

Hochdruckversuche
La 558

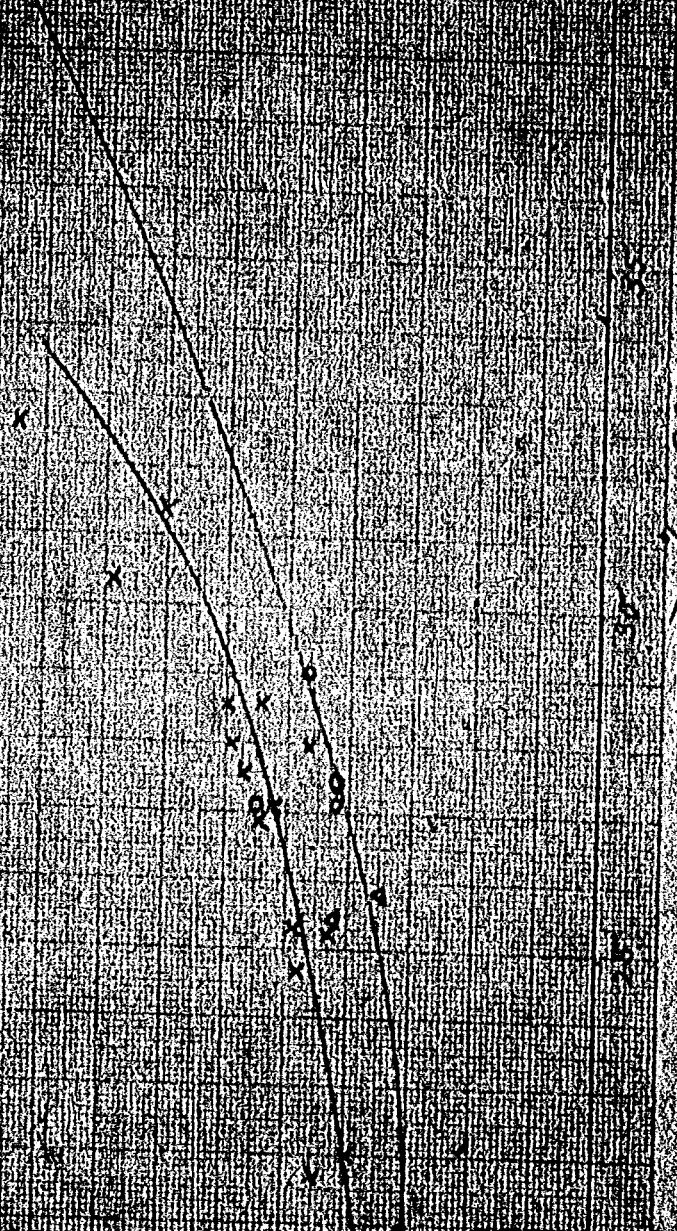
20. Oktober 1941

Kontakt-Versuche mit Wilhelm Pechmaische im Drehantoklaven

Anheizzeit: 3 Std., Reaktionszeit: 3 Std., Höchststärck ca 600 atm, Füllungsgrad ca 20%.

Kontakt	Eisengrude + NaOH + 0,3 Fe ₂ S	Eisengrude + NaOH 0,3% (FeS.ZnS.CuS) gemeins. gefüllt	Grüde- molybdän + 0,3 Fe ₂ S	FeS+ZnS 80:20 aus Nitrat ge- meins. gefüllt	FeS+ZnS 80:20 a. Sulfat gem. gefüllt	FeS.ZnS.CuS 80:19:1 aus Sulfat gemein gefällt
Feste Abben	69	70	71	72	ca. 68	69
Spez. Gew. v. Öl/20°	1,092	1,078	1,088	1,076	1,082	1,084
S Asphalt	6,6	5,6	6,0	5,5	5,3	5,6
Asphalt-Abben	72	75,5	74	75,8	73,5	75
% Neubildung - 325°	25,7	31,2	26,3	30	30,5	25,6
% Bi - 120° i. d. Neubildung	24,1	29,0	24,3	28,5	27,5	24,5
% Vergasung	19	17,5	20,4	21,2	16,5	23,0
a. Neubildung + Vergasung	21,5	23,9	18,1	24,2	26	16,5
Spez. Gewicht v. Rückstand > 325°/100°	1,098	-	1,078	1,089	1,093	1,078
Temperatur	23,5	23,5	23,5	23,5	23,5-6	23,5

1950
1951
1952
1953
1954
1955
1956
1957
1958
1959
1960
1961
1962
1963
1964
1965
1966
1967
1968
1969
1970
1971
1972
1973
1974
1975
1976
1977
1978
1979
1980
1981
1982
1983
1984
1985
1986
1987
1988
1989
1990
1991
1992
1993
1994
1995
1996
1997
1998
1999
2000
2001
2002
2003
2004
2005
2006
2007
2008
2009
2010
2011
2012
2013
2014
2015
2016
2017
2018
2019
2020
2021
2022
2023
2024
2025



1-3250-10000

TITLE PAGE

37. Verarbeitung von estnischem Schieferoel.
Processing of Estonian shale oil.

Frame Nos. 611 - 614

Verarbeitung von estnischen Schieferöl.

Es liegen folgende Versuche vor:

- a.) Verarbeitung des ganzen Schieferteeeres über festangeordneten Katalysator bei 600 atm.
(Zusammenstellung Nr. 12784 I vom 11. April 1938)
- b.) Verarbeitung von a + s Mittelöl -350° + s Benzin über 6719 + 6434 auf Benzin.
(Zusammenstellung Nr. 12785 c vom 13. April 1938)
- c.) Verarbeitung von a-Mittelöl -350° über 6719/6434 auf L-Benzin.
(Zusammenstellung vom 16.11.1938)
- d.) Verarbeitung von a-Mittelöl - 350° über 6525 und 6561 auf Toluol bzw. aromatisches Benzin.
(Zusammenstellung Nr. 13226 I vom 3. Juli 1938)

Zu a.): Estnischer Schieferteeer (7% Asphalt) wurde bei 600 atm über festangeordneten Katalysator (5088 bzw. Eisenwolfram) bei 381° bzw. 425° versucht zu hydrieren, jedoch ergaben beide Kontakte bei 2:1:1-Bedingungen keine befriedigenden Resultate.

Bei 450° (6719) und 415° (5088) wurde bei Durchsatz 0,8 eine Heuleistung von 0,35 - 0,37 bei 4% Vergasung auf Einspritzung erhalten. Das Anfallprodukt enthält 18 - 20% unterirdesgerichtetes Benzin mit Oz 43-47 (Motor-Methode) und 60-62% Dieselöl mit Ozanzahl 53-57, Stockpunkt -36 bis -38°. Trotz hohem Endpunktes (ca 355°) war die Viskosität nur ca 1,15^g/20°. Beide Kontakte liefen etwa 1 Woche ohne Abklingen. Mit den neuen Vorhydrierungskontakten auf Tonerdebasis dürften eher bessere Ergebnisse zu erwarten sein als mit Eisenwolframkontakt.

Zu b.1 A + B Mittelöl + B Benzol wurde über Eisenwolfrankatalysator bei 250 atm und 425° vorhydriert. Das Anfallprodukt enthält 20% Benzol bis 180° mit 4% bis 100°. Das Mittelöl - 350° hatte Ap ca 55° und weniger als 0,1% Phenole und ist ein gutes Dieselöl mit Oktanzahl 55.

Das benzolfreie Mittelöl läßt sich mit Leistung 1,25 und 6% Vergasung (auf 170° B1 + 78.) über Katalysator 5454 benzolieren. Das Mischbenzin aus Vorhydrierung und Benzolierung hatte 39% - 100 Endpunkt 175° und Oktanzahl 65,0 Motor-Methode und mit 0,09 Pb Oktanzahl 82.

Zu c.1 A Mittelöl - 350° gab bei der Vorhydrierung über Eisenwolfrankontakt 15 - 17% Benzol - 180 mit 7-10% bis 100°.

Das Vorhydrierungsmittelöl (A.P. 56°) gab bei der Benzolierung auf Autobenzol Leistung 1,0 und 9,6% Vergasung bei 60% Li-Konzentration.

Das Mischbenzin hatte Sper.Gewicht 0,746 35% bis 100° und Oktanzahl 62,0 nach Res.-Methode.

Beim Fahren auf L Benzol betrug die Leistung an laOer Benzol 0,60 und die Vergasung 16,2% auf Lenzol + Vergasung. Das Benzol hatte 60% bis 100°, Oktanzahl 73,0 Res.-Methode und 70,0 nach Motor-Methode.

Das Mischbenzin aus Vorhydrierung + Benzolierung hatte 50% - 100° und Oktanzahl 71 Res. und 67,0 Motor-Methode. Mit Pb 87,5.

Mit dem neuen Vorhydrierungskontakt auf Tonardebasis werden sich diese Produkte mindestens abso gut verarbeiten lassen wie mit dem Eisenwolfrankontakt.

Zu d.1 a-Mittelöl - 350 wurde versucht auf Tolnol bzw. aromatisches Benzol zu führen, durch einen Ofen, der am Eingang Eisenwolfrankontakt (zur Phenolreduktion) und am Ofenausgang Eisenwolfram auf A-Kohle enthielt.

Bei 25 atm Druck und 490 - 500° wurde bei 17-18% Vergasung und Leistung 0,3 - 0,35 ein stark untersiedegerechtes Benzol (20% bis 100°) mit 20% Aromaten und Oktanzahl 56 Res.

) nicht ...

- 5 -

erhalten. Die Toluolabsorte ist ein Vergleich zu anderen Ausgangsprodukten sehr schlecht. Vorteilhafter erscheint die Verarbeitung nach vorheriger Zerlegung mit 80% in einen H₂ reichen Anteil (Disseldl) und einen H₂-armen Anteil, der auf Toluol verarbeitet wird. Die Verarbeitung über den Aromatisierungskontakt 7019 erscheint ^{ebenfalls} wenig aussichtsreich; es ist bei sehr hoher Vorgasung ein Benzol mit zu wenig Aromaten zu erwarten. Dagegen dürfte aus dem 643a Benzol das etwa 35% Naphthena enthält über DHD-Verfahren ein aromatenreicheres Benzol mit günstigerer Vorgasung herstellbar sein.

gez. Graßl

Verarbeitung von bituminösen Schieferöl in Gasphase.

614

Verarbeitungsweise	A		B		C
	Gauser Teer über festangeordneten Kat. 51:60:19	5078	5:3 M'Bl + 5 B1	51:60:19	A Mittelöl - 350° Aromatisierung
Katalysator	6719	5078	Vorpar. 6719	Benzin 6434	6586+6561
Druck	600	600	200	200	250
Temperatur °C	450	415	425	580	490-500°
Durchsatz	0,8	0,8	1	2	1,0
Produktgas	1,2	1,2	1,2	1,2	1,1/4
Fahrweise	gerade durch	gerade durch		Rückführung	Rückführung
Spez. Gew. v. Anfall	0,848	0,834	0,822	0,749	0,825
Benzin Konzentr.	20(180°)	18,5(180°)	30(180°)	71(170°)	37
Leistung (ns)	0,35	0,37	-	1,26	0,4
Vergütung	4	-	-	6,100	22
Benzin					
Spez. Gewicht	0,767	0,769	0,752	0,724	0,755
Anilinpunkt	42	50	45,5	62	36
Siedebeginn °C	65	68	78	86	64
* - 100°	-	-	-	19	2
* - 100°	13	5,5	18	47	16
* - 150°	72	65,5	88	90	68
Endpunkt °C	195	190	172	175	192
Paraffine	46,5	48	55	56,5	45
Naphthene	30,5	45,5	31	33,5	34
Aromaten	14	4,5	13	7	20
Ungesättigte	1	1	1	1	1
Oktanahl. Res.	51	45,5	58,89	-	56,5
Motor-Methode	47	45	-	61,68	-
" " 40,09 Po	-	-	-	61,68	-
* Tolnol au.	-	-	-	-	-
Benzin - 195°	-	-	-	-	4,9
Mittelöl					
Spez. Gewicht	0,856	0,846	0,856	0,806	0,860
Anilinpunkt	54,5	66,5	53	59,5	39
Siedebeginn °C	208	204	-	-	194
* - 250°	39,5	39,5	46	91	75
* - 350°	78	80	-	-	-
Endpunkt	-	-	346°	274	319
Dieselöl - 350°					
* Phenole	-	-	< 0,1	-	-
anzahl	55,6	57	56	-	-
Stoßpunkt	-38	-38	-	-	-
Viskosität/20°	1,145	1,160	1,150	-	-

TITLE PAGE

38. Extraktionsversuche im Drehautoklaven
zur Herstellung von Primaerbitumen.
Experiments on extraction in
rotary autoclave for producing
primary bitumen.

Frame Nos. 615 - 624

Hochdruckversuche
Nr. 598

1. Januar 40
5. 9. 1941. Gr/Pf.

Extraktionsversuche in Drehautoklaven zur
Herstellung von Primärbitumen.

615

Zusammenfassung.

1.) Ähnlich wie bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl lassen sich junge Steinkohlen durch Extraktion leichter zu Primärbitumen verarbeiten als alte Kohlen. Abbau und Filtrierzeit sind vom Alter der Kohle abhängig. Bei alten Kohlen, die bei niederm Druck unfiltrierbare Produkte geben, bringt Erhöhung des Druckes und der Temperatur Verbesserung im Abbau und die Anfallprodukte sind filtrierbar (Tabelle I).

2.) Von großem Einfluß auf die Filtrierbarkeit der Reaktionsprodukte ist der Wasserstoffgehalt des Anreibedles; Teeröle sind daher günstiger als Hydriermittelöle, doch konnten durch geringe Temperaturerhöhung auch mit Steinkohlemittelöl von Scholven gute Filtrierzeiten erhalten werden. Wasserstoffreiche Öle mit über 10% Wasserstoff geben koksartige Ansätze. Der Phenolgehalt der Anreibedle scheint von untergeordneter Bedeutung zu sein (Tabelle II).

3.) Erhöhung der Temperatur von 415 auf 435° gibt wesentliche Verbesserung in Filtrierzeit und Abbau. Zwischen 435 und 445° scheint für die Filtrierzeit ein Optimum zu liegen, denn über 435° steigt die Filtrierzeit wieder an und über 450° treten bereits koksartige Ansatzprodukte auf (vergl. Kurvenblatt I).

4.) Auch der Wasserstoffdruck ist von Einfluß bei der Extraktion von Kohlen. Erhöhung des Druckes von 200 auf 300 atm brachte bei Saarkohle Verbesserung in Abbau und Filtrierzeit. Über 400 atm Druck wird die Filtrierzeit wieder ungünstiger, wahrscheinlich findet hierbei bereits zu starke Aufhydrierung statt, denn Produkte aus der normalen Kohlehydrierung sind ebenfalls sehr schlecht filtrierbar. Dagegen gab eine alte Kohle (K 1000 mit 89 % U) bei 460 atm Druck filtrierbaren Extrakt (Kurvenblatt II).

Gemeinsam mit:
Dr. Schiffmann
" Rotter
" Pfirrmann

Extraktionsversuche in Drehbomben zur Herstellung von Primärbitumen.

G16

Die Versuche wurden mit verschiedenen Steinkohlen, Anreibeölen mit verschiedenen H₂-Gehalten und bei verschiedenen Reaktionsbedingungen ausgeführt und der Einfluß dieser Faktoren auf Kohleabbau und Filtrierzeit des Extraktes festgestellt.

1.) Verschiedene Kohlen. (Tabelle I)

Untersucht wurden:

- a.) Saarkohle Kohlwald (K 1059) mit 40,8% Fluchtigen u. 83,0%⁰ H₂.
- b.) Oberschl. Heinitzgrube (K 1197) " 37,6% " " 81,6% " "
- c.) Ruhrkohle v. Stinnes (K 1088) " 29,1% " " 87,7% " "
- u. d.) Ruhrkohle v. Krupp (K 1000) " 24,7% " " 89,1% " "

Dabei zeigte sich eine Abhängigkeit des Reinkohleabbaus¹⁾ und der Filtrierzeit vom Alter der Kohle, analog der Fahrweise auf Benzin und Mittelöl. Saarkohle und schlesische Kohle unterscheiden sich nur im Reinkohleabbau, der bei ersterer höher liegt. Während der Unterschied in den Ergebnissen zwischen Stinneskohle und Saarkohle nicht sehr bedeutend ist, gab die Kruppkohle wesentlich geringeren Abbau als Stinneskohle und unfiltrierbare Produkte. Stinneskohle gibt bei 21,5 M (= 416°) und ca 300 atm mit einem aromatischen Öl (H₂ Gehalt ca 7,5%) noch filtrierbare Produkte, während die etwas ältere Kruppkohle bei diesen Bedingungen sich nicht mehr einwandfrei verarbeiten läßt. Durch Temperaturerhöhung auf 22,5 M (= 434°) konnte auch bei Kruppkohle höherer Abbau und filtrierbares Produkt erhalten werden.

1) bestimmt mit dem betreffenden Anreibeöl.

2.) Anreibeöle mit verschiedenem Wasserstoffgehalt.

- a.) P 1287 (Teeröl-Solvay-Qualität) ca 7,4% H
- b.) Anreibeöl v. Ofen 470 vom 6.6.41 " 7,5 - 8% H
- c.) P 1271 Ver...ungsmittelöl von Scholven 200-300° " 8,5% H

Die Ergebnisse enthält Tabelle II.

Darnach dürfte Solvay-Teeröl etwas günstiger sein, als Anreibeöl von Ofen 470 (Extraktionsofen-Rücklauföl). Wesentlich ungünstiger liegt das erheblich wasserstoffreichere Steinkohlverflüssigungsmittelöl von Scholven (P 1271); doch bringt hierbei Erhöhung der Reaktionstemperatur von 21^o auf 22,5 MV in Abbau und Filtrierzeit wesentliche Verbesserung. Bei Temperaturen über 23,5 MV erhält man koksartige Festauscheidung, die bei wasserstoffreicheren Ölen (über 10% H) schon bei normaler Reaktionstemperatur auftreten. So wurden mit einer neuen Charge aus P 1271 200 - 300°, die im Anlinpunkt ca 5 Punkte höher lag, als eine frühere Charge, bereits bei normalen Fahrbedingungen koksartige Ansätze erhalten, sodaß mit Steinkohlmittelöl von Scholven keine einwandfreie Fahrweise gewährleistet ist. Wahrscheinlich genügt aber ein Zusatz von ca 30% Teeröl, um das Steinkohlmittelöl für die Extraktion zu verbessern und brauchbar zu machen. Ein wasserstoffreiches B-Mittelöl aus P 1271 mit Ap + 50 (H₂ Gehalt ca 14%), das phenolfrei war, gab für sich allein als auch bei Zusatz von 20% Kresol viel Koksansatz. Der Phenolgehalt der Anreibeöle scheint weniger ausschlaggebend zu sein als ihr Wasserstoffgehalt.

In Kurvenblatt I sind Ergebnisse von Extraktionsversuchen aufgetragen, welche die Abhängigkeit von Abbau und Filtrierzeit von der Reaktionstemperatur zeigen. Die Versuche sind mit Saarkohle und Steinkohlmittelöl von Scholven 200-300° (P 1271) ausgeführt und zeigen, daß die Filtrierzeit und auch der Abbau bei einer Reaktionstemperatur von ca 435° am günstigsten liegen. Über 450° treten koksartige Ansätze auf.

Aus Kurvenblatt II ist die Abhängigkeit vom Wasserstoffdruck ersichtlich. Erhöhung des Druckes von 200 auf 300 atm bringt Besserung in Abbau und Filtrierzeit. Vorläufige Ergebnisse bei über 400 atm lassen ein Ansteigen der Filtrierzeit erkennen. Aus Krappkohle, die bei 300 atm Druck mit P 1271 keine filterbaren Produkte gibt, konnte bei 460 atm ein filterbares Extrakt erhalten werden. Bei alten Kohlen bringt hoher Druck für die Extraktion große Vorteile in Abbau und Filterbarkeit des Produktes.

Tabelle I

Extraktionsversuche mit jungen und alten Steinkohlen.

Katalysator 1,2% FeSO₄ aufgetränkt, Anreibeverhältnis 1:1; Anheizzeit 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std.,
Füllungsgrad 40%.

Kohle	a. Reinkohle		Anreibe- öl	Tempe- ratur MW.	Hochst- druck abbau	Filterier- zeit kg Prod./qm Stunde
	% C	% flüchtiges				
K 1059 v. 5.4.39	83,0	40,8	P 1271 200-300° v. Schol- ven	22,5	300	1' 15"
K 1197 v. 9.5.41	81,6	37,6	"	22,5	300	1' 20"
K 1000	89,1	24,2	"	22,5	300	nicht filterier- bar
K 1059 v. 5.4.39	83,0	40,8	Anreibe- öl v. Of.	21,5	320	3' 45"
K 1068 v. 20.1.36	87,7	29,2	Extr.- Ofen	21,5	315	6' 40"
K 1000	89,1	24,7	"	21,5	295	nicht filterier- bar
K 1000	89,1	24,2	P-1271 300-300°	22,5	460	4' 35"

Tabelle II

Extraktionsversuche mit verschiedenartigen Anreibeböden.

Katalysator: 1,2% FeSO₄ aufgetränkt; Anheizzeit 3 Std., Reaktionszeit 1 Std., Füllungsgrad 40%;
Anreibeverhältnis 1:1.

Anreibeböden	Wasserstoff	Phenole	Kohle	Temperatur °C	Höchstdruck	Reinkohle- abbau	Filterier- zeit	Filterleistung (kg. Prod./qm und Stunde)
Solvay Teeröl (P 1327)	7,4	3,1	K 1068 v. 20.1.36	21,5	305	67,5	3' 15"	ca 925
v. Ofen 470 200-300° 58	ca 7,5 bis 8,0	-	"	21,5	315	88	6' 40"	ca 450
v. Ofen 470 200-300°	ca 7,5 bis 8,0	-	K 1059 v. 5.4.39	21,5	320	ca 90	3' 45"	ca 800
P 1271 200-300°	ca 9,5	20	"	21,5	320	ca 85	8' 10"	ca 370

Tabelle III

Extraktionsversuche bei verschiedenen Temperaturen.

Katalysator: 1,2% FeSO₄ aufgetränkt; Anheizzeit: 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std.; Füllungsgrad 40%;
Anreibeverhältnis 1:1

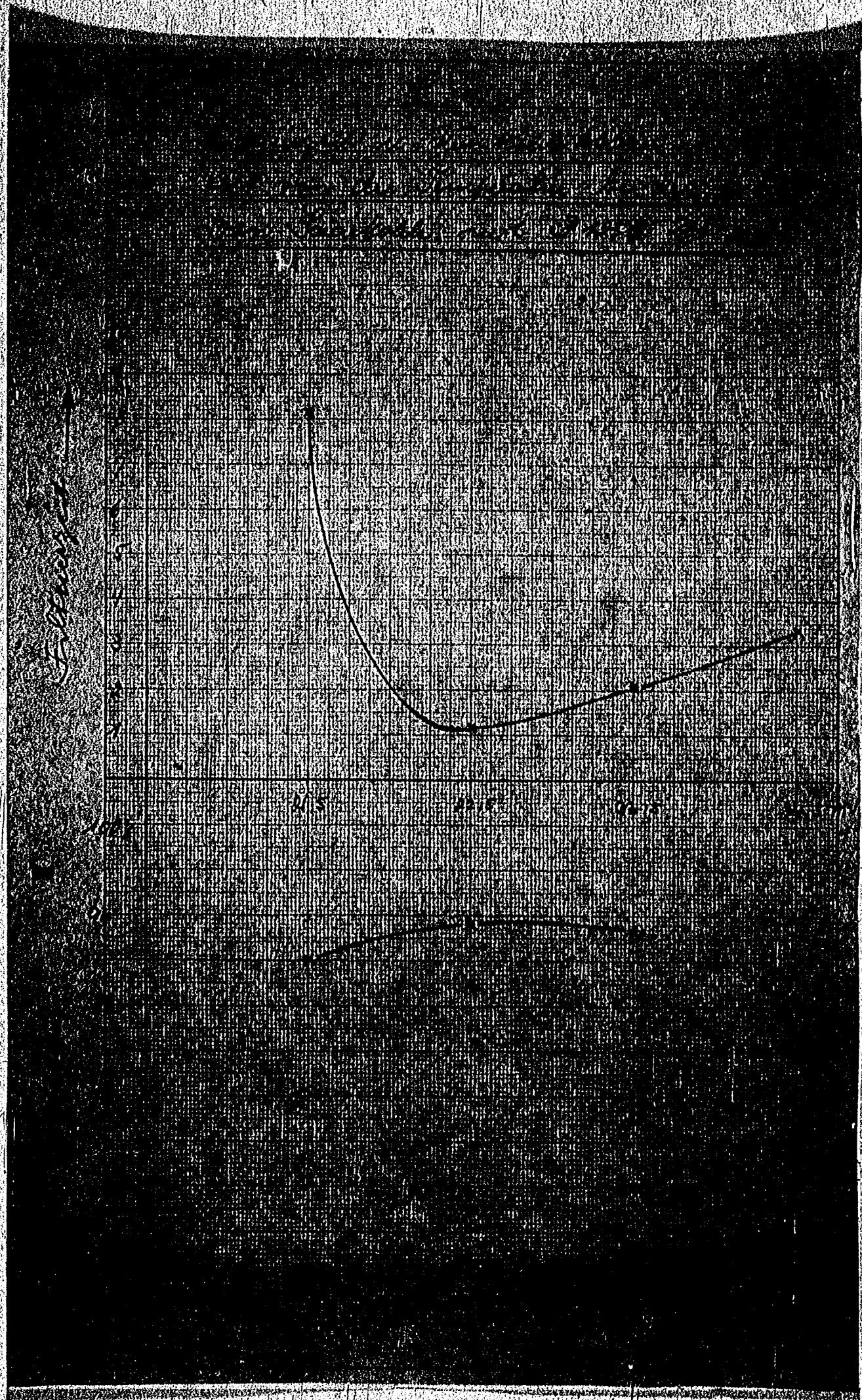
Kohle	Anreibedöl	Temperatur MV	Höchst- druck	Reinkohle- abbau	Filterier- zeit	Filterleistung kg Prod./qm/h	Bemerkung
K 1059	5.4.39	21,5	320	ca 85	8' 10"	ca 370	homogen
"	"	22,5	310	ca 89	1' 10"	ca 2600	"
"	"	23,5	300	ca 88	2' 5"	ca 1450	geringer Ansatz
"	"	24,5	305	-	3' 20"	ca 900	starker Ansatz
K 1000	Solvay Teeröl	21,5	265	77	nicht fil- trierbar	-	homogen
K 1000	"	22,5	285	80,5	3' 10"	ca 950	"

Tabelle IV

Extraktionsversuche bei verschiedenen Wasserstoffdrucken.

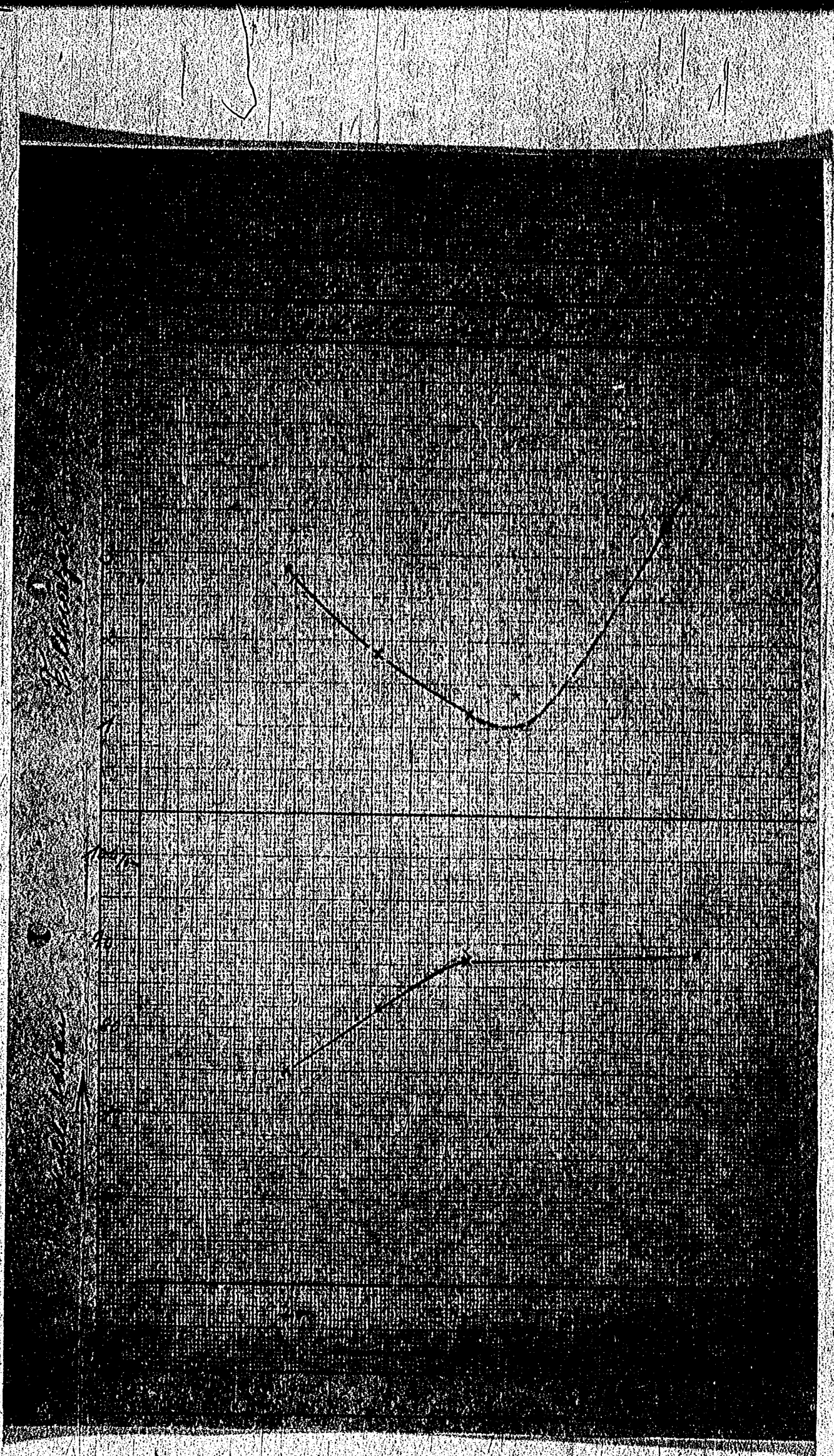
Katalysator: 1,2% FeSO₄ aufgetränkt, Anheizzeit 3 Std.; Reaktionszeit 1 Std., Füllungsgrad 40%;
Anreibung 1:1.

Kohle	Anreibedl	Höchst- druck	Tempe- ratur	Reinkonle- Abbau	Filterier- zeit	Filterleistung kg/qm/h	Bemerkung
K 1059 v. 5.4.39	P 1271 200-300°	195	22,5	ca 75	2' 50"	ca 1050	
"	"	255	22,5	ca 82,5	1' 50"	ca 1600	
"	"	310	22,5	ca 88	1' 10"	ca 2600	
"	"	440	22,5	-	3' 25"	ca 880	
"	"	460	22,5	ca 89	4' 28"	ca 670	
K 1000	P 1271 200-300°	300	22,5	ca 89	nicht fil- trierbar	-	
"	"	460	22,5	-	-	ca 650	



Handwritten text on the left side of the graph, possibly a label for the y-axis or a note.

Handwritten labels '2.5', '4.5', and '6.5' on the x-axis.



TITLE PAGE

39. Hydrierversuche zur Klärung des Schwefeleinflusses bei oberschlesischen Kohlen K 1180 und K 1197 im Drehautoklaven bei 600 atm.
Hydrogenation experiments for determining the influence of sulfur in Upper Silesian coal K 1180 and K 1197 in the rotary autoclave at 600 atm.

Frame Nos. 625 - 633

Hochdruckversuche
Nr. 553

625

8. April 1941 Gr/H

Prof. Dr. Hörmann

Hydrierversuche zur Klärung des Schwefel einflusses
bei ober-schlesischen Kohlen K 1100 und K 1107 in
Drahtautoklaven bei 600 atm

Zusammenfassung

- 1.) Unter normalen Versuchsbedingungen (450° C und 3 Stunden Verweilzeit) gibt geschwefelter Kontakt deutlich bessere Asphaltproduktion als oxydischer Kontakt. Dieser Schwefeleinfluss ist sowohl bei der üblichen Kontaktkombination (FeSO_4 + Bayermasse und Na_2S) wie auch bei Anwendung von Bayermasse allein vorhanden.
 - 2.) Bei geschwefeltem Kontakt lässt sich Natriumsulfid durch die doppelte Menge NaOH ersetzen; bei oxydischem Kontakt bewirkt NaOH -Auftränkung Verschlechterung im Asphalt. Der Reinkohlenabbau wird durch Auftränken von NaOH bzw. Na_2S verbessert.
 - 3.) Die gleiche Schwefelmenge auf Reinkohle bezogen ist in Form von Schwefelwasserstoff oder als alkalisiertes elementarer Schwefel im Asphaltabbau etwas günstiger als geschwefelte Bayermasse. Durch höhere Schwefelwasserstoffkonzentration (ca. 3fache Menge) wird der Schwefeleinfluss deutlicher. Die Benzinkonzentration wird durch Schwefelzugabe erhöht.
 - 4.) Bei verschärfter Fahrweise (468° C und 1 Stunde Verweilzeit), die der Fahrweise des 10-Ltr.-Ofens näher kommt, ist zwischen geschwefeltem und oxydischem Kontakt kein Unterschied. Schwefelwasserstoff (ca. 0,6%) in etwa dreifacher Menge des im geschwefelten Kontakt enthaltenen Schwefels bringt auch bei diesen verschärften Bedingungen noch Verbesserung im Asphalt gegenüber geschwefelter Bayermasse. Erhöhung der H_2S -Menge auf 0,9% gibt darüber hinaus noch eine geringe Verbesserung, während weitere Steigerung nichts mehr bringt.
- Bei der höheren Temperatur ist die Verpflanzung etwas größer entsprechend der höheren Benzinsbildung.

Unter Mitarbeit:
Dr. Schiffmann
Dr. Richter

Gez. Grabl.

In Tabella 1 und 1a sind Versuchsergebnisse bei oberer Kohle mit oxydischen und sulfidischen Kontakten gegenübergestellt. Die Versuche mit oxydischem Kontakt gaben im Mittel 7,3% Asphalt im Schweröl bei ca 20% Vergasung und stimmen mit den Werten der letzten Lieferung Heinitzkohle praktisch überein.

Beuthenkohle gab im Mittel mit dem gleichen Kontakt etwas günstigeren Zahlen. Mit sulfidischem Kontakt (s. Tabella 1a) wurde bei den gleichen Kohlen nur 5,6% Asphalt im Schweröl als Mittelwert erhalten. Bei Beuthengrube ist der Einfluß des geschwefelten Kontaktes ebenfalls in der besseren Asphaltreduktion vorhanden, jedoch nicht so deutlich.

Tabella 2 zeigt den Einfluß von Natronlauge bzw. aufgetränktem Na_2S bei oxydischem und sulfidischen Kontakt. Bei oxydischem Kontakt und Beuthenkohle gibt Natronlauge Verschlechterung im Asphalt. Na_2S aufgetränkt ist eher günstiger als trocken zugegeben. Bei Heinitzgrube und geschwefeltem Kontakt läßt sich $0,28\%$ Na_2S durch $0,16\%$ NaOH ersetzen, die gleiche zugegebene Menge aufgetränkt ist im Asphalt etwas günstiger als NaOH trocken. Auffallend ist in jedem Falle der etwas bessere Reinkohleabbau bei Auftrinken von NaOH bzw. Na_2S .

Tabella 3 und 3a enthalten Versuchsergebnisse mit Heinitzkohle und Schwefelzugabe in verschiedener Form. Die dreifache Menge des in der geschwefelten Bayermasse enthaltenen Schwefels als Schwefelwasserstoff ist im Asphalt besser als geschwefelter Kontakt. In Tabella 3 ist der Schwefeleinfluß bei 5% Bayermasse allein festgestellt. Auch bei Bayermasse allein als Kontakt tritt der Einfluß des Schwefels deutlich hervor, und zwar wieder in der besseren Asphaltreduktion. Etwa dieselbe Schwefelmenge auf Reinkohle in elementarer Form oder als Schwefelwasserstoff ist etwas günstiger als geschwefelte Bayermasse. Die Benzinkonzentration in der Neubildung -325° ist bei Anwendung von Schwefel größer.

Tabella 4 zeigt Versuchsergebnisse, die in Anlehnung an die Fahrweise des 10-Ltr-Ofens bei verschärften Bedingungen (460°C und nur 1 Stunde Verweilzeit) mit Heinitzkohle erhalten wurden. Dabei kommt im Gegensatz zur normalen Fahrweise (450°C und 3 Stunden Verweilzeit) die bessere Asphaltreduktion des geschwefelten Kontaktes nicht mehr zur Auswirkung. Anwendung von Schwefelwasserstoff

In etwa der dreifachen Menge des in der geschweiften Klammer untholtenen Schwefels ist auch bei der verachärften Fabrikation Asphalt besser als geschweifelte Klammer. Steigerung der H.S. Konzentration auf 0,9% bringt aber eine geringe Verbesserung, während eine weitere Erhöhung auf 1,3% praktisch gleichen Asphaltgehalt ergab.

Bei den geprüften Versuchsbedingungen ist aus gleiche Spaltung bezogen, die Vergrößerung etwas höher, entsprechend der höheren Benzinbildung.

13.10.1938

Oxydations- und sulfidische Kontakte bei oberflächennaher Verbrennung
Versuche in der Drehbombe

A. Oxydationskontakt (Kohle getränkt mit 1,24P-80, + 1,5% Baryernasse + 0,3% H_2S trocknen angegeben)

Versuchs-Nr.	Kohle vom 13.3.40		Heinitz		Mittelwert	Heinitz Kohle v. 2# 1.41 K1197	Mittelwert	Beutzel Kohle K 1180
	5/595	5/622	5/616	5/839				
Reinkohlebau	98	95	95	95,1	97,4	97	96,1	56,5
Spez. Gewicht Öl/20°C	1,064	1,046	1,065	1,054	1,074	1,050	1,061	1,064
% Asphalt im Öl	4,2	3,8	5,2	4,2	4,9	4,5	4,6	3,9
% Asphalt im Schweröl	7,1	7,0	7,8	7,3	7,5	7,5	7,3	6,7
% Herbitung bis 325°C	92,5	110	80	110	85	95	95,5	102
% Versäure auf Neubildung + Versäure		19,5	18	21,5		ca 20	19,7	18,7
% Versäure auf Neubildung + Versäure + HI in Öl Gewinn		ca 16	ca 16,5	ca 19,7		ca 19,7	ca 19,7	ca 18,5
Versuchsbedingungen:								
Anheizzeit								
Reaktionszeit								
Röchzeit								
Temperatur				ca 500				
Umlaufgeschwindigkeit				23,5 (450°C)				

Tabelle 1 a

Oxydische und Sulfidische Kontakte bei
 Oberschles. Steinkohle.
 Versuche in der Drehbombe.

B. Sulfidischer Kontakt (Kontakt getränkt mit 1,2% FeSO₄ + 1,5% Bayer Masse Geschwefelt 0,3% Na₂S trocken
 zugegeben.)

Versuchs Nr.	Kohle vom 13.3.41 K 1197		Heinitz		Heinitz		Versuchserg.
	6/779	5/805	6/349	6/929	41 K 1197	Barthen-Kohl K 1180	
Reinkohleabbau	94,8	95,0	95,2	95,0	96,5	95,0	
Spez. Gew. Öl/b. 20°C	1,042	1,048	1,048	1,046	1,058	1,060	
% Asphalt im Öl	3,0	3,2	3,5	3,5	3,5	3,5	
" " " Schweröl	5,4	5,5	5,8	5,8	5,7	5,7	
" Neubildung bis 325°C im Ölgewinn	95	102	94	97	95,5	93	
* Vergessung auf Neubildung+Ver- ungerechn. auf 95% Si+Miöl im Ölgewinn	21,5	19,1	18,6	19,7	20,0	19,9	
Versuchsbedingungen:	ca 21,5	ca 18,5	ca 18,6	ca 18,6	19,5	19,2	
Anheizzeit							
Reaktionszeit			3	3			
Hochst- druck			ca 600				
Temperatur			23,5 (450°C)				
Füllungsgrad			20				

109

Tabelle 2

Versuche mit alkalisch bzw. sulfidisch getränkten Kontakten bei
 ober-schlesischer Steinkohle.
 Versuche in der Drehbombe.

	Heintze - Koale K 1180 v. 5.3.40	Heintze-Kohle K 1197 v. 29.1.41
K o n t a k t	1,2% FeSO ₄ 1,5% Bayerische 0,3% Na ₂ S trocknet Kohle getrocknet + 1,5% Bayerische Masse	1,2% FeSO ₄ 1,5% Bayerische Masse + 0,6% MeOH, getrocknet + 0,6% Na ₂ S trocknet, dazu 1,5% getrocknet, Bayerische Masse
Reinkohlenanteil	96,5	96,5
Spez. Gew. bei 20°C	1,044	1,058
% Asphalt im Schweröl	6,7	5,7
% Neubildung bis 325°C im Ölgewin	102	98,0
% Vergesung auf Neubil- dung + Vergesung	18,7	19,8
Versuchsbedingungen	99,0	95,0
Anheizzeit	Std	20,0
Reaktionszeit	"	1,058
Höchstdruck	at	6,0
Temperatur	MV	97,0
Füllungsgrad	%	19,4
		ca 600
		25,5 (450°C)
		ca 20

Tabelle 1

Einfluß des Schwefels in verschiedener Form bei überschles. Steinkohlen.

Versuche in der Drehbohrer

		Heinitz - Kohle K 1197 vom 29.1.41	
F o l t e k t		1,2% FeSO ₄ aufgetrennt 1,5% Bayermasse 0,5% Na ₂ S	1,2% FeSO ₄ 1,5% geschwefelte Bayer- Masse 0,3% Na ₂ S
Schwefelmenge auf BK:		trocken zugegeben ca 0,6	0,65% H ₂ S im Gas ca 1,8
Reinkohleabban		97,0	96,8
Spez. Gew. Öl/h 20°C		1,060	1,042
% Asphalt im Schweröl		7,5	3,8
% Neubildung bis 325°C im Ölgewin		95	99
% Vergasung auf Neubildung + Vergasung		ca 20	ca 23,6%
% Benzol bis 190°C auf Neubildung - 325°C		15,7	20,9
Versuchsbedingungen:			
Arbeitszeit	Std.	3	3
Reaktionszeit	"		
Höchstdruck	atm	ca 600	
Temperatur	°C	23,5 (450°C)	

Tabelle 2a

Einfluss des Schwefels in verschiedener Form bei ober-
schles.Steinkohle.

Versuche in der Drehbombe.

		H e i n r i c h - K o h l e K 1197 29-1-41.		
<u>K o n t a k t</u>	5 % Bayer-Masse	5 % Bayermasse geschwefelt	3 % Bayer-Masse + 2 % alkalischer Schwefel	5 % Bayer-Masse H ₂ S im Gas ca 0,6 %
		2,7 %	ca 2,1 %	ca 1,7 %
Heinkohleabben	94,4	97,4	97,7	95,4
Spez.-Gew. Öl/	1,058/50°C	1,058/50°C	1,064/20°C	1,064/20°C
% Asphalt im Schweröl	10,4	8,0	7,2	7,3
% Knetbildung bis 325° im Ölgehalt	62	57,5	53,8	70,0
% Vergasung zur Neubildung + Vergasung	18,5	19,4	13,5	20
% Benzin = 180 auf Neubil- dung bis 325°C	16,2 %	19,4%	17,4	18,4
<u>Versuchsbedingungen:</u>				
Anheizzeit			3	
Reaktionszeit			3	
Höchstdruck			ca 600	
Temperatur			23,1-2(445°C)	

TITLE PAGE

VII. Hochdruckversuche Laboratories.
Papers on foreign hydrogenation works.
Files of Dr. Peters.
Folder No. S33/I-C-5.

TITLE PAGE

1. Aktennotiz. Besprechung in Paris (Rue Dr. Langeraux 11) am 22.8.40 ueber die Anlagen der Raffinerie in Gonfreville.

Notes on the conference of 22-8-40 at Paris (Rue Dr. Langeraux) on the installation of the refinery in Gonfreville.

Frams Nos, 634 - 637

Hochdruckversuche
Lu 558

30. 9. 1940. Fr/Pf.

A l' e n n o t i e .
mit an. ~~.....~~

634 v. Peters 80
Grasse
Grünke-Str.
Reims
Friedrichs-Str.

Besprechung in Paris (Rue Dr. Lanceraux 11) am 22.8.40 über
die Anlagen der Raffinerie in Gonfreville.

Anwesend waren:

- 1) Dir. Perrin
- 2) Herr v. Brandstetten, Büro Ltn. Ross, Vacuum-Öl
- 3) Dr. Kaufmann
- 4) Obering. Hasselblatt } Leuna
- 5) Obering. Eschle } La
- 6) Dr. Free }

ferner ein Beamter der Wehrmacht und ein Dolmetscher.

Herr Dir. Perrin wurde um ergänzende Mitteilungen über die Raffinerie Gonfreville gebeten. Er legte daraufhin einen umfangreichen Bericht über diesen Gegenstand vor, von dem je eine Kopie an

Büro Leutnant Ross am 7.8.40 und

Büro Kapitän Sahl am 8.8.40

abgeschickt war. Im Büro von Herrn Leutnant Ross war über den Eingang des Berichts nichts zu erfahren.

Leiter der Raffinerie Gonfreville ist Herr Guige. Ein deutscher Ingenieur, Saschka, ist z. Zt. zur Inspektion (Inbetriebnahme) dort anwesend. Eine Inbetriebnahme kann nach Aussage von Herrn Perrin in 3 bis 4 Monaten erfolgen. Zweckmäßig käme hierfür die Destillation, die Krackanlagen und die Raffination in Betracht.

3369

Die Vorräte an Fliegerbenzin sowie die anderen Öle sind von den deutschen Behörden beschlagnahmt. Fliegerbenzin ist bisher nur durch Destillation gewonnen worden. Bei Vorhandensein geeigneter Rohöle können 10 000 Moto Fliegerbenzin (OZ. - 10 ohne Pb) hergestellt werden.

Der Bau einer selektiven UOP-Polymerisation war vorgesehen. Eine derartige Anlage (für die Provence) liegt in Bordeaux, doch ist deren Transport zum Bestimmungsort schwierig.

Schemata für die Polymerisationsanlage (von Lummus) sind vorhanden und wurden uns gezeigt. An die Polymerisation wollte eine Niederdruck-Hydrierung (15 atm) nach UOP angeschlossen werden.

Das Zentrallabor der Gesellschaft in Paris ist noch von den deutschen Behörden beschlagnahmt.

Eine Hydroforming-Anlage war projektiert, aber noch nicht bestellt. In Frankreich befindet sich noch keine derartige Anlage.

In dem uns gezeigten Schema von der Kellogg (No. 93900) war eine Gray-Apparatur (Bleicherde-Raffination) an die Hydroforming-Apparatur angeschlossen. Ferner war eine Zuführung von kaltem Pentan in den 2. Reaktionssturm eingezeichnet. Diese Pentanauführung ist nicht unbedingt notwendig.

Von neuen Verfahren ist nur die Alkylierung (Martinisation) in Frankreich eingeführt, Polymerisationsanlagen sind auch nicht vorhanden.

Baufträge für Raffinationen sind in Frankreich selber nur selten erteilt worden, weil dringende Heeresaufträge vorlagen. Man hat sich deshalb mit diesen Aufträgen an die USA gewandt.

Nach Abschluß der Besprechung mit Herrn Dir. Perrin fand im Büro der Mineralöl-Baugesellschaft (Villa Majeestic) eine weitere Besprechung zwecks Klärung von Fragen, die einen ev. Abtransport von Apparaten betrafen; statt.

Außer den unter 2 bis 6 Genannten waren zugegen:

Dir. Graydt

Dipl.-Ing. Bretschneider

" " Fries

Hptm. v. La Roche, Bamag.

} Mineralöl-Bau

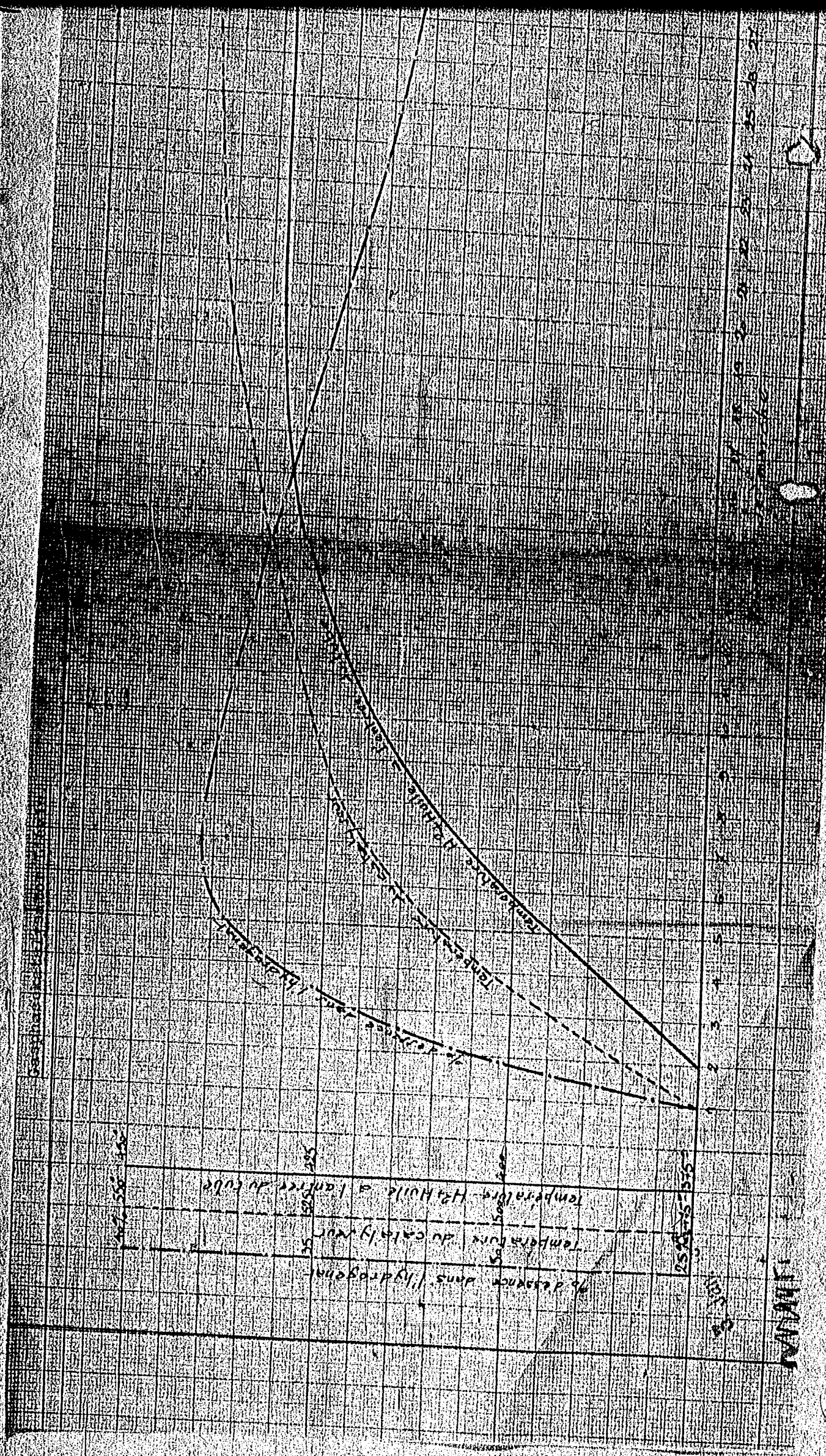
Dr. Kaufmann erwähnt, daß der Waffenstillstandsvertrag mit Frankreich eine Klausel enthält, nach der alle Ölgewinnungsanlagen im besetzten und unbesetzten Frankreich als beschlagnahmt gelten. Auf Anforderung mußte damals jede gewünschte Apparatur herausgegeben werden, entweder gegen Bezahlung oder gegen spätere Ersatzlieferung.

Den Herren der Mineralölbau ist diese Klausel unbekannt, sie verweisen auf den juristischen Sachbearbeiter in Paris, Herrn v. Medem.

Hptm. v. La Roche bezweifelt die Angabe von Herrn Perrin, wonach Aufträge von Raffinerien nach USA gegangen seien, da in Frankreich eine „lex Pioot“ bestanden hat, wonach alle Industrieanlagen, deren Herstellung in Frankreich möglich ist, im Lande selbst hergestellt werden müssen.

gez. Fries

27/10/55



100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

10

20

30

40

50

60

70

80

90

100

Température dans l'hydrogène

Température de l'eau

Température de l'air

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

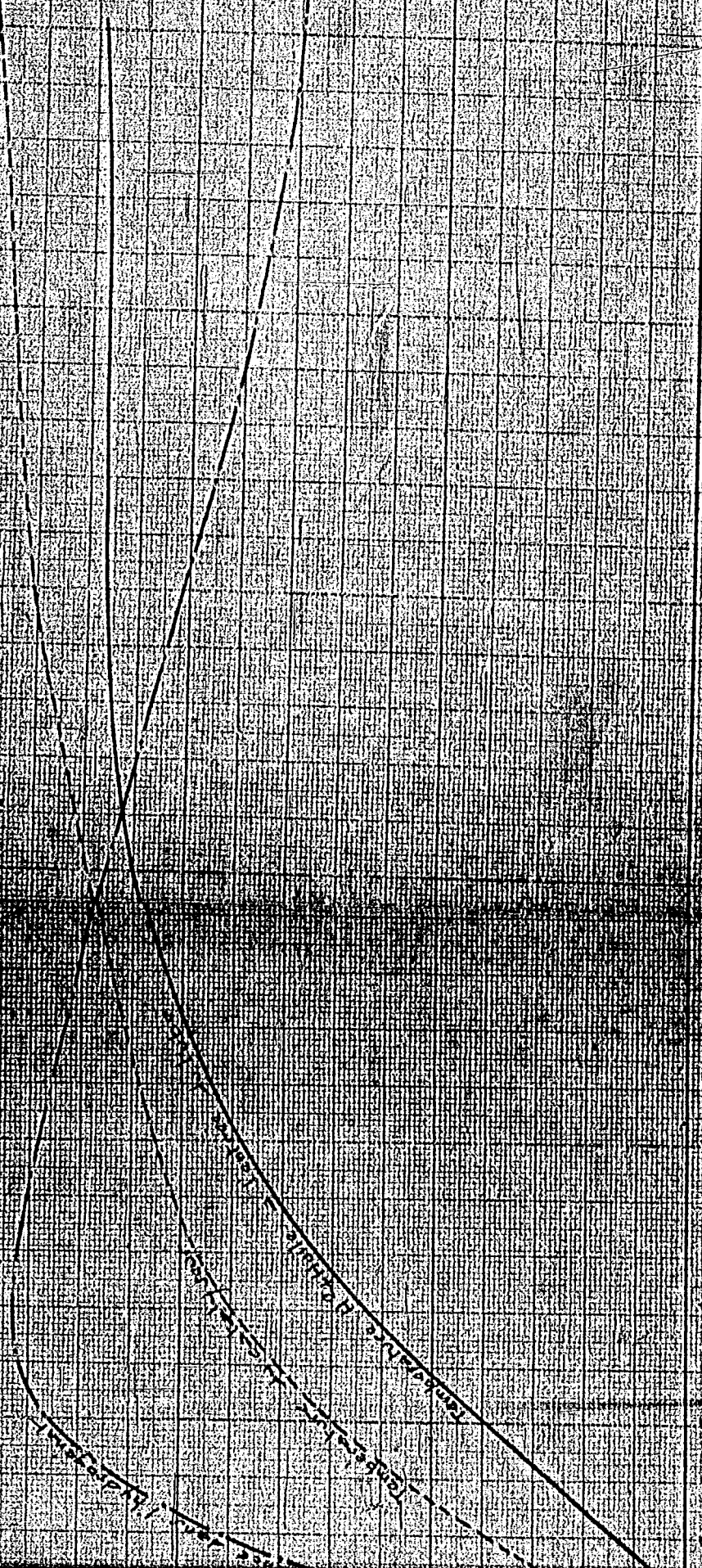
Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

Température (°C)

1. Mr. [unclear]
2. [unclear]
3. [unclear]



Time 0 5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 95 100
Temperature 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

1

TITLE PAGE

2. Kraftstoffherzeugung in Nordfrankreich.
Production of fuel in Northern France.

Frame Nos. 638 - 640

Im Oktober 1940 betrug die Produktion:

in Liévin ca. 520 t Autobenzin
 in Béthune ca. 200 t Autobenzin
 in Courrières ca. 200 t Autobenzin
 ca. 130 t Gasöl.

Die erzeugten Benzinnengen werden zur Zeit in Mischung mit Benzol und Äthyl- bzw. Methylalkohol zur Deckung des Kraftstoffbedarfes der Departements Nord und Pas de Calais verwendet.

Benzineigenschaften.

Benzin aus	Liévin	Béthune	Courrières ¹⁾
Spez. Gewicht/15°	0,834	0,830	0,695
ASTM- Siedekurve:			
Beginn °C	65	63	41
% -70°00	1	0,5	ca. 26
% -100°00	14	9,3	50
% -120°00	30	30,5	-
% -150°00	52	62,8	ca. 80
% -160°00	59	73,0	-
% -170°00	66	82,3	ca. 88
% -180°00	78	93,0	-
% -190°00	95	98,0	-
Endpunkt °C	202	197	220
Dampfdruck b. 38°	0,35	-	0,5
Dokortest	negativ	negativ	
Kupferstreifen	gut	gut	
Gum-Test	3-5 mg		
Oktanzahl			
Motormethode	73	78	55-60
" + 0,1% Pb	86	88	
Zusammensetzung:			
% Aromaten	50	60,7	
% Naphthene	40	29,9	
% Paraffine	7	6,6	
% Ungesättigte	3	2,8	ca. 30

1) ohne Krackung

640

3

Gasöleigenschaften
(Courrières)

Spez. Gewicht	0,760
Siedegrenzen	200-340°
Stoßpunkt:	
Winter	-5°
Sommer	20 bis 25°
Ostanzahl	100

Erzeugungskosten bei Vollproduktion
(Schätzung)

Liévin	ca. 6,75 fr pro Liter Benzin
Béthune	ca. 5,3 fr pro Liter Benzin
Courrières	ca. 6,3 fr pro kg Rohprodukt.

Nähere Angaben über die drei Treibstoffanlagen finden sich in den anliegenden Einzelberichten.

mgg
Rank

3 Anlagen:

TITLE PAGE

3. Hydrieranlage Liévin.
Hydrogenation plant Liévin.

Frame Nos. 641 - 650

Hydrieranlage Liévin.

Die in der Zeit von März 1935 - März 1936 für etwa 40 Millionen Francs erbaute Anlage wurde im März 1936 in Betrieb genommen. Sie ist auf dem Gelände der Stickstoff-Fabrik der Kokerei Liévin errichtet und hat eine Belegschaft von ca. 200 Mann. Nach Stilllegung während der Kampfhandlungen wurde der Betrieb am 21. August 1940 in verringertem Maßstab wieder aufgenommen.

1) Rohstoffbasis.

Die Anlage wurde ursprünglich für die Hydrierung von Kohle in Sumpf- und Gasphase bei 300 atm gebaut. Da sich die nordfranzösische Kohle jedoch wegen ihres hohen Kohlenstoffgehaltes zur Hydrierung schlecht eignet, war die Produktion unbefriedigend und unwirtschaftlich und wurde deshalb aufgegeben. Auch ein Versuch mit Pech verlief negativ. Die Anlage verarbeitete später Teeröl in Gasphase und während des Krieges auch amerikanisches Gasöl. Zur Zeit dient als Rohstoff Teeröl aus den nordfranzösischen Kokereien. Das Roh-teeröl wird geliefert von den Gesellschaften:

Huiles, Goudrons et Dérivés in Vendin le Vieil (H.G.D.)
und Comp. Mines de Bruay.

Das Roh-teeröl wird in Liévin in einer Blasendestillation auf einen Endpunkt von 225-350°C redestilliert und in Gasphase nach dem sogenannten Audibert-Verfahren bei 300 atm zu Autobenzin hydriert. Das Roh-teeröl enthält etwa 70 % Mittelöl. Der Roh-teerölrückstand wird zu Heizzwecken verwendet.

Für eine Produktion von 1000 cbm Benzin sind ungefähr 1300 t Roh-teeröl notwendig.

2) Produktion und Kosten.

Für die Anlage steht eine maximale Wasserstoffmenge von ca. 1 250 000 cbm/Monat zur Verfügung, welche Menge einer maximalen Benzinproduktion von 1000 cbm = 834 t Autobenzin pro Monat entspricht. Da die Kokerei Liévin bisher noch nicht voll arbeitet, konnte bis jetzt nur in vermindertem Maßstab produziert werden. Voraussichtlich wird die Vollproduktion im Dezember 1940 erreicht werden.

Es wurden produziert:

	21. 8. - 31. 8. 1940	205,950 cbm Benzin
	1. 9. - 15. 9. 1940	264,023 " "
	15. 9. - 30. 9. 1940	357,477 " "
	1. 10. - 15. 10. 1940	394,730 " "
Gesamt	21. 8. - 15. 10. 1940	1 222,180 cbm Benzin = 1 020 t Benzin.

Produktion im Oktober 1940 621,500 cbm Benzin
= 519 t Benzin.

Die Ausbeute von Fertigbenzin auf Mittelöl bezogen beträgt etwa 81 % (Durchschnitt für die Produktionsperiode vom 21.8.1940 bis 30.9.1940).

Nach einer rohen Schätzung stellen sich bei einer Erzeugung von 1000 cbm Benzin pro Monat die Erzeugungskosten für 1 cbm Benzin wie folgt:

1) Rohstoff (1 t Teermittelöl)	2 000 fr
2) Wasserstoff (90%ig, 0,8 fr/cbm)	1 500 fr
3) Energien (Strom, Gas, Wasser, Dampf)	500 fr
4) Material	350 fr
5) Löhne, Gehälter, Zuschläge	1 000 fr
6) Reparaturen	100 fr
7) Amortisation, Zinsen, Steuern	1 250 fr
Summe	6 700 fr
	= 6,70 f./Liter

5) Benzineigenschaften.

Autobenzin aus T.G.-Bl.

Spezielles Gewicht	0,834/15°
ASTM-Siedekurve:	
Beginn °C	65
% - 70°	1
% - 100°	14
% - 120°	30
% - 150°	52
% - 160°	59
% - 170°	66
% - 180°	78
% - 190°	95
Endpunkt °C	202
Dampfdruck bei 38°	0,35
Dokortest	negativ
Kupferstreifen	gut
Gumtest	3-5 mg
Oktanzahl:	
Motormethode	73
Motormethode+0,1% Pb	86
Zusammensetzung:	
% Aromaten	50
% Naphthene	40
% Paraffine	7
% Ungesättigte	3

4) Vorhandene Apparaturen.

a) für Gasphase:

- 2 Ölpumpen für 300 atm mit je 4 Plungern (Leistung je 6 cbm/Std.)
- 1 kombinierter Vorheizler für Öl und Gas (Pipe still-Ofen amerikanischer Bauart, liegende Rohre 38 mm ϕ , 6,7 m lang, Inhalt des Ölteiles 600 Liter, Inhalt des Gasteiles 300 Liter)
- 1 Reaktionsofen (800/1180mm ϕ , 6,65 m Gesamtlänge, 2,8 cbm Gesamtvolumen, 1,5 cbm Kontaktvolumen)
- 1 Ofenmantel in Reserve
- 1 liegender Wärmeaustauscher für Öl und Gas
- 1 kalter Abstreifer.

b) für Sumpphase:

- 2 Breipressen für 300 atm mit je 4 Plungern (Leistung je 4 cbm/Std.)
- 1 Vorheizler für Brei (Pipe still-Ofen amerikanischer Bauart, liegende Rohre mit 50 mm ϕ und 6,7 m Länge, 480 Liter Inhalt)
- 1 Vorheizler derselben Bauart für Wasserstoff (liegende Rohre, 38 mm ϕ , 6,7 m lang, 390 Liter Inhalt)
- 1 elektrische Zusatzheizung für Wasserstoff (50 KW)
- 3 Reaktionsöfen zu 2,8 cbm Inhalt (Abmessungen siehe Gasphaseofen)
- 1 Wärmeaustauscher für Wasserstoff (liegend)
- 1 Abstreifer für 150° (Standhaltung für Prüferventile)
- 1 kleiner Abstreifer für 30-40°
- 1 Entspannungsmaschine.

5) Hochdruckmaterial und Konstruktion der Reaktionsöfen.

- a) Vorheizer: Die Rohre in der Strahlungszone sind aus Chromnickelstahl (18 % Cr, 8 % Ni), die Rohre der Konvektionszone sind aus 8 %igem Chromstahl.
- b) In Anlehnung an den Claude-Ofen sind die Öfen innen unisoliert und aussen mit einem Mantel für Rauchgaspülung versehen, welche aber bei Gasphase nicht benutzt wird. Die Öfen sind für eine Wandtemperatur von 500°C bei 300 atm entworfen (Wandtemperatur bei der Sumpphase 460°C, bei Gasphase 350°C). Das Material ist 5 %iger Chromstahl. Im Gasphaseofen wird, wie die Zeichnung Anlage I zeigt, das Gas-Öl-Gemisch, ehe es durch den in einem Ringraum in der Mitte des Ofens angebrachten Katalysator geht (von unten nach oben) an der Innenwand entlang geführt und dabei noch um etwa 30° aufgeheizt. Die Öfen haben Uhde-Verschluss. Für besondere Fälle ist bei der Gasphase eine elektrische Innenheizung und Kaltgassuführung vorgesehen.

6) Einzelheiten des Verfahrens.

a) Verarbeitung von Teermittelöl in Gasphase.

Der Wasserstoff wird aus Koksengas der Kokerei gewonnen und aus der Stickstoff-Fabrik unter 300 atm angeliefert.

Analyse des Frischwasserstoffs:

90-92 %	H ₂
3- 4 %	CO
Rest	N ₂

Wasserstoffverbrauch pro t Benzol: 1500 cbm.

Die Anlage arbeitet mit Gaskreislauf bei 300 atm Druck ohne Ölwäsche. Durch Entspannen von Gas aus dem Kreislauf wird ein Wasserstoffpartialdruck von etwa 225 atm aufrechterhalten. Das Entspannungsgas wird entweder zu Heizwecken verwendet oder in die Linde-Anlage der Stickstoff-Fabrik zur Wasserstoff-Rückgewinnung gegeben.

Analyse des Kreislaufgases:

75 % H₂
12-15 % KW
10% N₂
2-3g/obm Schwefel.

Das Öl geht zusammen mit einem Viertel des Gesamtgases über einen Regenerator in den Ölvorheizer. Drei Viertel des Gases werden mittels Regeneration und Gasvorheizer gesondert aufgeheizt. Kurz vor dem Eintritt in den Ofen wird die Öl-Gas-Mischung hergestellt.

Gesamtgas	4 obm/ kg Öl
Gas durch Ölvorheizer	1 obm/ kg Öl
Katalysatorvolumen	1,5 obm
Durchsatz	ca. 1 kg Öl/Std/Ltr.Kat.Volumen
Temperatur im Katalysator	500°
Wandtemperatur des Ofens	350°.

Für die Verarbeitung von Teermittelöl dient ein A-Kohle-Molybdän-Kontakt. Der Katalysator kühlt infolge Kohlenstoffabscheidung im Laufe eines Monats ab und wird dann durch frischen ersetzt. Während dieser Zeit muss die Ofentemperatur etwa um 30° gesteigert werden.

Der gebrauchte Katalysator wird zur Metallrückgewinnung gegeben. Der Katalysator wird aus den Bestandteilen in Liévin selbst hergestellt. Lieferfirma für die aktive Kohle ist Société Acticarbon in Paris. Für die Maximalproduktion von 1000 cbm Bensen pro Monat werden monatlich 3 cbm Katalysator verbraucht. Es sind Katalysatorrohstoffe für etwa ein Jahr vorhanden.

Das hydrierte Produkt geht über die Regeneration und einen Kühler in einen Kaltabstreifer. Die Benzinkonzentration -200°C im Abstreifer beträgt je nach Alter der Katalysators 30-60 %. Das nicht umgesetzte Mittelöl geht aus der Destillation in den Prozess zurück. Die Vergasung beträgt 15-20 %. Das Bensen wird mit Natronlauge, Schwefelsäure und wenn nötig mit Plumbit raffiniert und redestilliert. Die Analysen von Teermittelöl, Bensen und Rückfuhrmittelöl sind aus Anlage II ersichtlich.

Zur Zeit sind zwei Gasphasedöfen in Betrieb, davon einer wegen Wasserstoffmangel nur seitweise.

b) Verarbeitung von Venezuela-Gasöl.

Früher wurde vorübergehend auch Venezuela-Gasöl verarbeitet. Dabei wurde als Katalysator Molybdän auf einem Bläscherde-ähnlichen Träger verwendet. Den Rohstoff für den Träger lieferte die Société Française des Glycérols in Paris. Das Molybdän wurde als Ammonmolybdat von der Firma Prolabo (Soc. pour la Fabrication et la vente des produits et appareils de laboratoire) Rhône-Poulenc in Paris bezogen. Bei der Verarbeitung von Gasöl war die Vergasung einschliesslich Stabilisationsverlust 20-25 %. Das Bensen hatte folgende Eigenschaften:

Ortanzahl

Motormethode	72
Motormethode+0,1 % Pb	88-90
Zusammensetzung:	
% Paraffine	56,5
% Naphthene	35
% Aromaten	8
% Ungesättigte	0,5

c) Sumpphase-Verarbeitung von Kohle.

Bei der früher versuchten Verarbeitung von Kohle wurde nach dem Schema der Anlage III gearbeitet. Als Rohstoff diente gewaschene Marles-Kohle (aus den Mines de Marles in der Nähe von Liévin). Diese Kohle hatte 4-6 % Asche und auf Reinkohle bezogen 86 % C bzw. 40,0 % flüchtige Bestandteile. Der Kohlebrei wurde ohne Gas auf 300°C vorgeheizt und mit etwa auf 480°C erhitztem Wasserstoff kurz vor dem Eintritt in den Ofen gemischt (Wirkungsgrad der Vorheizung 60 %). Die Rohre des Breivorheizers mussten monatlich gereinigt werden. Es waren drei Öfen mit je 2,8 cbm Inhalt hintereinander geschaltet. Die Reaktionstemperatur war in Ofen I: 450°C, in Ofen II und III je 460°C. Der Kohlebreidurchsatz betrug 4000 kg/Std., die Gasmenge 8000 kg/Std. Der Kohlebrei enthielt 40-42 % Kohle, das Anreiböl war Rückführ-Schweröl mit 5-8 % Festem und 1 % Asche im Ganzen. Der Sumpphase-Anfall ging über einen Regenerator für Wasserstoff und wurde in einem Abscheider bei 150°C getrennt. Das Gas und die leichten Anteile gingen in einen Abstreifer, wo bei 30-40°C das Benzin abgetrennt wurde. Die schweren Teile

aus dem Abscheider werden geschleudert und aus dem Schleuderöl in einer kontinuierlichen Wasserdampfstillation das Mittelöl gewonnen. Das Schweröl ging zur Anreicherung zurück. Der Schleuderrückstand mit etwa 35-45 % Feststoff (10-15% Asche in Ganssen) wurde nicht verwertet. Die Vergasung betrug 0,2 % auf Kohle. Auf Kohlebasis betrug die Leistung der Anlage nur 300-400 t pro Monat Benzin.

3 Anlagen: I. Schema für Gasphase.

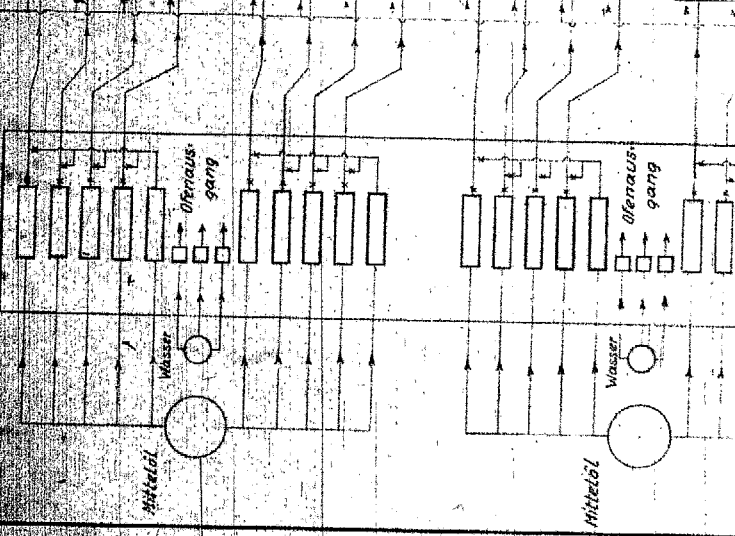
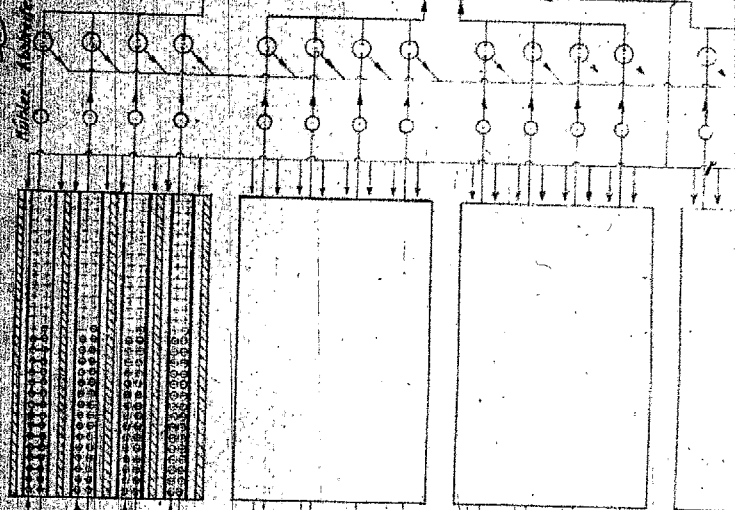
II. Analysen.

III. Schema für Dampfphase.

TITLE PAGE

4. Hydrieranlage Béthune.
Hydrogenation plant. Béthune.
Frame Nos. 651 - 666

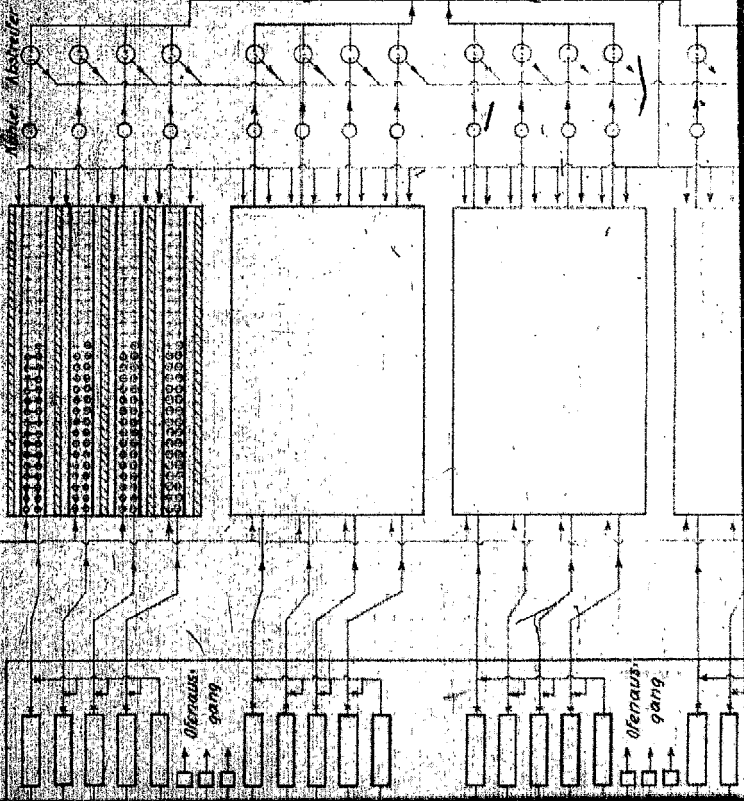
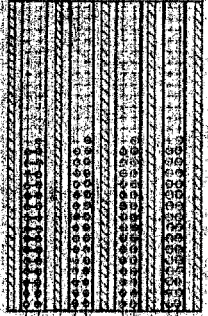
Gas-Phase *Gas-Phase*
Tabelle *Tabelle*



Für die
der 00

Ans-Phase, *Handwritten*

Handwritten

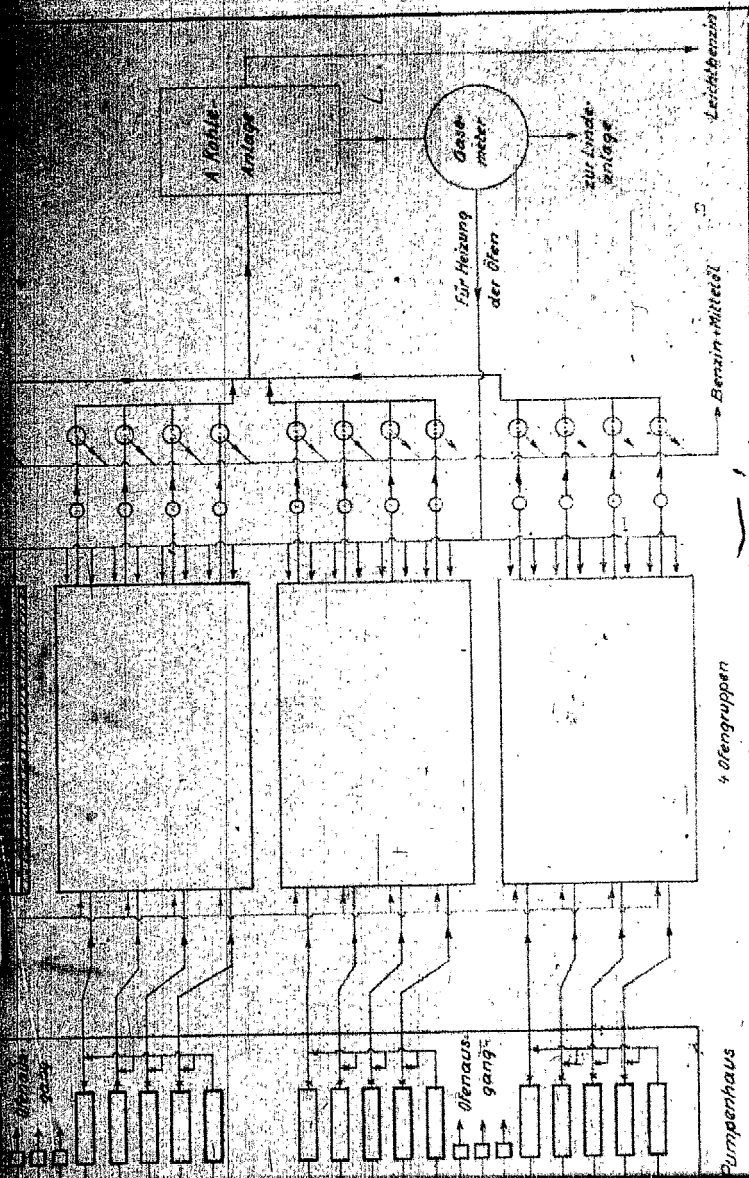


Oberausgang

Oberausgang



Für Heizung
des Dfren



Fsk 5837

Druckverhältnisse nach DIN 28

1/2

↑
Analysen.

1) Destillation von Rohölsäuremittelöl

<u>Mittelöl</u>		<u>Rückstand</u>	
Spez. Gewicht/15°	1,027	Spez. Gewicht/15°	1,142
Siedekurve:		Siedekurve:	
Beginn °C	185	Beginn °C	205
* -190°C	1	* -220°C	3
* -200°C	7	* -250°C	6
* -250°C	47	* -280°C	10
* -280°C	64	* -300°C	14
* -300°C	75	* -325°C	22
* -325°C	89	Phenole	2 %
Endpunkt °C/%	352/99		
Phenole	17 %		

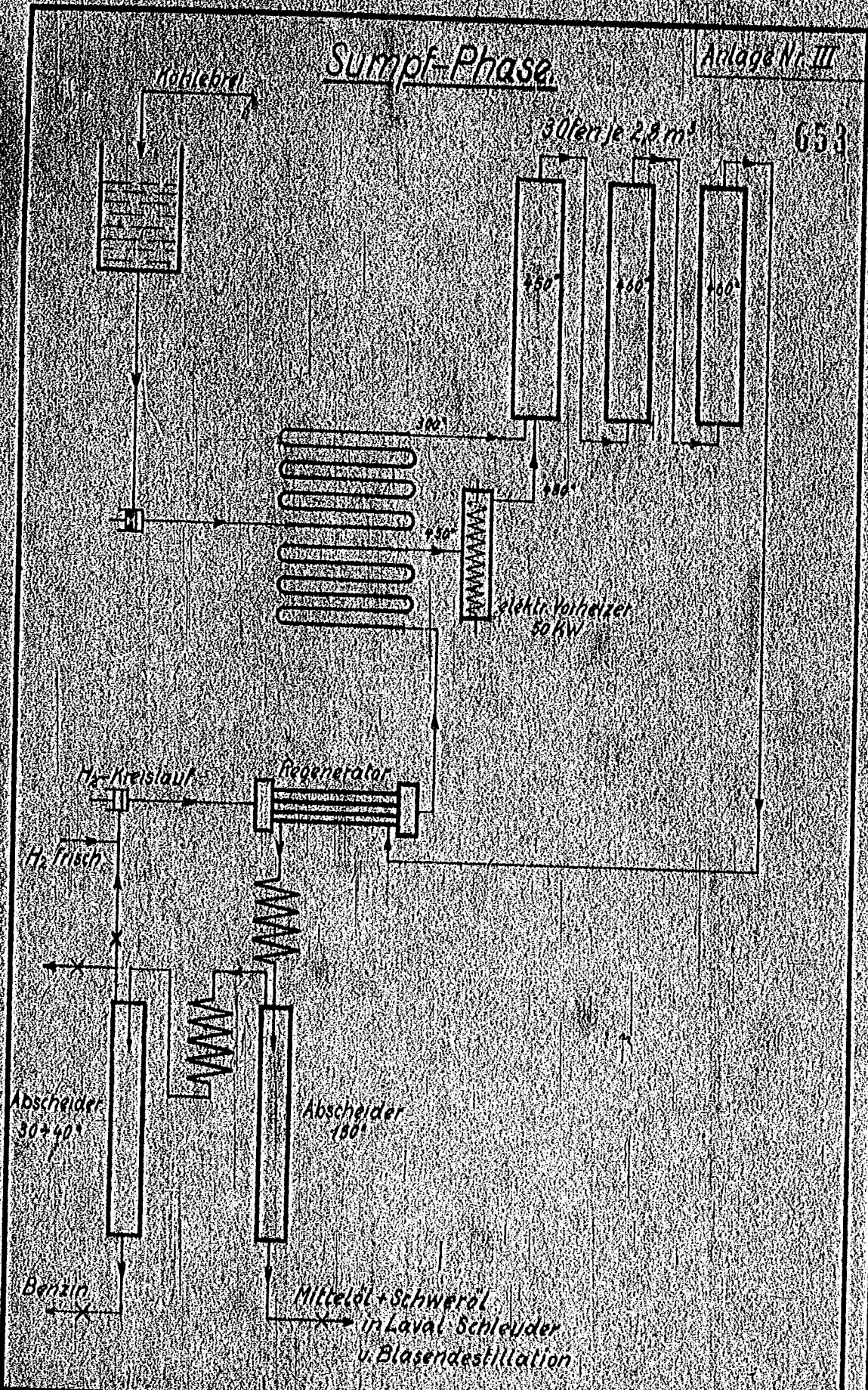
2) Hydrierung.

<u>Vertikalsäure</u>		<u>Rückführmittelöl</u>	
Spez. Gewicht/15°	0,854	Spez. Gewicht/15°	0,916
Siedekurve:		Siedekurve:	
Beginn °C	65	Beginn °C	210
* -70°C	1	* -235°C	25
* -80°C	1	* -250°C	55
* -100°C	14	* -260°C	74
* -110°C	25	* -300°C	98
* -120°C	30	Endpunkt °C	319/99
* -150°C	52	Phenole	0 0 %
* -160°C	59	Elementaranalyse:	
* -170°C	45	% C	87,2
* -180°C	78	% H	10,4
* -190°C	95	% N	0,35
Endpunkt °C/%	202/99	% O	1,9
Ordnungszahl Motor	73	% S	0,15
Dampfdruck (38°)	0,35 atms		
Gum	1-5 mg		
Zusammensetzung:			
* Paraffine	7		
* Aromaten	50		
* Naphthene	40		
* Ungesättigte	3		
Elementaranalyse:			
% C	80,5		
% H	10,9		

Sumpf-Phase

Anlage Nr. III

653



L. O. Farbindustrie Aktien-Gesellschaft
Lehrgeräten am Rhein
Tel. 311-10, 30. Nachb. 311-10

Tab. 6

Umsatzsteuer nach Nr. 21

Rsk 5833-76

Hydrieranlage Béthune.

Die Anlage wurde 1935 auf dem Gelände der Kokerei der Mines de Béthune erbaut. Die Hydrierung ist an die dortige Stickstoff-Fabrik angeschlossen und hat eine Belegschaft von 100-120 Betriebsarbeitern. Das Verfahren wurde von dem Leiter der Anlage, Herrn Valette, entwickelt. Die Anlage arbeitet nach Stilllegung während der Kampfhandlungen wieder seit 25. September 1940 in verringertem Maßstabe auf Autobenzin.

1) Rohstoffbasis.

Es sollte ursprünglich nordfranzösische Steinkohle auf Benzin verarbeitet werden. Die Verarbeitung dieser Kohle gestaltete sich trotz erheblichen Zusatzes an Frischteeröl sehr unwirtschaftlich und schwierig. Versuche mit einer südfranzösischen Braunkohle (Gardanne Lignite) und Kohle aus Decazville verliefen etwas besser. Man beschränkte sich später auf die Verarbeitung von Teermittelölen (Phenolöle) in Gasphase und bezog diese Öle über Belgien aus England, da die in Nordfrankreich vorhandenen Teeröle zum grössten Teil von der Hydrieranlage Liévin verarbeitet wurden. Von November 1939 bis Mai 1940 wurde naphthenbasisches Erdölmittelöl aus Le Havre (offenbar amerikanischen Ursprungs) auf L-Benzin hydriert. Seit 25. September 1940 verarbeitet die Anlage nunmehr einen noch vorhandenen Vorrat an Teermittelöl (ca. 600 t Roh-teermittelöl). Die zukünftige Rohstofflage wird sich so gestalten, dass die Anlage Béthune aus

den nordfranzösischen Kokereien monatlich 400 t Rohölmittelöl erhält. Weiter werden von den Mines de Bruay monatlich 600 t getoppter Steinkohlenschwefel angeliefert, welcher in Sumpfhase eingesetzt werden soll. Wenn die nordfranzösischen Kokereien in den nächsten Monaten ihre volle Produktion erreichen, besteht weiterhin die Aussicht, für die Anlage eine höhere Teermittelölmenge zu erhalten. Bis zu diesem Zeitpunkt können von der H.G.D. (Huiles, Goudrons et Dérivés in Vendin le Vieil) aus noch vorhandenen Beständen (etwa 2000 t) monatlich je 300 t Rohölmittelöl freigegeben werden. Die Verarbeitung wird sich also so gestalten, dass auf etwa 280-300°C in der Anlage redestilliertes Teermittelöl direkt in Gasphase auf Autobenzin verarbeitet wird. Zusätzlich wird in der Sumpfhase Schwefel im Gemisch mit Teermittelöl zur Verarbeitung gelangen, wodurch weiteres Ausgangsprodukt für die Gasphase geschaffen wird. Vorversuche in kleinem Maßstab mit dem Schwefel lassen erwarten, dass die Verarbeitung desselben in Sumpfhase keine Schwierigkeiten machen wird.

2) Produktion.

Die Maximalleistung der Anlage ist gegeben durch die Maximalleistung der Destillationsanlage und beträgt

900 cbm Benzin pro Monat = 750 t/Monat.

In der Zeit vom 25.9.1940 bis 1.11.1940 wurden 266 t Benzin erzeugt. Die Benzinausbeute auf redestilliertes Teermittelöl beträgt etwa 81-83 %.

Das Produktionsprogramm sieht das Anlaufen der Sumpfhase für 15. November 1940 vor.

den nordfranzösischen Kokereien monatlich 400 t Rohölmittelöl erhält. Weiter werden von den Mines de Bruay monatlich 600 t getroppter Steinkohlenschwefel angeliefert, welcher in Sumpfhase eingesetzt werden soll. Wenn die nordfranzösischen Kokereien in den nächsten Monaten ihre volle Produktion erreichen, besteht weiterhin die Aussicht, für die Anlage eine höhere Teermittelölmenge zu erhalten. Bis zu diesem Zeitpunkt können von der H.O.D. (Huiles, Goudrons et Dérivés in Vendin le Vieil) aus noch vorhandenen Beständen (etwa 2000 t) monatlich je 300 t Rohölmittelöl freigegeben werden. Die Verarbeitung wird sich also so gestalten, dass auf etwa 280-300°C in der Anlage redestilliertes Teermittelöl direkt in Gasphase auf Autobenzin verarbeitet wird. Zusätzlich wird in der Sumpfhase Schwefel im Gemisch mit Teermittelöl zur Verarbeitung gelangen, wodurch weiteres Ausgangsprodukt für die Gasphase geschaffen wird. Vorversuche in kleinem Maßstabe mit dem Schwefel lassen erwarten, dass die Verarbeitung desselben in Sumpfhase keine Schwierigkeiten machen wird.

2) Produktion.

Die Maximalleistung der Anlage ist gegeben durch die Maximalleistung der Destillationsanlage und beträgt

900 cbm Benzin pro Monat = 750 t/Monat.

In der Zeit vom 25.9.1940 bis 1.11.1940 wurden 260 t Benzin erzeugt. Die Benzinausbeute auf redestilliertes Teermittelöl beträgt etwa 81-83 %.

Das Produktionsprogramm sieht das Anlaufen der Sumpfhase für 25. November 1940 vor.

3) Erzeugungskosten.

Es lag eine Kostenaufstellung vor über eine Periode von acht Monaten, in der aus

1 559 t	Steinkohle aus Béthune
708,9 t	Gardanne Lignite
5 662,9 t	Teeröl (zu 80% in Dampfphase eingesetzt)

insgesamt 5 989,572 obm Autobenzin erzeugt wurden.

Die mittleren Gostehungskosten für ein Liter Fertigbenzin betragen:

Reinstoffe	1,737 fr
Wasserstoff	1,523 fr
Löhne	0,327 fr
Strom	0,168 fr
Dampf und Wasser	0,219 fr
Unterhaltung und Reparatur	0,181 fr
Versinsung und Amortisation (10 Jahre)	0,779 fr
<u>Insgesamt</u>	<u>5,301 fr/Liter Fertigbenzin.</u>

Einige allgemeine Kosten:

Kohle Béthune	ca.	186,5 fr/t
Gardanne Lignite	ca.	304,0 fr/t
Teeröl fabri. Fabrik	ca.	1570,0 fr/t
H ₂ aus Verflüssigung		0,30-0,35 fr/obm
H ₂ aus Koks		0,40 fr/obm
Dampf (15 atü, 325°)		27,29 fr/t
Strom		0,25 fr/kwh.

4) Benzineigenschaften:

Autobenzin aus Teermittelöl:

Spez. Gewicht	0,830/15°
ASTM-Siedekurve:	
Beginn °C	63
% -70°	0,5
% -100°	9,5
% -120°	30,5
% -150°	62,8
% -160°	73,0
% -170°	82,3
% -180°	93,0
% -190°	98,0
Endpunkt °C	197
Dokortest	negativ
Kupferstreifen	gut
Oktanzahl:	
Motormethode	78
Motormethode+0,1%pb	88
Zusammensetzung:	
% Aromaten	60,7
% Naphthene	29,9
% Paraffine	6,6
% Ungesättigte	2,8

5) Vorhandene Apparaturen:

Die Anlage besteht aus einer alten elektrisch beheizten Gasphaseapparat und einer neuen gasbeheizten Anlage welche sowohl für Sumpfphase als auch für Gasphase verwendbar ist.

a) Neue Anlage:

- 20 Öl- bzw. Kohlebreipumpen in 4 Gruppen zu je 4+1 für 250 atm, Leistung je 300-400 Liter/S d.
- 6 kleine Wasserpumpen für 250 atm.
- 3 gemauerte Kammern nach Art der Koksöfen zu je 4 Doppelreihen von je 50 Stück 250 atm Röhren (110mm lichter Ø, 4 m lang)

4) Rasineigenschaften.

Autobenzin aus Teermittelöl.

Spez. Gewicht	0,830/15°
ASTM-Siedekurve:	
Beginn °C	63
% -70°	0,5
% -100°	9,5
% -120°	30,3
% -150°	62,8
% -160°	73,0
% -170°	82,3
% -180°	93,0
% -190°	98,0
Endpunkt °C	197
Dokortest	negativ
Kupferstreifen	gut
Oktanzahl:	
Motormethode	78
Motormethode+0,1%pb	88
Zusammensetzung:	
% Aromaten	60,7
% Naphthene	29,9
% Paraffine	6,6
% Ungesättigte	2,8

5) Vorhandene Apparaturen.

Die Anlage besteht aus einer alten elektrisch beheizten Gasphaseapparatur und einer neuen gasbeheizten Anlage, welche sowohl für Sumpphase als auch für Gasphase verwendbar ist.

a) Neue Anlage.

- 20 Öl- bzw. Kohlebreipumpen in 4 Gruppen zu je 4+1 für 250 atm, Leistung je 300-400 Liter/B.d.
- 6 kleine Wasserpumpen für 250 atm.
- 3 gemauerte Kammern nach Art der Koksöfen zu je 4 Doppelreihen von je 50 Stück 250 atm Röhren (110mm lichter B., 4 m lang)

1 Kammer des. desselben Reaktionsraumes, Rohre 110/
160 mm \varnothing , 6m lang.

In Sumpphase sind 50 Rohre in Serie geschaltet
und mit engen Rohren, etwa 30 mm \varnothing , tauchrohrartig
verbunden.

Bei Gasphase sind 30 Rohre in Serie geschaltet,
wovon 25 Rohre mit Katalysator gefüllt sind.

Reaktionsraum einer Kammer bei Sumpphase $4 \times 2 =$
8 cbm (Vorheizung inbegriffen, Reaktionstemperatur
wird nach etwa ein Drittel des Reaktionsraumes
erreicht).

Reaktionsraum einer Kammer bei Gasphase (Kataly-
satorraum) 4×1 cbm = 4 cbm.

Jede Doppelreihe Rohre ist mit 2 x 24 Gasbrennern
ausgerüstet zur Aufheizung und Temperaturhaltung.

16 Kaltabscheider (4 x 4) (300 \varnothing , etwa 5 m hoch)

b) Alte Anlage:

18 Ölpumpen für 250 atm (Leistung etwa je 250 Liter/Std)

13 gemauerte Kammern zu je drei hintereinander geschal-
teten Öfen (210 mm \varnothing ; etwa 25 m lang). Katalysator-
volumen pro Kammer 150 Liter. Die Rohre sind von
außen elektrisch beheizt.

18 Kaltabscheider.

c) Kompressoren:

2 Wasserstoffkompressoren je 3500 cbm/Std.

Reservekompressoren in Stickstoff-Fabrik.

d) Aufarbeitungsanlage.

- 2 A-Kohle-Absorptionsanlagen (für Sumpf- und Gasphase) für Gasbenzin-Gewinnung
- 2 festbeheizte Teerdestillierblasen für je 30 t/Tag Destillat
- 1 Gasphasenabstreiferdestillation (Blase + Glockenbodenkolonne) für 30 obm/Tag Destillat
- 1 Benzinredestillierkolonne für 30 obm/Tag Destillat
- 1 Benzin-Raffinationsanlage (2 Mährbehälter für $H_2SO_4 + (NH_4)_2Cr_2O_7$ und NaOH)
- 1 Kohlestrockentrommel
- 2 Kugelmöhlen für Kohle
- 2 Anmaischbehälter und Zubehör
- 1 Horizontalachslender (Firma Robatel & Bufsand, Lyon) Leistung 4 t/Std (geschützt).

} für 5 t/8 d.

e) Tankraum.

- 2 heisbare Tanks für Teer: 2 x 450 obm = 900 obm
- 2 Tanks für Mittelble und Teerprodukte: 2 x 450 = 900 obm
- 3 Benzintanks: 3 x 400 obm = 1200 obm.

6) Betriebstechnische Einzelheiten.

Die Anlage läuft ohne Gaskreislauf. Der Wasserstoff wird von der Stickstoff-Fabrik geliefert und zum Teil durch Verflüssigen von Koksogas, zum Teil durch drucklose Konvertierung von Wassergas hergestellt. Die Zusammensetzung des Frischwasserstoffes ist:

85 % H_2
10 % N_2
4 % CO
1 % CO_2

Die Kompressoren der Anlage drücken das Gas auf 225-250 atm, das entspricht einem Wasserstoffpartialdruck von 190-212 atm.

Verarbeitung von Teermittelöl in Gasphase.

a) in der neuen Anlage:

Wie das Schema in Anlage I zeigt, wird der erste Teil der Ofen als Vorheizer benutzt und zwar werden Öl und Gas durch entsprechende Schaltung der ersten Rohre getrennt aufgeheizt und vereinigen sich erst vor dem Eintritt in die mit stückigem Katalysator gefüllten Rohre. Der Öldurchsatz beträgt 0,3-0,35 kg/Std./Liter Katalysatorvolumen. Die Gasmenge beträgt 0,7 cbm pro kg Öl. Die an der Rohrwand gemessene Reaktionstemperatur beträgt 500°C. Die Heizgase, welche durch eine Wand von feuerfesten Steinen von den Rohren getrennt sind, haben eine Temperatur von 700-750°C. Der Verbrauch an Heizgas (4400 WE/cbm) beträgt 4 x 120 (= 480 cbm pro Stunde und Kammer für die Gasphase. Die Druckdifferenz eines Gasphasenofens beträgt zu Anfang der Fahrperiode 5-6 atm. Unmittelbar hinter dem Ofen werden die Produkte durch ein wassergekühltes Rohr in einen Abtreifer geleitet. Das abgetrennte Gas wird in einer A-Kohle-Anlage von Leichtbenzin (8-12 % des Gesamtbensins) befreit. Das Restgas wird zur Heizung der Ofen verwendet oder geht in die Lindeanlage zurück. Die Benzinkonzentration im Abtreifer beträgt 25-40 %, entsprechend die Benzinleistung in kg/Std./Liter Katalysatorvolumen etwa 0,1 bei einer Vergasung von ca. 15 %. Das nicht umgesetzte Mittelöl geht in den Prozess zurück.

Das Rohbenzin wird in einem Rührbehälter (Chromnickelfutter) nacheinander mit Lauge und 5 % Schwefelsäure (60°B) gewaschen. Um lichtbeständiges Benzin zu erhalten, wird auf 1 cbm Benzin

der Schwefelsäure 0,3 kg Ammonbichromat zugesetzt. Anschliessend wird das gewaschene Benzol mit einem Verlust von etwa 4 % redestilliert. Eine Stabilisation ist nicht notwendig.

Eine Kammer der neuen Anlage kann aus Teermittelöl etwa 275 t/Monat Autobenzin erzeugen.

b) in der alten Gasphaseanlage.

Das Öl wird in einem Wärmeaustauscher auf 200°C , der Wasserstoff auf 70°C vorgewärmt, wie das Schema in Anlage II zeigt, tritt das Öl von unten in den ersten Ofen der Kammer und wird im Ringraum um die Katalysatorpatrone weiter aufgeheizt. Der Wasserstoff, der von oben kommt, mischt sich unmittelbar vor Eingang in den Katalysator mit den Öldämpfen. Beide gehen gemeinsam von oben nach unten durch den Katalysator, anschliessend durch den Ringraum und Katalysator des zweiten und dritten Ofens. Die Temperatur wird in der Mitte der Katalysatorschicht gemessen und in jedem Ofen auf 500°C gehalten. Der angewandte Druck ist derselbe wie in der neuen Anlage, also 225-250 atm. Der Widerstand eines Systems beträgt 5-15 atm bei einem Öldurchsatz von 0,7 kg Öl pro Stunde und Liter Katalysator und 0,7 cbm Wasserstoff pro kg Öl. Das Hydrogenprodukt geht durch einen Wärmeaustauscher und über einen Kühler in einen Kaltabstreifer. Die Benzinkonzentration im Abstreifer beträgt 30-40%. Die alte Gasphaseanlage kann aus Teermittelöl etwa 420 t/Monat Autobenzin erzeugen.

Verarbeitung von Erdölmittelöl in Gasphase

Von November 1939 bis Mai 1940 verarbeitete die Anlage naphthenbasisches Erdölmittelöl auf L-Benzin. Dabei wurde ein Benzin von folgenden Eigenschaften hergestellt:

Siedekurve	
Beginn	31°C
4% - 70°C	30
5% - 100°C	50
Endpunkt	155°C
Oktanzahl	
Motormethode	75
" + 0,09 Pb	80
Aromatengehalt	10%

Gasphase-Katalysator.

Die Katalysatoren sind auf Molybdänbasis hergestellt. Die Träger sind für die Verarbeitung von Teeröl und Erdölmittelöl verschieden (vermutlich A-Kohle bzw. eine Art Bleicheerde). Der Katalysator wird aus den Bestandteilen im Werk selbst hergestellt. Das Molybdän stammt von der Firma Prolabo Rhône-Poulenc in Paris, welche das Metall vermutlich aus Amerika bezog. Der Katalysator muß nach einer Laufzeit von 5-6 Monaten ausgewechselt werden. Katalysatorvorräte bzw. zur Herstellung notwendige Rohstoffe sind etwa für ein Jahr vorhanden.

Verarbeitung von Kohle in Sumpffphase.

Die Sumpffphase wurde in der neuen Anlage bei 225-250 atm Druck und 470°C Ofentemperatur durchgeführt. Die Aufheizung von Brei und Gas erfolgte gemeinsam im ersten Teil des Ofens. Die Reaktionstemperatur war etwa nach dem ersten Drittel des Ofens erreicht. Der Durchsatz betrug pro Ofen (50 Rohre = Gesamtvolumen 2 cbm) 300-400 Liter Kohlebrei pro Stunde und 250 cbm Gas. Die Verweilzeit war etwa 1 Stunde 30 Minuten. Der Brei enthielt 30 % Kohle. Das Anreiböl setzte sich aus 85 % festhaltigem Schweröl aus dem Prozess selbst und einem Frischzusatz von 15 % schweren Steinkohlenteerölen zusammen. Das Ofenprodukt wurde nach Kühlung in einem Kaltabscheider (20°) vom Gas getrennt und anschließend geschleudert. Aus dem Gas wurde durch eine A-Kohle-Asche das Leichtbenzin gewonnen. Der Schleuderrückstand, der etwa 50 % Gesamtfestes (darin 70% Asche) enthielt, wurde verworfen. Das Schleuderöl enthielt etwa 5 % Festes. Um Benzinverluste an der Schleuder zu vermeiden, wurden die abgesaugten Dämpfe mit Öl gewaschen. Vom Schleuderöl wurden in einer Blasendestillation Benzin und Mittelöl abdestilliert. Das Schweröl diente als Anreiböl. Bei zu hoher Asphalt- und Pests-Konzentration im Anreiböl wurde ein Teil desselben auf Pech destilliert. Die durch Nichtverwertung des Schleuderrückstandes entstehenden Verluste wurden durch Einsatz von schweren Ölen gedeckt.

- 1) Früher wurde mit zwei Abscheidern gearbeitet, davon einer bei 350°C. Der hier anfallende Abschlamm wurde nach Herausziehen einer der eingehenden Aschemenge entsprechenden Menge zur Anreihung zurückgegeben.

Die Kohle der Mines de Béthune ist eine Fettkohle. In die Hydrierung wurde eine auf 8 % Asche gewaschene Kohle eingesetzt.

Analyse der Reinkohle:

34,25 % Fluchtiges

86,04 % C

5,39 % H

7,37 % O+N

1,20 % S

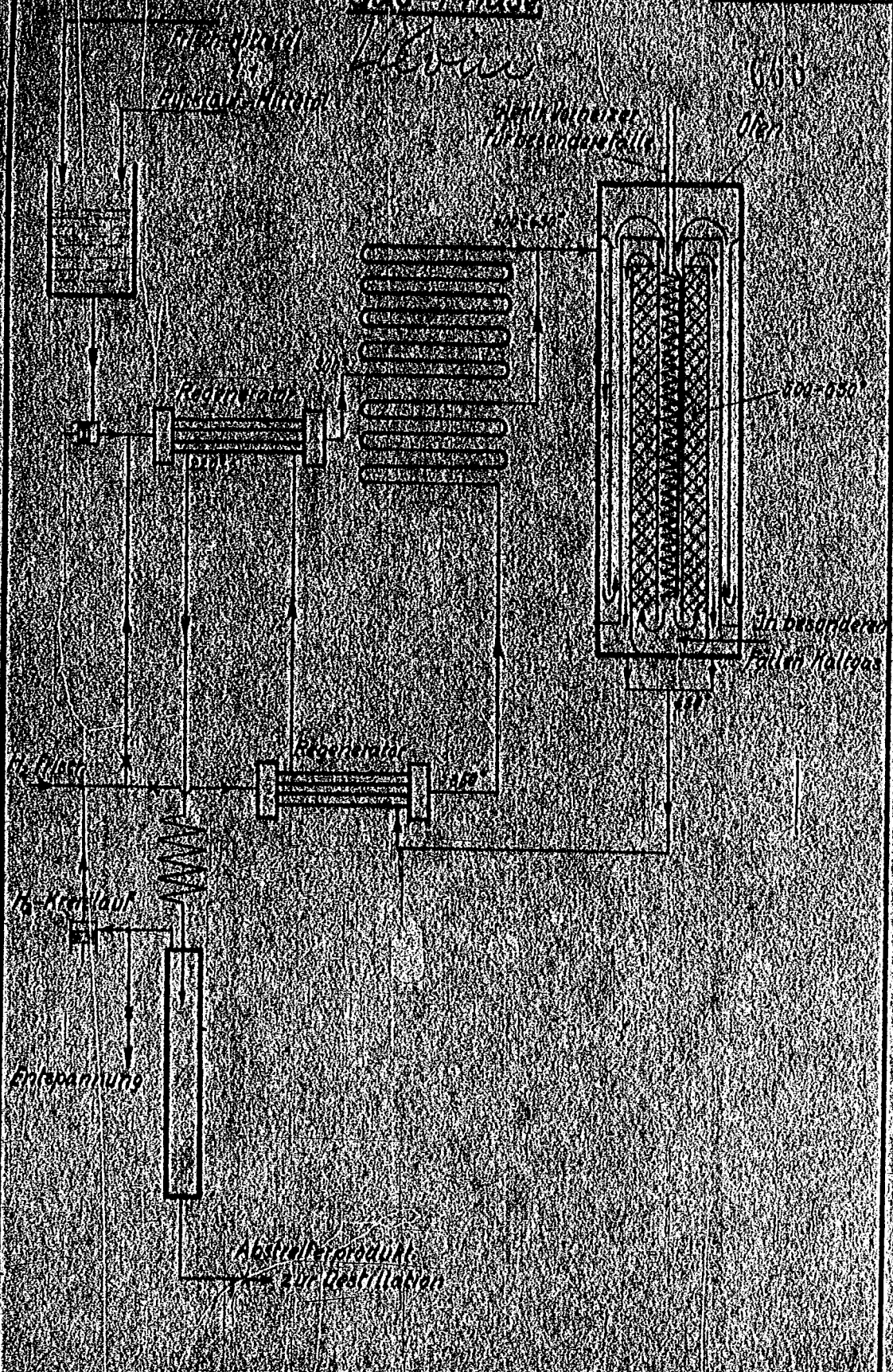
In Gasphase liefern bei der Kollieverarbeitung drei Kammern, in Gasphase eine Kammer. Es wurden 300 t Fortigbenzin pro Monat erzeugt. Der Abbau der Kohlesubstanz betrug etwa 91 %.

2 Anlagen: I Gasphase

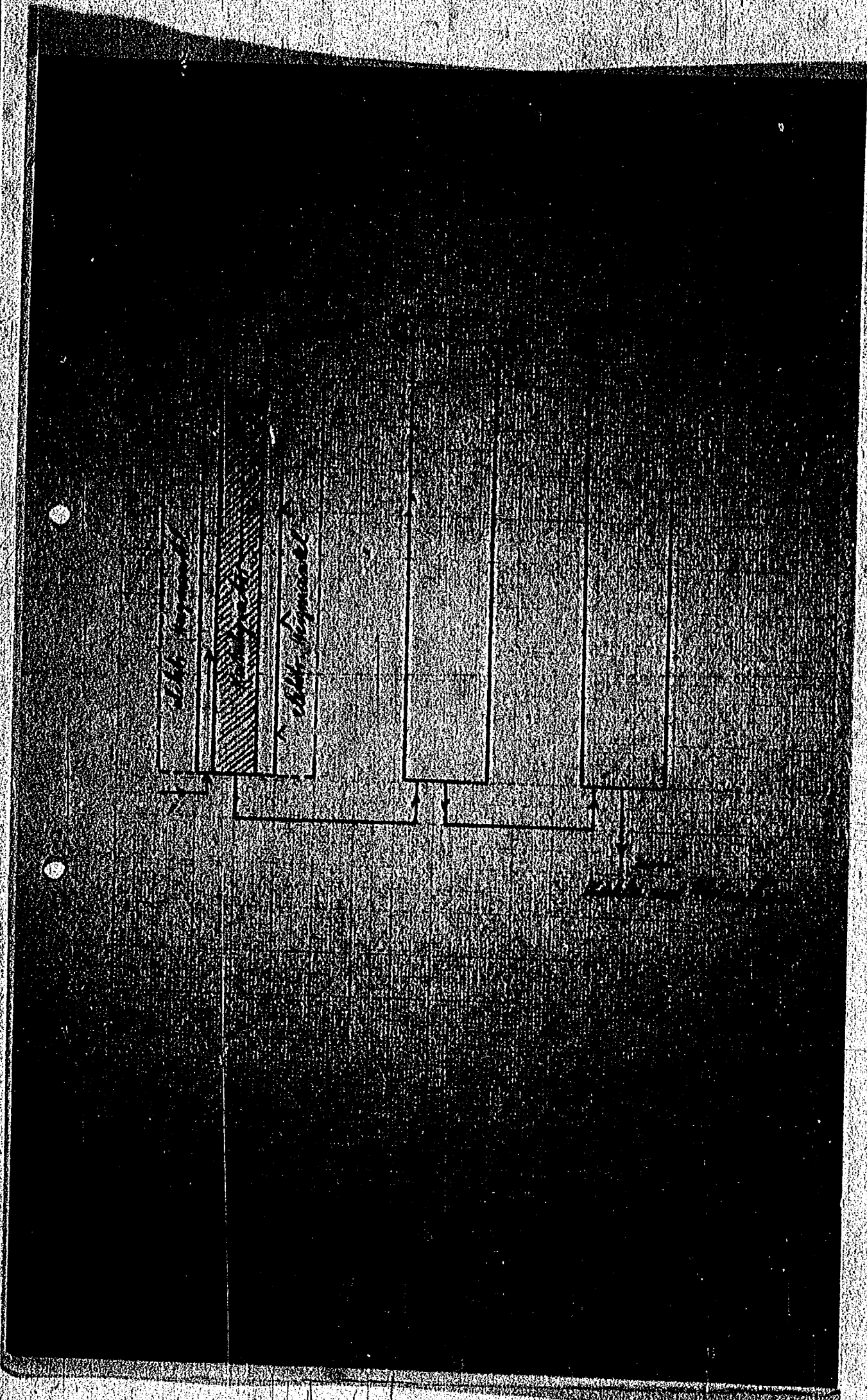
II alte Gasphase

Gas-Phase

Anlage Nr. 1



RSK 68 36 16



TITLE PAGE

5. Fischer-Synthese-Anlage Courrieres.
Fischer synthesis plant Courrieres.
Frame Nos. 667 - 671

Fischer-Synthese-Anlage Courrières-Kuhlmann.

Die Syntheseanlage wurde in den Jahren 1937/1938 für 80 Millionen Francs erbaut und steht zusammen mit einer Stickstoffanlage (Claude-Verfahren) und einer Methanolanlage (Fataut-Verfahren) in unmittelbarer Nähe einer Kokerei. In der Syntheseanlage sind etwa 120 Arbeiter beschäftigt. Die Anlage ist nach Stilllegung während der Kampfhandlungen seit August 1940 wieder in vermindertem Maßstab in Betrieb.

1) Produktion.

Die Normalproduktion der Anlage betrug:

900 t/Monat Syntheseprodukt.

Dies entspricht etwa 475 t/Monat Autobenzin -220°
285 t/Monat Gasöl
Rest Flüssiggas, Paraffine und Wachse.

Produktion im:

August 1940:	188 t Syntheseprodukt=ca. 97 t Benzin und 60 t Gasöl
Sept. 1940:	293 t " " =ca. 151 t " " 93 t "
Oktob. 1940:	400 t " " =ca. 207 t " " 127 t "

Gesamtproduktion
seit August 1940:

881 t Syntheseprodukt=ca. 455 t Benzin und 280 t Gasöl.

Die Erhöhung der Produktion ist zur Zeit mit grossen Schwierigkeiten verbunden. Einerseits wurden in der Kokerei durch die Abstellung während der Kampfhandlungen Schäden verursacht, wodurch die Kokerei erst etwa wieder in einem Jahr voll produktionsfähig wird. Da das Koksogas in der Syntheseanlage zum Einstellen

des richtigen CO : H₂ Verhältnisses benutzt wird, läuft die Anlage in Ermangelung dieses Gases praktisch fast mit reinem Wassergas, also mit ungünstigen CO:H₂-Verhältnis. Ausserdem konnten von den vorhandenen fünf Gasgeneratoren wegen Fehlens einer luftschutstechnisch notwendigen Zusatzeinrichtung drei Generatoren noch nicht angefahren werden. Die grösste Schwierigkeit liegt im hohen Alter des Katalysators, der bereits am Ende seiner normalen Betriebsdauer angelangt ist.

Die Beschaffung der notwendigen Kieselgursorte muss aus Deutschland erfolgen, wozu bereits Schritte eingeleitet sind. Nach Beschaffung von Kieselgur kann infolge der kleinen Kapazität der Katalysatorfabrik die Anlage erst im Laufe von 6-7 Monaten vollkommen mit neuem Katalysator versehen werden.

Die vorhandene Kraakanlage wird wegen Unwirtschaftlichkeit nicht benützt, da starker Gasölbedarf besteht und zu Benzinmischungen Bensol und Alkohol in genügender Menge zur Verfügung steht.

2) Erzeugungskosten.

Gestehungskosten für 1 kg Syntheserohprodukt bei normaler Produktion:

Synthesegas, ungereinigt	3,30 fr
Katalysator	0,50 fr
Dampf	0,02 fr
Strom und Wasser	0,08 fr
Kohle (Vorheizen der Feinreinigung)	0,06 fr
Unterhaltung und Reparatur	0,05 fr
Löhne	0,4 fr
Verwaltungskosten	0,4 fr
<u>Amortisation, Lizenz, Versicherung</u>	<u>1,50 fr</u> 1)
S u m m e	6,31 fr/kg Syntheserohprodukt

1) von uns geschätzt

Destillationskosten pro kg Benzin und Gasöl etwa: 0,20 fr.

Einzelpreise:

Koks	258 fr/t (ca. 4 kg Koks/kg Syntheserohprodukt)
Rohsynthesegas	0,30 fr/obm (11 obm/kg Rohprodukt)
Dampf	50 fr/t

3) Benzin und Gasöleigenschaften

Synthesebenzin (ohne Krackung):

spez. Gewicht	0,695
Oktanzahl Motormeth.	55-60
Dampfdruck	0,5 atm
Farbe	6' Saybold
Siedekurve:	
Beginn °C	41
*- 75°	30
*- 100°	50
*- 152°	80
*- 174°	90
Endpunkt °C	220
% Ungesättigte	ca. 30.

Gasöl:

spez. Gewicht	0,760
Siedebereich	200-340°
Cetanzahl	100
Stockpunkt	
im Winter	-5°
im Sommer	±0 bis + 5°.

4) Vorhandene Apparaturen und Lagerräume.

- 5 Gaserzeuger (Bauart Humphrey, Glasgow¹⁾) je 150 000 cbm Gas/Tag
- 1 Waschanlage für CO₂ (5 Wascher)
- 1 Waschreinigung (Sodalösung) für H₂S-Entfernung
- 1 Trockenreinigung mit Eisenoxyd (6 Behälter)
- 1 Feinreinigung zur Entfernung des organ. Schwefels (Eisenoxyd und Natriumkarbonat bei 200-300 °C, Lebensdauer 3 Monate)
- 25 Öfen (davon 1 Reserve), Kontaktvolumen pro Ofen 11 cbm = 2,5 t
- 4 Gebläse für 1 m Wasserkütle Druck
- 3 Luftgebläse für Gaserzeugung.
- 2 Kondensatoren
- 2 Wasserabscheider
- 5 A-Kohletürme zu je 20 cbm
- 1 Flüssiggaskompressor
- 1 Krackanlage (TVP) für 60 t/Tag Gasöl bei 18 atm Betriebsdruck (Baujahr 1937)
- 2 Pumpen für 18 atm
- mehrere drucklose Pumpen für Rücklauf
- 1 Stabilisierkolonne für 70 t/Tag (6 atm)
- 1 Abfüllanlage für Flüssiggas
- Athylisieranlage
- Kontaktfabrik für 10-12 t Monatsleistung
- 2 Tanks für Benzin zu je 600 cbm (davon einer in der Athylisierungsanlage) = 12 00 cbm
- 1 Tank für Gasöl : 600 cbm
- 1 Tank für Syntheserohprodukt.

1) Lizenz für Deutschland hat DEMAG.

5) Betriebs-technische Einzelheiten.

Zur Zeit sind, wie bereits oben ausgeführt, nur zwei Gas-
generatoren in Betrieb. Infolge Mangel an Koksogas hat das Gas
nicht die richtige Zusammensetzung. Von den 25 Öfen sind nur 12
in Betrieb, welche in zwei Stufen gefahren werden (8 Öfen Stufe I,
4 Öfen Stufe II). Der Durchsatz an Synthesegas beträgt 800-1000 cbm
pro Stunde und Ofen. Die Temperatur in der ersten Stufe ist 198°C,
in der zweiten Stufe 188-193°C. Der Druck^{des} durch die Reaktionswärme
erzeugten Dampfes ist 13-15 atm. Normale Laufzeit für den Kataly-
sator ist 150 Tage. Am 2.10.1940 hatte der eingebaute Katalysator
ein mittleres Alter von 140 Tagen. Die Ausbeute auf 1 cbm Idealgas
(85% des Synthesegases) bezogen beträgt normalerweise 100 g
Syntheserohprodukt, wegen des hohen Kontaktalters beträgt die
Ausbeute derzeit nur mehr 80 g, das heisst 68 g/cbm Synthesegas.
Das Gasöl wird nicht gekrackt, weil der dabei auftretende hohe
Verlust von 30 % wirtschaftlich nicht tragbar erscheint. Die
Destillationskolonnen der Krackanlage werden zur Zerlegung des
Syntheserohproduktes verwendet. Das Benzol wird bei 6 atm mit
3-5 % Verlust (einschliesslich Butan) stabilisiert.

Der Katalysator besteht aus Kobalt, Thorium und Kieselgur.
Die Katalysatorfabrik arbeitet derzeit einen Vorrat von 10 t
Kieselgur auf. An Kobalt sind noch 2 t Vorrat vorhanden. Die
Beschaffung von Kobalt und Thorium aus Frankreich scheint keine
Schwierigkeiten zu bereiten.

TITLE PAGE

6. Analysen von Benzinien aus Béthune und Liévin.

Analyses of gasolines from
Béthune and Liévin.

Frame Nos. 672 - 674

672
Jungfer
M. W.
14

Analyse von Benzin (aus Béthune und Liévin)

	Originalproben		Redestilliert -65°		546 Teile Béthune 497 Teile Liévin
	Béthune	Liévin	Béthune	Liévin	
Spez. Gew. b. 15°	0,831	0,830	0,823	0,805	0,814
Anilinpunkt I	-13,1 ber.	-2,1 ber.	-11,0 ber.	-3,8	-6,0 ber.
" II	+47,0	+47,8	+47,2	+47,8	+47,7
Cu-Streifen			gut	schwach. Farben- anlauf	gut
Cu-Schale ohne Pb	-	-	-	-	0,0
" " +0,12 Pb	-	-	4,3	5,5	4,1
Bokortest			negativ	negativ	negativ
Brechungsvermögen					
Jodzahl	5,9	6,4	5,2	6,5	4,3
Dampfdruck			0,222	0,335	0,310
AS'M, Siedebeginn	68°	59°	72°	52°	53°
* -60°	-	-	-	1,0	0,5
* -70°	-	2,0	-	3,0	2,0
* -80°	1,0	6,0	1,0	9,5	6,0
* -90°	2,0	11,0	5,0	19,0	14,0
* -100°	11,0	18,0	17,0	36,0	27,0
* -110°	23,0	26,0	33,5	54,0	47,0
* -120°	37,0	35,0	54,0	66,0	61,0
* -130°	48,0	42,0	71,0	76,0	72,0
* -140°	61,0	48,0	84,0	84,0	83,5
* -150°	68,0	56,0	91,7	91,0	90,0
* -160°	77,0	63,0	96,0	95,0	94,5
* -170°	86,0	69,0	-	-	-
* -180°	95,0	82,0	-	-	-
* -190°	99,0	98,0	-	-	-
* -200°	-	98,5	-	-	-
Endpunkt °/°	190/99,0	204/99,0	166/98,0	171/98,0	170/98,0
Rückstand %	0,5	0,6	1,2	1,2	1,2
Verluste %	0,5	0,4	0,8	0,8	0,8
Bombentest +0,12 Pb	ohne Ab- fall	ohne Ab- fall	ohne Ab- fall	ohne Ab- fall	ohne Ab- fall
Glasschale vor Alterung	8,4/6,1	4,5	0,2	0,3	1,1
nach Alterung	16,0/13,6	13,1/9,8	15,8/6,3	17,6/8,8	7,0

1) Mischung im Anfallverhältnis

	Originalproben		Redestilliert -165°		
	Béthune	Liévin	Béthune	Liévin	546 Teile Béthune 497 Teile Liévin
Bombentest ohne Pb					ohne Abfall
Glasschale vor Alterung					0,0
Glasschale nach Alterung					4,5
Oktanzahl:					
Research			93,5	88,5	91,5
" +0,12 Pb			105,5	103,0	103,0
Motor			79,5	77,0	78,5
" +0,12 Pt			92,5	92,0	92,0
Zusammensetzung:					
% Paraffine	8,0	11,5	8,5	11,5	10,5
% Naphthene	25,0	32,0	27,0	36,0	29,0
% Aromaten	65,0	54,5	63,0	50,5	58,5
% Ungesättigte	oa. 2,0	oa. 2,0	1,5	2,0	2,0
Bei Redestillation:					
-165°	73,0	60,2			
>165°	26,8	39,5			
Verluste	0,2	0,3			

Anilinpunktskurven der Benzine aus Béthune und Liévin

Benzin von Liévin.

Fractionen	Gew. %	Spez. Gew. /15°	A. P. I	A. P. II	% Aromate
- 75°	9,2	0,709	+27,7 ohne M.	+48,5	21,5
75-100°	18,1	0,794	+29,0x (+0,3)	+43,2	45
100-120°	10,5	0,809	+27,0x (-4,3)	+47,7	54,5
120-140°	9,5	0,821	+25,8x (-6,7)	+52,2	62,0
140-160°	9,2	0,833	+26,7x (-4,9)	+53,0	60,5
160-180°	15,4	0,856	+27,7x (-2,9)	+50,6	62
180-200°	22,5	0,881	+24,2x (-9,9)	+49,7	63,5
über 200°	5,5	0,923	+17,8x (-22,7)		

Benzin von Béthune.

Fraktionen	Gew.-%	Spez. Gew. /15°	A. P. I	A. P. II	%Aromaten
75°	-	-	-	-	-
75-100°	22,7	0,775	+3,6	+44,7	42,5
100-120°	15,3	0,817	+22,6x	+46,2	64
120-140°	16,2	0,834	+16,2x	+53,6	78
140-160°	14,0	0,846	+17,3x	+53,1	76
160-180°	24,2	0,872	+19,2x	+51,4	73
180-184°	4,0	0,885	+19,2x	+48,0	70
über 184°	3,4	0,905	-13,1	-25,9	-23,7
			-20,7	-19,1	

TITLE PAGE

7. Benzinierung von B-Mittelöl aus
Gardanne-Lignite-Kohle,
Benzination of B-middle oil from
Gardanne lignite coal.

Frame Nos. 675 - 686

207
1. April 1938 Mo/Fe
fr. J. J. J.

Benzinierung von B-Mittelöl aus
Gardanne-Lignite-Kohle.

673

In Gegenwart einer französischen Kommission wurde die Benzinierung eines über Eisen-Wolfram-Katalysator vorhydrierten Mittelöls aus französischer Gardanne-Lignite-Kohle vorgeführt. Verwendet wurde ein 500 ccm Gasphaseofen mit fest angeordnetem Katalysator 6434. Zur restlosen Erfassung des Gasbenzins wurde das Ofengas durch A-Kohletürme, das Produktgas durch Tiefkühlfässer geleitet. Die genaue Beschreibung der Anordnung und der Stabilisierung der Anfallprodukte befindet sich in der Anlage I. (Gasbenzingewinnung bei der Benzinierung in kleinen Ofen und Herstellung von stabilisiertem Benzin, Bericht vom 1. 3. 38 Dr. Mohr No. 12524 1). Bilanzen wurden jeweils über 24 Stunden genommen, ermittelt wurden die Benzinleistung und die Ausbeute an stabilisiertem Benzin, bezogen auf umgesetztes Mittelöl. Das butenfreie stabilisierte Benzin wurde für jede Bilanz allein und in Mischung mit einer dem Benzinanfall des Vorhydrierungs-ofens entsprechenden Menge Vorhydrierungsbenzin sowie einer entsprechenden Menge an Gasbenzin aus der Sumpphase untersucht.

In Gegenwart der französischen Kommission wurden 4 Bilanzen an aufeinanderfolgenden Tagen genommen (I - IV). Die während der Bilanzen anfallenden Produkte wurden einmal für sich untersucht, einmal vereinigt und einmal in Mischung mit Vorhydrierungs- und Sumpgas-Benzin. Die Ergebnisse sind in Zahlentafel 1 und 2 zusammengestellt. Außerdem ist die Gesamtbilanz der in Anwesenheit der französischen Kommission gemachten vier Bilanzen in Anlage II zusammengestellt.

12709

Die Einspritzprodukte hatten folgende Eigenschaften:

<u>verhydriertes Mittelöl:</u>		<u>Rückführungsöl von Benziniierungsöfen:</u>
spez. Gewicht	0,887	0,822
Anilinpunkt °C	+ 24,5	+ 48,5
Siedebeginn °C	173	160
% - 180°	3,5	58
% - 225°	36	91
% - 250°	55	96,5
% - 275°	75	
% - 300°	92	
Endpunkt °C	324/99	261/98,7
% Phenole	0,2	

Der Ofen wurde zunächst im geraden Durchgang (Bilanz 1 und 2) und anschließend mit Rückführung gefahren. Das Rückführverhältnis betrug zunächst 3 : 1. Für die vier Vorführungsbilanzen wurde das Verhältnis gesteigert, sodaß eingesetztes Rückführöl und Mittelölanfall weitgehend gleich wurden. Während der Versuche wurde dem Nullgas laufend H_2S zugefügt in einer Menge von 0,5 %, bezogen auf Gesamteinspritzung. Der Gesamtdruck betrug 250 Atm, der Partialdruck etwa 13 Atm.

Mit Durchsatz 1,1 und einem Verhältnis Gas : Öl = 1,8 : 1 blieb der Ofen bei 20,4 - 20,6 M.V. über 30 Tage konstant, wie aus der Kurve des Versuchsverlaufs hervorgeht. Die Temperatur wurde in den angegebenen Grenzen laufend nach dem spezifischen Gewicht am Ofen reguliert, das zum Schluß 0,750 - 0,752 betrug. Unter diesen Bedingungen fiel mit einer Leistung von 0,60 ein Benzin mit einer Ausbeute von 84,4 % auf

umgesetztes Mittelöl an (Anlage II: Gesamtbilanz der vier Bilanzen in Anwesenheit der Kommission). Das in den vier Bilanztagen insgesamt anfallende Benzin hatte folgende Eigenschaften:

spezifisches Gewicht	0,739
Anilinpunkt °C	47,5
Dampfdruck	0,410/38°
Siedebeginn °C	51
% - 60°	1,5
% - 70°	13
% - 75°	21
% - 80°	29
% - 90°	42
% - 100°	55
% - 110°	67
% - 120°	78
% - 130°	87
% - 150°	97
Endpunkt °C	152
Cu-Streifen	gut
Farbe	weiß
Geruch	keiner
Elementaranalyse:	
C	85,38 %
H	14,44 %
O	0,15 %
N	0,03 %
S	Spuren

Der französischen Kommission wurde eine Probe der Endmischung aus dem Anfall der vier aufeinanderfolgenden Bilanztage (I - IV) gegeben. Die Mischung war hergestellt aus :

- 7 592 g Vorhydrierungsbenzin von Ofen 315
- 17 659 g Benzin von Ofen 15
- 748 g Sumpphasen-Gasbenzin

Die Untersuchung dieser Probe ist im folgenden den von den Franzosen geforderten Spezifikationen gegenübergestellt:

Zahlentafel 2

	Französische Forderungen	Untersuchung d. Endprobe:
Spezifisches Gewicht/15°	≥ 0,780	0,739
Dampfdruck / 38°		0,437
100 . Dampfdruck + % -75°	≤ 70	65,2
Dokortest		negativ
S-Gehalt	max. 0,15% gebunden	0,002
Corrosion		ohne
H ₂ SO ₄ - Test		besser als 1
Jodzahl		2,68
Kälteverhalten	≤ -45°	unter -55° minimale Trübung
Wassergehalt		ohne
Reaktion	neutral	neutral
Gum (Cu-Schale)	< 6 mg/100 ocm	0,9 mgr/100 ocm
Siedebeginn °C		48
% - 60°	10 % oder weniger	3,5
- 70		15
- 75	10 % - 28 %	21,5
- 80		29
- 90		41
- 100	50% oder mehr	57
- 110		70
- 120		80,5
- 130		90
- 140		95
- 150	90% oder mehr	
Endpunkt °C	max. 180°	149/98,5
Rückstand	max. 2%	1,0
Verlust	max. 2%	0,5
Oktanzahl (Norm Air 1090)	mind. 70	73,5 (Mot. 72,5) (80D 76)
+ 0,08 % Blei-tetraäthyl	mind. 85	89,0 (Mot. + Pb 88) (80D+Pb 93)
Farbe	weiß	weiß

Zusammenfassung:

Über Fe-W-Katalysator vorhydriertes Mittelöl aus Gardanne-Lignite wurde in einem 500 ccm-Ofen mit Katalysator 6434 benzinisiert. Der Ofen lief ca. 3 Wochen mit konstanter Leistung von 0,6. Die über 24 Stunden durchgeführten Bilanzen ergaben eine Ausbeute an Benzin auf umgesetztes Mittelöl von 84-85%; bei vier dieser Bilanzen war eine französische Kommission anwesend. Die Durchschnittsausbeute dieser 4 Tage betrug 84,4 %. Das Benzin hatte das spezifische Gewicht von 0,739 und war in den Testen einwandfrei. Die Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin und dem Gasbenzin der Sumpphase ergab ein in jeder Beziehung den von der französischen Kommission gestellten Anforderungen entsprechendes Benzin mit der Oktanzahl 71,5 nach Notormethode (+ Pb = 88) und 73,5 nach französischer Methode (89 mit Pb). Die Kommission erhielt eine kleine Probe des in ihrer Anwesenheit hergestellten Benzins der Benzinierungsstufe und eine 15 Ltr.-Probe der daraus hergestellten Endmischung.

Gemeinsam mit:
Dr. Peters,
Dr. Montfort,
Dr. Grassl,

gez. Mohr,
" Simon.

Anlagen.

	1	2	4	5	5a x)	6	7
Datum	16/17.2	19/20.2	24/25.	27/28.	Misch.	20/1.3.	21.4.
Bedriebsstunden	124	220	350	422	65,5 T	446	414
Temperatur	20,5	20,0	20	20,4	32 T		
Durchsatz	1	1	1,1	1,1	2,5 T	1,1	1,1
Gas : Öl	2:1	2:1	1,8:1	1,8:1		1,9:1	1,8:1
Fahrweise	gerad. Durchg.	gerad. Durchg.	Rückf.	Rückf.		Rückf.	Rückf.
spez. Gew. Anfall	0,739	0,740	0,754	0,740		0,741	0,746
Benzinleistung	0,60	0,61	0,55	0,63		0,59	0,6
Benzinkonz.	63	60	53	65			61
Benzinausbeute	64	62	63	62,2		62,5	67
Vergasung als Öl %	15	-	16	18		15	13
Dampfdruck	0,47	0,404	0,49	0,475			0,442
D. Z. Franz. Methode			73,5		73,5		
" " + 0,08 Pb					83		
" " 800 Methode	76,5	77,3	76	79	76		
" " 800 + 0,08 Pb	94	95,5		95,5	92		
Kator-Methode + Pb							
% Aromaten	7,5	6,5		6	9,5		
% Naphthene	51	52			50		
% Paraffine	41	41			39,5		
% - 60°	4	4		6	2,5		4
% - 75°	21	24	12	27	20,5		25
% - 100°	57	59	52,5	62	60		50
Siedpunkt °C	140	147	147	146	149		150
spez. Gewicht B:	0,738	0,732	0,744	0,730	0,738		0,732
Anilinpunkt °C	45,5	44	40,7	48,2			49
Taste:							
Cu-Streifen	stwan anlauf- farbe	otwan anlauf- farbe	gut	gut	gut		gut
Dokortest	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.		neg.
Bemerkungen	2% O ₂	2% O ₂	3% O ₂				

x) Mischung: Bl.-Ofen 15 + Vorhydrierungsbenzin + Sumpfpenten
 xx) siehe Anlage = Bilanz 13.

Anlage 1 :

681

Bericht Dr. Mohr vom 1. März 1938 No. 12524 1 :

Gasbenzingerwinning bei der Benzinerung in kleinen
Ofen und Herstellung von stabilisiertem
Benzin.

Anlage 3

682

(Benzinierung von D-Mittelöl aus Gardanne-Lignite)

Bilanz Nr. 13 mit getrennter Anfallaufarbeitung am 9.-10. 3. 1938:

Bei der letzten Bilanz wurde einmal das am Ofen anfallende Produkt in normaler Weise untersucht, andererseits die aus Ofengas und Produktgas anfallenden Kohlenwasserstoffe getrennt zerlegt, um einen Überblick über die Verteilung der einzelnen KW-Arten zu bekommen. Die 24-Stunden-Bilanz sah wie folgt aus:

Einfüllung: 8 424 gr Frischöl
 4 776 gr Rückführöl
 13 200 gr

<u>Anfall:</u>		N°01	Bl stab.	O ₅	O ₄	O ₃ - 3
Ofenprodukt	12 200	4 750	5 938	742	650	130
Tiefkühlkondensat aus Produktgas	1 030			370	640	
Gasbl-Ofengas (aus A-Kohle T.)	379			154	220	
Ofengas	336			6	20	315
Produktgas	60					60
Sa.	14 005	4 750	5 938	1 272	1 530	505
			<u>1 272</u>			
			7 210			

Ergebnis:

Rohausbeute 106 %
 Ausbeute an Benzin/umgesetztes Mittelöl: 85 %

Im Gesamtanfall sind enthalten:

O ₁₋₃ :	3,8 %	} 15,4 % Vergasung
O ₄ :	11,6 %	
O ₅ :	10 %	
höhere :	75 %	

⊙ Aufgeteilt nach Anfallarten in % der Kohlenwasserstoffe:

	Im Produkt	Produktgas	Ofengas
O ₁₋₃	1,6 %	5,8 %	43,3 %
O ₄	5,3 %	99 %	33,6 %
O ₅	10,4 %	34 %	22,4 %
Rest	82,7 %	1,5 %	0,7 %

Daraus ergeben sich folgende Zahlen:

⊙ Je 1 kg Abstreiferprodukt: Ofengas 1970 Ltr.
Produktgas 71 "

Im Ofengas/1 kg sind 1942 Ltr. H₂ mit einem Partialdruck, 247 At
enthalten: bez. auf 250 atm. von

15,2 "	O ₁₋₃	1,93 "
8,2 "	O ₄	1,04 "
4,3 "	O ₅	0,546 "
32,5 "	H ₂	0,457 "
2,95 "	O ₁₋₃	0,0415 "
21,8 "	O ₄	0,305 "
10 "	O ₅	0,141 "

Im Produktgas sind enthalten:

In 1 kg Abstreifer sind gelöst:

6,4 Ltr. O₁₋₃
22,1 " O₄
423 " O₅

684

Löslichkeit bei 250 Atm.:

1) H₂ 32,5 Ltr. 0,132
2) O₁₋₃ 9,35 " 4,85
3) O₄ 43,9 " 42
4) O₅ 433 " 790

"Dynamische"
"Organische Löslich-
keit" 1/kg/Atm.

Löslichkeit bei 1 Atm.:

1) O₁₋₃ 4,15 % = 0,0415 Atm. - 154
2) O₄ 30,5 % = 0,305 " - 72,5
3) O₅ 14,1 % = 0,141 " - 3000

"Statische Lös-
lichkeit" 1/kg/Atm.

Untersuchung des unstabilierten Ofenprodukts:

a. Benzin -145° nach roher Abtrennung des Gaabenzins:

spezifisches Gewicht	0,739	Fraktionen:
Anilinpunkt °C	47,8	80-100° 0,729/47,2°
Dokortest	negativ	110-140° 0,768/45,2°
H ₂ SO ₄ -Test	1	
GU-Streifen	gut	
Dampfdruck	0,462/38°	
Siedebeginn: °C	52	Klopffwerte:
% - 70°	18,2	Motormethode 71,5
% - 75	16,5	" + Pb 88,5
% - 100	53,0	
% - 120	76,5	
Endpunkt °C	154	

-4-

Paraffine	44 %
Naphthene	49,5%
Aromaten	5,5%
Ungesättigte	1 %

685

b. Rückfuhrmittelöl >145°

spezifisches Gewicht	0,817
Anilinpunkt °C	49,6
% - 170°	36,5
% - 200°	83
% - 250°	97
Endpunkt °C	260
Fraktionen:	
140-180°	0,810/49
180-210°	0,822/49,2
210-230°	0,838/52,1

01.11.1970

1970
11.11.1970

Bestimmung des D-Wertes des Quarzite (K 1125)

Quarzite (K 1125)

11.11.1970

1. 100
2. 100
3. 100
4. 100
5. 100
6. 100
7. 100
8. 100
9. 100
10. 100
11. 100
12. 100



Blau

P

0

TITLE PAGE

8. Katalytische Druckhydrierung von
Gardanne-Kohle in Kleinversuchen in
Ludwigshafen/Rhein.
Catalytic pressure hydrogenation
of Gardanne coal in small scale
experiments at Ludwigshafen/
Rhine.

Frame Nos. 687 - 695

Hochdruckversuche
In 558

207 14. März 1938 Do/Py. 6874
J. Müller

Katalytische Druckhydrierung von Gardanne-Kohle
in Kleinversuchen in Ludwigshafen/Rhein.

In Gegenwart der Herren Lévy und Besson seitens der französischen Kommission und der Herren van't Spijker und Plum von der I. H. E. O. wurde in den Kleinversuchen in Ludwigshafen a/Rhein Lignite-Gardanne durch katalytische Druckhydrierung zu Benzol verarbeitet.

Die in einer Menge von 20 t aus Frankreich übersandte Kohle wurde in feingemahlenem Zustand in einer Menge von etwa 110 kg/Tag gemeinsam mit Anreiböl und in Gegenwart von Katalysatoren der Druckhydrierung in Sumpphase unterworfen und dabei in ein Mittelöl und Benzol (Sumpphasemittelöl und Sumpfbenzol) umgewandelt. Die Produkte des Sumpphaseofens wurden durch Destillation, Schläudern und Schwelen aufgearbeitet.

Das in der Sumpphase erhaltene Öl wurde auf zwei verschiedene Weisen weiter verarbeitet:

a) Das Mittelöl wurde mit dem zugehörigen Sumpfbenzol einerseits in einem sogenannten Vorhydrierungs-ofen vorhydriert und das erhaltene Produkt in Benzol und Mittelöl zerlegt. Dieses Mittelöl wurde in einem weiteren Ofen völlig in Benzol umgewandelt und gemeinsam mit dem aus den Vorstufen stammenden Benzol zu fertigem Fliegerbenzol nach der übergebenen französischen Norm Air 3401 gemischt.

b) Das Sumpphasemittelöl (ohne das Sumpfbenzol) wurde in einem Aromatisierungs-ofen in ein bei 200° abgeschnittenes aromatenreiches Benzol umgewandelt. Das bei 150° abgeschnittene Sumpfbenzol wurde getrennt für sich allein chemisch raffiniert.

19/3/38

Durchführung der Versuche:

Die Herren der französischen Kommission konnten während ihrer Anwesenheit den Weg der Kohle von der Rohkohle bis zum Einsatz in den Sumpfofen und die dort erfolgende Umwandlung in Mittelöl verfolgen. Ebenso konnten sie die Umwandlung des Mittelöles bzw. Sumpfbenzins in Vorhydrierungsbenzin, Fliegerbenzin und Aromatisierungsbenzin beobachten. Dabei wurden die Versuche in Sumpffphase und Gasphase in je vier aufeinanderfolgenden Tagen einzeln bilanziert und die vier Einzeltage zu einer Bilanz vereinigt.

Die Herren waren während dieser Zeit bei den Versuchen anwesend, insbesondere waren sie während je einer Versuchsperiode von 24 Stunden für den Sumpfofen und die drei Gasphaseöfen anwesend. Die während dieser Periode in Gegenwart der französischen Herren gezogenen Proben und Produkte wurden versiegelt aufgehoben und in Gegenwart der französischen Herren analysiert.

Ausser den Ergebnissen der Analysen der verschiedenen Proben, die während der 4 Vorführungstage genommen worden sind, wurden Angaben gemacht über Eigenschaften von Eingangs- und Anfallprodukten aus vorhergehenden Perioden.

Ausserdem wurde eine etwa 4 Wochen zurückliegende Bilanz des Sumpfofens vom 11.2.1938 gegeben.

Diese Angaben ermöglichen es den französischen Herren, sich ein Bild zu machen über die Konstanz des Verlaufes der Hydrierung.

(Ces renseignements devaient permettre à MM Lévy et Bosson de se rendre compte des conditions de constance de marche obtenues.)

Ergebnisse:

Die Verarbeitung der Kohle (Analyse vgl. Anlage 1) in der Hydrierung in den einzelnen Stufen ergab die in folgender Tabelle zusammengestellten Werte:

	% Mittelöl	% Benzol	% Gasben- zin	% Gesamt
Sumpffase % auf Reinkohle	53,5	7,9	2,5	62,5 ¹⁾
Vorhydrierung % auf S-Mittelöl und S-Benzol	69,3	25,1	(0,4)	94,4 (94,8)
Benzinierung % auf Vorhydr. Mittelöl		84,4	-	84,4
Aromatisierung % auf S-Mittelöl		79,8	-	79,8

a) Eigentliche Benzinherstellung

Bei Aneinanderreihung der einzelnen Stufen wurden für die Fliegerbenzinherstellung (Analyse vgl. Anlage 2) folgende Ausbeuten erhalten:

100 kg Reinkohle

- Sumpffase
- 1,5 kg Gasbenzin
- 62,3 kg S-Mittelöl + S-Benzol
- Vorhydrierung
- 15,7 kg Benzin
- 42,3 kg Mittelöl
- Benzinierung
- 35,7 kg Benzin

Endausbeute: 52,5 kg Fliegerbenzin

1) In Sumpffase allein, ohne zugehörige Aufarbeitung, wurde eine Ausbeute von 66,3% Mittelöl und Benzin auf Reinkohle erhalten.