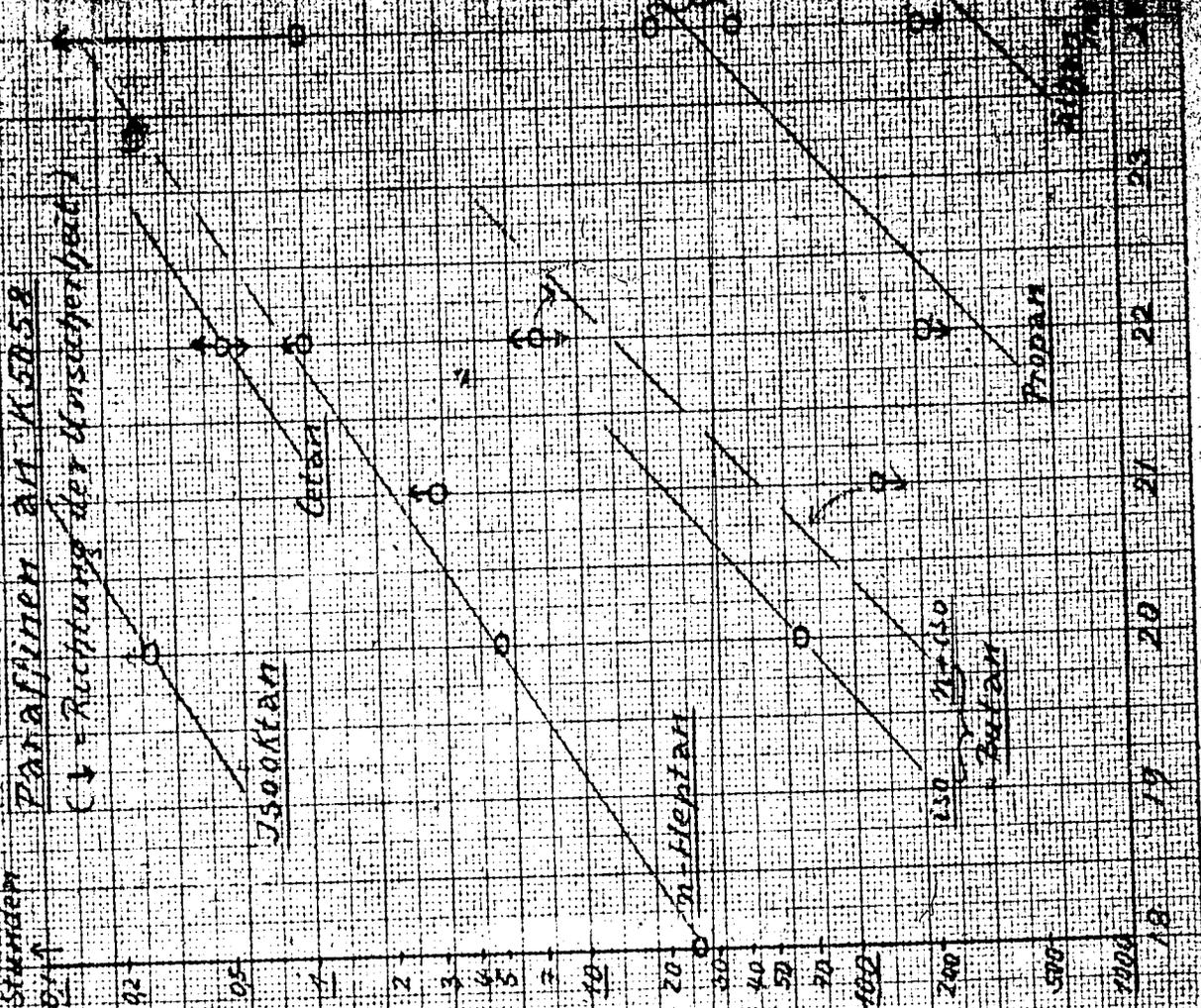




1574



FRAGMENTARISCH DER SPÄRIGEN PARAFFINEN AN K 5058



Espegefall des Butans bei der hydrierenden Spaltung verschiedener Paraffinkohlenwasserstoffe an K 5058 05 (Bestimmungen mit grösserer Genauigkeit befreit)

Prüfung von im Labor hergestellten DHD-Kontakten im 1 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Seit Beginn dieses Jahres wurden in 1 Ltr.-Ofen 18 DHD-Kontakte aus dem Kontaktlabor geprüft, die zum Zwecke von Vereinfachungen in der technischen DHD-Kontaktherstellung, zur Verbesserung der technischen Kontakte K 7935 und K 7360 sowie zur Prüfung der Möglichkeit einer Molybdäneinsparung hergestellt waren. Die Beurteilung gründet sich auf die Prüfung der Kontakte mit Rumänischem Schwebenzin bei 20 atm H₂-Druck. Bezüglich Einzelheiten der Prüfung und Auswertung der Ergebnisse kann auf frühere Berichte verwiesen werden¹⁾. Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

1.) Aufarbeitung von gebrauchten DHD-Kontakten durch Schwefelsäureaufschluß (bisher nur im Labor durchgeführt) führt zu Al-Sulfat, das für die Herstellung von DHD-Kontakten unbedenklich wiederverwendet werden kann.

2.) Das bisher übliche Auftränken von Molybdänsäure auf die Tonerde kann bei K 7935 durch Zumischen von trockener Molybdänsäure zum Tonerdepulver vor den Pillen ~~bzw. das Auftränken von Molybdänsäure auf die Tonerde~~ ersetzt werden, ohne daß größere Änderungen in der Kontaktaktivität eintreten. Zum Nachweis feinerer Unterschiede war die Genauigkeit der Versuche nicht ausreichend. Sehr rasches Trocknen der Tonerde K 8500, die für K 7935 verwendet wird, durch Einspritzen der feuchten Tonerde in einen heißen Trautofen bringt ebenfalls keine stärkere Aktivitätsänderung mit sich.

3.) Verschiedene Oppauer Tonerdeproben wurden in ihrer Eignung als Träger für K 7360 geprüft. Tonerdeproben aus Oppau (Dr. Drexler) waren teils brauchbar, teils (besonders eine Strangpreßlingprobe) sehr schlecht. Eine Probe kreidiger Tonerde in Form von 4-6mm Körnung aus dem Betrieb war in Aktivität und Ausbeute sehr gut und zeigte eine für Oppauer Tonerde überraschend niedrige Spaltung.

4.) Alkaligehalt verschlechtert die Ausbeute bei K 7360.
oder Mg-Molybdat)

5.) Zusatz von 2 % Magnesia (durch Auftränken von Föhiat / bringt bei K 7360 aus der erwähnten aktiven kreidigen Oppauer Tonerde keinen merklichen Effekt, entsprechender Zusatz von 1 % ZnO + 2 % MgO zu einem hochaktiven K 7935 eine Verringerung der Aktivität und anscheinend auch der Ausbeute, wonach unter Vergleich mit früheren Versuchen ein positiver Magnesia- bzw. Magnesia-Zink-Effekt, d.h. eine Zurückdrängung der Spaltung nur bei stark spaltenden Tonerden aufzutreten scheint.

6.) Nickelzusatz zu DHD-Kontakten, der im Rahmen von Versuchen zur teilweisen oder völligen Molybdäneinsparung untersucht wurde, führt zu einer untragbaren Erhöhung der Vergasung.

7.) Peptisierung scheint bei der zu K 7935 verwendeten Tonerde noch eine wesentliche Verbesserung der Ausbeute (Verringerung der Vergasung) zu bewirken. Der entsprechende Versuch wird wiederholt.

1) Ber. 2097 v. 23. Okt. 1942 (?) u. dort zitierte ältere Berichte.

Bemerkungen zu den einzelnen Kontakten (Vgl. Tab. 1-3).

K 7935 aus Al-Sulfat v. Regeneration Dr. Wittmann. Die Tonerde war im Labor aus Al-Sulfat hergestellt, das bei der Aufarbeitung von gekra-
brauchten DHD-Kontakten durch Schwefelsäureaufschluß im Laboratoriums-
protokoll von Herrn Dr. Wittmann erhalten. Nach dem Ergebnis des vorlie-
genden Versuches ist das dabei erhaltene Al-Sulfat einwandfrei, d.h.
ebensogut wie das normalerweise verwendete käufliche. Die Abweichungen
der gefundenen Noten (Temperatur 90, Ausbeute 95) von den für K 7935
als durchschnittliche Norm anzusehenden (Temperatur 80, Ausbeute 100
nach dem Mittel früherer Kontaktprüfungen Ber. i. v. Nov. 42
v. Dr. Reitz bzw. Ausbeute 95 bei einer Temperaturnote 80 nach einer
dort aufgestellten Kurve für den Zusammenhang zwischen Temperatur- und
Ausbeutenote, liegen innerhalb der Schwankungen der Kontaktherstellung
einerseits und der Unsicherheit bei der Kontaktprüfung andererseits.

K 7935 auf Tonerde aus Schmelofen und K 8693. Die beiden Kontakte
waren mit der gleichen Tonerdeprobe hergestellt, und zwar mit Tonerde-
pulver aus dem Schmelofen Partie 241/42 vom Februar 42. Während K 7935
im Labor auf normalem Wege hergestellt war, war K 8693 in vereinfach-
ter Weise durch Zumischen vom MgO_2 zur Tonerde, anschließendes Pillen
und Erhitzen auf 350° erhalten. Der normal hergestellte Kontakt hatte
eine überraschend geringe Aktivität (Temperaturnote 55) und eine dem-
entsprechend schlechte Ausbeutenote von nur 45 (vgl. Zusammenhang
zwischen Temperatur- und Ausbeutenote in dem oben erwähnten Bericht)
während der durch Zumischen hergestellte Kontakt in der Aktivität mit
einer Note 80 normal und in der Ausbeute mit 75 ebenfalls erheblich
besser als der normal hergestellte Vergleichs-Kontakt, wenn auch nicht
so gut wie K 7935-Durchschnitt war. Worauf die schlechte Aktivität des
1. Kontaktes zurückzuführen ist, läßt sich nicht feststellen. Jeden-
falls ist das scheinbare Ergebnis des vorliegenden Vergleiches, daß
durch Zumischen der aktiven Komponente ein aktiverer Kontakt erhalten
werden soll, als durch Auftränken, äußerst unwahrscheinlich. Die verwen-
dete Tonerdeprobe stammte aus der K 8376-Produktion. Eine Durchschnitte
probe der Partien 241-250, die im Labor zu normalem K 7935 verarbeitet
wurde, hatte nach einer Prüfung im 100 ccm Bleibadofen bei ähnlichem
Schüttgewicht eine Temperatur-note von etwa 75 und eine Spaltnote von
etwa 105.

K 7935 auf Tonerde in Trautofen eingespritzt. Die Tonerde wurde
in feuchtem Zustand aus der Partie 200 der Produktion für K 8376 abge-
zweigt und durch Einspritzen in einen Trautofen plötzlich getrocknet.
Der dann im Labor fertiggestellte Kontakt hatte die Aktivität eines
normalen K 7935. Eine Durchschnittprobe der Partien 121-240, die im
Labor zu normalem K 7935 verarbeitet wurde, hatte nach einer Prüfung
im 100 ccm Bleibadofen eine Temperaturnote von etwa 75 und eine Spalt-
note von über 105 und hätte danach entsprechend seiner etwas geringeren
Aktivität möglicherweise eine etwas geringere Ausbeute ergeben als obi-
ger K 7935. Auffällig ist das hohe Schüttgewicht der rasch getrockneten
Tonerde.

K 7360 auf Strangpreßlingen Oppau v. 27.1.42. Der Kontakt ergab
eine sehr schlechte Ausbeute (3 % schlechter als der Durchschnitt des
auf Oppauer Tonerde hergestellten K 7360 Paß 1456-1638), während Schütt-
gewicht, Temperaturnote und Spaltnote ähnlich waren wie bei der stücker-
gen Oppauer-Tonerde. - Versuche mit neueren Strangpreßlingen aus

Oppau, die sich gegenüber der stückigen Tonerde durch ihre guten Festigkeitseigenschaften auszeichnen, sind z.Zt. im Gange. Die obige Probe besaß eine Festigkeit (Rückstand auf 8 mm Sieb bei der Abriebprobe) von 94,8.

K 7360 auf Tonerde Ko 3/4a bzw. Ko 133/135. Die Tonerdeproben stammten aus Laboratoriumsversuchen von Dr. Drexler-Oppau und hatten sich durch verhältnismäßig gute Aktivität aus einer größeren Anzahl von in den 100-ccm Bleibadöfen geprüften Proben hervorgehoben. Die 1. Probe (Ko 3/4a) hatte mit 92,4 im Mittel von Ko 3 und Ko 4a etwa die Festigkeit normaler Oppauer Tonerde, während die 2. Probe (Ko 133/135) in der Festigkeit völlig ungenügend war (35-39 % Abrieb, d.h. Durchgang durch 8 mm Sieb). Bei ersterer Probe war die Ausbeutenote infolge stärkerer Streuung der Einzelversuche etwas unsicherer, trotzdem ist deutlich, daß die Probe hinsichtlich Temperatur und Ausbeute über dem Durchschnitt von K 7360 Faß 1456-1638, aber noch unter dem Durchschnitt von K 7935 Faß 135-497 lag. Hinsichtlich Schüttgewicht und Spaltnote entsprach sie dem Durchschnitt der Oppauer Tonerde. - Die 2. Probe (auf Ko 133/135), die nach der Prüfung im 100-ccm-Ofen eine etwa 10° höhere Arbeitstemperatur hatte als die 1. Probe, war bei der Prüfung im 1 Ltr.-Ofen erheblich schlechter (Unterschied in den Temperaturnoten 25 Punkte entsprechend einer um 250 höheren Arbeitstemperatur bei Ko 133/135) und lag in Temperatur- und Ausbeute noch erheblich unter dem Durchschnitt von K 7360 Faß 1456-1638, während ihr Schüttgewicht ziemlich hoch und die Spaltung ziemlich gering waren.

Kontakte auf kreidiger Tonerde von Oppau vom 27.5. ohne und mit Magnesiazusatz. In früheren Versuchen hatten sich bei Zusatz von ZnO und bzw. oder K_2O zum K 7360 Anzeichen für Zurückdrängung der Spaltung und Erhöhung der Ausbeute ergeben, die nochmals nachgeprüft werden sollten. Als Ausgangsmaterial hierzu schien die stark spaltende kreidige Tonerde von Oppau am geeignetsten, da bei ihr am ersten ein solcher Effekt zu erwarten war. In den folgenden Versuchen wurde eine Tonerdeprobe von 4 - 6 mm Körnung (vom 27.5.42) verwendet, während die Oppauer Tonerde in den 1 Ltr.-Öfen sonst in großer 10 mm Körnung geprüft wird. Die Tonerde erwies sich als eher aktiv. Folgende Kontakte wurden geprüft

Kontakt = kreidige Tonerde v.27.5.42+	Noten		
	Temp.	Ausbeute	Spaltg.
+ 55g MoO_3 /Ltr. aufgetränkt, J.Nr. 277	93	100	100
+ 55g MoO_3 /Ltr. als Magn.-Molybdat aufgetränkt (K 8803)(2,5% MgO)	90	95	100
+ 55g MoO_3 /Ltr. + 2% MgO über Formiatl) (K 8770)	93	100	105
+ 70g MoO_3 /Ltr. + 0,2% $NaOH$ (K 8796)	85	75	105
+ 70g MoO_3 /Ltr. + 2% MgO über Formiat 1) (K 8795)	85	90	100

Danach ist in der Serie mit 55g MoO_3 ein Magnesiaeffekt, wenn überhaupt so nur in der Spaltung, nicht aber in der Ausbeute vorhanden. Gemeinsames Aufbringen von Mg und Mo in Form von Magnesiummolybdat bringt nach den angeführten Zahlen eine geringe Verschlechterung in Ausbeute und Aktivität, jedoch liegt diese noch innerhalb der Fehlergrenze der Kontaktprüfung.

1) MgO vor MoO_3 aufgebracht

Aus der 2-Serie mit 70g MoO₃, erkennt man einerseits, daß eine Erhöhung des Mo-Gehaltes über 55g offenbar keine Erhöhung der Aktivität mehr mit sich bringt, (die Frage, wie weit die sogar auftretende anscheinende Verschlechterung real ist, soll hier offengelassen werden), und daß ein Alkaligehalt die Ausbeute (bei dem magnesiafreien Kontakt) verschlechtert.

Nicht geklärt ist ein in obiger Tabelle nicht mit aufgeführter Versuch mit einer früheren Laborcharge des K 7360 auf der gleichen kreidigen Tonerde (J.Nr.255), der mit der Prüfung des K 7360/J.Nr.277 übereinstimmen sollte, aber eine miserable Ausbeute ergab (Noten: Temp.90, Ausbeute 40%, Spaltung 55). Möglicherweise ist in diesem Falle bei der Herstellung des Kontaktes "etwas passiert". Auffallend ist, daß trotz der schlechten Ausbeute der Kontakt etwa die gleiche Temperaturnote wie die übrigen auf der gleichen Tonerdeprobe hergestellten Kontakte hatte, Hiervon aber abgesehen ist bemerkenswert, daß die kreidige Tonerde vom 27.5. Kontakte mit besserer Ausbeute und geringerer Spaltung ergab, als bei Kontakten gleicher Aktivität auf Oppauer Tonerde zu erwarten wäre.

K 8663 = K 7935 + 1% ZnO + 1% MgO. Dieser Kontakt wurde durch Auftränken von Zn- und Mg-Formiat aus einem sehr aktiven K 7935 hergestellt (K 7935 Ausbau Ka 504 v.8.9.41, Temperaturnote etwa 100, Ausbeutenote 100, vgl. Ber.201601 v.8.April 1942 v.Dr.Wonnenmacher) Es wurde ein Kontakt von nur mittlerer Aktivität und Ausbeute erhalten, dessen Aktivität während der Prüfung bemerkenswerterweise von Regeneration zu Regeneration noch abnahm. Es besteht danach die Vermutung, daß eine Verbesserung durch ZnO- und Magnesiumzusatz, wenn überhaupt, so nur bei stärker spaltenden Kontakten zu erzielen ist, oder wenn die basischen Komponenten vor dem Mo aufgebracht werden.

K 8727 = K 7935 peptisiert. Zu diesem Kontakt wurde Tonerde K 8500 von Versuch 343 für die Herstellung des Vorhydrierungskontaktes aus dem Schneckenofen entnommen und peptisiert. Ein Vergleichskontakt mit nicht peptisierter Tonerde wurde nicht geprüft. Dagegen wurde ein K 7935 auf einer Durchschnittsprobe der K 8500-Partien 341-360 im 100cm-Ofen geprüft. Letzterer Kontakt war in der Aktivität äußerst schlecht. Der Kontakt auf peptisierte Tonerde zeigte etwas höheres Schüttgewicht als normaler K 7935, besaß eine mittlere Aktivität (Temperaturnote 75) und eine überraschend hohe Ausbeute (Note 110), wonach der Kontakt in der Ausbeute etwa 3% besser wäre als ein normaler K 7935 gleicher Aktivität. Der Kontakt wurde nur kurz geprüft, eine Wiederholung d. Versuche mit peptisierter Tonerde ist aber beabsichtigt. Sollte sich der frühere Effekt insbesondere auch bei aktiveren Tonerdeproben bestätigen, so würde die peptisierte Tonerde K 8500 hinsichtlich des Zusammenhangs zwischen Arbeitstemperatur und Ausbeute bei der Dehydrierung einen besonderen Tonerdetyp darstellen, der sich von der Tonerde K 8500 und von Oppauer Tonerde charakteristisch unterscheiden würde und für die Dehydrierung infolge der geringen Gasbildung besonders geeignet wäre.

Ni-haltige DED-Kontakte und Versuche zur Mo-Einsparung. Im Rahmen von Versuchen in den 100-cm-Ofen zur Molybdäneinsparung hatte sich ergeben, daß Nickelzusätze die Aktivität von Mo-armen und Mo-freien Kontakten stark erhöhten. Da diese Versuche keine Anhaltspunkte über die Ausbeute lieferten, wurden die am aussichtsreichsten erscheinenden Kontakte in 1 Ltr.-Ofen eingebaut, wobei sich aber leider die Befürchtung bestätigte, daß bei Ni-Zusatz gleichzeitig die Vergasung stark ansteigt. Es handelt sich um folgende Kontakte:

K 8844 = Tonerde K 8500 v.26.5.42 + 30g Mo/Ltr + 10% Ni. Der Kontakt hatte auffallenderweise im Temperaturgebiet zwischen 26 und 28MV keine Temperaturabhängigkeit, es werden bei sehr schlechter Ausbeute nicht mehr als 45 Gew.% Aromaten erhalten.

K 8590 = gleiche Tonerde + 10 % Cr + 10 % Ni. Der Kontakt hatte eine sehr geringe Aktivität und gab dabei sehr schlechte Ausbeuten, außerdem nahm seine Aktivität von Regeneration zu Regeneration ab.

K 7935 = gleiche Tonerde + 55g MoO_3 /Ltr. + 3% Ni. Der Kontakt hatte eine mittlere Aktivität und sehr schlechte Ausbeute (Note 10!), d.h. der Nickelzusatz bewirkt eine ^{un}tragbare Erhöhung der Vergasung. Ob gleich zeitig eine Aktivitätssteigerung vorliegt, ist nicht mit Sicherheit zu sagen, aber nach Versuchen in 100 ccm-Öfen wahrscheinlich. Ein normaler K 7935, der auf der hier verworlenen Tonerde K 8500 vom 23.5.42 im Labor hergestellt war, wurde nur in 100 ccm-Ofen geprüft und zeigte dort eine nur geringe Aktivität (Temperaturnote etwa 50, Einbau 408/2 v.24.8.

Bemerkungen zu dem Kurvenblatt.

Auf dem angehängten Kurvenblatt ist links für die hier untersuchten Kontakte, soweit sie 55g MoO_3 /Ltr. enthielten, die Ausbeutenote gegen die Temperaturnote aufgetragen. Die beiden Kurven für die entsprechende Abhängigkeit bei technisch hergestellten Partien von K 7935 und K 7360 aus dem früheren Bericht (Ber. i v. v. Dr. Reitz) sind mit eingetragen. Man erkennt, daß der Kontakt auf peptisierter Tonerde K 8500 nach der günstigen Seite, der Kontakt auf Strangpreßlingen Oppau und der Ni-haltige Kontakt stark nach der ungünstigen Seite herausfallen. Die Kontakte auf kreidiger Tonerde aus Oppau v. 27.5. (mit und ohne AgO) liegen möglicherweise etwas günstiger als die technischen Partien K 7360 auf Oppauer Tonerde.

Auf der rechten Hälfte des Kurvenblattes ist untersucht, ob ein Zusammenhang zwischen der Spaltnote einerseits und der Temperatur-Ausbeutere-lation andererseits besteht, ähnlich wie er zwischen dem Tonerdetyp (K 8500, Oppauer Tonerde) einerseits und der Temperatur-Ausbeutere-lation andererseits früher gefunden wurde. Hierzu wurden auch die früheren Kontaktprüfungen mit herangezogen und alle etwas unsicheren Werte sowie stärker vom Typ K 7360 bzw. K 7935 abweichend hergestellten Kontakte beiseite gelassen. Das Ergebnis ist nicht ganz eindeutig, man erkennt aber, daß man auch hier die beiden Tonerdetypen getrennt betrachten muß. Oppauer Tonerden mit einer bestimmten Spaltnote liegen in der Temperatur-Ausbeute-Relation tiefer, d.h. auch bei diesem Vergleich ungünstiger als die Tonerde K 8500. Bei dem gleichen Tonerdetyp haben offenbar Tonerden mit höherer Temperaturnote (d.h. die aktiveren Kontakte) auch eine bessere Spaltnote (d.h. geringere Spaltung zu Lichtbenzin), was parallel geht mit ihrer höheren Ausbeutenote (d.h. geringeren Spaltung zu Gas). In derselben Richtung liegt der weniger deutliche, möglicherweise aber ebenfalls reelle Effekt, daß Kontakte vom gleichen Tonerdetyp mit gleicher Temperaturnote eine umso bessere Ausbeute ergeben, je höher ihre Spaltnote (d.h. je kleiner die Spaltung) ist, wie dies schon früher vermutet wurde.

Gemeinsam mit:

gez. K lz

Dr. Donath
" Nonnenmacher
" Rotter
" v. Püner
" Fürst
Dr. Meier

Einl. Nr.			7	8	9
			70,5		
27 MV 20 at		64 18	20		
27 MV 20 at	Gew% Arom. % - 100 Ausbeute Rohbilanz	70 18,5 84,4 87,4	19 88,5 89,4		78,6
28 MV 20 at	"	74 ? 23 79,4 85,4	23 79,0 88,2		75 19 79,2
26 MV 20 at	"	63 13 88,5 94,4	16 88,5 93,0		57,5 10 90,2
P 1505 27 MV 10 at	"	68 10 85,0 91,2	74,5 17 84,3 96,0		60 9,5 87,7 93,2
27 MV 20 at	"	67 18 82,3 91,2	71 22 80,8 96,1		60,5 15 85,2 91,4
27 MV 25 at	"	69 16 84,1 96,4	66,5 24 87,0 92		60 15 93,7 94,9
P 1400 C-180 " "	" "	63 12 91,7 90,4	70 20,5 89,9 89,1		64 17,5 85,9 92,6
Jod- zahlen	P1505 20at " 10 " P1400 v 90- 180	60-65 6,7 6,4 (P1317)	4,4-4,6 6,2 4,7		4,6-9,6 7,7-8,3
Bemer- kungen				P1505/27MV/20at spätere Wdhlg. 64 62,5 15 1 87,0 18,0	Alle Versu- che mit H ₂ - Zusatz

Tabells 1 Kontaktpfahrungen.

Kontakt		K 7935 aus Al- Sulfat v. Regen. Dr. Wittmann Einbau (Ofen/Datum) 302/I v. 14.1.1.	K 7935 auf Ton- erde aus Schwel- ofen 308/II v. 3.2.2.	K 7935 auf Ton- erde i. Traut- ofen 308/II v. 4.2.2.	K 7360 auf Ton- erde Ko3+4a(1:l) 308/I v. 5.3.	K 7360/Jhr. 255 auf kreidiger Tonerde v. 27.5. 308/II v. 6.6.	K 7360/Jhr. 277 auf kreidiger Tonerde v. 27.5. 308/II v. 27.6.	K 7360 auf Ton- erde Ko 133+135 (1:1) 308/II v. 18.7.	K 7360 auf 3796=
Nr.		1	2	4	5	6	7	8	9
27 MV 20 at	Gew% Arom. % - 100	64 13	m. P 1317790 angefahren (s.u.)	m. P 1317790 angefahren (s.u.)	73.5 22	72.5 -	70.5 20	57.5 11.5	65.5 17
27 MV 20 at	Gew% Arom. % - 100 Ausbeute Rohbilanz	70 13.5 84.4 87.4	60 16 88.7 96.0	62.5 14? 82.0 102.5	68 24.5 79.0 92.1	70 24 74 89.8	70.5 19.5 88.5 89.4	58 12.5 88.0 93.5	69 19 78.6
28 MV 20 at	"	74? 27.4 79.4 85.4	63 17.5 84.0 97.4	70.5 19 81.5 92.6	72 24 -	72 27 68.5 107.0	73.5 (76?) 79.0 88.2	66 17 180.6 94.8	75 19 79.2
26 MV 20 at	"	63 13 88.5 94.4	55.5 9.5 92.8 97.8	62 12 94.1 94.0	65 21 86.9 92.4	63.5 22 82.2 97.9	64 16 88.5 92.0	44.5 2 96.6 90.7	57.5 10 90.2
27 MV 10 at	"	68 10 85.0 91.2	59 3.8 95.7	66.5 11 89.5 90.1	70 16 81.5 92.7	75.5 21 80.3 93.5	74.5 17 84.3 96.0	60 9.5 87.7 93.2	72 27.5 18.5 80.2
27 MV 20 at	"	67 18 82.3 91.2	56 11 88.3 96.1	66 20 35.5 103.0	68 21 84.5 89.4	74 22 78.8 98.1	71 22 80.8 96.1	60.5 15 135.2 91.4	72 18.5 80.2
27 MV 25 at	"	69 16 84.1 96.4	59 17 87 97	/	66 19 87.5 96.2	66 25 87.5 96.2	66.5 24 87.0 92	60 15 93.7 94.9	/
"	"	62 12 91.7 90.4?	58.5 14 90.7 95.0	62 15 83.1 2.vers 100.7	66 25 86.0 93.8	66 25 86.0 93.8	70 20.5 89.9 89.1	64 17.5 85.9 92.8	/
Jod- zahlen	P1505 20at " 10 " P1400 v 90+ P1400 190 (P1317790)	60-65 6.7 6.4	0.9 1.1 -	0.8-8.2 0.7	7.2-10.8 7.6	5.8-7.3 7.3	4.4-4.6 6.2 4.7	4.6-9.6 7.7-8.3	5.0-6.6 -
Bemer- kungen									P1505/27MV/20at Alle Versu- spätere Wdhlg. 64 15 18 17.0 13.0

Tabelle 2
Kontaktprüfungen (Fortsetzung).

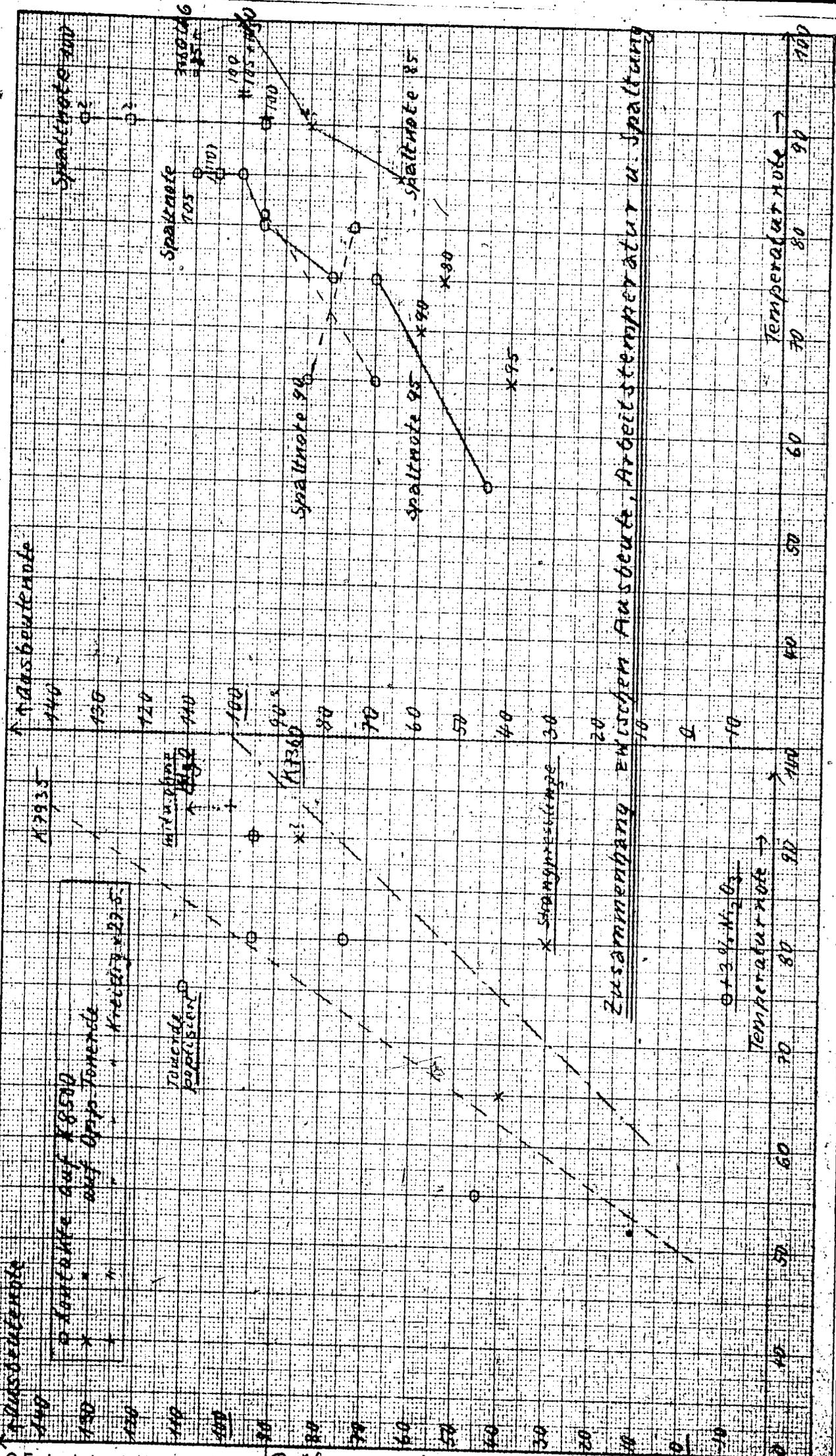
Kontakt	K 8663	K 8693	K 8727	K 8770	K 8795	K 8805	K 8844	K 8839	K 8890
Einbau(Ofen/Datum)	308/II 13.1.	308/I 23.2.	303/II 27.3.	305/II 5.6.	309/I 16.6.	308/I 29.6.	308/II 7.9.	303/I 18.9.	305/II 18.9.
Nr.	10	11	12	13	14	15	16	17	18
27 MV 20 at	Gew% Arom. 62,5 15	62 19	60 15	63,5 19	63,5 19	67 19	59,5 12,5	48,5 4,5	57 15
27 MV 20 at	Gew% Arom. 56,5 11 Ausbeute 91,5 86,4	64 19 88,5 95,4	61 17 90,5 ? 92,5	67 17 85,5 92,5	69 18 83,6	67 16 84,5 90,4	42 6 92,5 94,1	65 10 76,0 98,4	51 4,5 84,0 89,3
28 MV 20 at	Hohbilanz 62 15 90,9 94,6	70 25 79,0 92,9	72 20 83,0 93,4	70 23 82,5 92,0	76 22 80,8	68,5 20 ? ? 75 23,5 77,7 90,4	45,5 11 90,6 98,0	67,5 18 71,0 99,8	52,5 12 88,9 98,4
26 MV 20 at	" 57,5 93,5 86,4	62 15,5 87,3 104,3	58 7,5 94,0 88,2	63 13 87,6 94,3	58,5 14 89,8	65,5 17 84,4 89,9	44,5 1,5 94,5 95,7	56 6 91,2 95,6	43,5 1,5 97,8 91,8
27 MV 10 at	" 59 18 88,2 87,0	65 15 86,2 93,5	83,2	70 15,5 87,2 92,5	75 20,5 81,4 82	73,5 15 84,7 93,8	44 5 92,6 94,5	61,5 9 89,3 96,1	36,5 2,0 96 97,1
27 MV 20 at	" 56,5 9 90,0 94,0	65,5 21 83,0 97,5	61 20,5 82,1 94,0	70 20,5 82,1 94,0	71 19 84,7	69,5 17,5 83,5 93,4	44 5 92,4 95,0	64 15 76,8 100,6	47,5 6,5 95 99
27 MV 25 at	" 65 24,5 91,1 95,1	65 24,5 91,1 95,1				71,5 21 87,2 91,5	46,5 1,5 90,2 93,4	54 17 89,5 92,0	49,5 28 MV 25 88 95,2
"	" 69 27 85,0 94,3	69 27 85,0 94,3				66,5 17 83,2 91,4	54,5 14 86,5 94,8	56,5 18 85,7 92,4	
P 1505 20 at	P 1505 20 at 3,5-7,4 12,2 7,7-14,7 90	6,6-8,8 11,3 4,1-6,9	5,8-7,8 - -	1,3-7,4 7,0 -	5,3-6,3 - -	2,5-5,0 5,1 4,0-4,5	7,5-10,6 10,5 9,0	2,0-5,9 5,9 3,1	5,6-7,5 9,8 7,7 (Du 0,25
Bemer- kungen	klingt ab	P 1400 v. 90- 180 v. 4.1.42			alle Vers.mit N2- Zusatz				P 1505/20at/Du 0,25 27 MV 49 10 92,2/98,2 28 MV 55,0 13 89/87

Prüfungsergebnisse.

Nr. von Tab. Lu2	Kontakt Nr.	Einbau Ofen u. Datum	F o n e r d e	MoO ₃ Gehalt g/Ltz. Komponente	Sonstige aktive Komponente	Schüttgewicht	H o t e n				Spalt.	Spalt.	Spalt.	Spalt.		
							Temp.	Ausb.	Spalt.	Temp.					Ausb.	Spalt.
1	K 7935	303/I v. 14.1.	aus Al-Sulfat v. Regenerations Dr. Wittmann	55	-	0,345	90	95	100	85	90	100	-	-	Prüfung v. 13.1.42	Prüfung v. 14.00 v. 90-180
2	"	308/IIv. 3.2.	aus Schmelzofen Partie 241/42	55	-	0,455	55	45	95	75	80	80	-	-	-	-
11	K 8693	308/I v. 23.2.	dto; Molybdän zugemischt	55	-	0,470	80	75	90	-	-	-	-	-	75(6)	85(6)
3	K 7935	303/IIv. 5.2.	in Trautofen eingespritzt	55	-	0,555	80	95	100	85	20	90	-	-	-	-
12	K 8727	303/IIv. 27.3.	Partie 200	55	-	0,535	75	110	100	-	-	-	-	-	-	-
			K 8500 Versuch 343 vom Schmelzofen reaktiviert													
			Strangpreßlinge Oppau v. 27.1.	55	-	0,625	80	30	85	85	60	65	-	-	-	-
5	K "	" v. 5.2.	Laborprobe Oppau Ko 3+ Ko 4a (1:1)	55	-	0,6	90	75-95?	85	-	-	-	-	-	75	85
8	"	303/IIv. 18.7.	dto Ko 133-Ko 155 (1:1)	55	-	0,710	65	40	95	-	-	-	-	-	65	110
6	" / JHT. 255	308/I v. 6.6.	Kreidige Tonerde Oppau v. 27.5. (4 - 6gr Körnung)	55	-	0,620	90	40?	85	-	-	-	-	-	-	-
7	" / JHT. 255	308/IIv. 27.6.	"	55	-	0,610	93	100	100	-	-	-	-	-	75	95
15	K 8803	303/I v. 29.6.	"	55	2,5% MgO	0,637	90	95	100	-	-	-	-	-	80	105
9	K 8796	308/I v. 16.6.	"	70	0,2% MgO	0,640	85	75	105	-	-	-	-	-	-	-
13	K 8770	" v. 5.6.	"	55	2% MgO	0,643	93	100	105	-	-	-	-	-	-	-
14	K 8795	308/I v. 16.6.	"	70	2% MgO	0,660	85	90	100	-	-	-	-	-	-	-
10	K 8663	308/IIv. 13.1.	Ausbau Ko 504 v. 3.9.41	55	1% ZnO 2)	0,615	Anfang 70: kling ab	~80	105	-	80	85	-	-	-	-
16	K 8844	308/IIv. 7.9.	K 8500 v. 28.5.42	30	10% Ni2O3	0,550	Keine Temperaturabhängigkeit	<0	~100	-	-	-	-	-	55?	>105?
18	K 8889	303/IIv. 18.9.	"	55	3% Ni2O3	0,517	75	<0	~110	-	-	-	-	-	50	100
	K 8590	308/IIv. 18.9.	"	-	10% Ce2O3	0,550	15	~+10	~125?	-	-	-	-	-	-	-

- 1) als Formiat aufgetränkt vor Mo-Zugabe
- 2) als Formiate auf getränten Kontakt aufgetränkt.
- 3) nach 5 Regenerationen 55
- 4) bei 26 - 28MV 44 Gew.% Aromaten
- 5) MG als Molybdat aufgetränkt
- 6) p 1400 v. 90-180 v. 4.1.42.

4604



Ausbeute

Temperatur

Ausbeute
 140
 130
 120
 110
 100
 90
 80
 70
 60
 50
 40
 30
 20
 10
 0

140
 130
 120
 110
 100
 90
 80
 70
 60
 50
 40
 30
 20
 10
 0

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

Prüfungsergebnisse mit P1505 (Rumänischem Schwerbi)

Blatt 1

26

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Hydrierflüssige Entaschung.

Für manche Zwecke der Industrie, wie z.B. für die Erzeugung von Elektrodenkoks usw., werden aschearme bzw. aschefreie Kohlen oder aschefreie Umwandlungstoffe der Kohle, wie Biturina und Peche als Ausgangsstoffe benötigt. Die Asche liegt in der Kohle in verschiedener Form vor, als Beimengung wie Sand oder Gangart, als Infiltration oder chemisch gebunden an die sauren Gruppen der Huminsäuren und Humine.

Die Entaschungsverfahren, die für die Erzeugung aschearmer Produkte zur Verfügung stehen, sind teils physikalischer, teils chemischer Art und erfassen entsprechend ihrer Wirkungsart entsprechende Ascheteile. Von den gebräuchlichen seien unter anderem genannt: Vorklauben der Kohle, Luft- und Wasserwäsche, Schwerflüchtigkeitswäsche, Flotation, Entaschung mit Säuren und Laugen usw. sowie Kombinationen dieser Verfahren.

Ein anderer chemischer Weg zur Trennung der Kohlesubstanz von den Beimengten Ascheteilen liegt in der Hydrierung vor. Bei der Verflüssigung der Kohle werden die Ascheteile freigelegt und können durch mechanische Trennverfahren, wie Filtrieren oder Schendern aus den flüssigen Umwandlungsprodukten der Kohle entfernt werden. Bei dieser Arbeitsweise kann praktisch Aschefreiheit erreicht werden, was normalerweise bei den oben genannten Verfahren nicht oder nur schwer und mit schlechter Ausbeute möglich ist.

Normalerweise ist das Ziel der Hydrierung die Erzeugung von möglichst viel leichtem Öl, wie Benzin, Mittelöl, Heizöl, bezogen auf eingesetzte Kohle. In diesem Fall können aschefreie Biturina als Nebenprodukt durch Herausziehen von hochmolekularem Ölbestandteilen, wie Asphalt und Harzen aus dem Prozess z.B. durch Filtration von Abschlümmen gewonnen werden.

Soll jedoch aschefreies Bitumen als Hauptprodukt entstehen, wird die Hydrierung durch Wahl geeigneter Bedingungen zweckmäßig so geleitet, dass der Hydrier- und Spaltprozess bei den primär aus der Kohle entstehenden hochmolekularen Biturina und Asphaltendenigt. Bezüglich ihrer Filtrierfähigkeit bieten diese Hochmolekularen ausserdem gegenüber den Asphaltenden, welche bei der normalen Hydrierung z.B. auf Benzin und Mittelöl oder Benzin und Heizöl auftreten, dadurch wesentliche Vorteile, dass sie bei gleicher Verdünnung mit leichtem Öl bessere Filterleistungen aufweisen wie jene.

Diese hydrierflüssige Entaschung kann nun so erfolgen, dass ohne Zugabe von gasförmigen Wasserstoff mit einem Wasserstoff-abgebenden aromatischen Mittelöl gearbeitet wird. Die Extraktion von Pott-Broche arbeitet z.B. mit Tetralin-Kresol, bzw. in neuerer Zeit mit einem Mittelöl aus der Pechehydrierung ohne Zugabe von gasförmigen Wasserstoff.

Der von uns beschrittene Weg, die extrahierende Hydrierung verwendet hingegen neben einem aromatischen Mittelöl gasförmigen Wasserstoff, der entsprechend der Zielsetzung des Verfahrens $\frac{1}{3}$ soviel in viel geringerer Menge der Kohle angeboten wird wie bei der eigentlichen Sumpffasehydrierung der Kohle. Die extrahierende Hydrierung benutzt mit wenigen Abänderungen die apparative & Einrichtungen der Hydrierung. Die Wahl verschiedener Drücke und Temperaturen usw. erlaubt die Herstellung von Bitumina verschiedener Art. Infolge der Elastizität des Verfahrens können Verluste an Extraktionsmittel durch Verbesserung der Hydrat- und Spaltwirkung ausgeglichen werden und darüber hinaus in bestimmten Grenzen unter Rücksichtnahme auf die Filterleistung des Bitumens auch leichtere Öle zusätzlich erzeugt werden.

Die Tabelle I zeigt verschiedene Methoden der hydrierenden Entaschung hinsichtlich Arbeitsbedingungen und Ausbeuten, sowie Filtrierbarkeit und Abhängigkeit von der Art der verwendeten Kohlen.

Bei der 700atm-Fahrweise liegt die oberschlesische Kohle hinsichtlich Leistung im Hochdruck, Filterleistung und Wiedergewinnung des nötigen Rücklauföles am besten. Der Übergang zu niedrigeren Drücken 300 atm in Ludwigshafen und 100-150 atm bei Stinnes gibt wohl bessere Filterleistungen, läßt aber nur geringere Hochdruckleistungen und geringeren Spielraum zur Beschaffung des notwendigen Rücklauföles zu.

Die Eigenschaften der erzeugten Bitumina zeigen Unterschiede je nach Verwendung verschiedener Drücke und Temperaturen.

Tabelle II vermittelt Asphaltzerlegungen der einzelnen Bitumina. Je schlechter die angewendeten Hydrierbedingungen sind, desto hochmolekularer sind die Bitumina und desto höher liegen ihre Schmelzpunkte.

Systematische Untersuchungen über den Einfluss von Temperatur, Druck, Durchsatz, Katalysatorzugabe, Gasmenge und Qualität des Anreiböles im Gebiet von 300 und 600 atm Druck auf die Filtrierfähigkeit des Anfallproduktes zeigten folgende Ergebnisse (siehe Kurventafeln):

- 1.) Bei sonst gleichen Bedingungen verbessert sich die Filtrierbarkeit mit steigender Temperatur.
- 2.) Steigerung des Druckes verschlechtert die Filtrierbarkeit.
- 3.) Vergrößerung des Durchsatzes bringt verhältnismäßig geringe Verschlechterung der Filterleistungen mit sich.
- 4.) Beim Arbeiten ohne Katalysator (Eigenkatalysatoren) sind die Produkte besser filtrierbar.
- 5.) Begrenzte Gasmenge- und Anreiböleränderungen haben nur geringen Einfluss.

Diese Gesetzmäßigkeiten gelten wie erwähnt im Druckgebiet zwischen 300 und 600 atm; für Drucke unter 300 atm können möglicherweise die Einflüsse der genannten Faktoren sich im Wirkungsgrad verändern.

Wenn noch die Erfahrungstatsache hinzugenommen wird, dass für verschiedene Kohlen verschiedene Verarbeitungsbedingungen notwendig sind, liegt folgender Schluss nahe:

Die optimalen Bedingungen für die hydriermässige Entaschung einer Kohle sind diejenigen, welche bei bestehendem Anreizgleichgewicht die besten Filterleistungen des Anfallproduktes ergeben. Änderungen in Richtung gegen bessere Spalt- und Hydrierbedingungen vergrössern die verfügbare Menge Rückführmittelöl, verschlechtern aber allgemein die Filterfähigkeit, sodass ein Mittelweg eingeschlagen werden muss, der beiden Bedingungen in geeigneter Weise Rechnung trägt.

Schliesslich geben noch die für das Bitumen geforderten Eigenschaften Richtlinien für das zu wählende Verfahren.

Die bei der hydriermässigen Entaschung erzeugten aschefreien Bitumina können einerseits zur Elektrodenkoks verkocht werden, andererseits direkt als aschefreies Bindemittel, z.B. für die Herstellung von Söderbergelektroden Verwendung finden.

gez. Rank
v. Hartmann

3 Anlagen: 2 Tabellen
1 Kurvenblatt

Hydriermäßige Entaschung

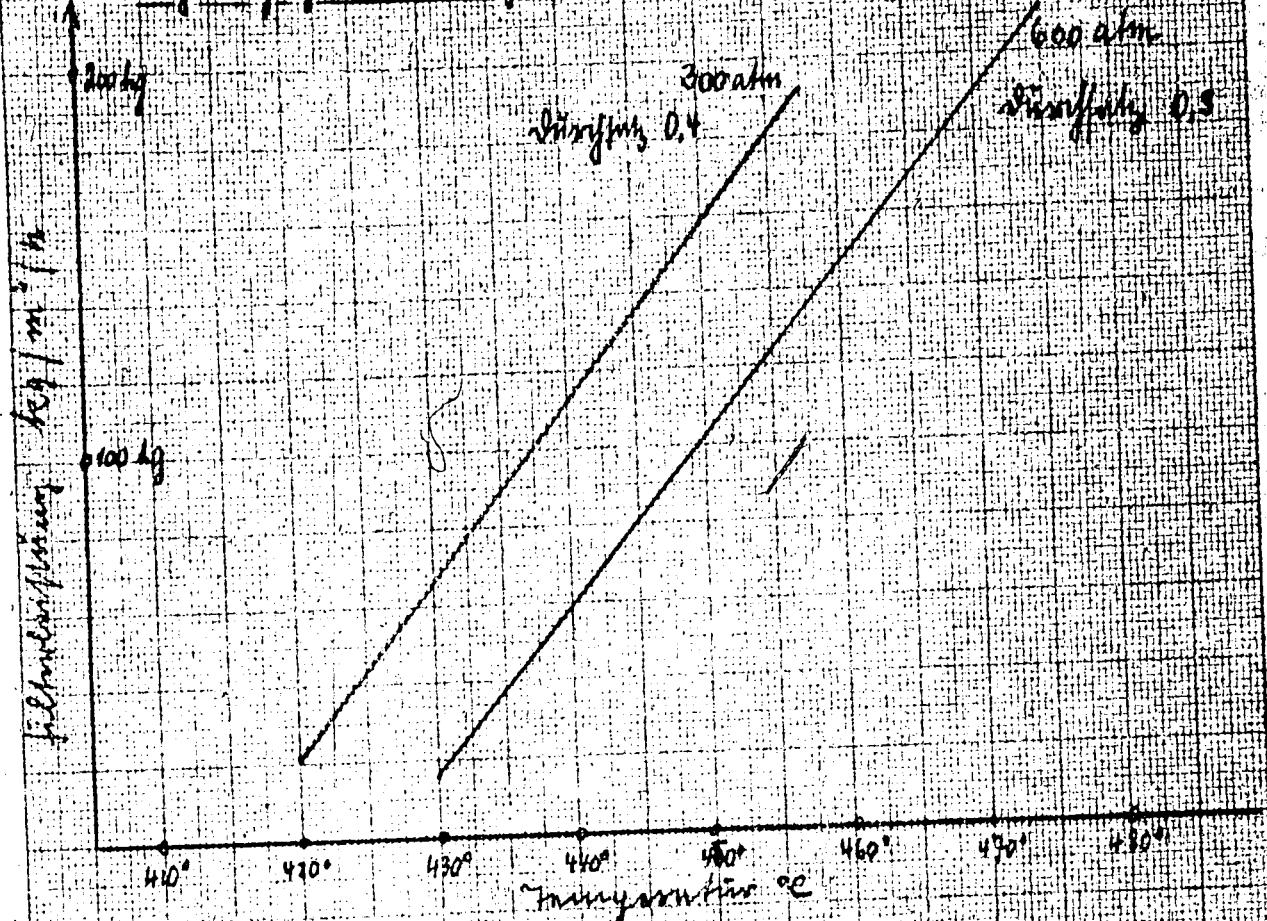
Verfahren	Ludwigshafen				Welheim
	Oberschl. Kohle	Saarkohle	alte Ruhrkohle	Oberschl. Kohle	alte Ruhrkohle
% Flüchtiges/RK % C /RK	37,6 82	41 82,4	33,3 85,1	37,6 82	29 86-87
Arbeitsbedingungen:					
Druck atm	700	700	700	300	100-150
Temperatur °C	476	479	480	551	410
Katalysator	1,2% FeSO ₄ · 7H ₂ O	1,2% FeSO ₄ · 7H ₂ O	1,2% FeSO ₄ · 7H ₂ O 1,5% Bayermasse 0,3% Sul- figran	1,2% FeSO ₄ · 7H ₂ O	-
Reinkohledurchsatz kg/Ltr/Std.	0,85	0,70	0,64	0,44	
Anreibung	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl	Mittelöl	Tetralin- Kresol oder Mittelöl
Gasmenge cbm/kg RK	1,5	1,7	2,2	1,2	0
Ergebnisse: % Abbau	92,8	94,3	93,1	85,3	82
Ausbeute flüssige Produkte/t RK kg	798	784	734	687	725
davon Bitumen kg	637	701	633	636	725
Mittelöl kg	108	37	7	19	-
Benzin kg	53	46	72	32	0
Gesamtleistung kg/Ltr/Std.	0,67	0,55	0,87	0,30	
% C-Vergasung	7,5	8,5	15	8,5	3
Filterleistung ¹⁾ kg/qm/Std.	165	65	62	240	600-800

1) Druck-Steinfilter

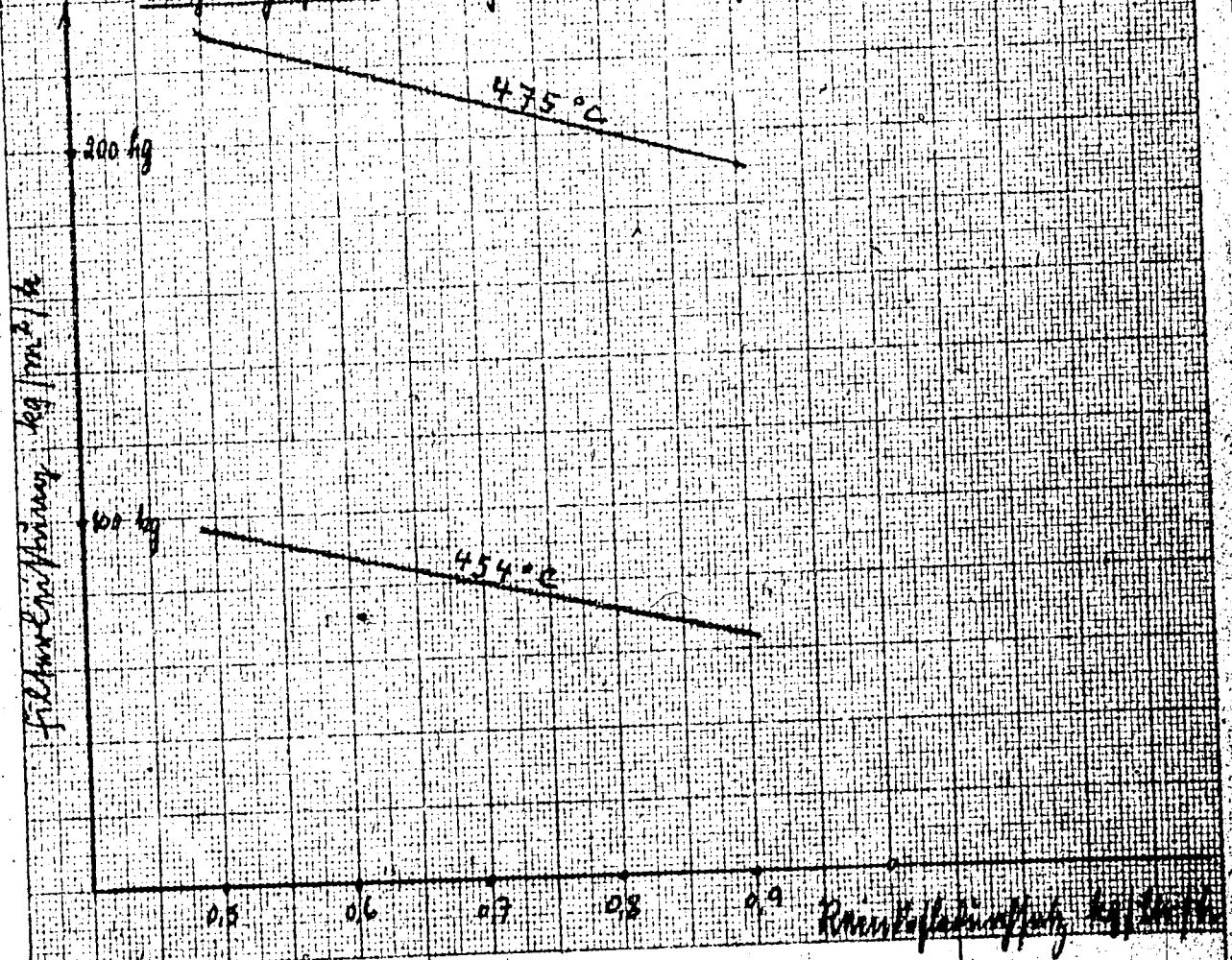
Art des Bitumens	Ludwigshafen 700 atm oberschles. Kohle	Ludwigshafen 300 atm oberschles. Kohle	Welheim 100-150 atm Böhmkohle
Kweichungspunkt °C	60-80	90-110	200-220
% Benzol unlöslich	9,2	28,5	62,0
% Benzol löslich	26,0	24,1	18,4
% Benzin unlöslich			
% Benzol und Benzin löslich	64,8	47,4	19,6
Motheschalt- und Carbene %	7,2	26,1	60,5
% Asphaltharze	6,1	11,1	5,5
% Ölharze	67,2	26,3	23,0
% Öl	19,5	36,5	10,5

Lebensdauerbestimmung

Abhängigkeit der Filterleistung von der Temperatur



Abhängigkeit der Filterleistung von der Viskosität



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

J. L. Marx

S. 39

III D-40

Extrahierende Hydrierung
im 10 Ltr.-Ofen.

(Vorläufiger zusammenfassender Bericht über die bisher durchgeführten Versuche.)

Ausgehend von den bekannten und auch im 10 Ltr.-Ofen technisch durchführbaren Bedingungen der Uhde-Extraktion wurden Versuche durchgeführt, im 10 Ltr.-Ofen die Abhängigkeit der Filtrierbarkeit des Anfallproduktes von den angewandten Verarbeitungsbedingungen zu untersuchen. Die aus diesen Untersuchungen erhaltenen Aufschlüsse führten zu der Entwicklung eines neuen Verfahrens, bei dem es sich allerdings in keiner Weise um eine eigentliche Extraktion handelt und das mit Rücksicht hierauf daher als „extrahierende Hydrierung“ bezeichnet wird.

In der nachfolgenden Tabelle ist eine Übersicht über alle in diesem Zusammenhang durchgeführten Versuche gegeben, in der neben den Versuchsbedingungen die für diese Verarbeitungsweise wichtigsten Versuchsergebnisse zusammengestellt sind. In dieser Tabelle sind die Versuche der besseren Übersicht halber nicht chronologisch aufgeführt, sondern nach dem Druck in zwei Hauptgruppen unterteilt und innerhalb dieser steigender Temperatur folgend aufgeführt. Die Versuche ihrerseits wieder nach steigendem Durchsatz nebeneinandergestellt. Die beiden Versuche ohne Kontakt sind in einer besonderen Gruppe am Schluß aufgeführt. Zu den in dieser Tabelle angeführten Filterleistungen ist festzustellen, daß es sich um Zahlen der 100 kg-Filtration im Standfilter handelt, und die Filterleistungen bei einer technisch anzuwendenden Dünnschichtfiltration entsprechend höher liegen würden. Die in der Tabelle aufgeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsperioden dar, die nötigenfalls wegen der betrieblichen Schwankungen der 100 kg-Filtration auf Grund der parallel durchgeführten kg-Filtration und 100 g-Filtration eingeschätzt worden. Den Werten kommt daher höchstens eine Genauigkeit von 10 % zu. Im Ganzen lassen sich diese Ergebnisse wie folgt zusammenfassen:

Die bisher als gültig angesehene Erfahrung, daß eine stärkere Aufhydrierung sich ungünstig auf die Filtrierbarkeit des Anfalls auswirkt, kann, wie diese Versuche zeigen, für den Bereich oberhalb der Uhde-Bedingungen d.h. also für höheren Druck und höhere Temperatur nur noch als beschränkt gültig angesehen werden. Die Temperatur ist von bedeutendem Einfluß auf die Filtrierbarkeit und zwar verbessert sich die Filtrierbarkeit bei sonst gleichen Bedingungen erheblich mit steigender Temperatur. Dies veranschaulicht Kurventafel I. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrationswerte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der Funktion angegeben werden, zumal sicher scheint, daß der Temperatureinfluß als in erster Näherung linear angenommen werden kann. Wenn die 3 Punkte, wie in dem Fall bei 300 at wirklich auf einer Geraden liegen, muß das als Zufälligkeit angesehen werden. Von nicht so großem, aber deutlichem Einfluß ist der Druck. Wie ebenfalls die

Kurventafel I zeigt, verschlechtert eine Druckerhöhung die Filtrierbarkeit und zwar ziemlich gleichmäßig über das ganze in Frage kommende Temperaturgebiet. Von geringem und nicht einheitlichem Einfluß ist der Durchsatz, der (vgl. Kurventafel 2) eine Abhängigkeit der Filtrierbarkeit im Sinne einer Verschlechterung mit zunehmendem Durchsatz zeigt. Von nur geringem Einfluß sind die Gasmenge (vgl. Versuch 5 und 6), die Abschlammrückführung (vgl. Versuch 14 und 15) und die Qualität des Anreibeöls. Eine deutliche Verbesserung der Filtrierbarkeit bringt dagegen das Arbeiten ohne Kontakt mit sich, wie der Vergleich der Versuche 18 und 19 mit den Versuchen 16 und 17 zeigt. Die Mittelöln Neubildung nimmt naturgemäß wie auch bei der normalen Hydrierung mit steigender Temperatur sowohl wie mit steigendem Druck zu, dagegen mit steigendem Durchsatz, Verringerung der Gasmenge und Weglassen des Kontaktes ab.

Diese Zusammenhänge zeigen, daß für die Filtrierbarkeit des Anfallproduktes zwei gegenläufige Effekte wirksam sind. Eine nicht oder nur wenig spaltende Aufhydrierung der primären Abbauprodukte der Kohle ist entsprechend den oben erwähnten bisherigen Erfahrungen der Extraktion nachteilig für die Filtrierbarkeit. In dieser Richtung wirkt vor allem der Kontakt und höherer Druck. Spaltende Hydrierung bzw. die Spaltung als solche, wie sie durch höhere Temperatur und auch höhere Verweilzeit verursacht wird, wirkt sich dagegen günstig auf die Filtrierbarkeit aus. Die günstigste Verarbeitungsweise stellt daher einen Kompromiß dar, bei dem - wie etwa der Versuch 19 zeigt - die Kohle unter hohem Druck bei hoher Temperatur und hohem Durchsatz ohne Kontakt verarbeitet wird. Bei dieser Fahrweise ist allerdings der Mittelölkreislauf nicht vollständig herzustellen. Es muß hier daher ein geringer Prozentsatz des Anreibeöls (Mittelöls) aus der Verkokung des Rückstandes (Elektrodenkoksherstellung) ergänzt werden. Legt man Wert auf diese Neubildung an Mittelöl, so muß man mit Kontakt und etwas geringerem Durchsatz arbeiten und eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit von ca. 30% in Kauf nehmen 1). Möglicherweise ließe sich dies auch mit einem nicht hydrierend, sondern vornehmlich spaltend wirkenden Kontakt ohne Verschlechterung der Filtrierbarkeit erreichen.

Die reine Extraktion unter den von Stinnes angewandten Bedingungen läßt sich im 10 Ltr.-Ofen, wie ein kürzlich unternommener Versuch bewiesen hat, nicht durchführen. Die Strömungsverhältnisse des 10 Ltr.-Ofens führen bei so geringen Durchsätzen ohne Gas und ohne Abschlammrückführung zum Absitzen und damit zum Ausfall des Ofens. Außerdem ist der relativ kurze Rührerofen auch chemisch für die Extraktion, die größere Verweilzeit bei möglichst geringer Vermischung der verschiedenen Reaktionszonen verlangt, nicht günstig. Jede Abweichung von den Bedingungen der reinen Extraktion in Richtung der Hydrierung, sei es durch Druckerhöhung, Wasserstoffzugabe, Kontaktzugabe oder Rückführung des anfallenden Extraktionsöls (Mittelöls), bedeutet eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit. Erst wenn man zu so scharfen Bedingungen gelangt, daß der Abbau der Kohle und die Spaltung der Abbauprodukte sehr weit fortschreitet und die ungünstige Wirkung der Aufhydrierung überwiegt, gelangt man wieder zu gut filtrierbaren Anfallprodukten. Der 5 - 10 - fach höhere Durchsatz, den die extrahierende Hydrierung anzuwenden gestattet, müßte die Kosten des höheren Druckes überkompensieren.

1) wie bei Versuch 13-15.

7.9.1942

v. Htm./Sw.

1613

Versuch 600 atm.

Vers.	2	3 14	15	18	19				
Ofen		11	41	451	411				
Datum	11. u. 19.6.	28.59.	24. u. 28.9.	21.5.	18. u. 21.10.				
Bil. Nr.	4 u. 5	6 u. 7	3	4 u. 5	6				
Temp. °C	403	421	425 76	474	476	476	476	476	474
Reink. Ds.	0.4	0.4	0.4 .7	0.7	0.8	0.9	0.8	0.8	0.9
Eing. gas m ³ /kg Bk.	0.5	0.6	0.7 .7	0.6	3.0	0.6	2.8	0.6	0.6
Anreihung	1:0.8	1:1	1:0.8 :1	1:1	1:1.2	1:1	1:1.2	1:1	1:1
Kohle Abschlämm	1:0.5	1:0.3	1:0.5 0.5	1:1	1:0.5	1:1	1:0.5	1:0.5	1:0.5
Kontakt:	1.2% FeSO ₄ 0.7 aq	=	=	=	1.2% FeSO ₄ 0.7 aq	1.2% FeSO ₄ 0.7 aq	1.5% Payer- masse	0.3% Na ₂ S	ohne ohne
Abbau Bzl.	42	55	55 91	85	84	90	76	75	75
Abbau Anr. Oel bzw. Tetr. Krs.	74	79	76 93	93	-	94	82	89	89
Oelgewinn % v. Bkohl	-	70	- 64	70	64	71	58	68	68
% Benzin	-	6(?)	- 2	3	10	3	10	1	1
% Mitteleöl	-	0	- 9	8	7	17	0	0	0
% Rückstand	-	94	- 89	89	83	80	90	99	99
Leistung (Bil. + Bil.)	-	0.26	- 0.47	0.47	0.50	0.66	0.45	0.64	0.64
Vergasung	4	-	6	7	-	-	-	8	8
Anrei. Bila	ca 10	ca 10	9	+8	-	-	-8	-2	-2
% Asph	21	23	3 3	31	-	-	14	34	34
Filterleistung v. A. stung v. A.	ca 30	=	0	210	-	-	190	340	340
		til- trier- bar							

Tabelle I

Versuche bei 600 atm.

Versuche bei 300 atm.

Vers.Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Ofen	451	-	-	-	-	-	471	-	-	-	-	-	451	411	411	451	411	451	411
Datum	1.u. 4.6.	11.u. 19.6.	28.5.	24.u. 28.6.	5.7.	13.8.	20./21.5.	6.9.	18.7.u. 5.8.	31.8.	24.7.	29.7.	3.4.	19.9.	24.u. 28.9.	6.5.	4.10	21.5.	18.u. 21.10.
Bil.Nr.	4u.5	6 u.7	3	8 u.9	10	16	1 u.2	18	12 u.15	17	13	14	3	3	4 u.5	8	6	9	
Temp. °C	403	421	425	435	454	454	425	425	454	454	454	454	472	476	474	476	476	476	474
Reink.Da.	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.5	0.8	0.5	0.5	0.5	0.6	0.7	0.6	0.7	0.7	0.8	0.9	0.8	0.9
Eing.gas m ³ /kg	0.6	0.6	0.7	0.6	0.7	0.4	0.9	0.4	0.7	0.4	0.7	0.8	0.9	0.7	0.6	3.0	0.6	2.8	0.6
Anreibung Hk.	1:0.8	1:1	1:0.8	1:1	1:1	1:1	1:0.8	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1.2	1:1	1:1.2	1:1
Kohle Abschlamme	1:0.5	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.5	1:0.5	1:1	1:0.5	1:1	1:0.5	1:0.5
Kontakt:	1.2% FeSO ₄ . 7 aq	-	-	-	-	-	1.2% FeSO ₄ . 7 aq	-	-	-	-	-	1.2% FeSO ₄ . 7 aq	1.52 Bayer-masse 0.3% Na ₂ S	-	1.2% FeSO ₄ . 7 aq	1.2% FeSO ₄ . 7 aq	1.5% Bayer-masse 0.3% Na ₂ S	ohne
Abbau Bsl.	42	55	55	70	73	70	51.5	67	83	83	75	74	89	91	85	84	90	76	75
Abbau Anr.Oel bzw. Tetr.Krs.	74	79	76	86	83	87	76.6	83	91	91	91	92	93	93	93	-	94	82	89
Oelgewinn % v. Kohle	-	70	-	72	69	75	-	75	71	75	73	75	73	64	70	64	71	58	68
% Benzin	-	6(9)	-	2	6	2	-	1	3	6	4	3	12	2	3	10	3	10	1
% Mittelöl	-	0	-	0	0	0	-	0	0	3	1	4	4	9	8	7	17	0	0
% Rückstand	-	94	-	98	54	98	-	99	97	91	95	93	84	89	89	83	80	90	99
Leistung (Bl.+ Bit.)	-	0.25	-	0.26	0.26	0.35	-	0.36	0.35	0.36	0.42	0.54	0.47	0.47	0.47	0.50	0.66	0.45	0.64
Vergasung (% U v. C i. Rk.)	-	4	-	7	7	6	-	2	5	5	7	6	7	6	7	11	5	-	8
Antrieboel-Bilanz	ca-18	ca-10	ca-10	ca-10	-8	-2	-12	-6	-5	+3	+1	+4	+4	+9	+8	+7	+17(?)	-8	-2
% Asphalt a. Rk.	23	21	23.3	21	19	22	18.8	23	20	31	30	33	16	23	31	14	25	14	34
Filterleistung v. Anfall	nicht filterbar	ca 30	-	90	170	180	nicht filterbar	10	90	100	90	80	220	220	210	250	180	190	340

Temperatur-Einfluss

bei der

extrahierenden Hydrierung

Filterleistung

kg/m²h

○ 300 at Ds 0.4

● 600 at Ds 0.5

300

200

100

470

520

530

540

550

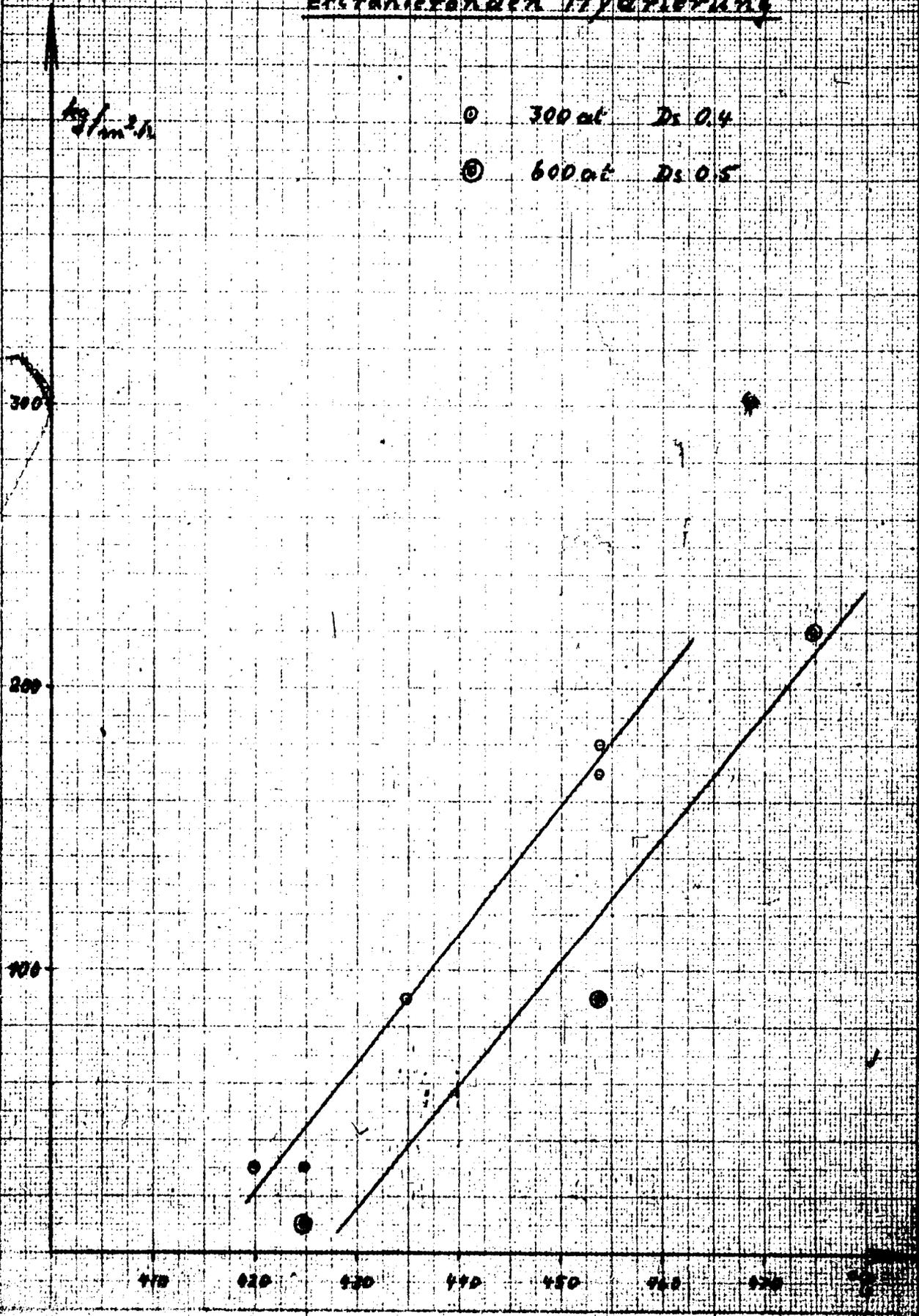
560

570

580

200/12

2



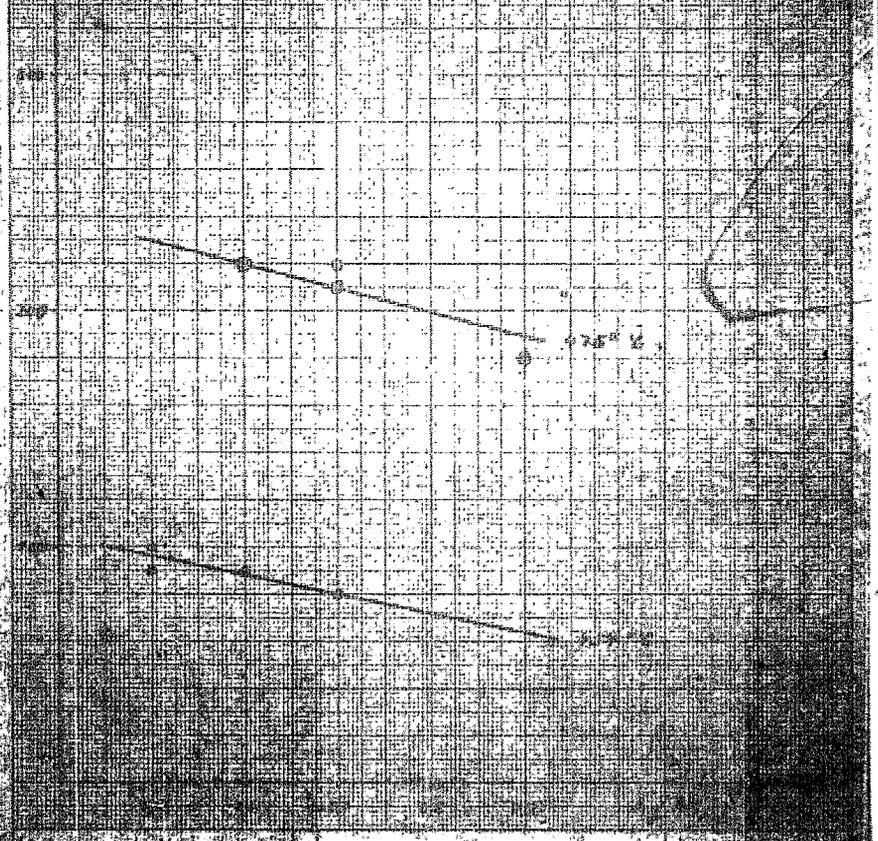
Experiment 2

Einfluss der Dosis

bei 1000

Ergebnisse der Hypothese

Fläche	(100000)
1	257.7
2	178.4



Thermische Bewertung

H. B. 1876

S 39
III D-49

Katalytisches Cracken in Hochdruck- oder DHD-Kammern.

Für den Fall, dass in einer Hydrieranlage Hochdruck- oder DHD-Kammern betriebsbereit sind, dagegen Wasserstoff nicht zur Verfügung steht, kommt ein katalytisches Cracken von Erdnittelöl oder Schweröl in solchen Kammern behelfsmäßig nach gewissen Änderungen der Kammern in Frage.

Eine überschlägige Durchrechnung zeigt, dass man die bei der Kontaktregeneration erforderlichen Gasemengen mit den vorhandenen Umlaufpumpen aufbringen kann, wenn die Regeneration bei dem normalen Arbeitsdruck der Kammern (300 bzw. 50 atm) durchgeführt wird.

Bei der Verwendung von synthetischem Crackkontakt in 1-Stunden-Zyklus mit 0,3 kg/l und Stunde Durchsatz ist folgende Produktverteilung bei der Verwendung von Erdöldestillat¹⁾ über 200° (bis 350° und höher) zu erwarten:

25 Gew.-%	Fl. Benzin	O.Z. 78, Jodaahl 30 (evtl. mehr)
5 "	Schwerbenzin	" " 78, (zus. Stellen vor Auto-benzin)
56 "	Dieselloil	C.Z. 40
8 "	Treibgas	
2 "	Heizgas	
2 "	Koks	

Um eine kontinuierliche Produktion zu erreichen, sind 4 Öfen erforderlich.

Die Betriebstemperatur ist 420°; es wird drucklos gearbeitet, die Regeneration erfolgt bei ca. 500 atm Druck (bei DHD-Kammer 50 atm); die Temperatur ist 420° an Ofeneingangs- und steigt im Ofen durch die Koksverbrennung auf 530°C (max. 550°C) an.

Wie das Schema in Abbildung 1 zeigt, sind die 4 Öfen parallel geschaltet, so dass ein Ofen stets in Produktion ist, während die anderen 3 sich bei der Regeneration, d.h. beim Umstellen, Spülen und Brennen befinden. Dafür ergeben sich folgende Zeiten: (vgl. Abb. 2)

60 Minuten	Betrieb
10 "	Spülen mit Dampf (60 kg, 10-faches Ofenvolumen) in Abstreifer
20 "	Unter Druck stellen mit Regenerationsgas
110 "	Brennen
20 "	Temperatur einstellen ²⁾
10 "	Entspannen
10 "	Mit Dampf (60 kg) ins Freie spülen
Summe: 240 Minuten = 4 Stunden.	

1) Die Verwendung von asphalthaltigem Erdöl ist möglich, dann müsste durch einen Verdampfer der Asphaltückstand vor dem Kontakt abgetrennt werden.

2) Die Temperatur muss im Ofen gleichmäßig auf ca. 450°C eingestellt werden, damit sie während des Entspannens und Spülens auf die Betriebstemperatur von 420°C absinkt.

Um die Regeneration in der angegebenen Zeit durchführen zu können, sind etwa 40 000 cbm Kreislaufgas und 50 000 cbm Luft pro Stunde erforderlich. Für das Kreislaufgas reichen die normalen Kompressoren aus. Für die Kompression der Luft genügen in DHD-... für Hochdruckkammern müsste...
 pressoren... setzt werde...

An sonst... sind noch 3 Regeneratoren... für...
 maximale... a. $1 \cdot 10^6$ WE/h) erforderlich... Ven-
 tile, d... r von 450°C aushalten. Hi... ge-
 eignete... Kühlung der Stopfbüchse Ho... in
 Frage um... die angegebene vierfach-Kamme... überlich:

- 16 ca. 70 mm \varnothing für Regenerationsgas
- " 45 " \varnothing für Öl und Spüldampf

Das erhaltene Produkt muss destilliert und stabilisiert werden, zur Treibgasgewinnung ist eine Kompression erforderlich. Benzin und Treibgas müssen mit NaOH gewaschen werden.

Ein Schema für diese Produktaufarbeitung enthält Abbildung 1, jedoch kann diese Aufarbeitung auch zusammen mit anderen Produkten erfolgen.

Für die besprochene Kammer mit 4 Öfen mit je 8 cbm Katalysator ergeben sich die folgenden Produktmengen:

	t pro Stunde	t pro Monat
Rohstoffeinsatz (Erdöldestillat über 200°)	6,4	4 300
Flugbenzin O.Z. 78, Jodzahl 30	1,6	1 070
Schwerbenzin O.Z. 78 (zum Autobi)	0,3	200
Dieselöl C.Z. 40	3,6	2 400
Treibgas	0,5	330
Heizgas	0,13	90
	(= $1,4 \cdot 10^6$ WE)	

Über die Qualität des Flugbenzins ist zu sagen, dass es eine sehr gute Oktanzahl (78) und Überladekurve (ca. 1 atm über B4) hat, dass jedoch seine Jodzahl (ca. 30) über der jetzigen Norm liegt. Vorteilhaft wäre demnach seine Verwendung zum Mischen mit anderen gesättigten Flugbenzinen, deren Oktanzahl zu tief liegt. Das Schwerbenzin könnte zur Verbesserung der Oktanzahl anderer an leichten Anteilen möglichst reicher Benzine von schlechter Oktanzahl verwendet werden. Das Treibgas enthält ca. 30 % Olefine, die zur Polymerisation oder Alkylierung verwendet werden können.

Der Vorschlag zur Umstellung einer vierfach-Kammer... ches
 Kracken nach dem vorliegenden Schema wird zur Zeit... chni-
 schen Abteilung (Herr Dipl. Ing. Schappert) im ei... itet.
 Ebenso wird ein Vorschlag zur Umstellung einer... er
 erem Kontaktvolum auf katalytisches Crack... t.

gez. Dona
 Fre

en hierfür nach Mitteilung von Herrn Obering. Schönjahn
 nken, es muss nur ein Schmieröl mit nicht zu tiefem Flamm-
 wendet werden.

Um die Regeneration in der angegebenen Zeit durchführen zu können, sind etwa 40 000 cbm Kreislaufgas und 50 000 cbm Luft pro Stunde erforderlich. Für das Kreislaufgas reichen die normalen Gasumlaufpumpen aus. Für die Kompression der Luft genügen in DHD-Anlagen die vorhandenen Luftkompressoren, für Hochdruckkammern müssten die Wasserstoffkompressoren¹⁾ dafür eingesetzt werden.

An sonstigen Apparaten sind noch 3 Regeneratoren, ein Vorheizler für maximal ca. 1 200 KW (ca. $1 \cdot 10^6$ WE/h) erforderlich und ausserdem Ventile, die eine Temperatur von 450°C aushalten. Hierfür kommen bei geeigneter Abänderung und Kühlung der Stopfbüchse Hochdruckventile in Frage und zwar sind für die angegebene vierfach-Kammer erforderlich:

8 Ventile ca. 70 mm \varnothing für Regenerationsgas
16 " " 45 " \varnothing für Öl und Spüldampf

Das erhaltene Produkt muss destilliert und stabilisiert werden, zur Treibgasgewinnung ist eine Kompression erforderlich. Benzin und Treibgas müssen mit NaOH gewaschen werden.

Ein Schema für diese Produktaufarbeitung enthält Abbildung 1, jedoch kann diese Aufarbeitung auch zusammen mit anderen Produkten erfolgen.

Für die besprochene Kammer mit 4 Öfen mit je 8 cbm Katalysator ergeben sich die folgenden Produktmengen:

	<u>t pro Stunde</u>	<u>t pro Monat</u>
Rohstoffeinsatz (Erdöldestillat über 200°)	6,4	4 300
Flugbenzin O.Z. 78, Jodzahl 30	1,6	1 070
Schwerbenzin O.Z. 78 (zum Autobi)	0,3	200
Dieselöl C.Z. 40	3,6	2 400
Treibgas	0,5	330
Heizgas	0,13	90
	(= $1,4 \cdot 10^6$ WE)	

Über die Qualität des Flugbenzins ist zu sagen, dass es eine sehr gute Oktanzahl (78) und Überladekurve (ca. 1 atm über B4) hat, dass jedoch seine Jodzahl (ca. 30) über der jetzigen Norm liegt. Vorteilhaft wäre demnach seine Verwendung zum Mischen mit anderen gesättigten Flugbenzinen, deren Oktanzahl zu tief liegt. Das Schwerbenzin könnte zur Verbesserung der Oktanzahl anderer an leichten Anteilen möglichst reicher Benzine von schlechter Oktanzahl verwendet werden. Das Treibgas enthält ca. 30 % Olefine, die zur Polymerisation oder Alkylierung verwendet werden können.

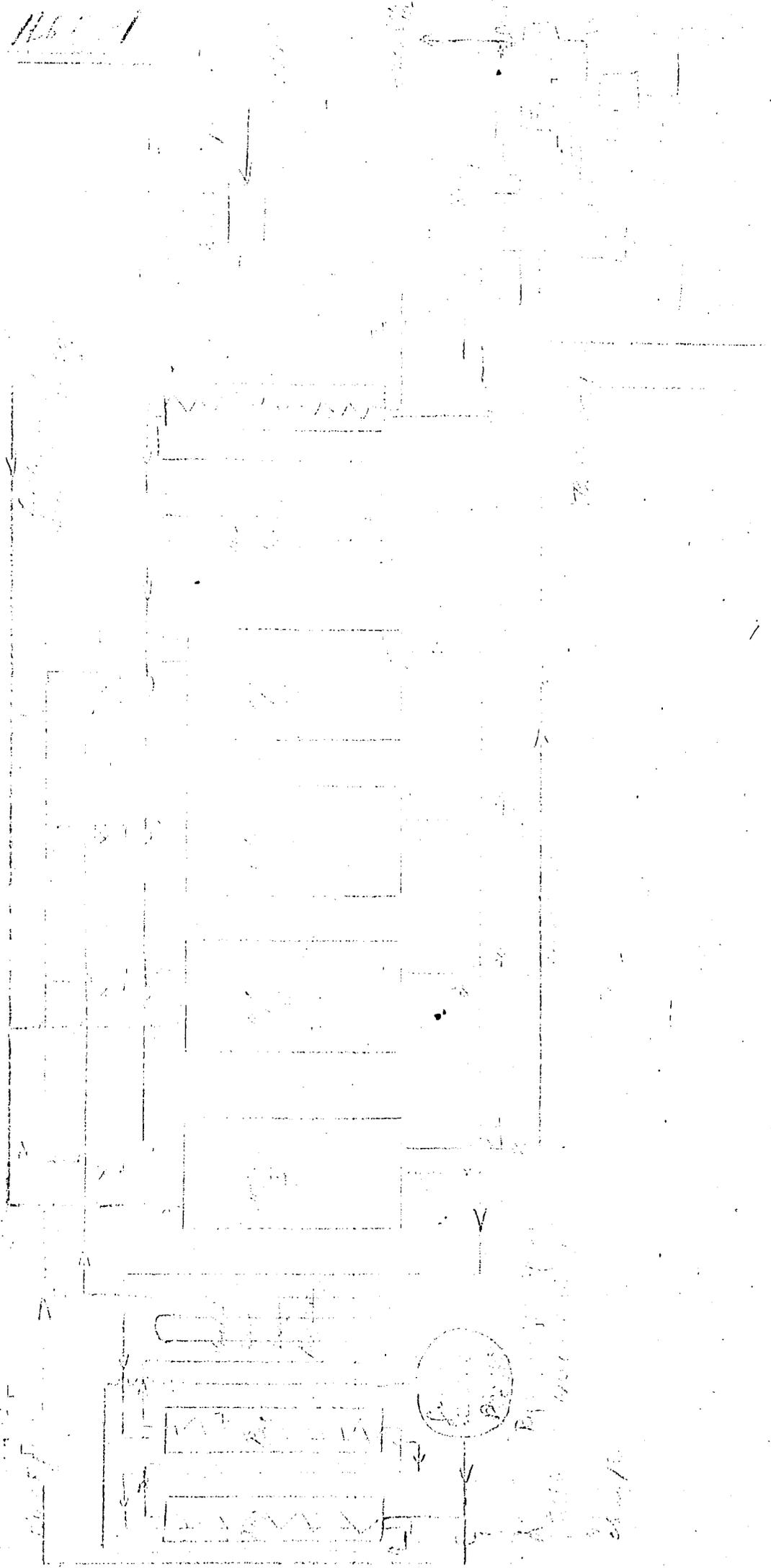
Der Vorschlag zur Umstellung einer vierfach-Kammer auf katalytisches Kracken nach dem vorliegenden Schema wird zur Zeit von unserer Technischen Abteilung (Herr Dipl. Ing. Schappert) im einzelnen ausgearbeitet. Ebenso wird ein Vorschlag zur Umstellung einer sechsfach-DHD-Kammer mit größerem Kontaktvolum auf katalytisches Kracken durchgerechnet.

gez. Donath
Fre

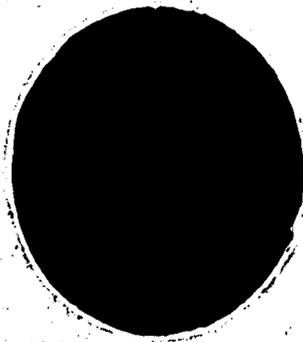
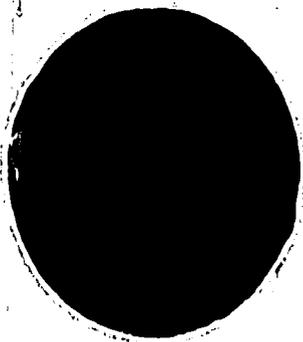
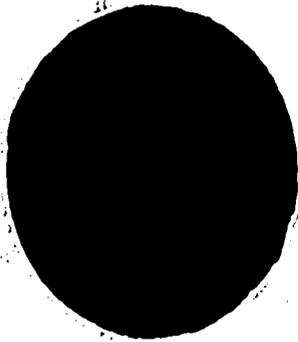
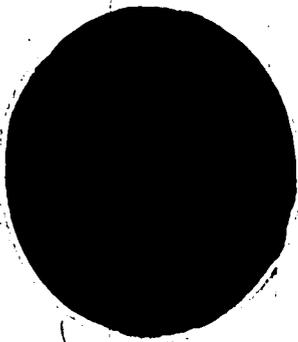
1) Es bestehen hierfür nach Mitteilung von Herrn Obering. Schönjahn keine Bedenken, es muss nur ein Schmieröl mit nicht zu tiefem Flammpunkt verwendet werden.

Map of the

1618



1
 2
 3
 4
 5
 6
 7
 8
 9
 10
 11
 12
 13
 14
 15
 16
 17
 18
 19
 20
 21
 22
 23
 24
 25
 26
 27
 28
 29
 30
 31
 32
 33
 34
 35
 36
 37
 38
 39
 40
 41
 42
 43
 44
 45
 46
 47
 48
 49
 50
 51
 52
 53
 54
 55
 56
 57
 58
 59
 60
 61
 62
 63
 64
 65
 66
 67
 68
 69
 70
 71
 72
 73
 74
 75
 76
 77
 78
 79
 80
 81
 82
 83
 84
 85
 86
 87
 88
 89
 90
 91
 92
 93
 94
 95
 96
 97
 98
 99
 100



Handwritten text at the top of the page, possibly a title or header.

1619

Main body of handwritten text, appearing to be a list or a series of entries. The text is very faint and difficult to read.

Handwritten text at the bottom of the page, possibly a signature or a date.

S 39
III D - 49

b.f.d.A. → *[Signature]*
18. Januar 1943
Friedrich

Zum Thema: Katalytisches Cracken in Moosbierbaum.

*Wohl
Silber
papier
gezeichnet
ist.*

Voraussichtlich werden hauptsächlich paraffinbasierte Öle (Sistersdorf, Rumänien) zum Einsatz kommen.

Eigenschaften der Einsatzöle.

Spez. Gewicht: etwa 0,820 - 0,840
A.P. ca. 70°C
Siedegrenzen: ca. 180 - 400°C (ev. enger)

Apparatur und Arbeitsweise.

Vermutlich wird entweder

- a) mit festangeordnetem Katalysator in 4 oder 5 wechselweise betriebenen Öfen oder
- b) in Schleusenöfen gearbeitet.

Eine Arbeitsweise mit Staubkontakt ist unseres Wissens bisher von Leuna nicht beabsichtigt gewesen.

Katalysator.

Wahrscheinlich wird der in Leuna entwickelte Al-Silikatkatalysator (90% SiO₂ + 10% Al₂O₃) benutzt und zwar entweder in Brocken oder ev. gepillter Form (bei festangeordnetem Katalysator) oder als Kugelkontakt (für Schleusenöfen).

Zu erwartende Ausbeuten.

(Nach eigenen Versuchsergebnissen geschätzt)

1) bei L-Benzinherstellung:

Fahrweise: 15 Min-Zyklen bei festangeordnetem Katalysator oder Katalysatordurchsatz = 4 Vol/Vol Ofenraum/Std. beim Schleusenverfahren.

Öldurchsatz: 0,5 - 1 Vol/Vol Kat. bzw. Ofenraum/Std.

Temperatur: 420°C.

Ausbeuten.

- 30 - 35 Gew.% L-Benzin (E = 165°C)
- 52 - 59 Gew.% Crack-b-Mittelöl (>165°C)
- 8 - 10 Gew.% Gas (Trockengas + Flüssiggas)
- 3 Gew.% Koks

209241

Eigenschaften der Reaktionsprodukte

a) Benzin:

Zusammensetzung:

Spez. Gewicht	= 0,725	60 % Paraffine
A.P.	= 45°	20 % Aromaten
-100°	= 65%	4 % Olefine (H ₂ SO ₄ - Meth.)
B	= 165° C	16 % Naphthene
Jod-Zahl	= 20 - 25	
OZ (Motor)	= 75	
+ 0,12% Pb	= 92	
Überladung:	etwa in der Mitte zwischen B ₄ und C ₁	

b) Krack-b-Mittelöl:

Spez. Gewicht	= ca. 0,830 - 0,850
A.P.	= ca. 55°
Siedegrenzen	= ca. 170 - 360°
Cetanzahl:	= ca. 50

c) Gas: (Zusammensetzung bezogen auf Einspritzung)

0,02 - 0,05	Gew. %	H ₂
0,38 - 0,45	" "	CH ₄ + C ₂ H ₆
0,20	" "	C ₂ H ₄
0,80 - 1,00	" "	C ₃ H ₆
1,30 - 2,50	" "	C ₃ H ₈
0,30 - 0,50	" "	C ₄ H ₈
<u>2,00 - 5,30</u>	" "	C ₄ H ₁₀ (zu ca. 90% 1 - C ₄ H ₁₀)
8,00 - 10,00	Gew. %	Gas

Olefinische Gase (bez. a. Einspritzung) = 1,30 - 1,70 Gew. %
 1-Butan (" " ") = 4,5 - 4,8 " "

2) Bei Auto-Benzinherstellung:

Fahrweise: 30 - 60 Min-Cyklen bei festangeordnetem Katalysator oder Katalysatordurchsatz = 1-2 Vol/Vol Ofenraum/Std. beim Schleusverfahren.

Oldurchsatz: 1 Vol/Vol Kat. bzw. Ofenraum/Std.

Temperatur: 420 - 450°C

Ausbeuten

- 40 - 45 Gew.% Auto-Benzin, (E = 190°C)
- 43 - 49 " " Krack-b-Mittelöl (>190°C)
- 6 - 8 " " Gas (Trockengas + Flüssiggas)
- 3 - 4 " " Koks

Eigenschaften der Reaktionsprodukte

a) Benzins:

Spez. Gewicht	= 0,740	<u>Zusammensetzung:</u>
A.P.	= 37°	50 % Paraffine
- 100°	= 40 %	25 % Aromaten
E	= 190°	5 % Olefine (nach H ₂ SO ₄ -Meth.)
Jod-Zahl	= 30 - 40	20 % Naphthene
OZ (Motor)	= 76 - 78	
+ 0,12% Pb	= 89	

b) Krack-b-Mittelöl:

- Spez. Gewicht = 0,850 - 0,860
- A.P. = 50 - 55°
- Siedegrenzen = ca. 200 - 360°
- Getanzahl = ca. 45 - 50

c) Gas wie bei der L-Bi-Herstellung, aber mit nur 3,0 - 3,3 % Butan, da ein Teil des C₄ ins Benzin geht.

Vermutliche Abweichungen der Arbeitsweise Lu von Leuna.

Katalysator: Al-Silikat ($66\% \text{ Si O}_2 + 34\% \text{ Al}_2 \text{ O}_3$) als Pillen für beide Fahrweisen (fester Kontakt oder Schleusofen).

Bei festangeordnetem Katalysator halten wir 3 wechselweise betriebene Ofen für ausreichend (Verhältnis Krackdauer: Regenerationsdauer = 1:1). Der dritte Ofen kann dann noch ausreichend gespült werden.

Bei Benutzung von Schleusöfen bevorzugen wir Austragen des Katalysators mit rotierendem Teller und Abstreiffinger. Hierbei ist der Abrieb sehr wahrscheinlich geringer als bei Verwendung von Zellenrädern (s. Zeichnung). Bei Verwendung von gepulvertem Katalysator haben wir in Schleusöfen weniger als 0,2 % Abrieb/Durchgang. Genaue Zahlen werden noch ermittelt. Unsere Versuchsergebnisse sind in Ofen von 50 Liter Reaktionsraum erhalten.

Nachbehandlung der Krackprodukte.

Benzin: Für L- und Auto-Benzin dürfte eine Raffination mit Na OH bei Einsatz normaler Einspritzöle vom genannten Typ ausreichend sein.

b-Mittelöl: Bei L-Benzinherstellung fällt, wenn man das Krack-b-Mittelöl als Dieselöl verkaufen will, ein Schwerbenzin (in Menge von ca. 12 % bezogen auf Einspritzung) mit den Siedegrenzen $165-200^\circ$ und OZ von etwa 65 an, das einer DHD- bzw. HF-Anlage zugeführt werden kann.

Das Krack-Dieselöl müsste entweder auf etwa 1 - 2 % Rückstand redestilliert oder über Bleicherde gefiltert werden, um handelsgerecht zu sein.

Für das Krack-b-Mittelöl käme natürlich auch eine Weiterverarbeitung durch Gasphasehydrierung oder eine Aufhydrierung (ohne Spaltung) und daran anschließende katalytische Krackung oder eine thermische Spaltung in Betracht.

Krackgas.

Zur Verwertung der relativ großen i-Butan-Mengen empfiehlt sich dringend der Anbau einer C_4 -Trennung mit Alkylierung. Die fehlenden olefinischen Komponenten könnten leicht durch zeitweises Kracken kleiner Mengen geeigneter Ausgangsöle (z.B. Syntheseöle) unter Rückführung der flüssigen Reaktionsprodukte gewonnen werden.

gas. Free

1 *Ammermann*
Rundts
Franzmann

2. April 1941 No/R

Kracken von Benzinen und Gasöl unter H₂-Druck.

Zusammenfassung.

S 39

III D-15

Verschiedene Benzine (5058/6434-Schwerbenzin-Scholven, DHD-Benzin aus 5058/6434-Schwerbenzin-Scholven, CV₂B-180°C, sowie P189 Gasöl wurden unter H₂-Drucken von 10,25 und 50 atm und Temperaturen von 459 und 476°C über Aluminiumsilikat und Magnesiumsilikat in 8-Stundenzyklen gefahren.

Die Benzine wurden im Gegensatz zu der Verarbeitung über den Dehydrierungskontakt 7360 nur wenig dehydriert. Das aromatenarme (5058/6434-Schwerbenzin) ließ sich über Aluminiumsilikat verhältnismäßig leicht spalten, wobei die Relation Ausbeute-Neubildung-100°C bei gleichem H₂-Druck die gleiche wie beim Fahren über 7360 war. Der Isobutangehalt im Butan betrug wie beim DHD-Verfahren etwa 30 %. Die auf 0-100°C und gleichen Aromatengehalt bezogene Motor-Oktanzahl des Benzins war um 4 Punkte besser als die des Ausgangsmaterials und um 2 Punkte besser als die des 7360-Benzins (Isomerisierung der Schwerbenzinfraction).

Die aromatenreichen Benzine (DHD-Benzin, CV₂B) ließen sich erheblich schwerer spalten, und die Spaltung nahm mit steigendem Druck nur wenig zu. Der Isobutangehalt im Butan war höher als bei der Verarbeitung von aromatenarmen Benzinen über Silikatkontakten. Trotzdem war die Restbenzinoktanzahl gegenüber der des Ausgangsmaterials nur wenig oder garnicht verbessert.

Bei der Verarbeitung von P 189-Gasöl über Silikatkontakte wurde im geraden Durchgang je nach dem Kontakt und dem angewendeten Druck bezogen auf Gesamtanfall 5,1 bis 9,8 % Gas + Koks, 15 bis 22 % Benzin -150°C 12 bis 16 % Schwerbenzin und 55 bis 63 % Mittelöl erhalten. Das 6752-Benzin -150°C besaß die ausgezeichneten Oktanzahlen von 76-77,2 nach Motormethode und 90 bis 92,5 nach Motormethode + 0,12, Blei. Allerdings war das Benzin stark ungesättigt. Jedoch ist anzunehmen, dass sich die Oktanzahlen des Benzins selbst bei völliger Aufhydrierung (etwa durch nachgeschalteten 7360) nicht merklich verschlechtern werden.

- 1 -

Kracken von Benzinen und Gasöl unter H₂-Druck.

Versuchsverlauf.

In 1 Ltr.-Öfen mit Regeneration wurden verschiedene Benzine (5058/6434 Schwerbenzin Scholven, DHD-Benzin aus 5058/6434 Schwerbenzin Scholven, CV₂B-180°C, und Gasöl unter verschiedenen H₂-Drucken in 8 Std.-Zyklen gefahren.

I. Kracken von Benzinen.

1) 5058/6434 Schwerbenzin Scholven wurde über Aluminiumsilikat (K6752) unter den folgenden Bedingungen gefahren:

H ₂ -Druck atü:	25
Temp. °C:	459
Durchsatz kg/l x Std. :	0,5
Gas:Öl cbm/kg :	1,0
Zyklusdauer Std.	8

Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 zusammengestellt. Zum Vergleich ist ein Versuch im 100 Ltr.-Ofen (mit nachgeschaltetem Raffinationsofen) mitaufgeführt, bei dem das gleiche Ausgangsmaterial über Kontakt 7360 mit einem H₂-Druck von 15 atü gefahren wurde. Die wichtigsten Ergebnisse der Anlage sind in der folgenden Tabelle wiederholt.

Tabelle 1.

		zum Vergleich	
Ofen		308 I	703
Datum		1.1.40.	31.12.40.
Kontakt		6752	7360
H ₂ -Druck		24	15
Temp. °C		459	476
Ausbeute.			
% C ₄ -freien Anfall		90	94,8
% Gas + Koks		10	5,2
Produkt	Einspritzprod. 5958/6434 B1	Anfallbenzin - 180°C	Anfallbenzin -180°C
% v. Anfallprod.	Schmelzen 90-195°C	92,5	92
Spez. Gew./15°	0,784	0,768	0,807
Anilinpunkt I	43	35,8	6,6
" II	ca 54,5	54,5	56,2
Siedebeginn	97	45	81
% - 70°	-	4	-
% - 100°	-	15,5	5
% - 180°	92,2	-	97
Endpunkt	195	180/97	182/98,2
% Aromaten	ca 11	19	49,5
O.Z. Mot. Meth.	57,5	68	74
" " +0,12Pb	80	84	88
O.Z. umgerechn. auf Endpunkt 180°C, 0 %-100 ¹⁾ 11% Aro- maten ²⁾			
Mot. Meth.	58,5	62,6	60,6
" " +0,12Pb	80	80	81,8
% iso C ₄ im C ₄		ca 30	ca 30

1) Leichtbenzin -70° Misch-O.Z. M: 86 ; M+0,12Pb : 106
 " 70-100° " " " 74 : 94

2) Aromaten + Unges. Misch.O.Z. M 89,6 M+0,12Pb : 94,2 (Vergl. Anlage 1).

Im Gegensatz zum Kontakt 7360 dehydriert K6752 nur wenig. Bei einer Ausbeute von 90 % an C_4 -freiem Anfall wird über K6752 ein Anfallprodukt mit 19 % Aromaten (Jodzahl 1,4) erhalten gegenüber 11 % Aromaten im Einspritzprodukt, während K7360 bei einer Ausbeute von 94,8 % ein Anfallprodukt mit 50 % Aromaten liefert.

Dagegen ist K6752 erheblich spaltaktiver als K7360: bei 27° tieferer Temperatur werden 11,5 % mehr Anteile $>100^\circ$ als beim K7360 gebildet. Jedoch ist die Relation: Ausbeute-Neubildung $>100^\circ$ bei beiden Kontakten etwa gleich. Um dies zu verdeutlichen, sind im Kurvenblatt 1 von beiden Kontakten die neugebildeten Anteile $>100^\circ$ in Abhängigkeit von der Ausbeute an C_4 -freiem Produkt aufgetragen. Vom Kontakt 7360 sind außer dem im 100-ltr.-Ofen erhaltenen Wert zwei Werte aufgeführt, die bei 25atm H_2 -Druck mit dem gleichen Ausgangsmaterial im 1-ltr.-Ofen erhalten wurden. (Vergl. Bericht Dr.No v.24.2.41).

Rechnet man die Oktanzahlen des Ausgangsmaterials und des Anfallprodukts auf gleichen Endpunkt, gleichen Aromatengehalt und 0 % $>100^\circ$ um (Tabelle 1), so ergibt sich für das 6752-Benzin eine O.Z. nach Motormethode, die trotz schlechterer Siedekurve ¹⁾ um vier Punkte besser als die des Ausgangsmaterials und um zwei Punkte besser als die des 7360-Benzins ist. Danach scheint bei dem gewählten aromatenarmen Ausgangsmaterial Aluminiumsilikat in den Benzinfraktionen über $100^\circ C$ etwas stärker als Tonerde + 6 % MoO_3 zu isomerisieren.

2.) Das im Ofen 703 aus dem obigen Ausgangsmaterial erzeugt DHD-Schwerbenzin mit 50 Gew.% Aromaten wurde bei Wasserstoffdrucken von 10,25 und 50 atm und einer Temperatur von $476^\circ C$ über Aluminiumsilikat (K6752) und Magnesiumsilikat (K7961) gefahren. Versuchsbedingungen, Ausbeuten und Produkteigenschaften sind in den Anlagen 2 und 2a zusammengestellt. Einen Auszug der wichtigsten Werte enthalten Tabelle 2 und Kurvenblatt 2. In Tabelle 2 sind zum Vergleich Zahlen mitaufgeführt, die bei 25 atm H_2 -Druck bei dem gleichen Ausgangsmaterial

¹⁾ vergleiche Anlage 1.

Tabelle 2.

						Zum Vergl. geschätzt n. Ergebnis- sen in 1 Ltr. Öfen.
Kontakt	Aluminiumsilikat	Si - Silikat		7360		1)
H ₂ -Druck atH	50	10	50	10	25	
Temperatur °C	476		476		ca 470	
Durchsatz kg/LxStd.	0,5		0,5		0,5	
Ausbeute an C ₄ - freiem Produkt %			93		93	
Produkt	Anfallprodukt				Ausgangsmaterial	
Spez. Gew.	0,806	0,814	0,800	0,814	0,814	0,803
Anilinpunkt I	-3,5	-3,0	2,5	-8,0	-3,5	3,5
II	57,5	57,0	57	57	57,5	56
Siedepunkt	49	72	42	81	-	85
% - 70°	2	-	2,5	-	-	-
% - 100°	11,5	7,8	14,5	9,5	8,2	5,5
% - 180°	89	88,2	90,0	90	ca 87	89
Wspunkt	252	271	228	241	-	240
% Aromaten	58	57	52	62,5	58	50
Jodzahl	1,0	1,7	3,1	4,8	-	9,7 ?
Benzin -180°Sp. Gew.	-	0,806	0,799	-	-	0,807
Anilinpunkt	-	2,2	5,1	-	-	6,6
% -100	-	7,5	15	-	-	5
% Aromaten	-	53,5	51	-	-	49,5
O.Z. Res. Meth.	-	89,5	87	-	-	-
Mot. "	-	73	74	-	-	74
" +0,12Pb	-	88	88	-	-	88
Restbenzin	-	21	22,5	-	-	16,5
% -100	-	21	22,5	-	-	16,5
O.Z.	(59)	59	51	-	60	59
% iso C ₄ im C ₄	62	-	54,2	57,8	ca 30-40	

1) Fass 57-172 aus der laufenden Produktion für Döhlitz.

mit K7360 erhalten ²⁾ werden. Die Ausbeute an flüssigem Anfall beträgt bei beiden Silikatkontakten praktisch unabhängig vom Druck 93 %. Die Aromateneubildung ist im Vergleich zum K7360 gering. Sie ist beim Aluminiumsilikatkontakt unabhängig vom Druck, während sie beim Mg-Silikatkontakt mit fallendem Druck zunimmt (Vergl. Kurvenblatt 2). Die Neubildung von Anteilen -10° ist trotz höherer Temperatur viel geringer als bei dem aromatenarmen 5058/6434 Schwebbenzin Scholven. Mit steigendem Druck nimmt sie etwas zu. Die Restbenzinoktanzahl ist gegenüber des Ausgangsmaterials bezogen auf gleiche $\% -100^{\circ}$ nicht verbessert. Der Isobutangehalt im Butan ist mit 42-62 % höher als bei der Dehydrierung mit 7360, woraus auf eine stärkere Isomerisierung der neugebildeten Anteile -100° geschlossen werden kann. Er ist auch höher als bei Verarbeitung von aromatenarmen Benzin mit Silikatkontakten.

3.) CV₂B mit etwa 30 % -100° und 54 Gew. % Aromaten wurde bei einem H₂-Druck von 25 atm und einer Temperatur von 459^oC über Aluminiumsilikat gefahren. Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 3 zusammengestellt. Mit einem Gas + Koksverlust von 4,1 % wurde ein Anfallprodukt erhalten, das 38% -100° , 35% -180° und 60 % Aromaten enthält. Die Jodzahl ist 1,8. In Übereinstimmung mit den unter 2.) beschriebenen Versuchen ist die Restbenzinoktanzahl des red. Anfalls gegenüber des Ausgangsmaterials auf gleiche $\% -100^{\circ}$ bezogen praktisch nicht verbessert. Daraus geht hervor, dass die auf gleichen Aromatengehalt und gleiche $\% -100^{\circ}$ umgerechneten Oktanzahlen des red. Anfallproduktes und des Ausgangsmaterials übereinstimmen (Vergl. Anlage 3).

II. Cracken von P 189-Gasöl red.

P 189-Gasöl red. wurde bei H₂-Drucken von 10, 25 und 50 atm und einer Temperatur von 459^oC ¹⁾ in 8-Stundenzyklen über Aluminiumsilikat und Magnesiumsilikat gefahren. Die Versuchsergebnisse enthält Anlage 4; die wichtigsten Werte daraus sind in Abbildung 3 aufgetragen.

²⁾ geschätzt nach im 1-ltr. Ofen erhaltenen Ergebnissen.

¹⁾ In einem Fall 476^oC: die Erhöhung der Temperatur brachte im wesentlichen lediglich eine Erhöhung der Vergasung.

Die anfallende Menge des bei 150°C abgeschnittenen Benzins liegt je nach dem Kontakt und dem angewendeten Druck zwischen 15 und 22 % bezogen auf Gesamtanfall (bzw. 16 und 24 % bezogen auf den flüssigen Anfall). Die Benzinausbeute ist beim Aluminiumsilikatkontakt praktisch druckunabhängig; beim Mg-Silikatkontakt steigt sie mit wachsendem Druck etwas an. Mit 42-58 % Anteilen -100° sind die Benzine siedegerecht. Die Oktanzahlen des (nicht stabilisierten) Al-Silikat-Benzin betragen nach Motormethode 73-77,3, nach Motormethode + 0,12 Blei 90-92,5, sind also besser als die des entsprechenden 6434-Benzins. Allerdings ist das Al-Silikatbenzin stark ungesättigt ^{Die Jodzahl beträgt} bei 10 atm 80, bei 50 atm immer noch 40,6. Da jedoch die Oktanzahlen des Benzins mit steigendem Druck trotz fallender Jodzahlen gleich bleiben, so ist anzunehmen, dass sie auch bei v81-liger Aufydrierung des Benzins (z.B. durch nachgeschalteten 7360) sich nicht wesentlich ändern werden. Dieses bedarf jedoch noch der Nachprüfung. Das Mg-Silikat-Benzin ist in der Qualität erheblich schlechter (O.Z.M. 69,5-71; O.Z.M.+0,12Pb 85-88).

Das Schwerbenzin von 150-200°C hat einen Anilinpunkt zwischen 24,5 und 37,5, ist also merklich dehydriert und würde bei der 6434-Benzinierung sicher ein Benzin mit guter O.Z. geben.

Das Mittelöl >200° ist angesehen von einer Verschiebung der Siedekurve infolge von Polymerisationen vom Ausgangsmaterial nicht verschieden.

Die Gasverluste sind bei der angewandten Fahrweise erheblich. Auf den Gesamtanfall bezogen wurden beim Al-Silikatkontakt zwischen 8,7 und 9,8, beim Mg-Silikatkontakt zwischen 5,1 und 7,4 Gew.% Gas erhalten. Bezogen auf Benzin -150° + Vergasung ergibt dies beim Al-Silikatkontakt eine Vergasung von 32-34 %, beim Mg-Silikatkontakt eine solche von 24 %.

In der folgenden Tabelle ist die bei der Spaltung von P 189 Gasöl mit dem Al-Silikatkontakt 6752 und dem DHD-Kontakt 7360 unter gleichem H₂-Druck erhaltenen Ergebnisse miteinander verglichen.

Danach ist der Gas + Koks-Verlust bezogen auf Benzin -200° etwa gleich. Das 6752-Benzin ist stärker isomerisiert als das 7360-Benzin, besitzt mehr % -100°, wesentlich mehr Ungesättigte aber wahrscheinlich weniger Aromaten ¹⁾. Das 6752-Mittelöl ist wenig, das 7360-Mittelöl stark dehydriert. _{gez. Nonnenmacher}

1) Der tiefe Anilinpunkt des 6752-Benzins dürfte durch die Ungesättigte bedingt sein.

Tabulle.

Kontakt	Al-Silikat	7360
H ₂ -Druck	10	10
Temp. (Mittel) °C	459	480
Durchsatz kg/lxStd.	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	3 (6)
Ausbeute:		
Benzin -200°C	30	37,4
Mittelöl -200°C	59,8	48,0
Gas	8,7	14,1
Koks	(1,5)	(0,5)
Benzin -200°C	(berechnet)	
Spez. Gew.	0,751	0,753
Anilinpunkt I/II	32,4/65,4	35,3/65,3
Siedebeginn	30	39
% - 70°	18,6	9,5
- 100°	33,6	26
- 150°	54,2	62,5
- 180°	84	88,5
Endpunkt	200	198
% Aromaten	-	28,5
Jodzahl	>80	16,8
O.Z.		
Mot. Meth.	ca 7% (gesch)	65
+ 0,12 Pb	" 85 "	86,5
Mittelöl		
Spez. Gew.	0,841	0,881
Anilinpunkt	61	33,8
Ofen	308 I	703
Datum	9.1.41	10.6.40 13-15

Gemeinsam mit:
 Dr. Donath
 Dr. Öttinger
 Dr. Reitz
 Dr. Hirschberger

gez. Nonnenmacher

Anlage n.

				z. Vergl.			
Ofen Datum		308 I 1.1.40		703 31.12.40			
Kontakt Temp. °C (Mittel)	Ausgangs- material	6752 459		7360 techn.			
H ₂ -Druck		ca 24		15			
Durchsatz kg/ l x Std.	5058/6434 31	0,5		0,5			
norm Gas/kg Min- spritzung	Scholven	1,0		0,92			
Betr. Zeit	90-195°	8		8			
Zahl d. Regene- rationen		0		98			
Ansbeute ● -freier Anf.		90		94,8			
Gas C ₁ -C ₄		9,5		5,0			
Koks		0,5		0,2			
Rohölan		96		98			
Produkt		Anfallprod. Bi-180°		Anf. Prod. Bi-180°		Restbi.	
% v. Anfallprod.		100	92,5	100	92	47	
Spez. Gew./15°	0,784	0,769	0,768	0,807	0,807	0,748	
A.P. I/II	43/-	34,5/54,5	35,8/54,5	3,5/56	6,6/56,2	54/56,6	
A.P. -150°		37/28	-	135/-14	-	-	
Siedebeginn	197	31	45	85	81	70	
% - 70°		6	4	-	-	-	
% - 100°		17	15,5	5,5	5	16,5	
% - 120°	24,8	38	9,5	38	36	53	
% - 150°	61,8	69	74,0	67	74	83	
% - 180°	92,2	90	97	89	97	96	
% - 200°	-	94	-	95	-	-	
Endpunkt	195	225	180/97	240	182/98,2	174/98	
Zusammensetzung							
Paraffine	-	-	-	-	27	53	
Naphthene	-	-	-	-	22	44,5	berech.
Aromaten	ca 11	19	19	50	49,5	1,5	Misch-
Ungesättigte	-	-	-	-	1,5	1,0	
Jodzahl	-	1,4	-	9,7 ?	-	-	Zahlen d. Arom. +Unres.
O.Z.							
Res. Meth.	60,5	-	73,3	-	-	60,3	-
Mot. "	57,5	-	68	-	74	59	89,6
+ 0,12 Pb	80	-	84	-	88	82	94,2
% iso C ₄ in C ₄		ca 30		ca 30			

Ofen	508 I	=	503 II	=
Datum	7.1.11-19 ^a	4.1.12-19 ^b	5.1.11-18 ^b	14.1.19-21 ^a
Kontakt	6752	=	7961	=
Bedingungen:				
Druck	50	25	10	10
H ₂ -Druck	ca 43	ca 24	ca 10	ca 10
Niedrigstemp. I ₂ (°C)	476	478	476	476
Mitteltemperatur	476	476	476	476
Temp. d. Raffinationsofen				
Durchsatz kg/l x Std.	0,50	0,50	0,50	0,50
cbm Ges/kg Einspritzung	1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer	8	8	8	8
Zahl d. Regen.	4	2	3	1
Ausgangsamt.				
Anfall Ofen				
703 v. 31.12.				
Ausbeute:				
% C ₄ -freies Produkt	94,4	(93,0)	92,3	93,0
Gas C ₁ -C ₄ -H ₂	4,6	(5,1)	5,7	5,5
Koks	(ca 1,0)	(ca 1,0)	(ca 1,0)	(ca 1,0)
Robbilanz S	93	85	103	94
Anfallprodukt				
Spez. Gew. /	0,800	0,812	0,814	0,814
Anilinpunkt I/II	3,5/57,5	-4,5/57	-3,0/57,0	-3,0/57
Anilinpunkt -150/	13,5/-14	5,0/-22,5	5,0/-20,5	0/-22
Siedebereich	85-240	71-256	72-271	81-241
- 70	2			
- 100	11,5	10,8	7,8	9,5
- 120	37,0	37,5	33,5	33,0
- 150	73,0	71,0	71,0	74,5
- 180	89	83,2	82,2	80,0
aromaten	58	59	57	52
Jodgehalt	1,0	1,8	1,7	1,75

Ofen Datum	Ausgangsmat. Ofen 703 v. 31.12.40		308 I 7.1.	308 I 4.1.	308 I 5.1.	308 II 14.1.	308 II 15.1.
	Aluminiumsilikat (K6752)		50 atm	25 atm	10 atm	MG-Silikat (17961) 50 atm.	
Kontakt H ₂ -Druck							10 atm
Benzin -180°	Gesamt- prod.	Restbi	restbi	Gesamt- prod.	Restbi	Gesamt- prod.	Restbi
Gew. %	100	51	100	100	47,7	100	49,7
Spez. Gew./15°	0,807	0,748	0,753	0,806	0,742	0,799	0,736
Anilinpunkt I	6,6	54,8	55,6	2,2	55,2	3,1	55,5
Anilinpunkt II	56,2	56,6	58,0	57,2	57,5	56,6	56,7
Jodzahl	6,75	-	-	74	70	52	52
Siedebeginn	81	70	108	-	70	0,8	0,5
% - 70°	-	-	-	7,5	21	1,5	2,9
" - 100°	36	16,5	21	40,0	57	47,5	54,0
" - 120°	74	53	78	85,0	-	84,0	91,0
" - 150°	97	83	-	-	-	-	-
" - 180°	182/98,2	96	-	175/98,2	169/98,5	174/98,2	165/97
Endpunkt	174/98,0	174/98,5	175/98,5	-	?	-	-
Zusammensetzung							
Paraffine	27	53	58,5	25,0	55,5	27,0	55,5
Naphthene	22	44,5	38,5	19,0	41,0	21,0	43,0
Aromaten	49,5	1,5	2,0	55,5	2,5	51,0	1,5
Ungesättigte	1,5	1,0	1,0	0,5	0,5	1,0	0,5
Oktanzahlen	-	60,3	-	89,5	-	87	60,3
Res. Meth.	74	59	51	75,5	58,5	74	61,0
Not. Meth.	88	82	77	88,5	82	88	83,5
+ C, 12 Pb							
% iso C ₄ im C ₄ Gas im gelösten Gas			62	42		54,2	57,8

Anlage 2.

Ofen Datum		308 I 2.1.41		
Kontakt Temperatur °C Druck Durchsatz kg/LxStd. com Gas/kg Einspritzg. Betriebszeit Zahl. Tagen.	Ausgangsmaterial C ₂ H ₂ B-185° v. Ofen 410 v. 16.-30.12. 1940	6752 459 25 0,5 1 0 8 1		
Ausbeute: % C ₂ -freier Anfall Gas C ₂ -C ₄ Koks Rohbilanz		95,9 4 0,1 90		
Produkt % v. Gasachprod. Spez. Gew. / 15° Anfallpunkt I Anfallpunkt II Siedebeginn % - 70 % - 100 % - 120 % - 150 Endpunkt °C Zusammensetzung: Paraffine Naphthene Aromaten Ungesättigte Kodzahl O.Z. Res. Meth. Mot. " + °C, 12 Pb	0,600 7 48 - - ca 30 ca 60 ca 87 180 - - ca 54 - ca 4 89,5 75 87	Anfall 100 0,818 -13,4 50,0 62 1,5 38 61 87 208/97 - - 60 - 1,8 - - - 87,5	Bi-180° 1) ca 97 0,821 -16,8 49,2 70 28 64 89 182/98,5 11,5 25,0 62,5 1,0 92 76,5 88,5	Restbi 36,5 0,751 47,8 49,8 57 2,5 43 69 91,5 172/98,5 30,5 66,5 2,0 1,0 - 60 82,5
O.Z. umgerechn. auf 30 % -150° 54 % Aromaten: Mot. Meth. 75 Mot. +0,12 Pb 87			74,5 87,6	
% 100 C ₄ im D ₄		46		

1) Dem Redestillieren sind leichte Anteile verloren gegangen.

1636

Anlage 4.

	9.1.	10.1.	11.1.	303. II	308 I	309 I
Ofen				17.1.	8.1.	
Leistung	5752			7961		
Kontakt						
Temperatur °C	459	50	493	459		
H ₂ -Druck	10		25	10		
Drehsets kg/lxStd.	0,5			0,5		
cbm Gas/kg Einspritzg.	1,0			1,0		
Betriebszeit	3,0			3,0		
Zahl d. Reren.	3	7	3	3		
Ausbeute						
3 C-Ireles Benzin-150°	18,0	18,4	17,6	15,9		21,2
Benzin 150-200°	12,0	11,6	15,3	15,5		15,2
Mittelöl > 200° C	59,8	58,7	55,2	62,5		54,2
Gas C1-C4	6,7	9,8	12,1	5,1		7,4
Koks	(ca 1,5)	(ca 1,5)	(ca 1,1)	(ca 1,5)		(ca 1,5)
Rohbrenz	94	93	90	92		94
Benzin -150° C (n. Stab.)						
Spez. Gew.	0,711	0,698	0,721	0,725		0,710
Anilinpunkt I/II	34/63	41,2/63	25,5/55,5	39,5/61,5		44,5/63
Siedepunkt	30	27	29	43		31
% -100° C	56	53	52	43		52
Endpunkt/%	157/93,5	153/91	157/93,5	153/97,5		154/95
% verlust	5,5	8	5,5	1,0		4,4
Octanzahl	80	40,6	79,6	24,6		22,4
Octanzahlen:						
Mot.	77	77,3	75,8	59,5		71
+ 0,12 Pb		92,5	85,7	85		89
Benzin 170-200° C						
Spez. Gew.	0,810	0,805	0,812	0,799		0,801
Anilinpunkt I/II	30/69	31/69,5	24,5/70	37,5/69,5		32/69
Siedebereich	154	148	145	155		151
% - 180° C	69,5	74	66	64,9		73
Endpunkt /%	216/98,5	211/98,2	215/98,5	217/99		208/98,2
Mittelöl > 200° C						
Spez. Gew.	0,841	0,845	0,850	0,844		0,846
Anilinpunkt	64,2	59	56,5	57,2		55,5
Siedebereich	220-338	221-333	224,5-340	224,5-340		218-330
% - 250° C	30	28	27,5	28,8		40

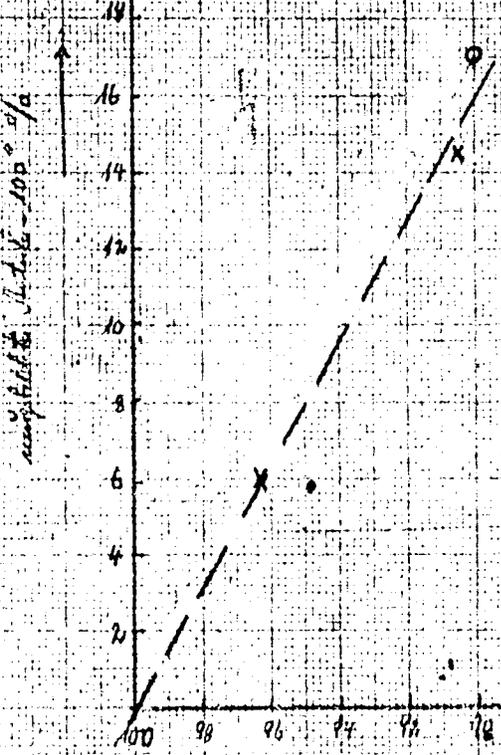
Anlage 4a.

*1899 fasz. Al. Schickel
50 Min. H.*

Ozem	308 I
Datum	10.1.41 ab 10 ^h -17 ^o
Kontakt	6752
Temperatur	459
Druck. atm	50
Benzin - 150 ^o	20,8
150 - 200 ^o	13,0
Rückstand 200 ^o	66,1
Benzin -150	
Spez. Gewicht	0,698
Anfahnpunkt I	+41,8
Anfahnpunkt II	63,0
Jodzahl	40,6
Siedekurve. Beginn	27 ^o
- 50	17,0
- 60	25,0
- 70	33,5
- 80	42,0
- 90	50,0
- 100	58,0
- 110	65,0
- 120	73,0
- 130	80,5
- 140	86,0
- 150	89,0
153	91,0
R	1,0
Verlust	8,0
Not.	77,3
+ 0,12 Pb	92,5
Benzin 150-200 ^o	
Spez. Gew.	0,805
Anfahnpunkt I	+31,0
Anfahnpunkt II	69,5
Siedebeginn:	148 ^o
- 160	16,0
- 170	48,0
- 180	74,0
- 190	88,0
-200	94,0
N.P. 211	98,5
R	1,0
Verlust	0,5
Rückstand 200 ^o	
Spez. Gew.	0,845
Anfahnpunkt	+59,0
Siedekurve: Beginn	221
- 250	28,0
- 275	60,0
- 300	85,0
- 325	94,5
N.P. 338	98,0
R	2,0

Konstante 1

- K 6752 1103 Jahre 25 Jahre Konstante
- K 7360 1006 Jahre 10 Jahre Konstante
- x K 7360 1745-172 110 Jahre 25 Jahre Konstante



Anzahl der Jahre

Anzahl der Jahre - 100

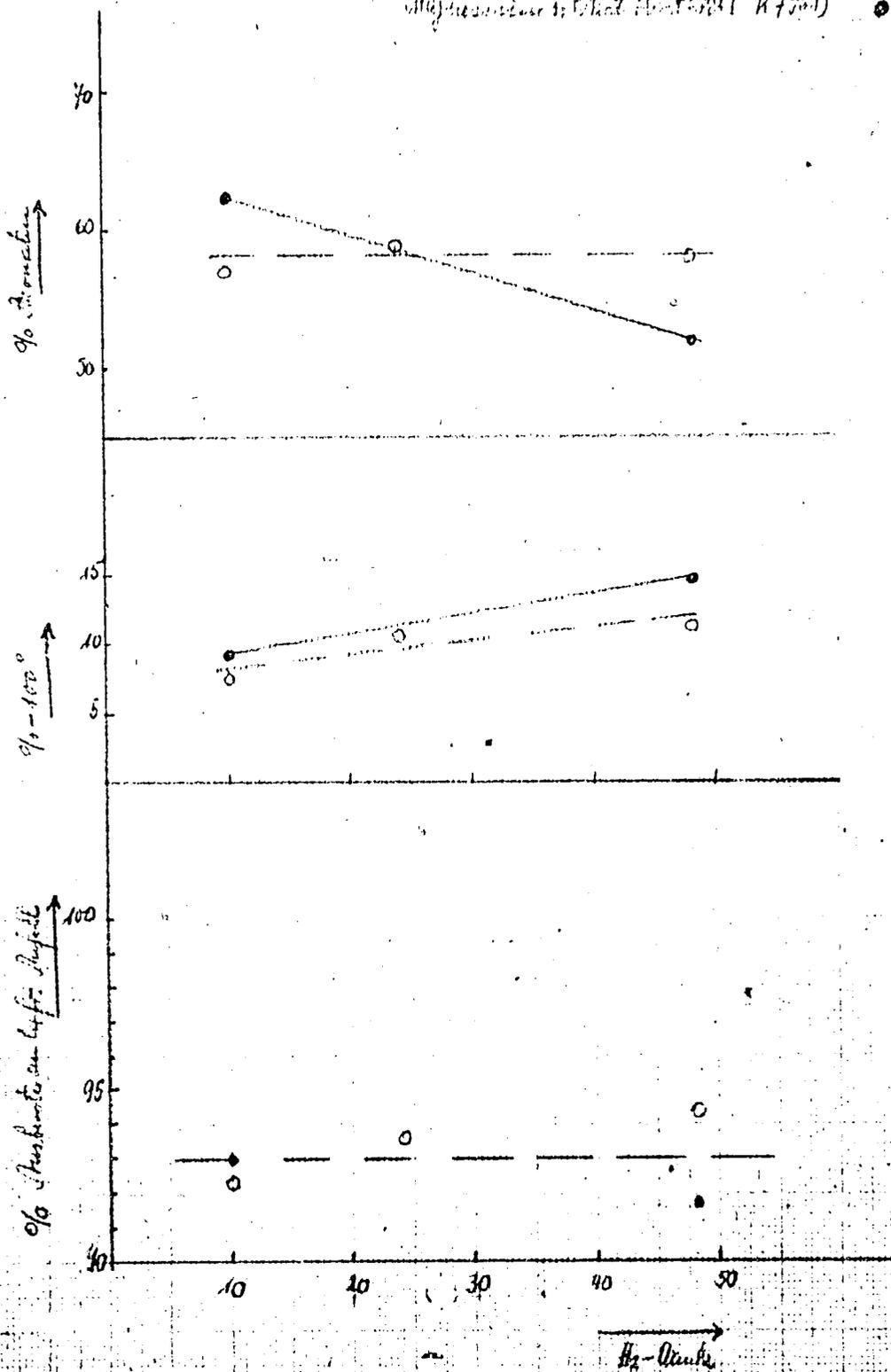
Karocallat 2

Reaktion unter H₂-Druck

Reagenzienmaterial: DHD-Abts. aus 5058/64311 - Be. S. Polver - 95° - 195°
 Siedetem. 85-240°C, % Brom: 50

Zerlegen: Nitrobenzol (K 6752) ○

Magnesium: Ethylacetat (K 7961) ●

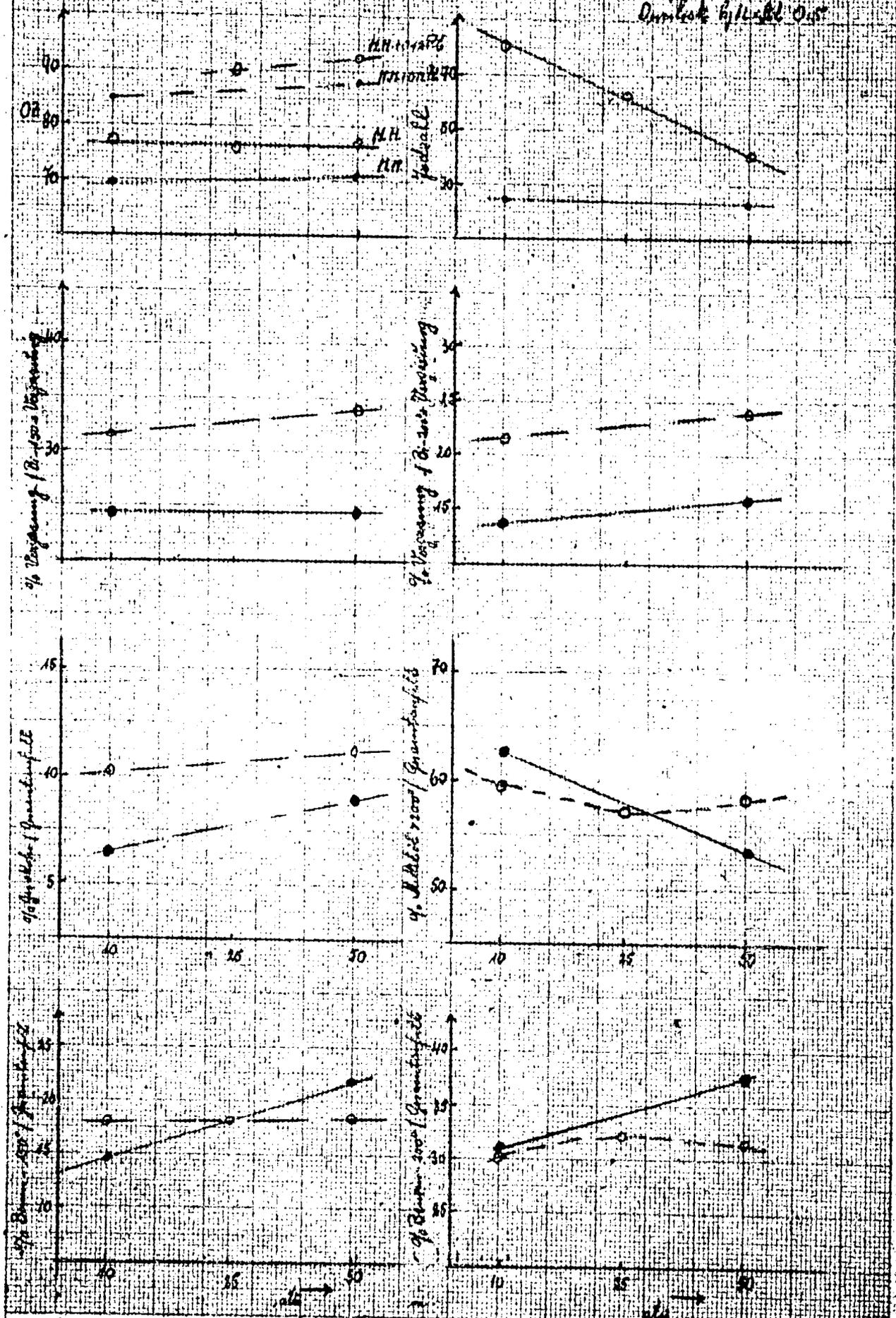


Wunderlich 3 (6/1)

Reaktion von Guat. Nitril (Np 64.1) mit H₂O₂

mit K₂S₂O₈ (○) und K₂FE₂ (●)

Katalysatorkonz. 8
Temperatur 45°C
Dauerzeit 4 Stunden



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

S 3²
E 2-12

Über die katalytische Spaltung von Mittelölen über verschiedene Katalysatoren bei Normaldruck und bei Drucken von 45 at in H₂-Atmosphäre.

Während HF-behandelte Al-Silikate beim drucklosen Kracken von Mittelölen schlechte Benzinausbeuten und hohe Vergasung ergeben, den nicht HF-behandelten Silikaten also eindeutig unterlegen sind, ändern sich diese Verhältnisse, sobald man die Spaltung unter Druck in H₂-Atmosphäre vornimmt. HF-behandelte Terrana (K 6109) ist in ihrer katalytischen Wirkung ausgesprochen druckabhängig.

Bei 45 at Druck und einem Gas:Öl-Verhältnis von 2000 l : 1 l erhält man beim Spalten von Mittelöl (Elverather Dieselöl) bei 420° eine Benzinkonzentration (E=190°) im Abstreifer von 33,6% bei der für katalytisches Kracken normalen Vergasung (einschliesslich Koks) von 30 %. Die Benzinleistung ist 0,25.

Bei druckloser Fahrweise ohne H₂ wurde unter sonst gleichen Bedingungen eine Benzinkonzentration von 15,4% bei einer Vergasung von 37,5 % erhalten. (Benzinleistung = 0,12).

Dieser durch H₂-Zusatz und Druckanwendung hervorgerufene grosse Effekt wird durch Anwesenheit von H₂S (Zusatz von 1% CS₂ zur Einspritzung) noch bedeutend vergrössert. In diesem Fall erhält man eine Benzinkonzentration von 42,4 % bei einer Vergasung von nur noch 26,8 % (Benzinleistung = 0,31).

Der H₂S-Zusatz wirkt dagegen bei drucklosem Fahren eher schädlich. Die Benzinkonzentration sinkt von 15,4% auf 13,0% bei einer Vergasung von 37,7 % (Benzinleistung = 0,10).

Das unter H₂-Druck in Anwesenheit von H₂S erhaltene Spaltbenzin (E = 190°) hatte die niedrige Jod-Zahl von 13,1 bei einer O.Z. von 74,5 (mit 0,12% Pb = 85,5).

Die Ausbeuten wurden im 1 Std.-Cyklus erhalten. Erhöhung der Cyklusdauer auf 2 Std. brachte ein Absinken der Benzinkonzentration von 42,4 % auf 34,2 %, eine Erhöhung der Vergasung von 26,8 auf 35,3% und einen Leistungsabfall von 0,33 auf 0,245.

Bei Ersatz des H₂S durch H Cl (1% C Cl₄ zur Einspritzung) wurde eine Benzinkonzentration von 33,2 % bei einer Vergasung von 33,5 % erhalten (Benzinleistung = 0,24), also keine Verbesserung gegenüber

19095

der Fahrweise in reiner H_2 -Atmosphäre.

Sämtliche Versuchsergebnisse wurden mit wiederholt regeneriertem Katalysator erhalten, wobei jedoch bemerkt werden muss, dass vor dem Druckversuch bei 45 at mit und ohne H_2S -Zusatz stets unter anderen Bedingungen bei kleinerem Benzinumsatz gearbeitet wurde. (Tab.1). Nach Weiterführung der Versuche und Ausbau des Katalysators zeigte sich eine Abnahme des F-Gehalts im Katalysator von über 50 %.

Es hat nach den bisherigen Feststellungen den Anschein, als ob die hohen Benzinausbeuten auf einer HF-Abgabe des Katalysators beruhen. Nach Absinken des F-Gehalts auf einen bestimmten, noch nicht näher ermittelten Mindestwert erscheint ein Abklingen des Katalysators möglich.

Von weiterem wesentlichen Einfluss auf die Benzinausbeute unter 45 at Druck ist die Zusammensetzung des Einspritzproduktes hinsichtlich Siedegrenzen, Zusammensetzung und Verunreinigungen. Während beim drucklosen Kracken Mittelöle mit Siedepunkten bis 400° und mit relativ hohem N-Gehalt kaum andere Ausbeuten geben als niedriger abgeschnittene, N-freie Mittelöle gleicher Zusammensetzung, scheinen, wie aus den weiteren Versuchen hervorgeht solche Produkte für die Druckverarbeitung nicht ohne weiteres geeignet zu sein. Diese Arbeitsweise erfordert möglicherweise die gleichen, relativ reinen, in einem bestimmten Bereich siedenden Ausgangsprodukte wie die Gasphase-Hydrodrierung. Diese bisher noch unklaren Verhältnisse werden in weiteren, teilweise bereits in Arbeit befindlichen Versuchen geklärt.

Der beim drucklosen Spalten sehr aktive synthetische Si-Al-Katalysator (K 6752) ist nicht druckabhängig. Er wird im Gegensatz zu Terrana auch durch HF-Behandlung nicht druckabhängig und aktiver. Das gleiche gilt für HF-behandelte α -Tonerde, die ebenfalls die beste Aktivität bei druckloser Fahrweise zeigt. Unbehandelte α -Tonerde ist inaktiv. (Tab.2.)

Dagegen wirkt HF-behandelte α -Tonerde nach Auftränken von 8 % MoO_3 unter H_2 -Drucken von 45 at äußerst stark spaltend (Tab. 3). Bei 450° und Durchsatz = 0,5 wird im 4 Std.-Cyclus aus Elverather Dieselöl ein Abstreiferprodukt mit 44 % Benzin ($B = 200^\circ$) bei 32,5% Vergasung erhalten (Benzinleistung = 0,15). Mit Bruesaler Gasöl (P 1203) konnte sogar eine Bi-Konzentration von 60,9 % bei nur 13,5% Vergasung unter gleichen Bedingungen erhalten werden (Benzinleistung

= 0,23).

Aus den verschiedenen Ausbeuten bei diesen beiden Einspritzprodukten (s.a.Tab.2) lässt sich auf die schon erwähnte Wichtigkeit der Ölauswahl für die Erziehung guter Ausbeuten schliessen.

Zusatz von 12 % MoO_3 zu K 6109 bewirkt bei Elverather Dieselöl zwar ziemlich starke Aufspaltung (Benzinkonzentration = 50,2 % bei $E = 180^\circ$; Benzinleistung = 0,275) im 1 Std.-Cyklus, doch ist die Vergasung mit 50 % untragbar hoch.

Eine Verlängerung des Crack-Cyklus auf 8 Std. bewirkt ein Absinken der Benzinkonzentration auf 21,3 % und nach weiterer Regeneration auf 15,2 % (Benzinleistung = 0,16 bzw. 0,12). Die Vergasung geht auf 35 % bzw. 37,5 % zurück.

gez. Free

Tabelle 1

Katalysator	K 6109	K 6109	K 6109	K 6109	K 6109	K 6109
Zahl d. Regen.	0	7	6	11	12	14
Produkt	P 189	P 189 +1%CS ₂	P 189	P 189 +1%CS ₂	P 189 +1%CS ₂	P 189 +1%COCl ₂
Temperatur °C	420	420	420	420	420	420
Durchsatz (V/V/Std)	1	1	1	1	1	1
1 Gas/l	-	-	2000	2000	2000	2000
Druck, at	-	-	45	45	45	45
Dauer, Std.	1	1	1	1	1	1
% Bi	14,1	12,0	29,4	36,7	29,0	28,5
% Mn	77,4	80,1	58,0	49,8	55,2	57,2
% C ₂ O ₄	1,8	1,1	12,6	13,5	5,8	14,3
% Gas + Koks	6,7	6,8				
bez. auf Einspritzung						
Bi-Konzentr. %	15,4	13,0	33,6	42,4	24,2	33,2
Bi-Leistung	0,12	0,10	0,25	0,31	0,245	0,24
Vergasung	37,5	39,7	30	26,8	35,3	33,5
<u>Benzin</u>						
Spez. Gewicht	0,736	0,736	0,734	0,724	0,734	0,722
Anilinpunkt °C	34,2	32,5	45	47	45,2	45,8
Beginn °C	35	33	32	31	37	37
- 70°	19,5	20,5	16	22,5	15,5	16,5
- 100°	42	40	38	43,5	33,5	39,5
- 150°	79	79,5	79	82	71,5	79
- 180°	97,5	96,5	96	96,5	95	96,5
Endpunkt °C	190	190	190	189	193	190
Jod-Zahl	86	20,7	11,5	13,1	10,0	18,5
O.Z. (M)	75	72	70,5	74,5	70	70
+ 0,12 Pb	-	-	87	85,5	84,5	84
<u>Mittelöl</u>						
Spez. Gew.	0,856	0,852	0,848	0,844	0,842	0,848
Anilinpunkt °C	65,5	67,5	64	63,5	63,8	62,5
Beginn °C	234	240	228	219	227	223
-250°	4,5	4,5	14,5	24,5	13,5	16,5
-300°	50,5	54,5	70,5	76,5	69	72,5
-325°	83,5	87,5	90,0	94,5	92	92,5
Endpunkt °C	360	360	360	342	335	345
Versuchs Nr.	2436	2443	2442	2447	2448	2450

Katalysator	K 6752	K 67	a-Tonerde + 5 HF	a-Tonerde + 10 HF	a-Tonerde + 10 HF
	ca. 200 P 189	ca 2 P 18	5 P 1203	P 189	P 189
	430	430		450	450
Druck, Std.	1	1		1,2	1
Dauer, Std.	1	1		2000	2000
% Bz	22,7	18,9		1	1
% Mi bez.n. Einspritzung	69,1	69,6		27,4	22,6
% C ₃ C ₄	2,3	11,5		58,0	57,0
% Gas+Koks	5,9	1,1	18,6	6,7	20,4
Bz-Konzentr. %	24,8	2,4		32,0	28,4
Bz-Leistung	0,20	(0,1(-200°))	37,8(-200°)	0,27	0,20
Vergasung %	26,5	31	0,255 "	34,8	47,4
			37,5 "		
Benzin					
Spez. Gew.	0,720	0,740	(150°)(150°)		
A.P. °C	35,8	40,5	0,698	0,784	0,716
Beginn °C	27	40	49	47,5	32,5
- 70°	31	18	26	151	26
- 100°	48	34,5	35		38
- 150°	79,5	77	61,5		55
- 180°	94,5	94	97,5		79,5
Endpunkt °C	192	195	-		94
Jod-Zahl	38,8	34,7	158	209	197
O.Z. (M)	76,4	73	106,5	12,8	65
+ O,12 Pb	-	85	74	38	78
		4,5	-	-	88,1
Mittelöl					
Spez. Gewicht	0,850	0,850			
A.P. °C	65,7	65	0,834		0,857
Beginn °C	218	232	68		61,8
-250°	8,5	7,0	225		232
-300°	57,5	48,0	25,5		5,0
-325°	87,5	83,0	80,0		67,5
Endpunkt °C	350	355	93,0		88,0
Versuchs Nr.	4308	4313	345		350
			1412		3625
					3631

Tabella 3.

1646

Katalysator	a-Tonerde 10 HF + 8 MoO ₃	a-Tonerde 10 HF + 8 MoO ₃	a-Tonerde 10 HF+8MoO ₃	K6109+ 12MoO ₃	K6109 12MoO ₃	K6109+ 12MoO ₃	K6109+ 12MoO ₃
Zahl d. Regen. Produkt	P 189	P 189	P 1203	0 P 189	1 P 189	2 P 189+ +1%CS ₂	4 P 189+ +1%CS ₂
Temperatur °C	450	450	450	420	420	420	420
Lu(V/V/S+A)	0,5	0,5	0,5	1	1	1	1
l Gas/l Öl	1000	1000	1000	2000	2000	2000	2000
Druck, at	45	45	45	45	45	45	45
Dauer, Std.	4	8	4	1	1	8	8
% Benzin	(150°) 22,6 (200°) 13,7	(150°) 19,7 (200°) 12,4	(150°) 35,6 (200°) 20,1	33,4	35,1	19,1	13,9
% Mittelöl	46,5	48,8	35,6	33,0	37,8	70,5	77,7
% Gas + Koks	17,4	19,1	0,9 7,8	33,6	27,1	10,3	8,4
Bi-Konzentr.% Bi-Leistung Vergasung	44,0 0,15 32,5	39,7 0,135 37,3	60,9 0,25 13,5	50,2 0,275 50	48,0 0,30 43,5	21,3 0,16 35,0	15,2 0,12 37,5
<u>Benzin</u>	(150°)(150- 200°)	(150°)(150- 200°)	(150°)(150- 200°)				
Spez. Gew.	0,704 0,798	0,704 0,796	0,694 0,790	0,720	0,720	0,736	0,754
Anilinpunkt °C	53,5 36,5	51,8 37,2	52,2 40,5	40,5	40	41	37,5
Beginn °C	31 155	34 154	32 153	35	37	42	49
- 70°	23,5	25	33,5	33,5	23	12,5	1,5
- 100°	55,5	62	63,5	57,5	46	37	24,5
- 150°	97	97	-	88	79	78,5	69
- 180°	-	-	-	97	94	96	94
Endpunkt °C	154 208	154 208	150 206	190	194	190	194
Jod-Zahl	4,0 4,85		3,3 2,25				
O ₂ (M)	66,4 56	64,2 51,5	68,2 48	75,8	74,1		
+0,12 Pb	84 -	82,4 -	89 68,6	91,8	91,8		
<u>Mittelöl</u>							
spez. Gewicht	0,858	0,866	0,854	0,844	0,846	0,842	0,842
Anilinpunkt °C	51,8	50	49,5	54,8	65,8	69,5	69
Beginn °C	220	230	215	224	230	233	231
- 250°	28,0	23,0	51,0	17	13	7,0	2,5
- 300°	82,0	84,8	90,0	71,5	70	63,0	57,5
- 325°	95,5	95,8	97,0	92,3	93	91,5	89,5
Endpunkt °C	350	347	342	348	354	348	350
Versuchs Nr.	4321	4322	4319	3664	3665	3666	3668

END
OF
REEL
Roll

23 R

END
OF
REEL
1011

23 R

E N D

T.O.D.A.M. REEL 30

FIAT REEL R

301

R 23