



# RHENANIA-OSSAG

Mineralölwerke Aktiengesellschaft

ZEA-Bericht Nr. 4/1941  
Laboratorium ZEA - Wbr.

Autor: Dr. Hofmann

Titel: Erfahrungen bei der Extraktion  
von Bleicherde in der Wilhelm-  
Anlage im Werk Harburg

Datum 16. Mai 1941

3496-30/301 et al

(26)

Inhalt:

63

**Z. E. A. - Bericht Nr. 4 / 1941**

Nach der Arbeitsweise von Wilhelm konnten im Wbr. mit Extraktionsanlage (System Otto Wilhelm) nur unbefriedigende Ergebnisse erzielt werden. Die Extraktionsdauer war ungewöhnlich lang und der Ölgehalt überschritt das zulässige Mass von 5 % erheblich. Das Ziel der nachstehend beschriebenen Arbeit war, diese Mängel zu beseitigen. Es wurden folgende Erkenntnisse gewonnen.

- 1.) Die Qualität der zur Zeit im Wbr. anfallenden Filterrückstände sowohl aus der Raffination von Heilbrücker sowie Götmark-Öl Erfahrungen bei der Extraktion von Bleich- Arbeiten der Anlage.
- 2.) Da es sich als unmöglich erwies, mit der Arbeitsweise nach Wilhelm eine prägnante Extraktionsdauer zu erzielen, wurde von der Neuben-Leitung/Wbr. die Filterrückspülung eingebaut, die eine grundsätzlich andere Verarbeitungsart gestattet. Die Schwankungen im Ölgehalt der extrahierten Erde blieben auch bei der neuen Arbeitsweise bestehen. Durch Einführung einer zusätzlichen Rotation des mit Benzol gefüllten Extraktors sowie einer Wärmeung der Filter konnten jedoch die Schwankungen beseitigt werden.
- 3.) Als Ursache der schlechten Qualität des Extraktöles konnten folgende Fehlerquellen ermittelt werden:

a.) Im Extraktor bleibt eine grössere Menge gedämpfte extrahierte Erde zurück. Aus dieser gedämpften Erde löst das Benzol ca. 80 % der in ihr enthaltenen Masse. Das be-  
deutet, dass schon ein Verbleiben von rund 150 kg gedämpf-  
ter Erde im Extraktor zurückbleiben, das auch nach Verbehandlung nicht mehr die Qualität eines Ref-  
zinats erreicht.

Dr. Hc./Du.

ZEA-Wbr., den 2. Juni 1941

I n h a l t .

Nach der Arbeitsweise von Wilhelm konnten im Whr. mit Extraktionsanlage (System Otto Wilhelm) nur unbefriedigende Ergebnisse erzielt werden. Die Extraktionsdauer war ungewöhnlich lang und der Oelgehalt überschritt das zulässige Mass von 5 % erheblich. Das Ziel der nachstehend beschriebenen Arbeit war, diese Mängel zu beseitigen. Es wurden folgende Erkenntnisse gewonnen.

- 1.) Die Qualität der zur Zeit im Whr. anfallenden Filterkuchen sowohl aus der Raffination von Reitbrooker sowie Ostmark-Oelen gibt keine Erklärung für das schlechte Arbeiten der Anlage.
  - 2.) Da es sich als unmöglich erwies, mit der Arbeitsweise nach Wilhelm eine tragbare Extraktionsdauer zu erzielen, wurde von der Neubau-Leitung/Whr. die Filterrückspülung eingebaut, die eine grundsätzlich andere Verarbeitungsart gestattet. Die Schwankungen im Oelgehalt der extrahierten Erde blieben auch bei der neuen Arbeitsweise bestehen. Durch Einführung einer zusätzlichen Rotation des mit Benzin gefüllten Extraktors sowie einer Waschung der Filter konnten jedoch die Schwankungen beseitigt werden.
  - 4.) Als Ursache der schlechten Qualität des Extraktöles konnten folgende Fehlerquellen ermittelt werden:
    - a.) Im Extrakteur bleibt eine grössere Menge gedämpfte extrahierte Erde zurück. Aus dieser gedämpften Erde löst das Benzin rund 50 % der in ihr enthaltenen Harze. Das bedeutet, dass schon ein Verbleiben von rund 150 kg gedämpfter Erde im Extrakteur ein Extraktöl liefert, das auch durch Erdbehandlung nicht mehr die Qualität eines Raffinats erreicht.
    - b.) Wird die Abscheidung des Wassers in den Benzintanks nicht sorgfältig vorgenommen, so bewirkt die mit dem feuchten Benzin in den Extrakteur gelangende Wassermenge, dass ebenfalls Harze im Benzin gelöst werden und sich dadurch das Extraktöl verschlechtert.
    - c.) Durch das ungenügende Arbeiten des Filters gelangen erhebliche Mengen Erde in den Vordestillator und in die Blase. Das längere Erhitzen dieser noch harzhaltigen Erde mit dem Oel bedingt eine starke Dunkelfärbung des Extraktöles.
- Es ist dafür Sorge getragen, dass in Zukunft diese Fehlerquellen ausgeschaltet werden, so dass dann auch mit dem Anfall eines guten Extraktöles zu rechnen ist.
- 5.) Die analytische Kontrolle der Extraktionsanlage nach den bisher üblichen Verfahren liess sich nur ungenau und ausser-



ordentlich zeitraubend durchführen. Es wurde  
 eine neue Analysen-Methode vorgeschlagen und  
 eingeführt, die nur wenig Zeit benötigt und  
 vor allen Dingen die Entnahme einer wirklichen  
 Durchschnittsprobe gestattet.

- 2.) Einfluss der Feuchtigkeit
- 3.) Ertrag an der Arbeit
- 4.) Arbeitsschritte
- 5.) Einführung einer neuen Methode
- 6.) Zusammenfassung
- 7.) Besondere Bemerkungen
- 8.) ...
- 9.) ...
- 10.) ...
- 11.) ...
- 12.) ...
- 13.) ...
- 14.) ...
- 15.) ...
- 16.) ...
- 17.) ...
- 18.) ...
- 19.) ...
- 20.) ...

Gliederung.

	<u>Seite</u>
<u>Einleitung:</u>	1
<u>Teil 1</u>	
1.) Einfluss der Erde auf die Extraktionsdauer	1
2.) Einfluss der Oelqualität	4
3.) Kritik an der Arbeitsweise nach Wilhelm	4
4.) Arbeitsweise mit Rückspülung	6
5.) Einführung einer zusätzlichen Rotation	7
6.) Waschung der Filter	7
7.) Technische Aenderungen	9
8.) Qualität des Extrakt-Oeles	10
9.)	
<u>Teil 2</u>	
9.) Analytische Kontrolle der Extrakt-Anlage	11

## SEA - Bericht Nr. 4

### Erfahrungen bei der Extraktion von Bleicherde in der Wilhelm-Anlage im Werk Harburg.

Die Extraktions-Anlage für Filtererde wurde am 11.2.41 von SEA übernommen, mit der Aufgabe, gemeinsam mit der Neubaulitung Wbr. die günstigsten Arbeitsbedingungen sowie die optimalsten Leistungen der Anlage zu ermitteln und die Ursachen der bisherigen geringen Durchsatzleistung festzustellen.

Die in der Zeit vom 11.2.41 bis zum 30.4.41 unter den verschiedensten Bedingungen durchgeführten 210 Extraktionen ergaben eine Reihe wichtiger Gesichtspunkte sowohl bezüglich der Konstruktion der Wilhelm-Anlage (Teil I) als auch bezüglich deren Betriebskontrolle (Teil II).

#### Teil I

Der Hauptgrund für das schlechte Arbeiten der Anlage wurde zunächst in den gegenüber den früheren Versuchen veränderten Erde-Qualitäten gesucht. Es musste also geklärt werden, welchen Einfluss die in Wbr. zur Zeit verwendeten verschiedenen Erden auf die Extraktions-Geschwindigkeit des ölhaltigen Filterkuchens in der Wilhelm-Anlage haben.

#### 1) Einfluss der Erde auf die Extraktionsdauer

In der Raffinerie von Wbr. gelangen zurzeit 3 Erde-Qualitäten zur Verarbeitung, und zwar:

<u>Erde</u>	<u>Lieferfirma</u>	<u>NM/to</u>
VL	Chem. Verkaufsgesellschaft, Wien	rd. 181.--
LL	" " " " " "	" 226.--
Berrama	Vereinigte Betriebserde Fabr.	" 182.--

Die gelieferten Erden sind zwecks Erzielung einer höchsten Aktivität von der Lieferfirma auf einen jeweils bestimmten Wassergehalt eingestellt.

Erde	Sauerstoffgehalt	
	% (Mittel) ca.	%
VL	7,2	9 - 10
LL	10,1	9,5 - 12,7
T	2,35	1,5 - 4,0

Die Siebanalyse der Erde gibt uns ein Bild über ihre Feinkörnigkeit. Zum Vergleich geben wir die Siebanalyse der früher von uns benutzten Hx-Nordal und Spezial II-Erde, bezogen von der Nord.-Chem.Fabrik, mit an:

### Siebanalyse

Maschen/cm <sup>2</sup>	Siebrückstand %				
	LL	VL	T	Hx	Spez. II
400	0	0	0	0	0
1225	0	1,6	15,0	1,4	1,8
1600	0	0,2	0,4	0,6	1,2
6400	0,4	7,4	15,2	5,4	12,4
6400	99,6	90,8	71,4	92,6	84,6

Die angegebenen Zahlen sind Durchschnittswerte. Nach den Unterschieden in der Feinheit lag der Gedanke nahe, das verschiedene Verhalten beim Absetzen allein durch die Korngröße zu erklären.

In Laberversuchen wurde frische sowie zur Raffination desselben Oles benutzte LL- und Terrana-Erde - also die beiden Erdesorten, die nach obiger Siebanalyse den grössten, resp. kleinsten Siebrückstand ergaben - miteinander verglichen.

Unter Berücksichtigung der verschiedenen Schütthöhe der Erden bei gleicher Einwaage, konnte praktisch kein Unterschied in der Absitzgeschwindigkeit festgestellt werden. Die grobe Terrana-Erde enthält also nur noch eine derartige Menge feiner Teilchen (Maschendichte über 6400), dass die Absitzgeschwindigkeit weitgehend von diesen Teilchen beeinflusst wird, und sich dadurch nicht eindeutig von der LL-Erde unterscheidet.

Nach diesen Laberversuchen wurde im Betrieb eine Vergleichs-Extraktion zwischen LL und Terrana durchgeführt, Voraussetzung für eine Prüfung in diesem Sinne war, dass für die Extraktion nur einheitliche Erde und nicht Gemische, wie sie durch die Arbeiten der Raffination bedingt waren, zur Verarbeitung gelangten. In diesem Zweck wurde im Betrieb eine Raffination von Zylinderöl-Gemark 4,0 mit Terrana- bzw. LL-Erde durchgeführt. Die zur Extraktion gelangenden blühaltigen Filterkuchen hatten folgende Zusammensetzung:

Filterkuchen aus der Raffination von Zylinderöl 4,0 (Gemark)

	Zusammensetzung		
Erde	61,5	Harz	5
T	43,5	Wasser	2,5
LL	48,0		4,0

Verlauf der Extraktion

(Normale Arbeitsweise, 4 Wäsungen, 3 Klappen)

Charge Nr.	128	133
Erde	?	LL
Erde kg	4656	4500
Fullzeit min.	30	30

1. Wäsung

Fullen min.	35	45
Absetzen "	50	55
Abziehen "	110	125

2. Wäsung

Fullen min.	25	25
Absetzen "	50	45
Abziehen "	140	130

3. Wäsung

Fullen min.	25	30
Absetzen "	50	45
Abziehen "	180	180

4. Wäsung

Fullen min.	25	35
Absetzen "	45	50
Abziehen "	100	70



Dämpfen usw.	235	150
Extraktionsdauer	17 Std. 30 Min. (16 " 05 " )	15 Std. 25 Min. (15 " 25 " )
Ölgehalt der extrahierten Erde	4,3 %	3,2 %

Vergleicht man die zur Extraktion der beiden Erden erforderlichen Zeiten, so benötigt man, selbst bei Berücksichtigung gleicher Dauer des Dämpfens und Entleeren (eingeklammerte Zahlen), für die etwas gröbere Terrana eine längere Zeit. Im Einklang mit den Laborversuchen kann das wechselnde Absetzen also nicht allein auf die verschiedenen Siebanalysen der Erden zurückgeführt werden. Bei längeren Versuchsreihen in der Wilhelm-Anlage wurde das besonders dadurch deutlich, dass die Verarbeitungsergebnisse einundderselben Erde z.B. Terrana keineswegs konstant sind, sondern in gleichen Grenzen wie die Extraktion aller 3 verwendeten Erden schwanken. Trotzdem wird man vom Standpunkt der Extraktion gesehen immer eine möglichst grobe Erde vorziehen, da diese Erde bei gleicher Einwaage eine entsprechend geringere Schütthöhe und damit auch Schlamm-schicht besitzt.

Einfluss der Ölqualität:

Sind bei obenstehenden Versuchen die Erden geändert, jedoch aber immer dasselbe Öl verwendet worden, so lag nun der Gedanke nahe, die Unterschiede in der Absitzgeschwindigkeit auf die Qualität der jeweils in Wkr. zur Raffination gelangenden Öle zurückzuführen. Es konnte gezeigt werden, dass mit allen Ölorten, einerlei, ob Spindel- oder Zylinderöl und gleich, ob Ostmark oder Reitbrook sowohl kurze wie lange Absitzzeiten benötigt wurden. In der Eignung zur Extraktion besteht also in von Seiten der Ölqualität kaum ein Unterschied. Werden Filterkuchen aus der Raffination verschiedener Öle gemeinsam extrahiert, so ist dieses Gemisch als durchaus normaler ölhaltiger Filterkuchen anzusehen.

Kritik an der Arbeitsweise nach Wilhelm:

(Genau Beschreibung der Arbeitsweise siehe Bericht Wno.:  
"Inbetriebsetzung der Wilhelm-Anlage 29.2.40")

Die Arbeitsweise nach Wilhelm will bei 4500 kg Einsatz in rund 12 Stunden Gesamt-Extraktionszeit einen Ölgehalt von 2 % in der

824

extrahierten Erde erzielen. Es zeigte sich, dass man bei 4500 kg Einsatz des Benzin nach der 1. Waschung praktisch niemals bis zur 4. Klappe absehen kann. Man hat also nur die Wahl, mit 2 oder 3 Klappen zu arbeiten und einer entsprechend dem erwünschten Ölgehalt nötigen Anzahl Waschungen durchzuführen.

a) 4 Waschungen, 3 Klappen

(Charge 124, 126/28, 133)

Verarbeitungsdauer 16 Std. im Mittel,

Ölgehalt der extrahierten Erde 4,6 % im Mittel.

Der Ölgehalt von 4,6 % liegt erheblich über der von Wilhelm geleisteten Garantie. Er unterschreitet die bei einer Verarbeitung von Import-Öl zu leistende Höchstgrenze von 5 % nur sehr gering. Ein Versuch, mit 3 Waschungen auszukommen, kann also unterbleiben.

b) 5 Waschungen, 2 Klappen.

Arbeitet man mit 5 Waschungen und acht jedoch nur 2 Klappen ab, so liegt der Ölgehalt um rund 100 % höher als er nach der Arbeitsweise a) sein würde, wie aus folgendem Berechnungsbeispiel hervorgeht:

Filterkuchen	4500 kg	3200 l
Ölgehalt 33 %	1500 "	1595 l

Totales Füllvolumen des Extraktors bis zur Marke: 1260 l

	a	b
	4 Waschungen	5 Waschungen
	3 Klappen	2 Klappen
Je Waschung abge-		
sogen	6800 l	5100 l

Ölgehalt der extrahierten Erde

Nach 1. Waschung	16,4	21,4
" 2. "	7,1	12,7
" 3. "	2,9	7,3
" 4. "	1,1	4,0
" 5. "	--	2,3

Um sich ein Bild über die benötigte Zeit zu machen, wurde trotz des zu erwartenden ungünstigen Ölgehaltes eine Charge mit 5 Waschungen, 2 Klappen ausgeführt.

Charge 129, Dauer 15 Std. 10 Min., Ölgehalt 11,2 %.

Selbst bei dieser Arbeitsweise gelingt es also nicht, die erwünschte Zeit von 12 Std. - ganz abgesehen vom Ölgehalt - zu erreichen.

Nach der Arbeitsweise von Wilhelm und ohne Veränderung der Anlage ist es nicht möglich, mehr als 6 bis 7 to/24Std. statt 9 bis 10 to/24 Std. pro Extrakteur zu verarbeiten. Der Ölgehalt der extrahierten Erde liegt nicht bei 2 %, sondern knapp unter 5 %. Dieses schlechte Ergebnis zwang uns, die von Wilhelm angegebene Arbeitsweise zu verlassen.

#### Arbeitsweise mit Rückspülung:

Die von Herrn Dreyer (Whr-Neubau) eingebaute Rückspülung der Filter (siehe Seite 9) gestattet uns, mit trüben bis schwarzen Abläufen zu arbeiten. Der Gedanke dieser vom Wilhelm-Verfahren abweichenden Arbeitsweise war, nach einer festgesetzten Zeit für das Absitzen, das Benzol ohne Rücksicht auf mitgeführte Erde abzusiehen. Durch die Rückspülung soll dann die Erde bei dem Auffüllen der nächsten Waschung wieder in den Extrakteur zurückgespült werden. In dieser Forderung liegt die eine Grenze der Möglichkeit, die Abläufe schwarzzusiehen. Sind zu viel Klappen, s.B. 3. und 4. Klappe völlig schwarz gezogen, so verschlammt das Filter derart, dass es nicht möglich ist, mit der zur Verfügung stehenden Benzolmenge die gesamte Erde in den Extrakteur zurückzuführen. Die Absetzzeit muss so bemessen sein, dass auch bei schlechtem Absitzen in der für das Absitzen und Absiehen vorgesehenen Zeit nur begrenzte Erdemengen, die sich völlig zurückspülen lassen, mit in das Filter gelangen. Ein grosser Vorteil der Rückspülung liegt darin, dass man für die Extraktion eine Höchstdauer verschreiben kann, die nicht wesentlich überschritten werden soll. Ein unerwartet gutes Absitzen der Erde ermöglicht ein schnelles aufeinanderfolgendes Ziehen der Klappen und kommt in einer geringeren Extraktionszeit zum Ausdruck.

Einführung einer zusätzlichen Rotation

Bei einer grossen Anzahl Chargen, die mit Rückspülung gewaschen wurden, zeigt sich, dass bei gleichem Ölgehalt des Filterkuchens, der Ölgehalt der extrahierten Erde sowie die Konzentrationen bei den einzelnen Waschungen ganz erheblich schwanken. Bei gleicher Verdünnung fiel z.B. von der ersten zur zweiten Waschung der Ölkonzentration von 17,0 gr Öl/ 100 cem Benzin auf 8,9 gr Öl/100 cem Benzin und dann, bei einer anderen völlig analogen Charge von 17,0 nur auf 11,1. Vergleicht man die Ölkonzentration der Waschung mit der Ölkonzentration des Benzins im Schlamm, so stellt man in allen Fällen im Benzin des Schlammes einen erheblichen höheren Ölgehalt fest. Dieser Ölgehalt des Benzins ist aber ausschliesslich für den Ölgehalt der extrahierten Erde massgebend. Die Ergebnisse lassen erkennen, dass eine Rotation des Extraktors nur während des Füllens mit Benzin, nicht zur völligen Durchmischung genügt. Lässt man nach dem Benzinaufpumpen jedoch noch weiter rotieren, so kann sich das gesamte Benzin mit dem Schlamm mischen, und der Ölgehalt in der Schlammschicht fällt, während die Ölkonzentration in der Waschung steigt. Nach 15 Minuten Rotation haben sich die Konzentrationen ausgeglichen und längeres Rotieren wäre sinnlos.

Durch die Einführung dieser zusätzlichen Rotation jeder Benzinfüllung waren die hauptsächlichsten Schwankungen im Ölgehalt der extrahierten Erde beseitigt.

Waschung der Filter:

Bei Chargen, in denen die Abläufe der Klappen stark schwarz gesogen werden mussten, zeigten sich aber noch weitere, wenn auch geringe Schwankungen im Ölgehalt. Hierfür sind verschiedene Gründe massgebend.

- 1) Es ist, wie schon eingangs erwähnt, nicht ratsam, die Abläufe zu schwarz zu ziehen. Man entfernt dann aus dem Extraktor Klarme Erde und erreicht dadurch, dass bis zur abgesogenen Klappe in Verhältnis mehr Ölrreiche Benzinalösung im Extrakteur zurückbleibt. Die Konzentration der nächsten Waschung schwankt nach Massgabe der jeweils im Extrakteur zurückbleibenden Benzinsmenge.

Eine grössere Menge Erde im Filter hält einen erheblichen Teil der ölhaltigen Benzinslösung fest. Beginnt man nun mit dem Aufpumpen des Benzins über das Filter für die nächste Waschung, so kommt in den Extrakteur nicht ein ölfreies Benzin, sondern ein Benzin, das bereits mit Öl angereichert ist. Je nach der Menge dieses Öles werden Schwankungen in den Konzentrationen bzw. im Ölgehalt der extrahierten Erde hervorgerufen. Um auch diesen Fehler auszuschalten, muss das starke "Schwarzziehen" vermieden werden. Die dann noch in das Filter gelangende Erde wird mit Benzin gewaschen. Die Waschlösung fliesst nicht in den Extrakteur, sondern in die Vorlage. Erst wenn diese Waschung praktisch kein Öl aus dem Filter entfernt, wird zur Rückspülung auf den Extrakteur umgestellt. Um Zeit zu sparen, beginnt man mit dieser Waschung bereits, wenn die letzte Klappe noch schwach läuft. Nach beendeten Abziehen genügt dann ein weiteres Waschen von maximal 5 Min., bis der Filterablauf ölfrei ist.

Wasserfreies Benzin

Zur Beseitigung von Wasser, das nicht im Wasserabscheider zurückgehalten worden ist, dient eine Handflügelpumpe, mit der jeweils vor dem Füllen des Extrakteurs der Tank entwässert wird. Destilliert man nun während der Füllung des Extrakteurs in diesem Tank, so kann doch feuchtes Benzin in den Extrakteur gelangen. Um dies zu vermeiden, wird nur immer abwechselnd mit den Tanks gearbeitet, d.h. man destilliert nur immer in dem Tank, der nicht zur Füllung benutzt wird. Dadurch ist es nicht mehr möglich, dass trotz Bedienung der Flügelpumpe feuchtes Benzin in den Extrakteur gelangt.

Nach den oben ausgeführten Erweiterungen der Arbeitsweise konnten die Schwankungen in Ölgehalt, soweit sie nicht von der Probenahme und der Analysen-Methode (siehe Teil 2) herrührten, restlos beseitigt werden. Folgende Arbeitsweise wurde festgelegt:

Füllung	4000 kg	Dauer	30 Min.
<u>1. Waschung:</u>			
	Füllen		30
	Rotieren		15

Absetzen } 160  
Absiehen

3 Klappenabläufe klar,  
4. Klappenablauf mög-  
lichst klar.

2. Waschung:

Füllen 30  
Rotieren 15  
Absetzen } 120 - 130  
Absiehen

Klappenabläufe  
wie bei 1

3. Waschung:

Füllen 30  
Rotieren 15  
Absetzen } 105  
Abziehen

Klappenabläufe  
wie bei 1

Wassersugabe 1200 l

Dämpfen 120  
Vakuum 15  
Entleeren 30

11 Std. 55 Min.

Benzinverlust (im Mittel)

Der Benzinverlust entsprach mit 0.9% der geleisteten Garantie.  
Jedoch bestehen bedenken, ob infolge der zu kleinen Kondensato-  
ren dieser Verlust auch in der wärmeren Jahreszeit so gering  
gehalten werden kann. ( siehe Seite 9 ).

Technische Änderungen

Bei den Arbeiten mit der Anlage stellten sich eine Reihe von  
Mängeln heraus, und durch die Arbeitsweise mit Rückspülung  
waren verschiedene Änderungen erforderlich. Die Neubau-Leitung  
äußert sich hierzu wie folgt:

a) Von uns beseitigte Mängel, bzw. getroffene Änderungen:

Schreiben der Neub.Baultg. vom 19.4.41 betreffend Whr./Werkser-  
weiterung/ Filtererde-Aufarbeitung/Apparate und Maschinen.

Die noch zu beseitigenden Mängel sind von der Neub.Bauleitung in  
Schreiben vom 14.5.41 (Anlage 1) zusammengestellt.

### Qualität des Extrakt-Öles

Die im Betrieb erhaltenen Extraktöle konnten in Bezug auf Farbe keineswegs den gestellten Ansprüchen genügen. Die Farbe ist erheblich schlechter als die von entsprechenden im Laboratorium erhaltenen Extrakten. Der Grund hierfür liegt einmal in den ungeeigneten Filtertüchern (siehe Seite ), die stets Erdeschlamm in die Blase gelangen lassen. Die Harzhaltige Erde wird mit dem Öl bei der Destillation 10 bis 12 Std. und länger auf 150° erhitzt. Dadurch geht ein Teil der Harze in Lösung und bedingt die Verschlechterung der Farbe. Diese Fehlerquelle fällt mit Einführung eines geeigneten Filter automatisch fort.

Eine weitere Farbverschlechterung des Extraktöles wird durch um Extrakteur zurückbleibende gedämpfte Erde von der vorhergehenden Extraktion verursacht. Das Benzol löst aus dieser gedämpften Erde erhebliche Mengen (40 bis 50 %) des Harzes heraus. Verbleiben z.B. 100 kg gedämpfte Erde mit einem Wassergehalt von 35 % im Extrakteur zurück, so gehen bei einem Harzgehalt der trockenen Erde von 12 %, 5 bis 4 kg schwarzbraunes Harz in Lösung. Im Extraktöl sind dann rund 0,2 bis 0,3 % Harz enthalten, also eine Menge, die schon eine merkbare Verschlechterung der Farbe hervorruft. Durch dieses Harz bekommt das Öl vor allem einen trüb-bräunlichen Stich. Wird genau darauf geachtet, dass alle extrahierte Erde soweit irgend möglich aus dem Extrakteur entfernt wird, so kann auch dieser Fehler weitgehend eingeschränkt werden. Wollte man ihn völlig ausschneiden, so wäre eine Trocknung der restlichen gedämpften Erde im Extrakteur erforderlich, d.h. es müsste eine längere Zeit mit Manteldampf geheizt werden.

Wird mit wasserhaltigem Benzol gearbeitet, bzw. kommt durch einen Bedienungsfehler in den Extrakteur Wasser oder wird bei starken Regen die Erde bei der Anlieferung nicht durch Decken geschützt, so bewirkt diese Feuchtigkeit eine starke Verschlechterung der Farbe. Ist die in den Extrakteur gelangte Wassermenge gross, so wird das Extraktöl so schlecht, dass es nicht mehr als Redestillat eingesetzt werden kann.



Man sieht, es bestehen eine Reihe Möglichkeiten, die uns ein schlechtes Extraktöl liefern. Die Fehlerquellen sind aber alle derart, dass sie sich bei aufmerksamen Arbeiten vermeiden oder bis zur praktischen Bedeutungslosigkeit einschränken lassen.

### Teil 2

#### Analytische Kontrolle der Extrakt-Anlage.

Um ein genaues Bild über den Verlauf der Extraktion zu erhalten, wurden folgende Bestimmungen gemacht:

1. Filterkuchen: Gehalt an Öl, Harz und Wasser,
2. Miscella: Ölkonzentration nach den einzelnen Waschungen,
3. Schlamm: Ölgehalt des Schlammes im Schlamm, Ölgehalt der extrahierten Erde, Wassergehalt des Schlammes.

Die Analyse des Filterkuchens und der Miscella werden wie bekannt durchgeführt. Schwierigkeiten bestehen, wenn man von der Erzielung einer wirklichen Durchschnittprobe des Filterkuchens absieht, nicht. Um den Ölgehalt der extrahierten Erde zu bestimmen, kann man nicht die gedämpfte Erde mit Benzol extrahieren, das dann Harz vom Benzol gelöst und als Öl bestimmt werden (siehe auch Bericht Werk Konheim: Inbetriebsetzung der Wilhelm-Anlage vom 29.2.40). Man war deshalb dazu übergegangen, vor der Wasserzugabe, d.h. vor Schlamm eine Probe aus dem Extrakteur zu entnehmen. Der Schlamm setzt sich aus rund 45 bis 50 % Benzol und 50 bis 55 % entölter Erde zusammen. Wir müssen also von einem Gemisch, dessen Komponenten ein spez. Gewicht von rund 0,800, bzw. 1,4 haben, eine Probe ziehen, die dem wirklichen Verhältnis entspricht. Um wenigstens einigermaßen dieser Anforderung gerecht zu werden, wurde von uns wie folgt verfahren: Nach dem Ablassen der letzten Waschung wurde der Extrakteur 10 Min. rotiert. Vor Beginn der Rotierung überseugt man sich, dass der Probenentnahmekahn am Deckel des Extrakteurs nicht verstopft ist. Nach dieser Rotierung wird der Extrakteur mit dem Deckel nach unten stillgesetzt und sofort eine Probe entnommen. Dann wird abermals 5 Min. rotiert und wieder schnellstens eine 2. Probe





in die Flasche der ersten Probe gezogen. Will man nun im Labor mit den Bestimmungen beginnen, so besteht die Schwierigkeit, wieder von dieser Probe ein genaues Durchschnittsmuster zu entnehmen. Werden bei der wiederholten Entnahme von Durchschnittsmustern nun nicht zu vermeidende Fehler gemacht, so wirkt sich dies stark aus. Die Höhe des Benzingerhaltes bestimmt, da der größte Teil des Öls im Benzin ist, den Ölgehalt der extrahierten Erde. Jede Abweichung von wirklichen Durchschnittsmuster wirkt sich also sofort im Ölgehalt der extrahierten Erde aus. Wir haben deshalb diese Methode verlassen und uns bemüht, doch aus der gedämpften Erde eine Ölbestimmung durchzuführen. Trocknet man die gedämpfte unter schonenden Bedingungen und extrahiert dann mit Benzin, so erhält man ein Öl, in dem nur noch Spuren der aus der nassen Erde in Lösung gehenden Harze enthalten sind. Weitere Einzelheiten zu dieser interessanten Erscheinung werden in einem folgenden Bericht mitgeteilt. Setzt man der auf diese Weise getrockneten Erde noch 20 % frische Erde zu und extrahiert dann erschöpfend mit Benzin, so erhält man ein völlig harzfreies Öl. Die geringe Ölmenge, die mit Benzin aus der frischen Erde extrahiert ist, kann vernachlässigt werden. Diese Analysen-Methode beseitigt, da von der gedämpften Erde ein gutes Durchschnittsmuster zu ziehen ist, alle Fehler und Unsicherheiten, die bei der Probenahme des Schlammes entstehen.

Z. K. A. / Jhr.

gez. Dr. Hofmann

Anlage!

Anlage!

Betr.: Werk Harburg/Filtererdesaufbereitung/Apparat und Maschinen/  
Zona. 5562

Technische Mängel in der von  
der Firma Otto W i l h e l m,  
Stralsund, gelieferten Extraktions-Anlage.

Hoch zu beseitigende Mängel

1) Filtertücher

Die Filtertücher genügen nicht den Anforderungen, da zu viele Erdeteilchen die Tücher passieren und in die Destillationsseite der Anlage gelangen. Nach 4monatigem Betrieb wurden ca. 2 m<sup>3</sup> Schlamm aus dem Fertigsilbehälter und ca. 4 Wochen später aus allen den Filtern nachgeschalteten Behältern ca. 3 m<sup>3</sup> Schlamm entfernt. Man kann annehmen, dass ca. 2/3 dieser Schlammengen den Vordestillator der mit Füllkörpern (Raschigringen) angefüllt ist, passieren. Es besteht die Gefahr, dass die Füllkörper mit der Zeit einschlammen. Eine Reinigung wäre nur durch die Demontage der Vordestillatoren und Einfüllen von neuen Füllkörpern möglich.

2) Kondensatoren der Destillation

Weitere Schwierigkeiten machen die Kondensatoren, die tatsächlich zu klein gehalten sind. Der Kondensator für den Vordestillator z.B. hat im Winter die durchgesetzte Menge soeben noch aufgenommen. Bei der nun herrschenden höheren Aussentemperatur reicht ein Kondensator für den Vordestillator nicht aus. Das anfallende Benzol trat mit einer Temperatur von ca. 50 - 55° aus dem Kondensator heraus, so dass der für die Regenerierung gedachte Vordestillator mit Kondensator für die Extraktion in Betrieb genommen werden musste.

3) Kondensatoren der Extrakteure

Mit den Kondensatoren für die Extrakteure verhält es sich ebenso, auch hier tritt die anfallende Benzolmenge sehr warm aus dem Kondensator heraus. In dem letzten Fall besteht wohl die Möglichkeit die Kondensatoren kalt zu fahren, es muss dann aber beim Ausdampfen der Extrakteure sehr langsam angeheizt werden, wodurch dann wieder Zeit verloren geht.

W. Neub. Baultg.

ges. Unterschriften