

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Gewinnung von Dieseltriebstoff und Heizöl aus Braunkohlenteerölen.

II. Bericht.

(I. Bericht vom 26. Juli 1938).

Für weitere Versuche standen folgende Teere zur Verfügung:

1. Druckvergasungsteer aus Böhlemer Kohle, in Hirschfelde vergast, geliefert von der Lurgi am 23.7.1938 in Fass L.W. 148 im Folgenden bezeichnet als Böhlemer Teer L.W. 148.
2. Druckvergasungsteer aus Hirschfelde, geliefert von der Lurgi in Fass L.W. 153, im Folgenden bezeichnet als Hirschfelder Teer L.W. 153.
3. Teer aus dem Vortrockner der Babing-Gleichstrom-Anlage in Ruhland, geliefert von der Babing mit Schreiben vom 31.8.38.

I. Böhlemer Teer L.W. 148.

1. Destillation. Die unter Normaldruck und unter Vakuum erzielten Destillationsausbeuten sind in Tafel 614 angegeben. Die analytischen Daten des originalen Teeres und der Destillate enthält Tafel 616 auf der linken Seite.

2. Entparaffinierung. Die Entparaffinierung der Destillate war mit Aceton (s. Tafel 615) leicht durchführbar. Bei Versuch, an Stelle von Aceton Mischungen von Methanol + Hydriertessin bzw. Methanol + AK-Bensin als Entparaffinierungsmittel anzuwenden, führte zu weniger günstigen Ergebnissen, da bei gleichen Arbeitstemperaturen schlechtere Paraffinausbeuten und höhere Stockpunkte des entparaffinierten Öles erhalten wurden.

3. Raffination. (s. Tafel 616). Für die Raffination durch Selektivbehandlung hat sich von den untersuchten Lösungsmitteln eine Mischung von Methanol + Benzol am besten bewährt, wobei zwischen AK-Benzol und Hydrierbenzol keine wesentlichen Unterschiede gefunden werden konnten. Ein Zusatz von Wasser in Höhe von 5 - 10% des Öles hat sich als erforderlich zur richtigen Zwei-Schichten-Bildung als ~~erforderlich~~ erwiesen. Versuche, anstelle von Wasser eine wässrige Formaldehydlösung zu verwenden und dadurch die Raffinationswirkung zu steigern, waren ohne Erfolg.

4. Nachbehandlung des Raffinates. Die Raffinate, die durch die Selektivbehandlung aus dem entparaffinierten Feerdestillat erhalten wurden, entsprachen in ihren analytischen Daten noch nicht ganz den Vorschriften. Da die störenden Anteile im wesentlichen in den höchsten Fraktionen enthalten sind, wurde durch Destillation die Fraktion bis 360° abgenommen, welche mit ROH-Öl mischbar ist und in Mischung mit ROH-Dieselöl einen testgerechten Dieselmotortreibstoff darstellt. Die Ausbeute ist befriedigend. Der hierbei erhaltene Rückstand über 360° wurde zum Extrakt gegeben, welcher als Heizöl Verwendung finden soll. Die analytischen Daten der Raffinate und Extrakte sind in Tafel 618 zusammengestellt.

Es ist ferner gelungen, durch Nachbehandlung mit Feinreinigungsmasse eine beträchtliche Verbesserung von Farbe und Geruch des Dieselöles zu erzielen, wie aus Tafel 619 ersichtlich ist.

Weiterhin wurden durch Herrn Dr. Goebel (vergl. dessen Bericht vom 26.9.38) Versuche durchgeführt, um durch eine Behandlung des Raffinates mit $AlCl_3$ aus den hochsiedenden Anteilen Schmieröle zu gewinnen unter gleichzeitiger Nachraffination der Dieselölanteile. Die Versuche haben bis jetzt noch nicht zu einem befriedigenden Ergebnis geführt, sollen jedoch fortgesetzt werden, sobald aus den in Vorbereitung befindlichen großtechnischen Versuchen grössere Mengen Raffinate zur Verfügung stehen, die ein besseres Ergebnis erwarten lassen.

5. Ausbeuten. Nach vorliegenden Versuchen werden sich die Ausbeuten aus dem Böhloner Teer L.V. 148 bei Verarbeitung nach vorstehender Arbeitsweise folgendermassen ergeben:

a) Bensen	5,0 Gew.-%	}	83,5
b) Paraffin	7,0 "		
c) Dieseltreibstoff	26,0 "		
d) Heizöl	45,5 "		
e) Koks, Gas u. Verlust	16,5 "	}	Koks 10,1 Gas 2,4 Verl. 4,0
	100,0 "		

Der unter e) angegebenen Posten für ~~Verlust~~ Koks + Gas ist in der Hauptsache durch die Normaldruck-Destillation bedingt. Durch eine Vakuum-Destillation wird dieser Betrag erniedrigt werden können. Der Verlust-Anteil von 4% wird im Betrieb sich ebenfalls erniedrigen.

II. Hirschfelder Teer L.V. 151.

1. Destillation. (s. Tafel 620). Die Destillationsausbeuten betragen

a) bei Normaldruck-Destillation aus Eisenblase bis auf Koks	62,6 Gew.-% flüssige Produkte
b) bei der Gross-Destillation in Frankfurt unter Hochvakuum bis auf Koks (vergl. Bericht v. 6.9.38)	94,0 " " "
c) bei Labor-Vakuum-Destillation aus Glasapparaten bis auf Pech und nachfolgender Normaldruck-Destillation des Peches bis auf Koks	90,8 " " "

Die Vakuum-Destillation ergab also eine um rund 1% höhere Ausbeute an flüssigen Destillaten.

Die analytischen Daten des originalen Teeres und der Destillate sind in Tafel 623, linke Spalte, zusammengestellt.

2. Entparaffinierung. (s. Tafeln 621 und 622). Das ~~Kr...~~ Entparaffinierungsversuche ist:

20101

4 1079

- a) Aceton ist auch hier als Entparaffinierungsmittel den anderen untersuchten Stoffen überlegen gewesen, sowohl was Entparaffinierungszeit als auch was Beschaffenheit der erhaltenen Produkte - Paraffingatsch und entparaffinierter Teer - anlangt.
- b) Das Destillat aus der Dornaldruck-Destillation a) liess sich erheblich besser entparaffinieren als die beiden Vakuumdestillate aus b) und c). Diese Tatsache ist wohl auf den grösseren Gehalt der Vakuum-Destillate an Asphalt-Stoffen zurückzuführen.

3. Raffination. (s. Tafel 623). Die Raffination mit AK-Pennisin und Methanol ergab bei befriedigender Ausbeute ein testgerechtes Dieseldkraftstoff-Raffinat, wenn man dessen hochsiedende Anteile über 360° abnahm und zum Heizöl gab. Der noch etwas zu hohe Gehalt an Asphalt aus dem Verkokungstest nach Hagemann-Hammerich wird in Mischung mit KOH-Dieseldkraftstoff auf die zulässige Maximalgrenze von 2% herabgedrückt. Diese Vermischung ist schon infolge der unbefriedigenden Cetanzahl des Raffinates von ca. 27 erforderlich.

4. Ausbeuten. Die Ausbeute an Dieseldkraftstoff ist gegenüber dem Böhlemer Teer L.W. 148 geringer, da der Kirschfelder Teer bedeutend mehr Phenole und Asphaltstoffe enthält. Die Ausbeutezahlen werden nach vorstehenden Versuchen betragen:

a) Dieseldkraftstoff	21,5 Gew.-%	} 94,0
b) Heizöl	66,0 "	
c) Paraffin	6,5 "	
d) Koks, Gas u. Verlust (2,7) (3,3)	<u>6,8</u> "	
	100,0 Gew.-%	

III. Babiag - Teer.

Der Babiag-Teer, über den bereits am 4. Oktober 1938 berichtet wurde, gab ebenfalls mit Aceton die günstigsten Entparaffinierungsergebnisse, wie die in Tafel 624 zusammengestellten Versuche zeigen. Als fast so gut geeignet hat sich hier eine Mischung aus 90 Teilen Benzol und 70 Teilen Toluol erwiesen.

IV. Teer aus Borkener Kohle.

Mit dem Teer aus Borkener Kohle L.W. 129/130, über den bereits am 28. Juli 38 berichtet worden ist, wurden nachträglich noch einige Entparaffinierungsversuche durchgeführt. Auch hier hat sich Aceton den anderen Lösungsmitteln gegenüber überlegen erwiesen. (s. Tafel 625).

V. Weitere Versuche.

Zur Zeit sind in Zusammenarbeit mit der Edelaan-Gesellschaft Berlin Versuche im Gange, bei welchen SO_2 als Entparaffinierungsmittel und als Raffinationsmittel Anwendung findet. Die bis jetzt durchgeführten Vorversuche haben ergeben, dass die Entparaffinierung mit SO_2 leicht möglich ist und wahrscheinlich auch im originalen Teer erfolgen kann. Auch die Raffination kann, wie die Versuche grundsätzlich gezeigt haben, mit SO_2 durchgeführt werden. Dabei werden die Ausbeuten an Dieseltriebstoff etwas höher liegen, was durch die besondere Selektivität der SO_2 bedingt sein dürfte.

Über die Grossversuche, die für den Hirschfelder Druckvergassungsteer L.W. 153 und für einen durch Vermittlung von Professor Heinze zur Verfügung gestellten Böhlemer Schmelzteer geplant sind, wird nach deren Durchführung berichtet werden.

Ddr.: Hg,
W,
Dr. Herbart.

Heinze

Roh

Destillations-Resourcen von Rückgasungskeim aus
Pöhlener Kohle, in Hinfülle erzeugt (geliefert von Ludwig)

01013

	Normaldruck hisublenz	Vakuum Resourcen																																										
<p>hinsich Gas %</p> <p>benutzbar Gas %</p> <p><u>Ständige Restbestandteile sind auf</u> <u>benutzbare Teil berechnet.</u></p> <p>Restbestand: a) Benzin - 200° Gas %</p> <p>b) Trenn-destillat</p> <p>c) Rückstand</p> <p>g) Verlust + Gas</p> <p>Satzanalyse:</p> <table style="display: inline-table; vertical-align: top;"> <tr><td>CO₂</td><td>%</td><td>10.5</td></tr> <tr><td>CO</td><td></td><td>9.4</td></tr> <tr><td>H₂</td><td></td><td>1.1</td></tr> <tr><td>CH₄</td><td></td><td>9.2</td></tr> <tr><td>N₂</td><td></td><td>0.8</td></tr> <tr><td>C-2018</td><td></td><td>57.3</td></tr> <tr><td></td><td></td><td>6.7</td></tr> <tr><td></td><td></td><td>1.64</td></tr> </table>	CO ₂	%	10.5	CO		9.4	H ₂		1.1	CH ₄		9.2	N ₂		0.8	C-2018		57.3			6.7			1.64	<p>0.5 (5.2)</p> <p>5.1</p> <p>81.2 = 78.4</p> <p>10.1</p> <p>6.4 100.0</p>	<p>1.2 abgetropfte Teil G)</p> <p>1.2 bis 100.0 abgetropft</p> <p>6 Benzin 3.9 Gas %</p> <p>8 Teil 11</p> <p>je Teil 1.1</p> <table style="display: inline-table; vertical-align: top;"> <tr><td>0</td><td>3.9</td></tr> <tr><td>85.4</td><td>75.3</td></tr> <tr><td>12.6</td><td>11.1</td></tr> <tr><td>2.0</td><td>9.2</td></tr> <tr><td>100.0</td><td>100.0</td></tr> </table> <p>1.2 bis 100.0 abgetropft</p> <p>3.3 Gas % Rückstand</p> <p>10.1 Rückstand</p> <p>also unbrauchbar</p> <p>Rückstand, Benzin auf</p> <table style="display: inline-table; vertical-align: top;"> <tr><td>0</td><td>3.9</td></tr> <tr><td>92.5</td><td>85.2</td></tr> <tr><td>3.9</td><td>10.9</td></tr> <tr><td>100.0</td><td>100.0</td></tr> </table>	0	3.9	85.4	75.3	12.6	11.1	2.0	9.2	100.0	100.0	0	3.9	92.5	85.2	3.9	10.9	100.0	100.0
CO ₂	%	10.5																																										
CO		9.4																																										
H ₂		1.1																																										
CH ₄		9.2																																										
N ₂		0.8																																										
C-2018		57.3																																										
		6.7																																										
		1.64																																										
0	3.9																																											
85.4	75.3																																											
12.6	11.1																																											
2.0	9.2																																											
100.0	100.0																																											
0	3.9																																											
92.5	85.2																																											
3.9	10.9																																											
100.0	100.0																																											
<p>Vakuum-destillation des Substrates b): bei 10 mm</p> <p>Restbestand: a) destillat VD 148 Gas %</p> <p>1) Rückstand 7225/14</p> <p>2) Verlust + Gas</p>	<table style="display: inline-table; vertical-align: top;"> <tr><td>beg. auf Teil 1)</td><td>beg. auf L. Nr. 148</td></tr> <tr><td>96.4</td><td>75.5</td></tr> <tr><td>0.7</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>2.9 100.0</td><td>2.3 78.4</td></tr> </table> <p>destillat b) ist be- zeichnet mit VD 148</p>	beg. auf Teil 1)	beg. auf L. Nr. 148	96.4	75.5	0.7	0.6	2.9 100.0	2.3 78.4	<table style="display: inline-table; vertical-align: top;"> <tr><td>Benzen</td><td>0</td><td>3.9</td></tr> <tr><td>Rückst.</td><td>92.5</td><td>85.2</td></tr> <tr><td>Rückst. 1)</td><td>3.9</td><td>10.9</td></tr> <tr><td>Teil</td><td>100.0</td><td>100.0</td></tr> </table> <p>destillat b) ist bezeichnet 57D 108</p>	Benzen	0	3.9	Rückst.	92.5	85.2	Rückst. 1)	3.9	10.9	Teil	100.0	100.0																						
beg. auf Teil 1)	beg. auf L. Nr. 148																																											
96.4	75.5																																											
0.7	0.6																																											
2.9 100.0	2.3 78.4																																											
Benzen	0	3.9																																										
Rückst.	92.5	85.2																																										
Rückst. 1)	3.9	10.9																																										
Teil	100.0	100.0																																										

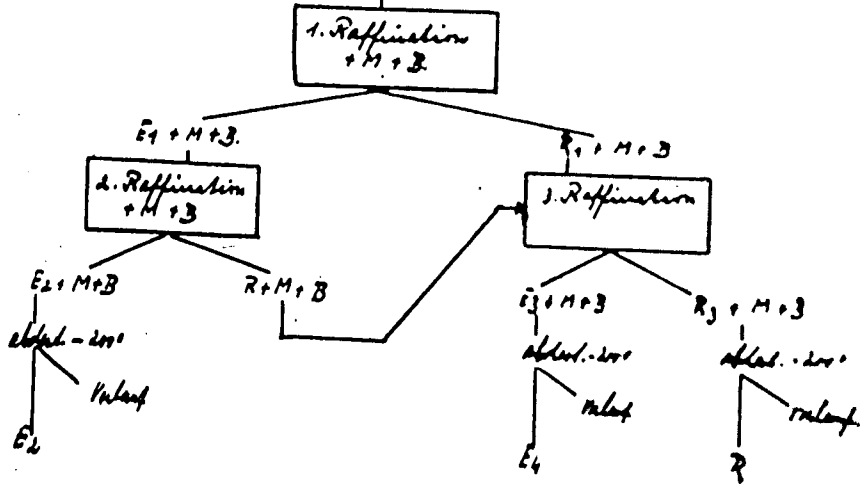
Ludwig 10.9.18

Raffinations-Schema

1982

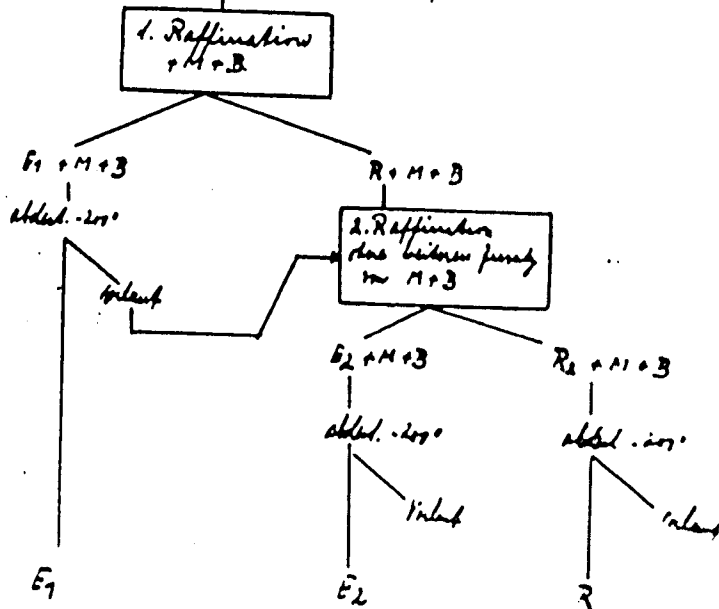
Schema V.

Einparaff. Feil.



Schema VI.

Einparaff. Feil.



Handwritten signature or initials.

Sammelschmelze aus Treibergasungskohle aus
 Böhlemer Kohle L.W. 148.

1080

678.

201016

(vereinigte Raffinade aus den Formeln S.L. 29-41)

	Original	Fraktion 200-360"
Ausbeute in Gew. %		
d ₂₀	-	73.1
Harkasphale	0,891	0,880
Verkohbarkeit	% 0,38	0
(Hagenauer-Hammul) } Kollg	" 1,17	0,52
	" 4,87	1,17
Phenole (mit 10% NaOH)	" ca. 2	ca. 2
Stockpunkt (Stalling)	" °C -15	-15
Cetanzahl (H.W.A.)	43,5	44,5
Mischbarkeit: a) 1:1 mit ND ₂	hüß	Klar
b) " " 1°b. 180°C	"	"
Heizwert H ₀	Kcal/Kg 10 635	10 630
H _ü	" 10 035	9 990
Kohlenstoff	% 75,70	79,20
Wasserstoff	" 10,85	11,52

Sammelschmelze; entsprechend der Sammelschmelze

d ₂₀		1,007
Benzolunterschied	%	Spur
Phenole	"	ca 30
Stockpunkt	" °C	-17
Heizwert H ₀	Kcal/Kg	9 990
H _ü	"	9 480

Julius 19.38

Destillationsanbauten von Fruchtsaurem
aus Hirschfelder Kohle (Geliefert von Luyi), No. L. N. 153.

1087 620

1017

Anwertzahlen bezogen auf atmosphärischen Druck	Normaldruck Leinblase	Vakuumdestillation in Frankfurt	Vakuum Glasapparatur Luyi	
Wasser Anbauten:	(2.2)	?	(2.3) abgelesen auf 200° a) Saure 20.3 b) Rückst. = 95.5 c) Verlust = 4.2 = 100.0	
1) Saure bis 200° Saure	3.8	28.1 in 65.9 Saure	0	3.4
2) Saure destillat	78.8	} 82.6	71.7	18.5
3) Rückstand	12.0 (Kohl)	Kohl 2.7	20.0	24.8
4) Verlust	5.4	3.3	2.3	3.3
	100.0	100.0	100.0	100.0
	2) ist bezeichnend: 3 153	in Prozent auf 65.9 % ist bezeichnend: H. F. V. D. 153		Bildung des Rück- standes 1) ergibt: 76.0 Saure, 24.0 24.0 = Rückst. auf also unvollständige An- bauten, bezogen auf
			6	6.5
			Saure	0
			K-Rück	2.4
			Rückst	17.0
			Verlust	9.2
			(Kohl)	100.0

Luyi 20/10/17

Entparaffinierung von Paraffinparaffinen aus Kieselgelkiesel
 (Lending Längs L.W. 153)

621

1088

Beschreibung	D 153				K.F.D. 153	F.I.D. 153	S.I.D. 153
	Besten	Besten	Kilogramm 20 H. Bogen 20	Kilogramm 70 H. Bogen 30			
Ver. 10	17	18	19	20	21	22	23
Angewandtes Paraffin- mittel	100	100	100	100	100	100	100
Angewandtes Paraffin- mittel	200	200	200	200	200	200	200
Angewandtes Paraffin- mittel	390	325	600	530	400	300	400
Temperatur	2	-15	-15	-15	-15	-15	-15
Verlust:							
Extrakt: Paraffin	93.2	92.2	91.1	92.5	92.0	87.7	93.8
Extrakt: Paraffin	5.8	5.9	5.6	4.5	10.0	0.8	0.2
Extrakt: Paraffin	1.0	1.2	3.3	3.0	10.0	4.7	100.0
Extrakt: Paraffin	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Extrakt: Paraffin	-15.5	-70.5	-2.5	-4.5	-3.5	-10.5	-72.5
Extrakt: Paraffin	+52.5	+57.5	+53.5	+57.5	+72.5	+57.5	+55.5
Extrakt: Paraffin	gelblich	gelblich	gelblich	gelblich	gelblich	gelblich	gelblich

1) D 153 ist die Funktion 2000' aus der Normaldruckkesselchen am 10.10.15
 2) H.F. 153 ist die Funktion 2000' aus der Normaldruckkesselchen am 10.10.15
 3) F.I.D. 153 ist die Funktion 2000' aus der Normaldruckkesselchen am 10.10.15
 4) S.I.D. 153 ist die Funktion 2000' aus der Normaldruckkesselchen am 10.10.15

L. W. 153

Verfahrensvorgänge mit kohligen Transportmitteln

Verfahrensvorgänge mit kohligen Transportmitteln

1) $2 \text{ C}_6\text{H}_6 + 3 \text{ O}_2 \rightarrow 2 \text{ C}_6\text{H}_4 + 3 \text{ H}_2\text{O}$

2) $2 \text{ C}_6\text{H}_6 + 9 \text{ O}_2 \rightarrow 2 \text{ C}_6\text{H}_4 + 6 \text{ H}_2\text{O} + 2 \text{ CO}_2$

3) $2 \text{ C}_6\text{H}_6 + 15 \text{ O}_2 \rightarrow 2 \text{ C}_6\text{H}_4 + 6 \text{ H}_2\text{O} + 4 \text{ CO}_2$

4) $2 \text{ C}_6\text{H}_6 + 21 \text{ O}_2 \rightarrow 2 \text{ C}_6\text{H}_4 + 6 \text{ H}_2\text{O} + 6 \text{ CO}_2$

5) $2 \text{ C}_6\text{H}_6 + 27 \text{ O}_2 \rightarrow 2 \text{ C}_6\text{H}_4 + 6 \text{ H}_2\text{O} + 8 \text{ CO}_2$

Angaben	L. W. 153	H. F. D. 153
Wasser	(5.0)	(4.1)
Öl	0.913	0.990
Wasser (aus Fraktion)	18.0	22.0
Wasser (aus Fraktion)	1.9	8.7
Wasser (aus Fraktion)	1.0	5.0
Wasser (aus Fraktion)	0.29	4.37
Wasser (aus Fraktion)	17.2	2.57
Wasser (aus Fraktion)	2.4	2.3
Wasser (aus Fraktion)	4.35	3.4
Wasser (aus Fraktion)	61.5	5.2
Wasser (aus Fraktion)	88.5	5.4

Die Fraktion (153) der Transportmittelbildung enthält nach Transfer Tabelle und Tabelle einen Gehalt an C_6H_6 von 15%.

Transportmittelbildung mit einem C_6H_6 Gehalt von 10% ergibt

Transfer mit C_6H_6 15% 1.5%

Transfer mit C_6H_6 10% 9.5%

Transfer mit C_6H_6 5% 2.7%

Verfahren	38	43	44
Verfahren 38	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 43	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 44	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 45	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 46	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 47	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 48	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 49	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 50	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 51	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 52	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 53	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 54	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 55	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 56	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 57	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 58	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 59	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 60	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 61	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 62	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 63	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 64	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 65	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 66	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 67	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 68	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 69	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 70	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 71	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 72	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 73	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 74	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 75	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 76	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 77	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 78	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 79	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 80	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 81	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 82	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 83	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 84	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 85	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 86	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 87	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 88	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 89	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 90	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 91	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 92	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 93	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 94	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 95	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 96	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 97	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 98	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 99	ED 153	ED 153	ED 153
Verfahren 100	ED 153	ED 153	ED 153

Verfahren 38: ED 153

Verfahren 43: ED 153

Verfahren 44: ED 153

Verfahren 45: ED 153

Verfahren 46: ED 153

Verfahren 47: ED 153

Verfahren 48: ED 153

Verfahren 49: ED 153

Verfahren 50: ED 153

Verfahren 51: ED 153

Verfahren 52: ED 153

Verfahren 53: ED 153

Verfahren 54: ED 153

Verfahren 55: ED 153

Verfahren 56: ED 153

Verfahren 57: ED 153

Verfahren 58: ED 153

Verfahren 59: ED 153

Verfahren 60: ED 153

Verfahren 61: ED 153

Verfahren 62: ED 153

Verfahren 63: ED 153

Verfahren 64: ED 153

Verfahren 65: ED 153

Verfahren 66: ED 153

Verfahren 67: ED 153

Verfahren 68: ED 153

Verfahren 69: ED 153

Verfahren 70: ED 153

Verfahren 71: ED 153

Verfahren 72: ED 153

Verfahren 73: ED 153

Verfahren 74: ED 153

Verfahren 75: ED 153

Verfahren 76: ED 153

Verfahren 77: ED 153

Verfahren 78: ED 153

Verfahren 79: ED 153

Verfahren 80: ED 153

Verfahren 81: ED 153

Verfahren 82: ED 153

Verfahren 83: ED 153

Verfahren 84: ED 153

Verfahren 85: ED 153

Verfahren 86: ED 153

Verfahren 87: ED 153

Verfahren 88: ED 153

Verfahren 89: ED 153

Verfahren 90: ED 153

Verfahren 91: ED 153

Verfahren 92: ED 153

Verfahren 93: ED 153

Verfahren 94: ED 153

Verfahren 95: ED 153

Verfahren 96: ED 153

Verfahren 97: ED 153

Verfahren 98: ED 153

Verfahren 99: ED 153

Verfahren 100: ED 153

Einparaffinierung von Paraffin - Tee.
 Eingang des Rohes: 2.9.1938 Gew. Schmelze des Rohes vom 3.1. August 1938
 In Tee unterbunden

624.
 1091

Ausgangsmaterial:	Original, nur p-Toluid		in Eisenblech abdestilliert, dann Sublimat-Fraktion im 20°- links (links und rechts von Originalen)							
	Aceton	Aceton	Aceton	Dichlor-Äthylen	Di. 50 Aceton 50 Methanol 10	Benzol 30 Meth. 70	Benzol 40 Meth. 60	Benzol 40 Meth. 60	Benzol 30 Meth. 70	
Veransch. No	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
Angew. Menge Tee g	800	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Angew. Menge Fällungsmittel als 1% lsg. des Tees zum Füllen	300 450	800 900	400 300	400 340	400 300	400 460	400 460	400 460	400 460	400 460
Temperatur °C	-15	-15	-15	-15	-15	-15	-15	-15	-15	-15
reanubieren mittel. bisch. Lsg.	-	-	10	12	12	12	8	25	25	20
Ausbeute: Gewichts %	75.9 27.8 2.3	79.6 18.8 2.2	55.6 12.1 2.2	91.4 3.6 0	90.7 8.7 0.6	87.6 11.0 2.0	83.0 14.5 5.5	85.0 9.3 5.7	84.8 9.6 5.0	87.0 10.0 3.0
empfang. Tee: Ertragspunkt	-76	-15.5	-18	+12	-1.5	-10	-12.5	-2	-2.5	-2
Paraffin: H.Z. V.Z. Trophol (4,11) Sinterparaffin	schwarz	schwarz	braun	braun	braun	braun	braun	braun	braun	braun
	1.54	1.56	0.37 1.12 1.57 2.50	-	0.49 0.56 11.0 2.53	0.25 0.70 15.6 2.53	0.37 1.40 19.3 2.53	0.37 1.40 12.9 2.53	0.37 1.40 12.9 2.53	0.25 8.91 15.0 2.52

Die bei Einparaffinierung zu und zum Ausbeute von 2.5% abdestillierte Paraffinfraktion wird am besten durch die im 20°- links abdestillierte Fraktion zu unterbunden.

lsg.	lsg. %	lsg. %
1) Fraktion - 120°	17.4	2.7
2) " " 220-428°	68.6	25.0
3) Rohes	4.5	1.0
4) Rohes	11.5	1.9
	100.0	28.8

Die bei abdestillierter Fraktion 340-400° wurde für Gewinnung der Paraffinfraktion unter vermindert.

1) 50 unter und 4600 unter gelöst, auf 20° abgekühlt, Filtrat nachgewaschen. Die Paraffinfraktion wird mit einem Tropfen in Lösung gelöst, der Tropfen versetzt.

2) 50 unter und 4600 unter gelöst, auf 20° abgekühlt, Filtrat nachgewaschen. Die Paraffinfraktion wird mit einem Tropfen in Lösung gelöst, der Tropfen versetzt.

3) 11.9 unter und 4600 unter gelöst, auf 20° abgekühlt, Filtrat nachgewaschen. Die Paraffinfraktion wird mit einem Tropfen in Lösung gelöst, der Tropfen versetzt.

4) 50 unter und 4600 unter gelöst, auf 20° abgekühlt, Filtrat nachgewaschen. Die Paraffinfraktion wird mit einem Tropfen in Lösung gelöst, der Tropfen versetzt.

5) 11.9 unter und 4600 unter gelöst, auf 20° abgekühlt, Filtrat nachgewaschen. Die Paraffinfraktion wird mit einem Tropfen in Lösung gelöst, der Tropfen versetzt.

6) Rohes 4.5, 1.0, 1.9, 2.6

Entparaffinierung von Teer aus *Braken's Kohle* 1022

625

Ausgangsmaterial: Fraktion über 200° aus mit *Ret. 129*
 (Normaldruck, Einstrahl) von + 40.5 Grad? LH 130 Rezipierung 300
 + 59.5 " " LH 129.

Entparaffinierungsmittel		Restm	Methanol				
			1092				
Temperatur	°C	-15	0	-5	-10	-15	
Requivalente Menge	ccw	112	112	112	112	112	
	g	100	100	100	100	100	
Requivalente Menge Fällungsmittel im 10l % des Teeres	Zusatz zum Waschen	300	300	300	300	300	
		630	720	720	720	720	
Ausbeute:	solig. Flies	Grad %	69.0	72.0	72.6	37.8	33.7
	Paraffin	"	27.8	50.7	50.7	54.2	58.7
	Wasser	"	3.2	7.3	0.7	8.0	8.4
Siedepunkte:	solig. Teer	°C	-10	-13	-17	-17.5	-19
	Paraffin	"	+49.5	+40.5	+40	+40	+40
Beschaffenheit des Taraffines		weiß	gelb. röhm. und f. haltig.				

Bei Entparaffinierung mit Methanol wird nicht nur Kohlenwasserstoff auf, der dadurch bedingt ist, daß keine Abheben des Methanols vom entparaffinierten Teer durch Anheben aus dem Teer, und überziehen. Obwohl das verwendete Methylal 300 Grad bei 200° abgekühlt war.

Handwritten signature