NPA 17

START

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

15

SENDING STATION CODE DESIGNATION	ROLL NUMBER	RECEIVING STATION CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

Time 1/6 1945

00001467

German and Hungarian petroleum. Finch reviews.

Bag 3043 - 15

Target 30/4.02

A F E T Y ▲ . F I L M ▲▲

00001468

Leuna, den 6.8.1940 /Br.

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des §88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Herrn

Dr. Kaufmann

Betr.: Besuch von einigen französischen Mineralölraffinerien und Hydrieranlagen

Anliegend erhalten Sie einen Durchschlag des Berichtes über den Besuch von einigen französ.Mineralölraffinerien und Hydrieranlagen seitens der 3 Unterzeichneten (Ende Juli 1940). Dieser Bericht wurde einschließlich einiger Pläne an das R.W.M. (Chemiker Paul Schneider) abgeliefert, in dessen Auftrag die Reise ausgeführt wurde.

Es sei noch bemerkt, daß laut Aussagen einiger deutscher und französischer Herren keine Houdry-Anlage in Gravenchon (bei Le Havre) gebaut wird, weil angeblich kein Geld dafür da war. Eine Houdry-Anlage für 50 000 jato ist in Montage in Berre bei Martigues (Rhône). Auch die oft genannte Kellogg-Hydroforming-Anlage ist nicht zu der französ.Standard nach Port-Jérome gekommen, sonders soll - wie Herr Dr.Fritzsche erfuhr - von der fast staatlichen Cie Française de Raffinage nach Gonfréville (auch bei le Havre) übernommen worden und in den ersten Bauanfängen sein.

Weitere Anlagen der französ. Mineralölindustrie wurden von anderen Beauftragten des R.W.M. besucht.

Herrn Dir.Dr.Bütefisch
" Dir.Dr.v.Staden
" Dir.Dr.Strombeck
" Dr.Heming,Berlin
" Dr.Herold
" Dr.Langheinrich
" Dr.Schunck
" Ob.Ing.Masselblatt/D.I.Brigl
" Ob.Ing.Keinke
" Ob.Ing.Köhler/D.I.Hutter
" Dr.Kaufmann
Reserve

Bag Target
043 -30/4.02

KODAK SAF

00001469

Geheim!
1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des §93 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Post-beförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Brüssel, 1./2.8.1940 / Br.

Bericht über die Besichtigung einiger französischer Raffinerien:

1.) S.A. des Pétroles Jupiter in Petit Couronne bei Rouen
2.) S. de Raffinage des Huiles de Pétrole in Courchelettes bei Douai
3.) Hydrieranlage der S. des Carburants Synthétiques des Mines de Béthune, Werk Béthune in Mazingarbe
4.) Hydrieranlage der CiFrancaise des Essences Synthétiques S.A. Paris, Werk Liévin.

Am 26.7.1940 fand in Paris in den Räumen des "Chef der Militärverwaltung Frankreich, Verwaltungsstab Abteilung Wirtschaft, Gruppe gewerbliche Wirtschaft" - Leutnant Ross - eine orientierende Besprechung mit den leitenden Herren fast sämtlicher franz. Mineralölgesellschaften statt. Die Sitzung leitete Herr Paul Schneider vom R.W.M., zu dessen Unterstützung folgende Herren anwesend waren:

Geyer, Standard
Dr. Götz, Vakuum
Hartmann, Standard
Dr. Kaufmann, I.G. Leuna
Dr. Lütkemeyer, Shell
Obering. Raichle, Ludwigshafen
Dr. Seyffert, Wintershall

Zur Berichtigung und Ergänzung der in mancher Hinsicht unvollständigen und unsicheren Angaben der franz. Herren über ihre Anlagen forderte Herr Schneider von jeder Gesellschaft Anlage-Pläne und schriftliche Aufstellung über folgende Punkte:

1.) Verfahren, Kapazität, Projekte nach dem Stande vor Beginn der Kriegseinwirkungen
2.) Zustand und Möglichkeiten ihrer Werke zum jetzigen Zeitpunkt.

Es wurde festgelegt, daß die unterzeichneten drei Herren eine ausführliche Besichtigung der in der Überschrift genannten 4 Anlagen vornehmen sollten. Zweck dieser Besichtigung war, zu prüfen, ob und in welchem Umfang die Anlagen in absehbarer Zeit für die Mineralölversorgung herangezogen werden können.

Petit Couronne

Die Herren Courtant (techn. Leiter, Zentrale Paris), Enout (Werksleiter Pt Cour.) und 3 weitere Herren standen zu unserer Orientierung zur Verfügung.

I. Rohöl-Destillationsanlagen

a) Für 6-800 tato Venezuela-Rohöl, Baujahr 1929. 3 Öfen auf 2 Kolonnen (atmosph.) 20% Destillat.

4 Öfen auf 1 Vac.Kolonne. Rückstand: verschiedene Bitumen (Spramex, Hexphalt); 50% vom Rohöl. Schmieröldestillate (30% vom Rohöl) werden nach Entsäuerung mit Kalk im Vakuum mit Dampf von 375° redestilliert. 4 Fraktion 1) E_{20} = 7 2) E_{50} = 4,5 3) E_{50} = 11 4) E_{50} = 30-40.

Raffination dieser nach Edelsanu oder auch mit H_2SO_4 (je nach Qualität). Anlage unbeschädigt.

b) Für 1000-1200 tato Irak-Rohöl Baujahr 1932 7 Öfen für Rohöl (Fa Fives-Lille) auf eine Kolonne (36 m Höhe, 40 Böden, Ø 4,50 m). Fraktionen: Benzin mit Siedeendpunkt 120 bis 150° (etwa 25%) Schwerbenzin bis 215° für Reforming, Petroleum, Gasöl Rückstand zur Krackanlage, Anlage unbeschädigt.

II. Schmierölraffinationsanlagen

Produktion 30-40 000 jato (kein Flugöl und kein Bright-stock) 1).

a) H_2SO_4 Raffination in Agitatoren (1929) unbeschädigt.
b) Edelsanu (Soc. Comprimo in Nuye, 1930 ( ), 20 000 jato Einsatz.

Prinzip: Lösung in liegenden zylindr. Mischgefäßen, anschließend Trennung in stehendem Absetzgefäß.
Keine Entparaffinierung. Trüb Pt der leichten Raffinate -35°, der schweren um -15°.
Zustand: gut erhalten, Zwischentanks jedoch restlos zerstört.

III. Krackanlage

UOP Dubbs 1935. Auf Rückstandsöl, nicht auf Koks.
6-800 tato Einsatz nur Rückstand aus Irak-Öl (s.o.)
2 Kracköfen (Foster-Wheeler) Ofen a für Rückstandsöl schwereren Rücklauf. Druck ca. 54 Atm., Temperatur um 499°.
Ofen b für leichten Rücklauf. Druck ca. 50 Atm. Temp. 525-530°.
Reaktionskammer 53 cbm (1,80 Ø), 15 16 Atm. (105 Atm. Prüfdruck).
Verdampfer 59 cbm, 4,4 Atm. Fraktionierturm 4,4Atm.
Normaler run 40-45 Tage.
Zustand unbeschädigt; Fabrikationstank verbrannt, neuer Fraktionierturm liegt zum Ersatz des bisherigen korrodierten bereit.

IV. Reforming Anlage

UOP-Dubbs 1935, 230-300 tato Schwerbenzin-Einsatz.
1 Ofen Mac-Kee 65 Atm. ca. 540°. Produkt wird in 4 Atm.-Turm entspannt. Röhrenofen wird 2 mal jährlich ausgebrannt. Koksbildung hauptsächlich gleich hinter dem Entspannungsventil. Gasbildung 20% vom Einsatz. Angeblich kaum Anteile über 220° (!?) 0,2 steigt von angeblich 54-59 (?) auf 72. Zustand unbeschädigt, abgesehen von Prod. Tanks.

V. C_3C_4-Gewinnung

Aus Rohöl (Irak), Krack- und Reforminganlage werden gewonnen: 10 000 jato C_4 + 4 000 jato C_3. C_4 + 1000 jato Überschuß. C_3 werden in Flaschen verkauft (Flüssiggas) Zustand der Gastrennungsanlagen: unbeschädigt.

VI. Benzin-Raffination. H_2SO_4, Laval 1935

6 Laval-Zentrifugen (davon 1 f.a. Reserve) 5 cbm / h
Einsatz: 300 tato Benzin (davon 200 aus Krackung) Säureteer wird in einem Lurgiofen 1932) für 10 tato verbrannt; Abhitzekessel gibt 1-2 atü Dampf von 12 Atm. Zustand und Ordnung.

1) In der Pariser Besprechung waren 25 000 jato Schmieröle angegeben worden.

VII. 2 Kesselhäuser für insgesamt 80 stuto Dampf a 12 atü.

Kesselbeheizung mit Öl und Gas.
Elektr.Zentrale für 3500 KW.

VIII. Neuanlagen und Projekte

A) Hydrieranlage für 32000 jato Flugbenzin (O.Z.76) I.G.-Lizenz.
Termin für Fertigstellung war 1.3.41.
Vorgesehene Rohstoffe: Venezuela-Gasöl -325° bezw. Steinkohlenteer-Mittelöl. +)

Vorgesehene Apparate:
1 gasbeheizter Vorheizer für Vorhydrierung
1 " " " " Hydrieröfen
3 Hydrieröfen (300 Atm.) insgesamt nebst Zubehör. (Hersteller Mitwell, U.S.A.)
2 Kompressoren 5stufig für 375 atü je 3500 cbm/h (?),

Vorhandene neue Apparate:
1 Mittelölkolonne für Rohgasöl (Siedeende 350-370°) für 50 000 jato Durchsatz. 80% Destillat.
3 Tanks a 3 000 cbm für Fertigbi
3 " a 3 000 " Steinkohleöl

Die Flüssigkeits- und Gasumlaufpumpen und Kompressoren sollen weitgehend fertig gestellt sein. Lieferfirma: Soc.Alsac.des Constructions Mechaniques in Mühlhausen (Flüssigkeitspumpen) Ercaut et Meuse in Denin bei Maubeuge (Umlaufpumpen) Sulzer in Winterthur (Kompressoren).

B) Alkylierungsanlage für 28 000 jato Alkylatbenzin.
("Martinesation", Lummus ist Konstruktionsfirma)
Termin für die Fertigstellung war 1.3.41.
Vorgesehene Rohstoffe: Entweder nur C_4, (80% i-C_4) dann O.Z. ca.93 oder höhere Olefine, dann O.Z. niedriger.

Als wahrscheinlicher Einsatz wurde angegeben:

1 Tl. iC_4H_{10} + 1 Tl. C_4H_8 + 2 (!) Tle. H_2SO_4 (96%ig)

Reaktionstemp. ca. -10°, Druck ca. 1 Atm. Leeres Reakt.-Gefäß.
C_4H_{10} geht im Kreislauf!
Große Destillationskolonne für Entfernung des n-C_4H_{10}.
Das Alkylat Benzin soll mit dem Hydrierbenzin zu fertigem Fliegerbenzin von O.Z. 78 (?) gemischt werden (60 000 jato.)
Weitere und ausführlichere Angaben waren nicht zu erhalten, Pläne sollen nach Paulilac gebracht worden sein.

Vorhanden waren nur: 6 geschweißte Behälter in Montage (ca. 1.7 m Durchmesser, 20 m hoch, für ca. 15 atü), angeblich für Isobutan und Propan. Fertig aufgestellt waren für Butanlagerung 4 freistehende, genietete Behälter mit zusammen 500 cbm Inhalt und 4 liegende, genietete Behälter von schätzungsweise 400 cbm Inhalt hinter splittersicherer Schutzwand.

C) Erweiterung des Kesselhauses (Einsenkonstruktion vorhanden).

+) Auf der Pariser Konferenz war demgegenüber behauptet worden, daß in der Hydrieranlage Diisobutylen auf Isooctan verarbeitet werden soll.

IX. Belegschaft

In Sa. 1300 Mann, 150-180 pro Schicht, 4 Schichten, 40 Std.-Woche
300 Angestellte und Meister
350 Handwerker und Hilfshandwerker.

In den jetzigen Zustand der Gesamt-Anlage gibt beiliegender Plan genauen Einblick. Der Umfang der Zerstörungen durch Fliegerangriffe (englische) sowie durch Brand ist daraus im Einzelnen genau ersichtlich.

Abgesehen von den Tanklagern erfordert die Reparatur der Gesamt-Produktionsanlage etwa 4 Monate, wenn das notwendige Material zur Verfügung steht. Eine Überführung von Teilen der alten Produktionsanlage nach Deutschland (z.B. der Krackanlage nach der Ostmark) würde nicht die gewünschten Vorteile bringen. Da - wie oben erwähnt - der Frakt.Turm bereits wegen Korrosion ausgewechselt werden muß, ist anzunehmen, daß auch die übrigen Teile die Grenze ihrer Lebensdauer bald erreichen.

Dagegen möchten wir empfehlen, die genannten schon fertigen Apparate und Maschinen für die projektierten Neuanlagen bei Bedarf nach Deutschland zu überführen.

Courchelettes

Der Werksleiter, Dir. Revillon, gab uns Auskunft und führte uns durch die Anlagen.

Verarbeitung ausschließlich Iraköl (2,3% S) ab Dünkirchen per Kesselwagen. Eigener Wagenpark, 80 Kesselwagen mit 43 und 26 cbm Inhalt.

I. Rohöl-Destillationsanlagen

1.) atmosphärisch (Kellogg) 800-1000 tato Einsatz
Destillate: 15% Benzin bis 170° O.Z. 57
20% Schwerbenzin 170-240° zum Reformieren
12% Gasöl zur Krackanlage
50% Leichtes Rückstandsöl, E_{50} = 6 für Vak.Dest.

2.) Vakuum (Alco) 400-500 tato
Destillate: 2% (vom Rohöl) schweres Gasöl (als Kopfprod.) f. Hausbrand usw.
28% paraffinöses Schmieröldestillat I wird mit Filterpressen entparaffiniert. Paraffingatsch zum Kracken.
12% paraffinöses Schmieröldestillat II wird mittels Zentrifugen entparaffiniert, amorphes Paraffin als Heizöl.
3% schweres Schmieröl.

5% Rückstand für Weichbitumina und luftgeblasene Sorten.
Zustand: beide Destillationen unbeschädigt, dagegen sind beide Rohöltanks a 10 000 cbm völlig zerstört (durch die Engländer).

II Entparaffinierung

2 Anlagen a) mittels Filterpressen
b) mittels Zentrifugen

Beide Anlagen sind restlos zerstört (Sprengung durch die Engländer), lediglich sind 3 Zentrifugalpumpen (Sulzer, 7 Atm., 16 PS) und je ein Motor mit 60 und 15 KW noch brauchbar. Geplant war bereits eine Neuanlage, wobei angeblich noch nicht entschieden war, ob nach Edeleanu oder nach dem Propanverfahren.

III Schmierölraffination

a) Edeleanu-Anlage, 1934, für bessere Qualitäten
Einsatz bei leichteren Ölen (E_{50} 5) 70 tato
Einsatz bei schwereren Ölen (E_{50}=16) 40-50 tato
70% Raffinat + 30% Extrakt bei leichteren Ölen
60% Raffinat + 40% " " schwereren "
1 Kompressor für 140 cbm flüss. SO_2/Tag Verhanden sind 3 weitere ähnliche für 3 - 6 Atm
Zustand: leichte bauliche Schäden.

b) H_2SO_4-Anlage Agiteure.
Diese veraltete Anlage ist größtenteils zerstört.

c) Bleicherde - Anlage
Röhrenofen, Reaktionsgefäß, Vakuumkolonne, 2 Sweetland-Filter (Dorr) 1 nachgeschaltete kleinere Filterpresse, Elevator für verbrauchte Bleicherde, Zubehör
Leistung eines Sweetland Filters bei leichten Ölen mit 1% Erde 100 cbm/Tag, bei schweren Ölen 50 cbm/Tag. Erdebehandlung der leichten Öle bei 125°, der schweren bei 250°
Erde: Terrana oder Clarit
Diese verhältnismäßig neue Anlage ist unbeschädigt.

IV. Kreck- und Reforming-Anlage

Cross-Kellogg 1935.
Die Anlage wird stets zuerst auf Reforming, dann auf Kracken (keine Rückstandsöle!) gefahren, anschließend gereinigt. Betriebsperiode 30-35 Tage.
Einsatz beim Kracken 260 cbm/Tag (+ 230% Rückfluß), beim Reforming 350 cbm/Tag + 30% Rückfluß.

46 Rohre 76/100 a 7,30 m lang in Strahlungszone
48 " " a " " " Konvektionszone
30 " 100/? a " " " Soakerzone
Verdampfer 1,5 m ø, 6 m hoch, 17 Atm
Fraktionierturm 1,5 m ø, 11,4 m hoch; 1,2 Atü
Stabilisator 0,8 ø, 18 m hoch, 20 Atü

Beim Reforming 530° 50 Atm
" Krackung 470° (?) +) 30 Atm

Ausbeuten:	Gas-Verl.	Druckdestillat	Gasöl	Rückstand (Fuel)
Reforming	15%	77% (unstab.)		8 - 9
Kracken	14%	50%	9%	26%
(wenn Paraff. Öl als Einsatz	10%	50%	40%)	

Die Krackanlage hat eigenen Dampfkessel, ist also unabhängig von der Zentrale. Infolgedessen haben sämtliche Pumpen für Rohöl und Heißöl (2 Pumpen für 80 Atm., 700 cbm/Tag) Dampfantrieb.
Zustand: nur wenig beschädigt.

V. Krackbenzinraffination

Das Krackbenzin wurde ursprünglich mit H_2SO_4 raffiniert. Später wurde direkt neben die Krackanlage eine Gray-Anlage (Dampfphase) gestellt. Das Benzin wird also nur noch mit Erde behandelt, redestilliert (2 Einheiten) und anschließend gesüßt. (Doktoranlage)
Fertigbenzin hat O.Z. 65, 0,6-0,7 % S.
Zustand: Fundamente der Grayanlage durch Engländer gesprengt. In einigen Monaten wieder herzustellen.

+) Für Verdampfer wurde jedoch 490° angegeben.

VI. Benzingewinnungsanlage

2 Kolonnen a ca. 15 m, 0,6 m ∅. Zustand unbeschädigt.

VII. Belegschaft

320 Mann, einschließlich angegliederter Maschinenwerkstätte (auch für andere Betriebe) 1 000 Mann, davon 200 Angestellte.

Im den Zustand der Gesamtanlage gibt beiliegender Plan angeführten Einblick. Abgesehen von den Tanks lassen sich zwar Destillation und Krackanlage in ca. 6 Monaten wieder herrichten, jedoch kommt eine Schmieröl-Produktion nicht mehr in Frage wegen restloser Zerstörung der Entparaffinierungsanlage. Es wäre zu prüfen, wo die Edelgas- und die Bleicherdeanlage verwendet werden könnten. Die Krackanlage erscheint relativ modern; ihre Verwendung ist jedoch auf Destillatöle beschränkt. Sie kann auch ohne die Gasanlage in Betrieb genommen werden, da die H_2SO_4-Raffinationsanlage verwendungsfähig ist.

Hydrieranlage Böhlen:

Die Hydrieranlage (nur Versuchsanlage) steht auf dem Gelände einer großen Kokereizeche bei Meiningen. Der Erfinder des Verfahrens und Leiter der Anlage Mr Valletta führte uns persönlich. Verfahren und Ergebnisse sind aus Vorträgen der Erfinders und Literaturangaben weitgehend bekannt. Es seien daher hier nur nochmals einige bemerkenswerte Punkte, insbesondere apparativer Art, angeführt.

Die Apparatur ist eingerichtet für Verarbeitung von Kohlebrei (Flüssigphase) und Mittelöl (Gasphase). Früher war für Flüssigphase und Gasphase je eine gesonderte Anlage in Betrieb. Seit langem ist jedoch die kleinere primitivere (elektrisch beheizte) Einrichtung für die Gasphase stillgelegt und die größere Flüssigphasenapparatur auch für Gasphase in Verwendung.

Diese besteht im Wesentlichen aus folgenden Teilen:

Reaktionsraum: 4 gemauerte Kammern neuer Art der Koksöfen zu je 4 Doppelreihen von je 40 Stück 250-Atm.-Rohren (100 m/m ∅, 4 m lang). Die engen Verbindungsleitungen der 100er Rohre sind tauchrohrartig in diese eingeführt. Inhalt einer Doppelreihe wurde mit etwa 1,6 cbm angegeben, also Reaktionsraum pro Kammer = 6,4 cbm. Kontaktfüllung 5,6 cbm, hiervon soll jedoch etwa die Hälfte als Vorreizzone betrachtet werden. Ein Vorteil der Arbeitsweise wird gesehen in dem allmählichen Durchlaufen des Temperaturbereiches, insbesondere von 350° bis zur eigentlichen Reaktionstemperatur.
Die Doppelreihen stehen in gemauerten Kanälen, die von Heizgasen umspült sind.

Das Ofenprodukt wird in der üblichen Weise kondensiert und vom Gas getrennt. Das Gas wird entspannt, über A Kohle entbenziniert und dann zum Kompressor geleitet.

2 Kompressoren a 3500 cbm/h für 250 Atm.
20 Einspritzpumpen a 300-500 l/h (pro Kammer 4+1 Reserve)
Kohleaufbereitung: Brecher, Heißgefäß nebst Zubehör für 5 t/h Kohle.
Kohle: Anmaischöl - 1 : 1

Verarbeitung: Früher wurden viele Versuche mit Saar-Kohle (7-8% Asche) und Lignit ausgeführt. Kohle aus dem Lille r Revier sei ungeeignet.
40 tato Kohle ergaben 10-12 cbm Benzin -200°, Reaktionstemperatur 460°
Seit etwa 1 Jahr wird nur noch Steinkohlenteeröl 180-290° oder Erdölmitteröl verarbeitet. Produktion dann 30 bzw. 50 cbm/Tag Benzin -200°. +)

Reaktions-Temperatur bei Kohlenöl 500°-510°, bei Erdölen 400°, stückiger Mo Katalysator.
Benzin aus Teeröl: 0 Z: 7 ..(...) 0,840, 60% Aromaten.
Benzin aus Erdöl: 0 Z 66-67.

Wenn auch die Gesamtanlage als Versuchsanlage bezeichnet wurde, so kann sie wegen des gleichartigen Baues der 4 Einheiten kaum als solche bewertet werden. Als Produktionsanlage jedoch ist die Kapazität (max. 13000 jato Benzin aus Erdöl) zu klein. Auf unsere Frage hin hält Herr Valletta eine Verzehnfachung der Produktion durch entsprechende Vermehrung der gleichen Einheiten für möglich, über noch weitere Vergrößerung hatte er noch keine bestimmten Vorstellungen.

Wir halten es für unzweckmäßig, die an sich unbeschädigte Anlage wieder in Betrieb zu nehmen oder zu vergrößern. Viele Teile, insbesondere die Maschinen, könnten jedoch deutsche Versuchsanlagen wertvoll ergänzen.

Hydrieranlage Lièvin

Zu unserer Orientierung stand der Chefingenieur gegen Ende unseres Besuches, Herr Thibaut, der Leiter der Anlage zur Verfügung. Die Arbeitsweise, ("Bergius-Pier-Verfahren") ähnlich dem I.G.-Verfahren ist aus der Literatur bekannt. Daher seien auch für diese Anlage nur die wesentlichsten Merkmale hervorgehoben.

Die Anlage steht auf dem Gelände der Stickstoffwerke und wurde im März 1936 angefahren. Frischwasserstoff (aus Kokereigas nach Claude) liefert das Stickstoffwerk unter 300 Atü Druck.

Zuerst wurden 50 000 jato Marles Kohle (36% Flüchtige, 7-8% Asche) verarbeitet. Hierfür standen zur Verfügung:

Sumpfphase: 3 Reaktionsöfen a 2,5 cbm, davon einer in Reserve (800 mm ø Gasphase : 1 Reaktionsofen von gleichen Abmessungen — 5 m lang)

Die innen unisolierten Öfen (Cr Mo Stahl Autoklaven) sind von Rauchgas umspült, wodurch die Temperaturhaltung des Prozesses gut gewährleistet sei.

Das Eingangsprodukt wird in Pipe-still Öfen amerikanischer Bauart vorgeheizt (4 Öfen).

Bei Kohleverarbeitung wird Wasserstoff und Brei zunächst getrennt, in liegenden Rohren aufgeheizt. Der H_2 in 48 Rohren 38/30 ø a 7 m Länge auf ca. 500°, der Kohlebrei mit wenig H_2 in Rohren 50/80 ø gleicher Länge auf etwa 280°, dann Vereinigung und gemeinsame Aufheizung in weiteren 36 Rohren 50/90 ø a 7 m Länge auf 450°. Die Wandtemperatur der Rohre wurde mit 550° angegeben. Sie müssen jeden Monat gereinigt werden.

Weiterhin seien angeführt: 3 Kohlebreipumpen a 4000 l/h und 2 Ölpumpen a 7000 l/h, 3 Gasumwälzpumpen (zusammen etwa 20.000 cbm/h, bis 60 Atm. Druckdifferenz. 2 Pumpen für [illegible] Wasser zur Gaswäsche (a 3500 l/h)
1 H_2 Kompressor 3800 cbm/h
Alle Maschinen haben Dampfantrieb (13 ata, 1,5 atü Gegendruck).

+) Die in der Literatur befindlichen Angaben über 30.000 u. mehr jato betragende Benzinproduktion können somit nicht bestätigt werden.

Waschanlage für Wasehung der beiden getrennt geführten Gaskreisläufe.
(Wascher 600 ø, 8 m hoch)
1 Kohlemehl-Anlage für Anmaischung für 5 to/h Kohle.

Produkte:

Bei Kohleverarbeitung leistet die Sumpfphase 12 tato Öl, die in der Gasphase auf 10-12 cbm Benzin/Tag verarbeitet werden.

Spez. Gew. 0,820 - 0,2 N.M. 76, E.P. 200° 45% Aromaten
Fabrikation auf Flugbenzin nicht vorgesehen.

Reaktions-Temperatur in Gasphase 510-520°, in Sumpfphase 450°.
H_2-Verbrauch insgesamt 2700-2800 cbm/to Benzin.
H_2-Verbrauch in Gasphase etwa die Hälfte bei Verarbeitung von Steinkohleteermittelöl (235° Endpt., 5%-200°).

Kreislaufgasmenge: Sumpfphase 6-7000 cbm/h
Gasphase 12-18000 " "

Benzinkonzentration in Gasphase 25% Benzin -200°.

Zustand der Anlage: unbeschädigt.

Da die Kokerei in den Betrieb bald wieder aufnehmen, soll ab 15.6. Wasserstoff zur Verfügung stehen. Die Hydrieranlage wird augenblicklich überholt und soll Mitte August mit 3 Öfen in Betrieb kommen. Produktion 1000 cbm Benzin aus Steinkohlteer-Mittelöl. Bei Erdölverarbeitung könnten 1500 cbm/Monat hergestellt werden.

Da die Anlage bald wieder in Betrieb kommen kann und ihre Übernahme der Maschinen in deutsche Anlagen wegen des Dampfantriebes nicht zu empfehlen ist, halten wir es für zweckmäßig, die Anlage wieder anzufahren, namentlich da noch die Möglichkeit besteht, die Anlage auf 12 cbm Reaktionsraum zu erweitern. Die maxim. Produktion würe in diesem Falle etwa 16 000 jato Benzin aus Teermittelöl. Wenn in der Anlage entsprechend gefahren würde, könnte u.U. sogar Fliegerbenzin erzeugt werden.

Zusammenfassende Schlußbetrachtung:

Eine sofortige Wiederinbetriebnahme kommt nur für die Hydrieranlage in Lützkendorf in Frage und wäre zu forcieren, insbesondere, da unseres Erachtens in dieser Anlage eventuell Flugbenzin erzeugt werden kann. Wir halten eine baldige Produktionssteigerung auf etwa 16 000 jato Benzin für möglich.

Die Mineralöl-Raffinerien in Petit-Couronne und Courcheletten können vor allem wegen völliger Zerstörung der Tanklager und vorerst wegen gänzlichen Mangels an Rohstoff in absehbarer Zeit nicht in Einsatz gebracht werden. Eine Übernahme von größeren Teilen der in sich geschlossenen Fabrikationsbetriebe ins Reich können wir trotzdem aus oben genannten Gründen nicht empfehlen, abgesehen von den genannten Anlagen.

Eine Weiterführung der Hydrieranlage Pölitz bietet keinerlei Interesse. Ebenso ist es zwecklos, das in den ersten Bauanfängen befindliche Hydrierprojekt und die geplante Alkylierung in Petit-Couronne weiterzuführen. Aus diesen Anlagen könnten sicher einige Apparate und Maschinen vorteilhaft nach Deutschland übernommen werden.

gez. Kaufmann, I.G. Leuna
Ralphs, I.G. Berlin
Seyffert, Winterhall

0000147

Auszug aus Bericht

"Die Mineralölwirtschaft Ungarns"

November 1940

(Der Bericht befindet sich im Besitz der Donau-Chemie-A.G.)

Die ungarische Mineralölwirtschaft befindet sich heute in einer vollkommenen Umstellung.

Bis 1938 war Ungarn fast ausschließlich auf rumänischen Import angewiesen, von dem ein Großteil als Kunstöl erfolgte, das in den hierfür eingerichteten Raffinerien des Landes verarbeitet wurde. Durch die Erschließung des reichen Ölfeldes von Lispe ist Ungarn in der Lage, bereits jetzt seinen Benzinbedarf zur Gänze zu decken. Es wird in absehbarer Zeit Benzinexporteur werden; Paraffin kann bereits jetzt in erheblichen Mengen ausgeführt werden. Dagegen wird nach wie vor Ungarn einen immer steigenden Importbedarf an Schmierölen oder der zur Erzeugung derselben erforderlichen Ölpecura haben.

Schon durch die Schwierigkeiten, die in den politischen Verhältnissen mit Rumänien bestehen und die Unmöglichkeit, rumänische Importe unter den heutigen Verhältnissen mit Stahl und ungarischem Erz bezahlen zu können, ergibt sich, daß bereits Anfang 1941 in Bezug auf Schmieröle höherer Viskosität und Zylinderöl eine sehr kritische Lage eingetreten ist.

Ungarn ist daher bereits jetzt sehr aufnahmsfähig.
Wenn auch die Umstellung der ungarischen Raffinerien auf die Verarbeitung von Lispe-Rohöl durchgeführt sein wird, so wird doch auch weiterhin ein sehr großer Bedarf an Schmierölen aus dem Auslande gedeckt werden müssen.

Leitung der ungarischen Mineralöl-Wirtschaft

Beim Wirtschaftsministerium (Minister Ing.Varga ist selbst Mineralölfachmann) wurde eine Mineralölstelle für die Bewirtschaftung unter Leitung von Dr.Móry Béla geschaffen. Dieser Stelle obliegt die Regelung des ganzen Mineralölgeschäftes und die Aufteilung der im Inlande anfallenden Rohölmengen. Dieser Stelle sind als Vertreter der Raffinerien und großen Importeure leitende Persönlichkeiten dieser Gesellschaften beigegeben.

Die Einfuhr von Mineralöl wird jedoch auch weiterhin von der Einfuhrstelle "Kulkereskedelmi Ilivatal" bewilligt.

Von den Raffinerien und Großimporteuren wurde ein Quoten- und Preiskartell geschaffen, dessen Leitung dem Mineralöl-Evidenzbüro Asvany olajnyilvántartási iroda, Budapest V., Nádor ut. 7, unter Dir.Szemere obliegt.

Im Jahre 1939 waren die nachstehenden Quotenverteilung für Gemeinsamkeitsgeschäfte:

Petrolipar	24,5 %
Shell	20,0 %
Nyirbogdány	20,5 %
VOC	15,4 %
Fanto	11,4 %
Steaua	5,3 %
Szoregi	2,9 %
	100 %

Bag Target
043-30/4.0

Technische Einrichtung der Raffinerien

Die Angaben über die theoretische Kapazität der Raffinerien sind weit überhalten und wurden von den Raffinerien den Behörden gegenüber gemacht, um eine möglichst große Quote bei der Kunstöl- bzw. Rohöl-Zuweisung zu erlangen. Die tatsächliche Verarbeitungskapazität ist mit etwa der Hälfte der theoretischen anzunehmen.

Die Raffinerien waren ursprünglich für die Verarbeitung von polnischem Rohöl, dann von rumänischem Kunstöl eingerichtet. Keine derselben ist für die besonderen Bedingungen des Lispe-Rohöls eingerichtet. Die maßgebenden Raffinerien sind jetzt in einem Modernisierungsprozeß, der voraussichtlich im Jahre 1941 abgeschlossen sein wird. Die Einstellung der Donau-Zuschübe von rumänischem Kunstöl bedingt jetzt weitgehend eine unrationelle Arbeitsweise und unnütze Transporte.

Als Groß-Raffinerien können nur jene der Shell und V.O.C. angesehen werden, Fanto, Petrolipar, Hazsi sowie in weitem Abstand Nyirbogdány sind als Mittel-Raffinerien zu bezeichnen, der Rest sind kleine Betriebe.

Die Lage der Raffinerien ist dem beiliegenden Stadtplan von Budapest und der Karte zu entnehmen.

B u d a p e s t e r - Raffinerien

• S h e l l

Moderne Anlage in Csepel, Petroleumhafen Kiköto, theoretische Kapazität 180.000 t, tatsächliche Verarbeitungsmöglichkeit ca. 100.000. Schiff- und Bahnanschluß, toppen Foster Wheeler, Großanlage mit Tube still. Für Sekundärdestillation zwei zweistufige hochvacuum Tube still Anlagen mit barometrischer Kondensation (gleiche Type wie Astra Romana nach Shell-Patenten). Gegenstrom-Raffinationsanlage ähnlich Bergedorfer nach Shell Patenten. Moderne Fett-Anlage. Die Foster Wheeler Anlage darf mit Heizöl betrieben werden, alles andere mit Kohle.

Die Anlage macht einen vorzüglichen Eindruck, weitläufige, großzügige Planung.

F a n t o , IX., Soroksár ut 95

Die theoretische Kapazität wird mit 55.000 t angegeben. Es können jährlich aber tatsächlich kaum 35.000 t durchgesetzt werden.

Die Anlage ist räumlich äußerst beschränkt und liegt unmittelbar, ohne jede Schutzzone, an einer sehr verkehrsreichen Strasse. Die Objekte und Reservoirs sind eng, oft sogar ohne jeden Zwischenraum aneinandergestellt, ein Brand muß katastrophale Folgen haben. Für Toppen ist die Fabrik mit einer liegenden Vierblasenbatterie für halb und ganz kontinuierlichen Betrieb ausgerüstet. Der Rückstand wird auf einer Tube still Hochvacuum-Anlage, System Steinschneider-Porges der Brünn-Königsfelder Maschinenfabrik ausgearbeitet. Benzin-Rektifikationsanlage mit einer Hekmann-Kolonne, alte Fettfabrik System Osterloh. Alte Paraffin Schwitz- und Kristallisationsanlage

mit 6 Atü Filterpressen. Diese Anlage ist für die Verarbeitung von Lispe-Öl nicht geeignet und wird jetzt umgebaut und mit 25 Atü Pressen versehen. Die Fabrik hat Kohlenheizung.

Zum Soroksárer Donauarm führt eine Pipeline. Dieser Stromarm ist an der oberen und unteren Einmündung in den Hauptstrom mit altartiger Schleuse abgeschlossen. Das Einschleusen von Schiffen ist nur bei gewissem Wasserstand möglich und immer mit großen Schwierigkeiten verbunden. Angeblich besteht seitens der Behörde die Absicht, das Einschleusen von Mineralöl-Tankern überhaupt zu verbieten. Die Fabrik hat Bahnanschluß. Die ganze Anlage macht einen recht herabgekommenen Eindruck.

P e t r o l i p a r , IX., Kén ut 3

Die theoretische Kapazität wird mit 65.000 t angegeben, tatsächlich können aber höchstens 30.000 t durchgesetzt werden. Die Anlage ist vollkommen veraltet und hat eine diskontinuierliche stehende Blasenbatterie zum Toppen. Die Rückstandsaufarbeitung erfolgt in einer großen und einer halben Blase mit Niedervacuum. Die Paraffin Schwitz- und Kristallisationsanlage wurde von der Brünn - Königsfelder im Jahre 1908 geliefert. Die Filterpressen wurden alt gekauft. Infolge der veralteten Anlage sind öfters Betriebsstillstände notwendig. Die Fabrik wird mit Kohle geheizt. Die Reservoirs sind ca. 65 Jahre alt und haben noch Holzkonstruktionsdecken. Die Fabrik ist weitläufig auf einem 22 ha großen, günstig gelegenen Gelände gebaut und ist überdies erweiterungsfähig.

Mit dem Soroksárer Donauarm ist die Fabrik mit einer Pipeline verbunden.

Bezüglich der Schwierigkeiten für die Benützung dieser Anlage gilt das gleiche wie bei Fanto. Die Anlage macht äußerlich einen besseren Eindruck als die Fanto Fabrik. Sie steht trotz der Überalterung noch mit 3,700.000 Pengö zu Buch.

H a z a i , Gyömöroi ut 140

Die theoretische Kapazität beträgt 150.000 t, die tatsächliche Verarbeitungsmöglichkeit ist etwa 35.000 t. Die Fabrik hat eine alte diskontinuierliche Blasen-Anlage zum Toppen. Die Rückstandsaufarbeitung erfolgt in einer Niedervacuum-Anlage. Die Hazai A.G. ist in Liquidation, die Anlage wurde gemeinsam von Shell und Vacuum gekauft und wird von einer Ges.m.b.H., der diese beiden Firmen allein angehören, betrieben, soweit dies die Reservoirs und die Destillations-Anlage betrifft. Die aus dem Jahre 1914 stammenden, mit 6 Atü Filterpressen versehene Brünn - Königsfelder Schwitz- und Kristallisations - Paraffinanlage und das dazugehörige Gelände wurde von der Shell aus dem gemeinsamen Besitz Shell - Vacuum ausgekauft und soll nun vollkommen modernisiert werden. Die Verhandlungen mit Nobel in Stockholm wegen Lieferung von Laval-Turbinen, für die Aufarbeitung von 20.000 t paraffinhältigem Lispe-Rückstand, standen unmittelbar vor dem Abschluß, die Londoner Zentrale der Shell hat jedoch aus politischen Gründen die Bestellung noch nicht vergeben und soll die Entscheidung darüber erst nach Kriegsende erfolgen. Die Anlgge hat Bahnanschluß und darf nur mit Kohle geheizt werden.

00001480

Seinerzeit als die Fabrik noch auf die Lieferung rumänischen Kunstöls angewiesen war, wurde die Erbauung einer Pipeline zum Soroksárer Arm erwogen. Bei der Übernahme der Anlage durch die Shell wurde eine mehrfache Pipeline zur Shell - Fabrik Csepel geplant. Diese 14 km lange Linie würde jedoch eine große Anzahl kostspieliger Objekte (Bahnunterfahrungen, Übersetzung des Soroksárer Donauarms) erfordern, sodaß wegen der großen Kosten vorläfig von dem Projekt Abstand genommen wurde.

L a r d o l i n e , XIV., Kerepesi ut 152

Diese Fabrik ist lediglich für die Raffination von 4.800 t Destillat eingerichtet und hat Bahnanschluß. Die Anlage ist räumlich beschränkt, es darf nur Kohle geheizt werden. Die Raffination erfolgt altartig in Agitören, außerdem besitzt die Firma noch eine Anlage zur Erzeugung von Türkisch-Rotöl aus Rizinusöl und kleinere Anlagen zum Abblasen anderer vegetabilischer Öle. Außerdem ist eine Anlage zum Spalten von Tranöl vorhanden, weiters besteht eine Fett- und Wagenfett-Erzeugung, eine Mischanlage zur Herstellung von Compound-Ölen und eine Kannen-Abfüllanlage.

Als Rohmaterial wurden amerikanische Rückstände und solche der kleineren ungarischen Fabriken, die rumänisches Rohöl verarbeiteten, verwendet.

R a f f i n e r i e n außerhalb Budapest

Almás Füzitä (V.O.C.)

Theoretische Kapazität 180.000 t, tatsächlich können etwa 150.000 t verarbeitet werden. Die Anlage hat Schiff- und Bahnanschluß. Die große Foster Wheeler-Anlage ist auf Umschaltung für primäre und sekundäre Destillation eingerichtet. Es besteht eine alte aber sehr leistungsfähige Paraffin-Anlage mit Hochdruckpressen. Die Ölraffination erfolgt in Agitören, eine ganz kleine Anlage für die Erzeugung geringer Mengen von Spezialölen ist für Solvent-Raffination eingerichtet. Die Ausgestaltung der Paraffin-Anlage wurde wegen der notwendigen Aufarbeitung von Lispe-Ölen in Angriff genommen. Es war zuerst das System Sharpless geplant, jedoch hat man schließlich bei Nobel, Stockholm, Laval-Turbinen in Auftrag gegeben. Die Foster Wheeler-Anlage darf mit Heizöl, alle anderen Teile der Fabrik aber nur mit Kohle geheizt werden. Die Fabrik ist heute mit der Aufarbeitung von Lispe-Öl voll beschäftigt.

Die Anlage ist wohl modern, die Bauweise etwas gedrängt, Ausbreitungsmöglichkeit wäre vorhanden. Der Fehler liegt jedoch darin, daß dieses Objekt 70 km oberhalb des Hauptverbrauchszentrum des Landes, Budapest, liegt und daher namentlich bei Bezügen auf der Donau unnütze Mehrtransporte bestehen. Vom Ölfeld von Lispe ist die Raffinerie 214 km entfernt, eine Pipelineverbindung zu demselben wurde vermessen.

00001481

P é t f ü r d ö bei Veszprém

Diese staatliche Fabrik ging aus der im Jahre 1935 erbauten Versuchsanlage der Hydro Benzin A.G. für die Erzeugung von synthetischem Benzin nach Patenten des Ing. Varga (jetziger Wirtschaftsminister) hervor. Bis zur Erschließung von Lispe war die Errichtung einer 20.000 t Hydrier-Anlage geplant.

Für die Aufarbeitung von Lispe-Öl ist ein Tube still Topping Plant und eine 1.000 Barrel Dubbs-Krack Anlage errichtet worden. Die Fabrik arbeitet Lispe-Öl auf und bekommt fallweise Rückstände von Almás Füzitö angeliefert. Der Staat erhält vertraglich 15 % des in Lispe gewonnenen Rohöls. Die Anlage arbeitet nur für militärische Zwecke und erzeugt auch Flieger-Benzin, wozu eine Eythylisierungsanlage eingerichtet ist.

Die Einrichtungen und die Leistungsfähigkeit der Fabrik werden geheim gehalten.

S z ö r e g bei Szegedin

Alte Zweiblasen-Anlage für Toppen. Die Rückstände werden an die Fanto Raffinerie zur Aufarbeitung geschickt. Keine Öl-Raffinerie, keine Paraffin-Anlage. Theoretische Kapazität 15.000 t, verarbeitet werden aber höchstens 8.000 t. Die Fabrik erhält heute auch Lispe-Öl zugewiesen.

N y i r b o g d á n y (Nordwestungarn)

Theoretische Kapazität 23.000 t, tatsächliche Verarbeitungsmöglichkeit etwa 10.000 t. Alte Zweiblasen-Anlage zum Toppen, Niedervacuum für die Aufarbeitung von Rückständen, Bahnanschluß, Kohlenheizung. Die Raffinerie ist für die Erzeugung von Transformatoren- und Weiß-Ölen eingerichtet. Infolge der Art der Geschäftsführung nimmt diese Raffinerie in der ungarischen Mineralöl-Industrie eine Sonderstellung ein, die weit über die tatsächliche Bedeutung der Raffinerie hinausgeht.

M u n k á o s

Theoretische Kapazität 14.000 t, tatsächliche Verarbeitung höchstens 10.000 t. Moderne Brünn - Königsfelder Tube still Niedervacuum-Anlage. Heizölheizung ist bewilligt. Die Fabrik steht in Beziehungen zum Kartell und ist lokal bedeutend. Sie toppt jetzt Lispe-Öl.

D é e s

Theoretische Kapazität 20.000 t. Die Anlage ist für das Toppen von rumänischem Rohöl eingerichtet und hat zwei stehende und eine liegende Blase. Der Rückstand wurde bisher verheizt. Diese mit den siebenbürgischen Gebieten übernommene Raffinerie ist jetzt stillgelegt.

M a r o s V á s á r h e l y

Theoretische Kapazität 22.000 t, dreieinhalb Blasen liegende Toppbatterie. Moderne Brünn - Königsfelder Steinschneider-Porges Hochvacuum-Anlage mit einer Kapazität von 14.000 t Rückständen. Die gut eingerichtete Raffinationsanlage kann 7.000 t - 8.000 t aufarbeiten. Die Kapazität der Ölverarbeitung geht weit über die

00001482

des Topping Plant hinaus. Die bisher mit Heizöl beheizte Fabrik soll nunmehr mit Kohle beheizt werden und hat Bahnanschluß. Die Anlage ist für die Verarbeitung von rumänischem Rohöl geeignet. Sie liegt kommerziell interessant im östlichen Teil Siebenbürgens, der vom Zentrum Ungarns sehr weit entfernt ist. Es ist anzunehmen, daß dieses relativ wichtige Verkaufsgebiet der Osik auch weiterhin von diesem Werk versorgt wird. Die Anlage ist Eigentum der Bukarester Aldina. Es besteht eine Minderheitsbeteiligung der Anglo-Rum. Bank. Beide Besitzer wollen das Objekt möglichst rasch abstoßen und wäre die Zahlung hierfür in Bukarest zu leisten. Angeblich soll das Objekt, das heute an einen Herrn Gardos verpachtet ist, billig zu haben sein. Die Anlage wäre für uns nicht ohne Interesse und würde bei Ausgestaltung der Primärdestillation für die Versorgung von ganz Siebenbürgen Bedeutung haben.

L e g é n y M i h á l y bei Csap

Alte kleine Anlage mit Cheese Boxes Batterie und Hausmann Dephlegmatoren. Kann 3.600 t aufarbeiten, hat eine kleine Öl-Destillation und Raffination. Die Fabrik erhält Lispe-Öl zugewiesen.

C s a p

Leistungsfähigkeit 1.200 t, alte Cheese Boxes Batterie zum Toppen.

S z a t m á r N é m e t í

Alte kleine Raffinerie, die seit Jahren außer Betrieb ist und zum größten Teil abmontiert wurde.

M e z ö T e l e g bei Nagyvárocd

Das dortige Asphalt-Schiefervorkommen enthält angeblich ca. 20 % Öl und soll eine ganz primitive Schwel-Anlage vorhanden sein. Es bestehen Pläne, dieses Objekt auszugestalten.

Konsum und dessen Deckung

Der Konsum des Jahres 1939 war noch annähernd den Friedensverhältnissen entsprechend. In demselben kommen jedoch die neu erworbenen Gebiete Ober-Ungarns und des Karpatenlandes noch nicht voll zur Auswirkung. Dies wird sich namentlich im Petroleum fühlbar machen, da diese Gebiete besondere Petroleum-Verbrauchsländer sind.

Der Konsum im Jahre 1938 betrug:

Benzin	82.392 Tonnen	
Spiritus zur Aufmischung von Motalko	13.563 "	
Gesamt-Treibstoffverbrauch daher		95.955 Tonnen
Petrol		81,149 "
Gasöl, in dem nach der ungarischen Statistik auch Spindel- und Heizöl enthalten ist,	91.658 Tonnen,	

00001483

welche sich annähernd verteilen dürften:

Gasöl	ca. 38.658	Tonnen
Spindelöl	" 3.000	"
Heizöl	" 50.000	"
Schmieröle	16.474	"
Die Detailaufteilung derselben ist im Abschnitt "Ölgeschäft" zu ersehen.		
Sonstige Mineralölprodukte	4.127	"
Summe	279.366	Tonnen

Der Konsum des Jahres 1940 dürfte wesentlich unter den genannten Zahlen liegen. Namentlich dürfte der Verbrauch an Benzin und Heizöl verringert sein.

Für die Deckung des Konsums wurden folgende Importe im Jahre 1939 getätigt:

aus Rumänien	158.570	Tonnen
" U.S.A.	4.232	"
" Iran	803	"

Im Detail verteilte sich der rumänische Import laut der beiliegenden Aufstellung.

Etwa zwei Drittel der rumänischen Importe erfolgte per Schiff, ein Drittel per Bahn über die Übergangsstationen Curtici und Valea lei Mihali.

Das bedeutende Ansteigen der inländischen Produktion verbunden mit der immer schwieriger werdenden politischen Lage gegenüber Rumänien verursacht eine außerordentliche Absenkung des Importes. Die Details für die ersten 7 Monate des Jahres 1940 sind in der Beilage zu entnehmen.

Aus dieser Aufstellung ist zu entnehmen, daß die Kunstölimporte vollkommen aufgehört haben.

Der importierte Mazut ist lediglich Heizpacura, sodaß auch aus diesem keine Schmieröle gewonnen werden können. Welchen Einfluß diese Verringerung des Importes auf die allgemeine Lage der Mineralölwirtschaft in Ungarn hat, ist dem Abschnitt über die heutigen Verhältnisse und dem Abschnitt "Ölgeschäft" zu entnehmen.

Die nachfolgende Aufstellung gibt ein Bild über die vollständige Verschiebung der Mineralölwirtschaft in den letzten Jahren:

	Rumän. Importe	Inland-Rohöl-Erzeugung
1936	245.652 Tonnen	Tonnen
1937	288.411 "	2,214 "
1938	173.302 "	51.357 "
1939	150.950 "	110.590 "
1940	30.502 "	250-300.000 "
	(I - VII)	(pro anno)

Der Import aus Rumänien hat in den letzten Monaten praktisch vollkommen aufgehört. Das Zahlungsübereinkommen von August 1940 steht wohl

00001484

noch in Kraft. Dieses sah vor, daß ein Drittel des Warenwertes vom Lei-Konto der Ungarischen Nationalbank bei der Rumänischen Nationalbank zu decken sei. Von den restlichen zwei Dritteln waren 40 % in USA-Dollar, 60 % in Pengö durch das Rumänisch-Ungarische Clearing zu bezahlen. In Wirklichkeit wird jedes auf dieser Basis vorgeschlagene Geschäft von rumänischer Seite abgelehnt und die volle Kompensation des Warenwertes der Mineralölprodukte in Stahl oder in ungarischen Eisenerzen verlangt. Überdies soll die rumänische Regierung an die Wiederaufnahme des Exportes nach Ungarn wesentliche Zugeständnisse politischer und wirtschaftlicher Natur in betreffs der nach dem Wiener Schiedsspruch abgetretenen siebenbürgischen Gebiete verlangen. Von Seite Ungarns besteht die Ansicht, daß in der Praxis keine Aussicht ist, den rumänischen Import in absehbarer Zeit wieder zu beleben.

U n g a r i s c h e s E r d ö l (siehe Karte)

Die Bodenforschungen nach Erdöl stehen seit Jahren unter Leitung des Chefgeologen Dr.Simon P a p p . Bis 1937 waren die Erfolge vollkommen unbedeutend. Erst aufgrund geophysikalischer Studien wurde das bedeutende Ölfeld von Lispe erschlossen. Die Gesamtproduktion Ungarns beträgt:

1937 ..... 2.214 t

1938 stieg die Monatsproduktion von Jänner 1.778 t auf Dezember 6.167 t und ergab eine Jahresproduktion von .... 51.357 t

1939 stieg die Produktion im Monat auf weit über 12.000 t .. 110.590 t

1940 Die amtlich bekanntgegebene Produktionsmenge von 56.000 t für die ersten 6 Monate soll den Tatsachen nicht entsprechen, sondern weit übertroffen sein. Man glaubt, daß im heurigen Jahr gegen 250 - 300.000 t im nächsten Jahr aber 400.000 erreicht werden dürften.

Das Hauptölgebiet Ungarns liegt in den Komitaten Zala und Somogy. Es wird angenommen, daß der ganze Raum von Zala Egerszég bis Kapovár ölhöffig ist.

Das Ölfeld Lispe - Szent Ádorjan - Budafa Puszta wurde bereits vor Jahren erforscht und eine 1700 m Sonde niedergebracht. Damals wurde kein Öl gefunden und die Versuche mit einem Verlust von 2,000.000 K eingestellt. Jetzt ist es gelungen, mehrere Ölhorizonte in Tiefen von mehreren hundert m bis 2500 m zu erschließen. Der Erfolg ist der European Gas- u. Electric Co. (Eurogasco) in Wilmington, Delaware USA, welche dem Konzern der Standard Oil of New York angehört, zu danken. Der leitende Ingenieur war der Deutschamerikaner R ü d e m a n n . Es sind mehr als 40 Sonden produktiv. Die Ausbeutung erfolgt durch die Ung.-Amerik.Petroleum A.G., welche bis 1939 21,900.000 Pengö investiert und einen Gewinn von 5,000.000 Pengö ausgeschüttet hat. Die ölführende Formation ist das Pleistocän und die Holocänschichten, die sich beiderseits der Mur auf etwa 100 km Länge und 50 km Breite erstrecken. Gebohrt wird nach Rotary System. Das erbohrte Öl weist folgende Ausbeute auf:

Leichtbenzin von 0'680 - 0'735 Oktanzahl 62	28'4 %
Schwerbenzin über 735	0'4 %
Petroleum, Gasöl und Spindelöl	1'4 %
Mittelöl bis %'5 4/50 und Flammpunkt von 220°	49'5 %
halbfester, paraffinhältiger Rückstand, dem 6 - 8 % Paraffin entnommen werden können	19 %
Verlust	1'3 %
	100 %

In der praktischen Verarbeitung im Krack-Verfahren können aus Lispe-Öl 80 % Benzin und 6 % Paraffin gewonnen werden. Der Benzinbedarf Ungarns erscheint damit vollkommen gesichert, es besteht sogar Hoffnung, daß Benzin exportiert werden kann. Die ist bereits jetzt für Paraffin der Fall und tritt Ungarn als Exporteur von ca. 1.000 t Paraffin auf. Dagegen ist der Bedarf an Petroleum nicht gedeckt. Durch Einbeziehung der schwereren Benzinteile und Herabsetzung des Flammpunktes auf 21°, kann wahrscheinlich auch dieser Bedarf gedeckt werden. Gasöl konnte unter Beimischung von Teeröl gestreckt werden und kann der Inlandbedarf zur Not bis auf 10.000 t gedeckt werden. Dagegen ergibt sich eine Fehlmenge von ca. 5.000 t an hochviskoseren Ölen. Bisher ist es nur in Almás Füzitö gelungen, monatlich etwa 30 t Öl mit höherer Viskosität herzustellen. Ebenso erscheinen ca. 1500 t Winter-Vulkanöl nicht gedeckt. Infolge des höheren Paraffingehaltes und der jetzt noch sehr mangelhaften Aufarbeitung, da die Fabriken noch nicht dafür eingerichtet sind, haben die in den Handel gebrachten Gas- und Spindelöle Stockpunkt bis zu +6.

Das Ölfeld wird jetzt nur so weit ausgebeutet, als Transport- und Verarbeitungsmöglichkeiten vorhanden sind. Auch werden aus militärischen Gründen bedeutende Reserven zurückgestellt.

Von Lispe und den unmittelbar anschließenden Budafa Puszta führt eine 12 km lange 127 mm Ø Pipeline, nach der Bahnstation Csömöder Paka der Linie Zala Egerszég - Redicz. Für den Abtransport wird jetzt fast der ganze ungarische Kesselwagenpark verwendet und wird das Öl den Raffinerien Almás Füzitö, Csepel, Budapest (Fanto, Hazai, Petrolipar) Nyirbogdány, Szöreg und Munkácz zur Verfügung gestellt. Vielfach müssen, um die Produkte aufzuarbeiten, weitere Verschiebungen von Rückständen zu den Raffinerien durchgeführt werden.

Es bestehen für die Rationalisierung des Erdölbezuges Projekte, Rohrleitungen von Lispe einerseits nach Budapest Csepel, andererseits nach Pétfürdö und Almás Füzitö zu legen. Das Projekt der Budapester Pipeline würde etwa 15,000.000 Pengö kosten. Geplant ist die Herstellung einer 127 mm Pipeline und einer 193 mm. Die erste soll 640 t pro Tag fördern können, die Länge würde 222 km betragen.

Der Vertrag vom 24.6.38, der zwischen dem Ungar. Staat und der Eurogasco abgeschlossen wurde, sieht vor, daß 15 % des geförderten Öles, Nach Wahl des Staates in Natura oder in Geld dem Staat abzuführen sind. Außerdem hat sich der Staat ein Vorkaufsrecht für die Belieferung seiner Raffinerie gesichert.

Außer den in Produktion stehenden Ölfeldern sind noch folgende Ölvorkommen in Ungarn in Erforschung bzw. Aufschließung:

00001486

a) durch die Eurogasco Fortsetzungen des Ölfeldes von Lispe bei Kaposvar .....

b) Ölmutungen am Nordufer des Balatonsees bei Herend und Zala. Dort dürften 1941 Bohrungen niedergebracht werden.

c) Mutungen bei Mihalyi nächst Kapuvár im Soproner Komitat, wo auch Erdgasvorkommen sind. Eine auf 1600 m Tiefe niedergebrachte Bohrung ergab Ölspuren.

d) Bükkszek 21 km westlich Eger in Nordungarn, wo eine Reihe von Sonden auf 340 m Tiefe niedergebracht wurden, die Gesamtproduktion beträgt ca. 8 t pro Tag. Die langjährigen Bemühungen des Bergamtes, die Produktion zu steigern, haben keinen Erfolg gehabt.

e) Ölmutungen bei St. Miklos, 13 km von Munkacz in der Richtung Lavoczene. Verschiedene bisher noch unerforschte Ölaufschlüsse im Izatal b/Huszt in der Marmaros.

f) Hajduszoboazló b/Debrezen im Alföld. Die Gegend ist reich an Erdgasvorkommen, bei Bohrungen von 1600 m Tiefe wurden Ölspuren gefunden. Dieses Vorkommen wäre besonders interessant, da dann anzunehmen ist, daß in den gleichen Formationen des ganzen Alfölds Öl gefunden werden dürfte.

Im September 1940 wurde von der Ungar. Regierung mit dem Wintershall-Konzern (Dr.Zentgraf) ein Vertrag geschlossen, in dem einerseits dem Wintershall-Konzern eine Option auf alle jene westungar. Gebiete eingeräumt wurden, welche aus der Konzession der Eurogasco ausgeschieden werden sollten und für ganz Südostungarn bis zur jugoslaw.-rumän. Grenze. Auch in diesem Vertrag hat sich die Ungar. Regierung 15 % des geförderten Öles in Natura oder in Geldablösung als Konzessionsabgabe vorbehalten. Weiters wurden die Bedingungen auferlegt, daß in erster Linie der Inlandbedarf gedeckt werden muß, daß die Ungar. Regierung ein Vorkaufsrecht auf alle geförderten Mengen erhielt und ein Export nach Weisungen der Regierung nur handelspolitischen Notwendigkeiten entsprechend erfolgen darf.

Benzin

Das Handelsbenzin hatte früher ein spezifisches Gewicht von 0.735 - 50, das nunmehr aus Lispeöl gewonnene Benzin ein solches von 0.735 und darunter.

Das früher im Verkauf befindliche Leichtbenzin ist jetzt vom Markte zurückgezogen und dürfen die Autos nur mit Motalko, einem 20 %igen Alkohol-Gemisch fahren. Außerdem ist für spezielle Zwecke noch Benzin mit spez. Gewicht von 0.700, 0,725 und 0,790 im Handel. Shell und VOO haben Ethylisierungsanlagen und wurde von diesen früher ethylisiertes Spezialbenzin auf den Markt gebracht. Dies ist jedoch jetzt verboten und darf nur Benzin für die privaten Fluggesellschaften ethylisiert werden. Vor dem Kriege waren Benzol-Gemische auf dem Markt, jedoch wurden wegen des hohen Preises nur geringe Mengen verkauft.

Von den Szolvay faleparlo-Werken wird unter dem Namen Motorketon in kleinen Mengen ein Benzin-Aceton-Gemisch in den Handel gebracht.

Das aus Lispeöl hergestellte Benzin hat eine Oktanzahl von 62 (?) und wird durch Beimischung von Spiritus oder Aceton auf einen Treibstoff von über 80 Oktan aufgemischt. Motorketon gelangte nur in Mengen von etwa 8 - 10,000 Liter per Woche in den Handel.

Der Verkauf in den Tankstellen erfolgt unter folgendem Namen:

Shell
Sphynx (Vac.)
Rex (Steaua)
Atlas (Atlas)
Villám (Petrolipar)
Helios (Nyirbogdány)

Petroleum:

Ist ziemlich ausreichend vorhanden, jedoch muß bei der Erzeugung aus Lispeöl einerseits so viel leichte Bestandteile mitdestilliert werden, daß der Flammpunkt knapp 21°C beträgt, andererseits wird ziemlich tief in die Gasölfraktion destilliert. Das Handels-petroleum hat ein spez Gewicht von 810 - 820.

An Gasöl

besteht ein bedeutender Mangel und gilt das aus Lispeöl erzeugte Gasöl allgemein als sehr schlecht. Die Cetanzahl soll sehr hoch sein.

Nachdem nicht genügend Gasöl zur Verfügung steht, das aus inländischem Öl gewonnene überdies einen Stockpunkt ober 0° hat, wird dasselbe mit Salgo Tarjaner Teeröl zu 20 % verschnitten. Hierdurch wird der Stockpunkt unter 0° gebracht.

Die Motore sind für dieses Produkt umgestellt.

Das Teeröl hat die Eigenschaft, die im Gasöl enthaltenen Paraffine zu lösen und deren Kristallisation zu verzögern.

Die im Handel befindlichen Schmieröle werden im Abschnitt "Ölgeschäft" behandelt.

G a s ö l - G e s c h ä f t

Die Hauptverbraucher für Gasöl sind:

a) Die Ungarische Staatsbahn (MAV), welche 97 Stück Dieseltriebwagen im Gebrauch hat, von welchen 30 mit Motoren über 100 PS, der Rest mit solchen für 35 PS ausgerüstet sind. Jeder dieser Motoren braucht zirka 0,250 kg Gasöl pro PS-Stunde.

b) Die Budapester Städtische Omnibusgesellschaft, welche je zur Hälfte Gasöl und Benzol für ihre Autobusse verwendet.

c) Die Wehrmacht.

d) Die zahlreichen auf dem Lande befindlichen Elektrizitätswerke, welche oft ganz oder mindestens während der Zeit des Wassermangels (Sommer, teilweise auch Winter) auf Dieselantrieb eingestellt sind. Überdies haben zahlreiche Mühlen Diesel.

Der Gesamtbedarf des Landes beträgt zirka 35.000 Tonnen pro Jahr.

Früher wurde das ganze Gasöl aus Kunstöl gewonnen, welches oft mit einem Gasölgehalt von 50 - 60 % eingeführt wurde. Jetzt bietet die Deckung dieses Bedarfes trotz der Beimischung von 20 % Teeröl große

00001488

Schwierigkeiten und kann höchstens bis zu 25.000 Tonnen im Jahr gedeckt werden. Es bleibt somit eine Fehlmenge von zirka 10.000 Tonnen, bezüglich welcher Ungarn auf jeden Fall auf den Import angewiesen ist. Schon bei der Erzeugung von 25.000 Tonnen muß ziemlich weit in die Spindelölfraktion hineindestilliert werden.

Das Gasölgeschäft wird ausschließlich in Kesselwagen und Fässern betrieben und betragen die Normalpreise beim Kesselwagen Pgö. 27.- per 100 kg. Dem Eindeckungsverhältnis entsprechend kommt hierzu ein Aufschlag.

Benzol

Motorbenzol wird in den Gaswerken von Budapest und Pecs sowie in den Hüttenwerken von Dorsóg bei Tata im Ausmaß von zirka 4000 Tonnen per Jahr hergestellt. Ungarn war immer auf den Import von Benzol aus dem Reiche, der früheren Tschechoslovakei und Belgien angewiesen. Benzolgemische wurden früher von Shell und Voc in Tankstellen vertrieben und waren die Preise im Pengö 0.11 per Liter höher als das Handelsbenzin.

Drei Viertel der Inlanderzeugung (zirka 3000 Tonnen) werden von der Stadt Budapest für die Städtische Autobusunternehmung verwendet und der Erzeugung des eigenen Gaswerkes entnommen.

Ungarn hat einen bedeutenden Bedarf an Homologen; an Xylol und Toluol wurden außer der eigenen Erzeugung früher aus der Ostmark ca. 100 Tonnen, aus dem Reiche und Belgien etwa 5 - 600 Tonnen eingeführt. Heute besteht ein bedeutender Mangel an diesen Produkten.

Treibgas

In Ungarn wird bis jetzt kein Treibgas verwendet und besteht auch kaum Aussicht, daß dies eingeführt werden kann, da ja über genügend Mengen Benzin und Spiritus im Inland verfügt wird. Seinerzeit war geplant, im Salgo Tarjaner-Eisenwerk ein Produkt ähnlich dem deutschen Ruhrgasol zu erzeugen. Nachdem aber die Kosten sich wesentlich höher stellen würden als die der Erzeugung von Benzin wurde dieser Plan fallen gelassen.

Bis zur Eingliederung von Karpatho-Rußland und Siebenbürgen war Ungarn ein holzarmes Land. Es bestehen daher keine Holzgasgeneratoren-Anlagen. In der letzten Zeit wurde ein Versuchsauto mit einem Generator, System Prof. Schimanek, gebaut und sollen mit demselben sehr gute Erfolge erzielt worden sein.

Dieses Holzgas käme für die so waldreichen Gebiete Karpatho-Rußlands und Siebenbürgen zweifellos in Frage.

Vor dem Kriege wurde von der Shell in bedeutendem Ausmaß ein flüssiges Propan Methan-Gemisch in Flaschen für Haushalts, Heiz- und Beleuchtungszwecke eingeführt. Dieses bei der Astra Romana erzeugte Gas erfreute sich außerordentlicher Beliebtheit und war namentlihh am Lande und besonders auch in Siebenbürgen in den vielen Kleinstädten und Gutshöfen in Verwendung. Die Kosten betrugen für 13 kg flüssiges Gas Pgö. 18.-. Durch den Ausfall dieses Gases befinden sich viele Haushalte in schwieriger Lage und es wäre zweifellos möglich, in Ungarn ein bedeutendes Geschäft aufzuziehen. Besonders erwünscht wäre es, in Budapest und in Siebenbürgen, etwa Kolovar, Abfüllanlagen zu errichten.

Die zollfreie Einfuhr der Flaschen dürfte, da eine ausgesprochene Mangellage vorliegt, zweifellos zu erreichen sein.

Glysantin

Das Glysantin wird durch die Budanil Farben Verkehrs A.G. der I.G.-Farben (Budapest V., Nádor ut 12) vertrieben. Bisher war der Erfolg sehr gering, obwohl in Ungarn ein bedeutender Bedarf an Frostschutzmitteln besteht.

Die Budanil, welche mit den hierfür in Betracht kommenden Verbraucherkreisen keine Fühlung hat, übergab das Geschäft an zwei Autobestandteile-Laden-Geschäfte, von welchen eines ausgesprochen klein ist. Bisher wurden per Saison 10 - 12.000 Liter verkauft.

Bei entsprechender Bearbeitung wäre zweifellos ein größerer Absatz zu erzielen.

Die hiesigen Vertriebsstellen sind:

Motor és Autokellêkek r.t. Budapest VI., Jókai ut. 11
Olaj feldolgozo ès Nyeisanyag Ipar r.t.,
Budapest IV., Gròf-Károlyi ut. 22.

Paraffin

Der ungarische Bedarf ist zirka 4000 Tonnen Paraffin. Dasselbe wird in guter Qualität von den Fabriken der Shell, Vac und Petrolipar gedeckt. Es ergab sich bereits im Jahre 1940 ein Überschuß von zirka 1000 Tonnen, welche exportiert wurden.

In der nächsten Zeit wird die verfügbare Paraffinmenge wesentlich größer werden, da die Fanto als Produzent dazukommt und zu erwarten steht, daß auch die Shell in absehbarer Zeit eine moderne Anlage bei der Hazai errichten wird.

Der Vertrieb des Paraffin für das In- und Ausland ist seitens der Produzenten durch Verträge an die Firma Vicker (Szirmay) übergeben. Es besteht zweifellos die Möglichkeit, in Zukunft einige tausend Tonnen Paraffin aus Ungarn zu beziehen.

Asphalt

In Ungarn bestehen einige wertvolle Asphaltvorkommen, welche im Verein mit den aus den importierten Kunstölen gewonnenen Asphalt in der Lage waren, den ungarischen Bedarf vollkommen zu decken. Dasselbe ist insofern bedeutend, als etwa 20 - 30.000 Tonnen für die Brikettierung der Staubkohle, die in den ungarischen Bergwerken in besonders großem Maße anfällt, verwendet wurden. Heute bestehen Schwierigkeiten, da aus dem Lispeöl kein entsprechender Asphalt gewonnen werden kann und Teerasphalte sowie Naturasphalte nicht in genügendem Maße zur Verfügung stehen.

Erdgas

Ungarn verfügt über sehr reiche Erdgasvorkommen verschiedener Art. Die Erzeugung an Methangas wird auf zirka 7,000.000 m3 veranschlagt. Das in Hejdu szoboszlo gewonnene Methangas wird von dem Budapester Nagy tételnyer - Werke für die Ungarische Staatsbahn für Heizung und Beleuchtung komprimiert.

Die Ungarische Erdgasgesellschaft verwaltet jenen Teil des Siebenbürgen-Erdgasnetzes, welches in den abgetretenen Teilen liegt.
Die Produktionsstätten dieses Gases blieben zur Gänze auf rumänischem Gebiet.

00001490

Interessant ist das Gasvorkommen von Mihaly im Soproner Komitat, wo ein trockenes Gas mit einem Gehalt von 5 % Methan, 1 % Äthan und 95 % Kohlensäure gewonnen wird, welches auf Trockeneis verarbeitet wird.

Es bestanden sehr weitgehende Pläne für die Lieferung dieses Produktes an engliche Kühlschiffe für Frucht- und Fleischtransporte aus Australien und Südamerika.

Öl - Geschäft

Das Schmieröl-Geschäft befindet sich in einer Umstellung, die es leichter als sonst ermöglicht, am Markt Fuß zu fassen.
Der gesamte Verbrauch beträgt in Friedensjahren etwa 20.000 Tonnen in verschiedenen Ölen. Hiervon wurde etwa 2/3 im Inland erzeugt.
Der Import von rumänischem Öl, Pacura oder Fertigprodukt hat seitdem Jahre 1940 vollkommen aufgehört, da demselben politische Schwierigkeiten und die Unmöglichkeit d.v. den Rumänen geforderten Art der Bezahlung entgegenstehen.

Unter den gegenwärtigen Verhältnissen ergibt sich bei starker Drosselung des Ölkonsums folgender Jahresbedarf:

Spindelöl	3150	Tonnen
Maschinenöl	4000	"
Motorenöl	3000	"
Zylinderöl	3000	"
Vulkanöl	2500	"
Transformatorenöl	600	"
Weißöl	350	"
zusammen	16600	Tonnen

Dieser Bedarf sieht bereits zum Teil einen Ersatz schwerer Öle durch leichtere vor. Die Öle müssen noch in überaltetem Zustand verwendet werden. Es wird möglichst gespart und ein Großteil der Autos ist still gelegt bzw. der Verkehr beschränkt. Unter normalen Verhältnissen ist mit einer Erhöhung des Konsums um 5000 bis 6000 Tonnen, insbesondere in den schwereren Ölen, zu rechnen.

Im Einzelnen stellt sich die heutige Lage folgend dar:

Spindelöl: Bedarf ca. 3150 Tonnen,

von denen etwa 150 Tonnen Spezialprodukte (Selfactor-Spindel-Schmierung etc.) darstellt; der Bedarf der 3000 Tonnen gewöhnlichen Spindelöles kann aus Lispeöl gedeckt werden, wobei allerdings die Schwierigkeiten des hohen Stockpunktes von +6° immer bestehen werden. Ein bedeutender Teil dieses Spindelöles wird als Destillat für die zahlreichen kleinen Wagenfetterzeugungen verwendet.

Maschinen- und Motorenöl: Der Gesamtbedarf beträgt ca. 7000 Tonnen,

von denen bisher etwa 2000 Tonnen als Fertigware importiert wurden. Bisher wurden etwa 5000 Tonnen aus rumänischem Kunstöl oder Pacura erzeugt. Heute können etwa 2000 Tonnen leichte Maschienenöle bis 4.5° E/50 aus Lispeöl erzeugt werden; es bleibt ein ungedeckter Einfuhrbedarf von 5000 Tonnen, von welchen mindestens 1500 Tonnen Öle

über 8/50 mit hohem Viskositätsindex sein sollen. Heute wird vielfach statt einem 8er Öl ein 4er Öl verwendet. Es ist zu berücksichtigen, daß ein großer Teil der ungarischen Kraftfahrzeuge und namentlich die landwirtschaftlichen Maschinen überaltert sind und daß daher die Verwendung eines schwereren Öles gewünscht wird.

Von der Fehlmenge von 5000 Tonnen werden 3500 Tonnen als Kommerzware gesucht. Es wäre möglich, den Einfuhrbedarf dadurch zu verringern, daß zu Versehnittzwecken Raffinate 15 - 20/50 , ja selbst raffinierte Zylinderöle von 40 - 50/50 eingeführt werden und diese dann mit dem aus Lispeöl erzeugten 4,5° Öl verschnitten werden, was immerhin möglich ist, weil dieses Öl einen Flammpunkt von zirka 220° hat. Auch bisher wurde der größte Teil des Autoöles und der schweren Maschinenöle durch Verschnitt amerikanischer Importware mit Ware rumänischer Herkunft im Inland erzeugt.

Die Verwendung von Paraflow ist abgesehen von den Schwierigkeiten der Beschaffung schon aus preislichen Gründen nicht möglich, da das Kilogramm in Ungarn verzollt Pengö 9.40 kostet.

Von der Färbung von Ölen wird allgemein Gebrauch gemacht und wurden bisher hierzu spezielle Brightstocksorten in erster Linie verwendet.

Zylinderöl: Der Gesamtbedarf beträgt 3000 Tonnen,

von welchen bisher etwa 2000 Tonnen aus Amerika importiert wurden. In dieser Menge ist auch der Bright Stock und Cold test zu Verschnittzwecken inbegriffen und wurden hierzu etwa 500 Tonnen verwendet. Diese können eventuell durch schwere Motorenöle ersetzt werden. Zirka 1000 Tonnen wurden von den Raffinerien aus rumänischer Ware erzeugt, ein Ersatz hierfür kann aus Lispeöl nicht gefunden werden. Es bleibt daher der gesamte Zylinderöl-Bedarf von 3000 Tonnen zu importieren, wobei eventuell - wie erwähnt - 500 Tonnen durch entsprechende Motorenöle zu ersetzen wären.

Vulkanöl: Der Gesamtbedarf beträgt 2500 Tonnen,

hiervon zirka 1500 Tonnen Winteröl mit 6°E/50 und einem Stockpunkt von -10° und 1000 Tonnen Sommeröl mit 8/50 und einem + Stockpunkt. Das letztere kann zur Not aus Lispeöl erzeugt werden. Der bisherige Bedarf der Industriewerke war minimal, da hierzu allgemein Altöl verwendet wurde. Durch die Verordnung vom September 1940 ist dies verboten, da Altöl regeneriert werden muß. Es ergibt sich sonach ein zusätzlicher Bedarf an Vulkanöl.

Transformatorenöl: Bedarf zirka 600 Tonnen.

Hierbei wurde bisher eine Menge von etwa 150 Tonnen mit einem Stockpunkt von -40 - 50° importiert, der Rest in den Raffinerien der Shell und Nyirbogdányi aus rumänischer Ware erzeugt. Der Bedarf kann wesentlich dadurch verringert werden, daß die Maschinenfabrik Ganz, die bisher ihre Transformatoren für den Export gefüllt geliefert hat, sie nunmehr in ungefülltem Zustande liefert. Früher wurde ein Teil des Transformatorenöles von Vado, Genua, bezogen.

Weißöl: Der Gesamtbedarf an Weißöl beträgt 350 t.

Hiervon sind etwa 50 Tonnen geruch- und geschmackloses paraffinum liquidum, welche bisher von Schliemann und Albrecht gekauft wurden. Die 300 Tonnen, welche für technische Zwecke verwendet werden, wurden in den Raffinerien der Shell, Lardoline und Nyirbogdányi erzeugt.

00001492

Zusammenstellung

Spindelöl:	Inlanderzeugung 3000 Tonnen. Import 150 Tonnen.	Bedarf gedeckt. F e h l t .
Maschinen- und Motorenöl:	Bedarf 5000 Tonnen. Import 2000 Tonnen	Hiervon 2000 t bis 4,5° gedeckt. 3000 Tonnen fehlt. F e h l t . Gesamtmanko daher 5000 Tonnen.
Zylinderöl:	Inlanderzeugung 1000 Tonnen Import 2000 Tonnen Es fehlt das ganze Quantum von 3000 Tonnen.	
Vulkanöl:	Bedarf 2500 Tonnen.	Im Inland erzeugt 1000 Tonnen. F e h l t 1500 Tonnen.
Transformatorenöl:	Bedarf 650 Tonnen.	Davon gedeckt 600 Tonnen F e h l t 50 Tonnen
Weißöl:	Bedarf 300 Tonnen.	Gedeckt 300 Tonnen F e h l t 50 Tonnen.

Bei einem Gesamtkonsum von zirka 16.000 Tonnen fehlen somit 9.500 bis 10.000 Tonnen, für deren Deckung aus dem Auslande bereits für das Jahr 1940 unbedingt vorgesorgt werden muß%.

Durch Import von hochviskosen Motorenölen könnte dieser Bedarf auf etwa 8.000 Tonnen reduziert werden.

Die Lage ist kritisch, da bereits in den ersten Monaten 1941 der Mangel eintreten wird. Es müssen daher bereits jetzt alle Vorsorgen für die Zukunft eingeleitet werden. Es ist sicher, daß jedes Ansuchen auf Einfuhrbewilligung, soweit eine Zahlungsmöglichkeit dafür besteht, bewilligt werden wird. Bisher wurden die Einfuhrbewilligungen nur dann erteilt, wenn das spezifische Gewicht bei Ölen unter 3°E/100 unter 0.910, bei über 3°E/100 nicht über 930 war.

Bisher waren als Importeure von Ölen hauptsächlich folgende Firmen tätig:

Standard Oil Trading		3000	Tonnen	Auto- und Zylinderöl
Lardoline	ca.	3000	"	Destillate
Schwitz	ca.	500	"	Bright Stock für Händler
Szabo	ca.	400	"	hauptsächlich besonders hochwertiger Zylinderöle
Vicker	ca.	500	"	Auto- und Zylinderöl

In Ungarn hat nicht nur jede Raffinerie ihre eigene Fett- und Wagenfetterzeugung, sondern es gibt auch auf dem Lande zahlreiche kleine Betriebe. Dies führt natürlich dazu, daß sehr niedrige Preise erstellt werden und gilt das Fettgeschäft bei den Großfirmen allgemein als Verlustgeschäft.

Für Spezialfetterzeugung kommen nur Shell und Lardoline in Betracht.

Die Organisation des Ölgeschäftes ist dadurch gekennzeichnet, daß der Hauptteil des Konsums durch Händler gedeckt wird, welche ihre Ware von den Erzeugern und Importeuren beziehen. Unter den Raffinerien herrscht in normalen Zeiten trotz des bestehenden Ölkartells eine scharfe Konkurrenz. Die Händler erzielen Phantasiepreise.

Die Kartellquoten der Raffinerien betrugen im Jahre 1937:

Voc	33,80 %	
Shell	32,33 %	
Steaua	13,50 %	(aus Lohnverarbeitung bei der Shell)
Nyirbogdányi	5 %	
Fanto	15,37 %	
Summe ...	100 %	

Außerdem hat der Petrolipar eine Plusquote von 13,44 %.

A b s c h r i f t

00001494

VII. Nefelejts utca 26
9.4.1942

Büro Dr. Langheinrich
Eingang 25.4.42.
Tagb. Nr. -480/-
Beantw.
Abgang
047

I.G.Farbenindustrie A.-G.
B.d.K.A.

B e r l i n NW 7, Unter den Linden 82.

Betr.: Erdgas-Situation in Ungarn.

In Beantwortung Ihrer Anfrage vom 20.März kann ich Ihnen zur obigen Frage folgende Mitteilungen machen:

Erdgas verschiedener Zusammensetzung fällt z.Zt. in Ungarn an folgenden Stellen an:

1/ bei den Erdölsonden in der Gegend von Lispe,

2/ bei den Erdölbohrungen des Wintershall-Konzerns an verschiedenen Stellen der östlichen Tiefebene,

3/ bei den zu diesem Zweck niedergebrachten Bohrungen im ungarischen Teil von Siebenbürgen.

Das Erdgas in Lispe wurde bisher zum grössten Teil niedergehalten, um dem Druck des Erdölzuflusses aufrecht zu erhalten. Ein Teil soll nunmehr ausgewaschen und zu Propangas verarbeitet werden. Dieser Prozess soll in Lispe vorgenommen werden und es ist vorgesehen, täglich etwa 6 000 kg Propan in Stahlbehältern zu komprimieren. Die Herstellung der Stahlflaschen und der Ventile wird von ungarischen Firmen übernommen. Allein zur Fabrikation der Tauchrohre wird eine Lizenz der I.G. benötigt. Den Vertrieb dieser Treibgasflaschen hat die Erdgasverwertungs A.G. Budapest, die vor kurzem mit einem Aktienkapital von 400,000 P. von der allgemeinen ungarischen Commerzialbank gegründet wurde, übernommen. Es wurde in Aussicht genommen, successive einen Teil des ungarischen Kraftwagenverkehrs auf diese Art der Treibstoffversorgung umzustellen.

Der Anfall an Erdgas bei den Wintershall-Bohrungen ist noch gering und über dessen Verwertung ist nichts bekannt geworden. Nachdem die ersten Bohrungen erst im vergangenen Jahr niedergebracht wurden, nehme ich an, dass hierbei von einer Verwertung des Erdgases in absehbarer Zeit keine Rede sein wird.

Die Bohrungen, die von ungarischer Seite in Siebenbürgen vorgenommen wurden, bezwecken in erster Linie die Versorgung von Marosvasarhely mit Leucht- und Heizgas sicherzustellen. Diese Stadt wird z.Zt. noch von rumänischer Seite mit Erdgas versorgt, doch will man aus erklärlichen Gründen diese Abhängigkeit eliminieren. Die in Zukunft etwa frei werdenden Quantitäten sollen auch von der bereits genannten Erdgasverwertungs A.G. verwertet werden. Das an dieser Stelle anfallende Erdgas ist jedoch anderer Zusammensetzung und muss unter bedeutend grösserem Druck in Stahlflaschen abgefüllt werden. Da z.Zt. für diese Zwecke kein Molybdänstahl erhältlich ist, müssen gewöhnliche Stahlflaschen, jedoch mit wesentlich dickeren Wänden verwendet werden. Die Flaschen stellen dadurch ein zu grosses Gewicht dar und vermindern in unrentablem Maße die Nutzlast der Fahrzeuge. Die Lösung dieses Problems ist vorläufig noch nicht gefunden worden.
Ich hoffe, mit den obigen Ausführungen einigermaßen ein Bild der Erdgaslage gegeben zu haben.

Mit deutschem Gruss

w/g.g.

00001495

Budapest, den 21.5.1942

Besuchsbericht.

Péter Nitrogen Kunstdünger A.G.,Budapest./staatlich ! /

Besichtigung der Krack-Anlage innerhalb des Werkes in Pétfürdő.

Am 25.Nov.1938 hatte Herr Dr. Münch, AWP Leuna, dieses Werk besichtigt und hierüber den anhängenden Besuchsbericht geliefert.

Inzwischen war in deutsch-ungarischen Industriebesprechungen in Budapest im September 1941 und insbesondere auf einer zweiten in Wien vom 27.April - 1.Mai 1942 den Péter Herren von I.G.-Seite zugesagt worden, dass die I.G. sie bei der Analyse und Weiterverarbeitung von Krack-Gasen beratend unterstützen will.

Meinen derzeitigen Aufenthalt in Budapest in Fragen der Rohstoffbelieferung für Moosbierbaum sollte ich / auf Wunsch von Herrn Dr. Langheinrich / benutzen, um in obigem Sinne mit den Herren der genannten Gesellschaft Fühlung zu nehmen und zur Sicherstellung bezw. als erste Grundlage der geeigneten Unterstützung möglichst auch die vorhandene Dubbs-Krack-Anlage besichtigen.

Bei der Vorstellung bei den leitenden Herren der Gesellschaft in Budapest, insbesondere Herren Generaldirektor v. Szalay und Direktor Retezar brachten diese ihre besondere Freude zum Ausdruck, dass die I.G. so schnell reagiere. Offenbar hat sich sonst bisher noch nichts aus diesen Industriebesprechungen ergeben.

Am 20.Mai d.J. fuhr ich dann mit Herrn Direktor Retezar zu dem etwa 20 km östlich vom Plattensee gelegenen Werk in Pétfürdő zur Besichtigung hinaus. Ich hatte dort zunächst eine kurze Besprechung mit dem Werkdirektorium / Dir. Stefan Aixinger und anderen Herren/. Vom Werk bekam ich nach Einholen ministerieller Erlaubnis eingehend nur die Krack-Anlage gezeigt, sowie nebenbei das

./.

00001496

Laboratorium, die Ethylisierungsanlage und sehr flüchtig einige Versuchsstellen. - Es sei vorweg bemerkt, dass die ursprüngliche Kohle- bezw. Teer-Hydrieranlage / s. Bespr.Bericht Dr. Münch / vollständig beseitigt war und anderen organischen Kleinproduktionen Platz gemacht hat. Man habe auch daran kein Interesse mehr./Zusätzliche Schwefelung während der Hydrierung; Varga-Patente bekanntlich in Deutschland von der Degosag und Hiag übernommen./

Dubbs-Krackanlage.

Die kleine, moderne Krackanlage wurde am 7.7. 1940 angefahren. Sie entspricht vollkommen dem bekannten jetzigen Dubbs-Typ:

1. Fraktierungsturm
2. Ofen: 30 - 10 atü, 300° Eingang, 480-500° Ausgang.
3. Reaktionskammer: 5 atü, 5 - 10° niedriger.
4. Flashturm oder Koksturm umschaltbar.
5. s. 1.
6. Stabilisierung bei 10 Atm., 160°.
7. Absorptionskolonne zur Entbenzinierung bei 10° atü.

Die Anlage setzt täglich etwa 90 - 100 Tonnen Rohöl durch. Sie wird praktisch nur auf Heizöl gefahren / für Koks besteht kein Markt./ In das Werk gehen zur Zeit etwa 10 Waggon Rohöl täglich; 100 moto Verarbeitungsprodukte werden nach Deutschland und/ oder Italien exportiert. Eine Erweiterung der Rohölverarbeitung ist durch eine Topp-Anlage geplant. Dann wird nicht mehr das Rohöl zur Krackung gelangen, sondern die Rückstände. Man glaubt, dass man auf diese Weise die vierfache Menge des Rohöls gegenüber jetzt verarbeiten kann, ohne Vergrösserung der Krack-Anlage. Wohl aber

./.

0000149?

wird eine Schmieröl-Anlage sich dann anschliessen, die von Separator Nobel geliefert wird.

Derzeit werden aus 100 Teilen Rohöl insgesamt neben Heizöl 60 Teile Benzin gemacht, wobei 40 aus dem Rohöl direkt stammen und 20 durch Kracken erhalten worden sind, also 1/3 vom Krackeinsatz. Die geplante Erweiterung ist notwendig und basiert auf der zunehmenden Rohölförderung Ungarns insofern, als sich der ungarische Staat für Pét 15 % der jeweiligen ungarischen Gesamt-Fördermenge vertraglich gesichert hat.

Zur Krack-Anlage noch folgende Einzelangaben:

Die Anlage macht bei ihrer Kleinheit einen sehr übersichtlichen, sauberen Eindruck. Der ungarische Betriebsführer ist mit dem Arbeiten der Anlage durchaus zufrieden. Die Rohre müssen alle 120 Tage gereinigt werden, was in Anbetracht der absoluten Abwesenheit von Hartasphalten im Rohöl und des geringen Schwefelgehalts von höchstens 0.15% nicht verwunderlich ist. Interessant ist, dass durch Mehrhereinnahme von Lovászi -Öl sich der Krack-Prozess etwas schwieriger gestaltet, insofern dieses mehr von den schwerer zu verarbeitenden, leichteren Gasölanteilen gegenüber Lipse - Rohöl enthält. Das Krack-Benzin wird gemeinsam mit dem straight run Benzin mit 0.5 Gewichtsprozent 98%-iger Schwefelsäure in einfacher Orificer-Anlage nach bekannter Art / Gegenstrom / raffiniert und in Laval-Zentrifugen / Separator Nobel / getrennt. Die 400 - 500 kg pro Tag anfallenden Säureteer werden mit Wasser ausgewaschen und zur Weiterverarbeitung fortgegeben./! ? /

Die Redestillationsanlage für das Krack-Benzin /Foster Wheeler / besteht aus 2 Türmen:

./.

00001498

1. atmosphärisch
2. Vacuum

und wird mit Direkt- und Indirektdampf betrieben. Der Betriebsführer klagte über Korrosionsschwierigkeiten hinter den Kondensatoren, zu deren Beseitigung sie keine Vorkehrungen bisher zu treffen wussten. Im Vorheizer hatten sie keine Schwierigkeiten /Bronzelegierung/. Hinter die Redestillation war eine Perko-$CuCL_2$-Wäsche /?/ des redestillierten Benzins geschaltet, die angeblich alle Ansprüche befriedigt.

Aus dem Stabilisierturm / Punkt 6. s.o./ wird das Kopfprodukt zur Verwendung als Flaschengas genommen. Dieses enthält den gegebenen Anordnungen entsprechend noch Benzin und Olefinkohlenwasserstoffe. Es wird jedoch anstandslos verwendet.

Zu der speziellen Frage der Krackgas-Verwertung folgendes:

Irgendwelche Kenntnisse über die Zusammensetzung dieser Gase waren an keiner Stelle vorhanden. Infolgedessen war es mir leicht, mich aller etwa verbindlichen Aussagen zu enthalten. Die Menge des gesamten Krack-Gases beträgt 6 - 8 Tagestonnen. Es wurde lediglich vereinbart, dass das Kopfprodukt des Stabilisierturms über eine längere Zeit in eine 42 Liter Bombe / 10 Atmosphären/ entnommen und auf schnellstem Wege nach Leuna zur Gasanalyse geschickt wird. Den Herren gab ich noch einige Auskünfte zu der Frage einer eigenen gasanalytischen Einrichtung in ihrem Laboratorium und stellte unsere Bereitwilligkeit in Aussicht, ihnen auf Wunsch Skizzen und Bedienungsvorschriften für eine Stockapparatur gegebenenfalls nach Podbielniak zu vermitteln, sowie überhaupt unsere weitgehende Unterstützung auf diesem Gebiete im Rahmen der heute

./.

00001499

gegebenen Verhältnisse. Einer chemischen Weiterverarbeitung dieser Krack-Gase gegenüber, woran die Herren offenbar das grössere Interesse zeigten, nahm ich einen abratenden Standpunkt ein und stellte ihnen die Einfachheit und Billigkeit einer kleinen Polymerisationsanlage vor Augen, falls sich allerdings eine solche bei der sehr geringen Menge lohen würde.

Nun noch einige Angaben zu dem übrigen Werk, soweit sie über den Inhalt des beigefügten älteren Besuchsberichtes hinausgehen oder sich geändert haben:

Das Werk beschäftigt jetzt 1.500 Arbeiter. Es wird vonn20 akademischen Technikern geführt.

Zur Zeit war das Werk gerade in Umstellung begriffen durch Inbetriebnahme einer zusätzlichen Hochkonzentrieranlage der Bamag für die Salpetersäureabsorption. Die bisherige Absorption ist vollständig überlastet, gewaltige braune Schwaden gehen ständig über das Werk und Umgebung hin. Die NH_3-Synthese liefert zur Zeit 42 Tagestonnen und wird noch auf 60 Tagestonnen als Endzustand erweitert. (Laut Besf. Bau. v. 3.8.42 bei J. Mühsh, Jelfsch Wenzel jährl. 12 000 jato N_2 auf 16 000 jato N_2 aufgeschlossen bei Siebenbürgen-Anstalt

Der Staat wird ein weiteres grosses Werk bauen in Siebenbürgen (bei Hebrecen?) auf der Basis zweier neuer Erdgasquellen mit täglich 200.000 cbm Methan.

Die Alkali-Elektrolyse liefert täglich 2 to Chlor, welche insgesamt für eigene Chlorprodukte verbraucht werden. Das Werk machte übrigens auch Senfgas, dessen Anlage dem Militär übergeben wurde.

Im übrigen wird Aethylenchlorhydrin sowie Aethylendiamin auf Spirit

./.

00001500

und Di- und Trichloraethylen hergestellt. Ich hatte den Eindruck, dass auf organischem Gebiet heftig vorgestossen wird; hier hielt sich Direktor Retezar jedoch merklich zurück, er äusserte sich nur, dass " sehr schöne, neue Forschungserfolge " erzielt wurden. Im Vorbeigehen sah ich offenbar sehr neue Kleinproduktionsanlagen.

Die Laboratoriumsräume waren einfach, aber zweckmässig eingerichtet, anscheinend aber nur für den dringendsten analytischen Bedarf. Für eine etwaige komplette Gasanalyse suchten wir einen geeigneten Raum aus.

In einem kleinen, geschlossenen Raum befanden sich Hochdruckapparaturen von einigen Litern Reaktionsraum für Kleinversuche bei 300 atü, mit allem Zubehör: Kompressoren, Umlaufpumpen, Gasometer. Hier hatte auch Prof. Varga seine Hydrierversuche ausgeführt.

Schliesslich besichtigte ich die Ethylanlage, wo offenbar sämtliches zu verbleiendes Benzin Ungarns durchgeht. Die Sicherheitsvorschriften werden streng beobachtet, Anlage und Leute laufend von den zuständigen Stellen kontrolliert.

Die Werksgebäude, = Strassen und Anordnung machten einen sehr sauberen und zweckmässigen Eindruck. Platz für Erweiterungen ist noch genügend vorhanden. Wasser liefert in genügender Menge der Pét-Fluss. Ganz besonders ansprechend wirkten Beamten- und Arbeitersiedlung sowie Kasino und dergl.

Schliesslich sei noch erwähnt, dass das Werk durch militärische Besetzung gesichert ist und einige Flakstellungen sich im Umkreis befinden.

Dr. K/Sza.

Kaufmann.

00001501

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Büro Dr. Langheinrich

Herrn Dr. Kaufmann, Me

zur gefl. Kenntnisnahme ~~und Rückgabe~~
gemäss Absprache mit Herrn Dr. Münch

Berlin NW 7, den Dorotheenstraße 35 12. 5. 42.
v. Osten

00001502

GARN.

Für Rodeze!

ch am 25.11.38)

dünger Fabrik A.-G., Budapest.

Lage: Werk Pet liegt etwa 130 km südwestlich Budapest, ca. 1 km vom Nordende des Plattensees entfernt, dicht südlich der Betonstrasse Budapest-Graz. Gleisanschluss an die Bahn Neszprem-Stuhlweissenburg. Nähe Werk Füzfö.

Energiebasis: Eigenes Dampfkraftwerk. 2 Aggregate zu je 6000 PS, bezogene Braunkohlebriketts.

Einrichtungen:

Synthesegas. Lignitbraunkohle (4200 WE und 50% H_2O) aus 10 - 15 km Entfernung und aus 100 - 400 m Tiefe. Wird nach dem Fleissnerverfahren vorgetrocknet und vergast. War erste Lignitvergasung überhaupt. Entgasung erfolgte in vertikalen Koksöfen nach Didier (Verfahren von Prof. Szigeth) und durch Zugabe von Wasserdampf bei 1000° - 1100° teilweise vergast. Der gewonnene Koks wird in Drehrost-Generatoren vergast. Das Generatorgas dient der Aussenbeheizung der Didier-Öfen. Zusammensetzung: ca. 82% CO + H2, neben CH_4, CO_2 + N_2. Stickstoff aus Lindeanlage.

Gas-Reinigung: Wird durch Luxmasse von H_2S befreit. Hierauf erfolgt CO-Konvertierungsanlage, wodurch Entfernung des CO bis auf 3% erfolgt. Hierauf erfolgt Druckwäsche in 2 Türmen zur Entfernung der CO_2. Anschliessend Feinreinigung durch Tiefkühlung nach Linde. 7 Gaskompressoren der Firma Glanz.

Ammoniakfabrik nach dem NEC-Verfahren unter 300 Atm. Druck. 2 Kontaktöfen zu je 11 m bei 700 mm Durchmesser in turmartigem Gebäude zu ca. 50 m Höhe. Produktion derzeit 28 tatoNH_3. Eine weitere Kammer mit 2 Öfen im Bau. Abscheidung des NH_3 durch Wasserwäsche. Die Ammoniakbildung soll 16 - 18 Vol.% NH_3 betragen.

00001503

Verbrennung: Bamagaanlage. Rhodiumplatinkontakt. 4 Kontaktöfen zu je 3 tato N. Anfallende Nitrose Gase werden, teils in HNO_3 verdünnt, teils in Hoko-säure, teils für Nitrat verwandt.

Hoko-Anlage: Kapazität 2.2 Türme, Paulinganlage. Konzentration erfolgte mittels (gekaufter) Schwefelsäure in Ferrosiliciumkolonne und wird nach Füzfö geliefert.

Nitratfabrik: Die Hauptmenge der HNO_3 wird in Ammonnitrat verwandelt. Die Endabsorption erfolgte früher nur mit NH_3. Es besteht die Gefahr, dass die Absorption sauer wird. Hierdurch Explosion. Neuerdings Kalkabsorption. Eindampfung in Kestnrapparaten.

Kapazität: 40 000 jato Kalkammonsalpeter mit 17 % N.

Die Hauptmenge des Ammonnitrats wird zu einer Schmelze mit 2 - 3% Wasser verarbeitet. Dieses Ammonnitrat wird mit feingemahlenem Kalkstein mittels Schnecken gut vermischt und die Mischung unter Druck zu gewellten Tafeln gepresst. Diese Tafeln werden gerkleinert.

Erzeugung: +)

Schwefelkohlenstoff: Anlage von Zahn mit eigenen Verbesserungen.

Kapazität: 6 in 2 Reihen angeordnete Retorten.

Rohstoffe: Brockenschwefel von Reesk, Holzkohle.

Arbeitsweise: Bei 900°.

Destillationsanlage in gesondertem Bau.

Anlage war derzeit stillgelegt.

Trichloräthylen:

Kapazität: 1 Reaktionsturm

Rohstoffe, Verfahren: Acetylen aus gekauftem Carbid.

Chlor aus eigener Elektrolyse. Zersetzung mit Kalkmilch.

Anlage stand derzeit still.

+)Neben Kalkammonsalpeter wird reines Ammonitrat für Sprengstoffzwecke erzeugt. Keine $(NH_4)_2$-SO_4 Fabrikation!

Alkali-Elektrolyse:

Rohstoffe: Steinsalz aus Ausland. Strom aus eigenem Kraftwerk. x)

Kapazität: 46 de Nora-Zellen (Italien) 2000 jato NaOH. 4 - 5 Eindampfapparate.

Erzeugung: Bereitschaftsanlage. (Solvay zahlte für Stillegung auf 10 Jahre 5 Mill. Pengö an den Staat)
Flüssig-Chlor in Flaschen versand.

Hydrieranlage:

Rohstoffe und Verfahren: Braunkohle (od. Teer) Varga-Verfahren.

Kapazität:

Erzeugung: 10 tato = 3500 jato.

Bemerkung: Die Anlage ist offenbar auf Rechnung der Ungarischen Hydrobenzin A.-G. In Ungarn sind mit 20 % Alkohol gemischte Treibstoffe üblich. Kein Beimischungszwang. Tankstellenpreis:
0,42 Pengö für Gemisch
0,50 " " " Reinbenzin

Belegschaft: Normal 3-400 Arbeiter.

Pläne und Verschiedenes:

Die N-Kapazität wird z.Zt. auf das doppelte ausgebaut für die Erzeugung von Kalksalpeter. Der jährliche Staatszuschuss zur Verbilligung des N soll nach Pallontai bei 15 Mill. Pengö betragen.

x) 6 - 700 jato angeblich nach Berczeli (soll zuverlässig sein)

00001505

Besprechung bei der AMI am 18.Mai 1942

betreff Belieferung von Koosbierbaum mit Straight run Benzin aus Ungarn.

Teilnehmer:

AMI:	Herr Prof.Dr. Gyula Nyul (Julius Kese)
	" Dr. Podrabszky
RWM:	Herr Chemiker Paul Schneider
	" T.K.V.Rat Diemhold -
Vertreter der Shell:	Herr Dr. Ernuest
	" Dr. A. Madlener
Vacuum Oil:	Herr K u h n
	" Lunkefled
Koosbierbaum:	Herr Direktor Dr. Henning
I.G. Leuna:	" Dr. Kaufmann.

Es wurde den Herren folgende Problemstellung von unserer Seite bekanntgegeben:

Für besondere Zwecke möchten wir aus dem Autobenzin, das vertragsmässig von Ungarn an Deutschland zu liefern ist, eine bestimmte Fraktion in möglichst grossen Mengen herausschneiden. Die von uns gewünschten Qualitätsansprüche sind:

1./ Siedeende genau 165°
95 % bei etwa 155 - 160°
bis 100 % nach Engler oder ASTM maximal 20 %.
Anilinpunkt möglichst unter 45°
Es dürfen keine Krack-Benzine enthalten sein.

2./ Bei der Diskussion der Möglichkeiten, auf unsere Wünsche einzugehen, ergaben sich verschiedene Schwierigkeiten:

1) Das zur Verarbeitung kommende Rohöl wird im wesentlichen aus den

./.

00001506

Gebieten Lipse und Lovászi angeliefert und zwar in einer gemeinsamen Pipeline bis Budapest. Die Rohöle sind an sich in beiden Feldern verschiedenartig, wenngleich die Abweichungen nicht grundsätzlicher Natur sind. Der Anfall auf den Feldern beträgt im Mittel etwa 50:50 und voraussichtlich ab Oktober 60:40 zu Gunsten von Lovászi. Tageweise treten dagegen erhebliche Schwankungen in den Fördermengen auf, sodass die durch Pipeline angelieferten Öle verschieden variieren. Hinzu kommt, dass die Speichermöglichkeiten auf den Raffinerien im allgemeinen nur gering sind; die ankommenden Mengen müssen daher unverzüglich aufgearbeitet werden und es ist nicht möglich, einen grösseren Ausgleich zu schaffen.

Die Exportlieferungen in Autobenzin werden zu ca. 70% von den Shell- und Vacuum-Anlagen ausgeführt, im ganzen sind aber daran 11 Raffinerien beteiligt.

Es wurde von uns die Frage angeschnitten, wieweit die Ablieferungen zwecks Vereinfachung auf Shell und Vacuum konzentriert werden können; diese Frage muss aber noch sehr eingehend geprüft werden, denn je nach Bedarf müssen die einzelnen Raffinerien aus dem Straight run Benzin zunächst bestimmte Mengen von Spezialbenzin für den ungarischen Bedarf herausschneiden, sodass die Ablieferungen an Deutschland eine Mischung von Straight run Benzin und Benzinausschnitten aus der destillativen Aufarbeitung von Straight run Benzin darstellen. Hieweit und in welcher Art die einzelnen Raffinerien beschäftigt werden, hängt einmal ab von den Forderungen des Inlandsverbrauches, zudem aber ist es auch ein Transportproblem. Ungarn verfügt nur über eine beschränkte Kessel-

./.

00001507

wagen-Kapazität, dagegen wird die deutsche Exportware von der Rumänöl in Deutschland in deutschen Kesselwagen bezw. Leichtern abgeholt.

Es wurde dann weiterhin die Frage erörtert, wieweit es möglich ist, die Ablieferung der deutschen Benzine durch entsprechende Aufarbeitung so zu lenken, dass einmal das von uns gewünschte Benzin in möglichst grossen Mengen herauskommt, wobei aber die über 165° siedenden Anteile in das für den deutschen Export bestimmte Petroleum aufgenommen werden können und wobei evtl. unter 100° siedende Anteile als Spezialbenzin nach Deutschland zu liefern wären, sodass die Summe der Benzine unverändert bleibt. Die Anteile, die dann ausserhalb unserer Fraktion zum Abtransport kämen, würden mengen- und preismässig als Benzin angerechnet, wozu gegebenenfalls noch gewisse Aufarbeitungskosten kämen.

Bei der Prüfung dieser Frage ergaben sich wiederum Schwierigkeiten, die in der begrenzten Destillationskapazität der ungarischen Anlagen liegen. Eingehend wurden die Verhältnisse bei der Shell besprochen. In der Vacuum-Anlage sollen sie ähnlich liegen. Es ist dort eine hinsichtlich Mengen- und Schnittgenauigkeit begrenzte Top- und eine ebenfalls beengte Redestillations-Kapazität vorhanden, Stabilisationsanlagen gibt es nicht.

Die Prüfung ergab nach obigen, dass es nicht ohne weiteres möglich ist, in die Herstellung der von uns benötigten Straight run Benzine in grösserem Umfange einzutreten. Es ist aber zugesagt, dass von ungarischer Seite unverzüglich eine genaue Nachprüfung vorgenommen wird, sodass am 29. Mai d.J.

Der folgenden 5 Punkte

./.

eine neue Besprechung in Budapest stattfinden kann. Bei dieser Besprechung, an der wir wieder teilnehmen wollen, soll uns bekanntgegeben werden, 1) welche Mengen angeliefert werden können, wenn die von uns mitgeteilten Wünsche bezüglich des Siedeverhaltens eingehalten werden. 2) Im besonderen wird untersucht, ob nicht die gesamten vertraglichen Lieferungen in straight run Benzinen in der von uns gewünschten Qualität hergestellt werden können, indem die für den ungarischen Wirtschaftsgebrauch bestimmten Benzine entsprechend im Siedeverhalten geändert werden. 3) Soweit sich das nicht erreichen lassen sollte, wird uns mitgeteilt, welche Abweichungen von unseren Qualitätswünschen in Kauf genommen werden müssen, um auf die vertraglichen Liefermengen zu kommen.

4) Es sollen uns fernerhin nach Möglichkeit noch zusätzliche Angaben gemacht werden über die chemische Zusammensetzung, wobei von besonderem Interesse ist der Gehalt an aromatischen und naphthenischen Bestandteilen und in Zusammenhange damit der Anilinpunkt.

5) Fernerhin wollen die Herren die eingangs erwähnte Frage prüfen, wieweit sich eine Zusammenfassung der deutschen Anlieferungen auf die Shell und Vacuum-Anlagen ermöglichen läßt.

Kaufmann.

Budapest, den 27. Mai 1942.

00001509

A k t e n n o t i z

betreff Versorgung von Moosbierbaum mit ungarischem straight run Benzin.

Ergänzungen zum offiziellen, allen beteiligten Stellen übergebenen Besprechungsbericht vom 18. Mai 1942.

1/ Allgemeines.

Zur Sicherstellung der Rohstoffbelieferung von Moosbierbaum waren Dr. Henning und Unterzeichneter nach Verabredung mit dem RWM / Chemiker Paul Schneider / nach Budapest gefahren.

Eingehende Untersuchungen verschiedener ungarischer straight run Benzin-Proben, sowie mehrere Klein- und halbtechnische Versuche damit im Versuchslaboratorium Leuna liessen im grossen und ganzen dieses als gut geeignet für Moosbierbaum erscheinen.

Weiterhin zeigen sich immer grössere Schwierigkeiten in der Belieferung der bisher vorgesehenen rumänischen Benzine.

Bei unserem Zusammentreffen mit Herrn Schneider wies dieser auf diese immer grösser werdenden Schwierigkeiten erneut hin, sodass allein aus diesem Grunde unbedingt die Belieferung aus Ungarn notwendig ist. Dem Reich steht abmachungsgemäss ein Kontingent von 6500 moto ungar. Autobenzin / ohne Krack-Benzin / zur Verfügung. Innerhalb dieser Menge ist das RWM bereit, uns die gewünschte Qualität des Rohbenzins sicherzustellen, gegebenenfalls dadurch, dass es die über 165° siedenden Anteile zu Petroleum oder Dieselöl verwendet und das Zuviel an leicht Siedendem für Spezialzwecke. Sollte das Benzin für Moosbierbaum in dem gewünschten Siedebereich nicht in Ungarn selbst geschnitten werden können, so würde Herr Schneider dafür sorgen, dass das von Ungarn

./.

00001510

zur Ablieferung gelangende Autobenzin in der Ostmark für uns destilliert wird.

In obiger Richtung fanden nun mehrere Besprechungen mit der ANI und der Ruminöl statt und am 18.Mai die 1. Hauptbesprechung mit RWM, Ruminöl, Shell, Vacuum und uns bei der ANI.

ANI = Ásványolaj Nyilvántartási Iroda, deutsch: Mineralöl-Überwachungsbüro, Budapest, V., Nádor-utca 4.
Diese Gesellschaft bedeutet die Zusammenfassung aller ungarischen Erdölfirmen / Erzeuger, Verteiler, Exporteure,/ die nach staatlichen Weisungen arbeitet. Direktoren: Dr. Podrapsky / Jurist / und Prof. Dr. Nyul / Chemiker /.

Ruminöl / hat in Budapest keine eigene Stelle /
erhält bis 25. eines jeden Monats von der ANI das Belieferungsprogramm für den kommenden Monat und ist angeblich bestens vororientiert über die ablieferbaren Mengen. Für Ungarn zuständig offenbar die Herren Wingerberg und Hinz.

Die Ruminöl stellt auf Grund dieses Lieferprogramms Kesselwagen und Tanker von Berlin, Verbindungsstelle ZB Berlin. Angeblich gibt es dabei keine Schwierigkeiten. Sie hat in Ungarn die Internationale Speditions-Gesellschaft, Budapest eingeschaltet, wie z.B. Schenker & Co. für Rumänien. Die Ruminöl schliesst die Lieferverträge ab. Über sie werden auch die Lieferfirmen verpflichtet auf Qualität, etc. Weiterhin müssten wir mit Ruminöl und RWM zusätzliche Abmachungen treffen wegen etwaiger Preisänderungen durch Extraschnitt und vom Autobenzin abweichender Berechnung der abgesonderten Fraktion gegebenenfalls vor Abstim-

./.

00001511

mung mit dem RLM.

Shell - Raffinerien in Budapest Csepel. Kapazität ca. 180.000 jato.

Vacuum-Oil - Raffinerie in Almásfüzitő. Kapazität ca. 130.000 jato.

Maort = Ungar.- Amerikanische Petroleum-Gesellschaft /war nicht vertreten/.
Laut privater Mitteilung von Prinz Windisch-Graetz /Ozalid-Vertretung / sind vor 2 - 3 Wochen die "Ungar. Ölwerke A.G." mit 12 Millionen Pengő neu gegründet worden / staatlich ! / die ein neues Werk bei Komárom bauen werden.

Der Verkehr Moosbierbaum - Ruminöl wird zweckmässig über die Asyn / Dr. Kloppmann, Fernschreiber, / abgewickelt.

2. Qualitätsfragen.

Noch einige zusätzliche Einzelheiten zu dem Besuchsbericht vom 18.Mai 1942 insbesondere über Qualitätsfragen.

Auf unsere Bitte nach Qualitätsangaben der ungarischen Benzine bekamen wir folgende Einzelauskünfte:

Ungarisches Autobenzin: Spezifisches Gewicht 0.749
Siedeende 210°
O.Z.M.M. 65 .

Chemische Analyse nach Riesenfeld-Bandte 85% und 100% H_2SO_4:
Ungesättigte 1%, Aromaten 7%, Naphthene 27%, Paraffine 65%.
Auf unsere Entgegenhaltungen, dass wir bei unseren ungarischen Benzinproben sehr viel weniger Paraffin-Kw. festgestellt hatten, äusserten sich die Herren durchaus zustimmend; obige Werte seien bereits drei Jahre alt.

./.

00001512

Die Shell gab eine neuere Analyse wie folgt an:

ungesättigte	1.4 %
Aromaten	15.3 %
Naphthene	31.7 %
Paraffin	52.2 %

Chemische nähere Einzelheiten konnten uns die Raffinerieleiter nicht geben, da in dieser Richtung nie genau untersucht wurde; erwähnt sei noch eine Angabe von Prof. Dr. Nyul über Rohöluntersuchungen nach Hempel:

Lipse	1.	"Schlüsselfraktion"	0.844
	2.	" "	0.894
Lovászi	1.	"Schlüsselfraktion"	0.854
	2.	" "	0.894

Darnach wären also beide Öle dem intermediären Typ zuzuschreiben, wobei das Öl aus Lovászi in den leichteren Anteilen offenbar naphthenischer ist als das Lipser Öl.

Besonderer Wert wurde dann unsererseits auf die Auskünfte über den Siedeverlauf des straight run Benzins gelegt. Dieser ist jedoch sehr grossen Schwankungen unterworfen, deren Gründe im erwähnten Bericht vom 18.Mai d.J. ausgeführt sind.

Die Shell gab uns zur Erläuterung die Qualitätsschwankungen der an Deutschland in den letzten 3 - 4 Monaten gelieferten Benzine mit folgenden jeweiligen Grenzwerten an:

Spezifisches Gewicht:	0.736 - 0.753
O.Z.M.M.:	60.4 - 61.5
Schwefelgehalt:	unter 0.1 %.

./.

00001513

A.S.T.M.-Analyse:

Siedeenfang:	36 - 47°
10%	69 - 85°
20%	85 -101°
30%	95 -112°
40%	105 -121°
50%	113 -128°
60%	121 -135°
70%	131 -144°
80%	140 -154°
90%	163 -168°
95%	167 -188°
Siedeende:	177 -194°

Als Beispiel der Schwankungen der 40% Punkt:

121°
118°
111°
116°
114°
116°
114°
116°
114°
109°
108°
106°
105°
106°

Eine weitere Angabe:

bis 100° 19.5 - 35 %.

Obige Zahlen erläutern hinreichend die starke Veränderlichkeit der Benzine, wie sie nach Abzug des ungarischen Bedarfes / Flibi und Spezialbi / für Deutschland verbleiben.

Die Vacuum - Gesellschaft gab Analysen für den letzten nach Deutschland abgelieferten Kahn, der zufällig fast reines straight run Benzin enthielt:

Spezifisches Gewicht: 0.785
O.Z.M.M.: bis 75° 8 %
bis 100° 33 %
Siedeende: 177°

Im übrigen seien bei ihr die Schwankungen praktisch die gleichen wie von der Shell angegeben.

./.

00001514

Die Lieferungen der beiden Gesellschaften in Autobenzin an Deutschland / 70 % des ganzen an Deutschland zu Liefernden / verteilen sich auf Shell und Vacuum im Verhältnis etwa 40:30.

Die Shell erläuterte uns ihre Destillationsmöglichkeiten - Seite 3 des genannten Besuchsberichtes - ungefähr wie folgt:

Sie besitzt eine einzige Heckmann-Kolonne mit nur 16 Tellern sowie eine Blase für Redestillation. In der Heckmann-Kolonne wird in seltenen Fällen als Kopfprodukt ein straight run Benzin mit dem Siedeende 185° sehr unscharf abgeschnitten, normalerweise jedoch als Kopfprodukt ein Leichtbenzin mit dem Siedeende von etwa 165°, als Seitenfraktion ein sogenanntes Tellerbenzin mit dem spezifischen Gewicht 0.775. Das Leichtbenzin wird in der Blase redestilliert.

1. Vorlauf: 0.670 - 0.690
2. Spezial- oder Flibi
3. Rückstandsschwerbenzin.

1. und 3. kommen zum Motorbenzin.

Die Angabe 165° als Siedeende für das Fliegerbenzin ist so zu verstehen, dass infolge der ungenügenden Trennschärfe das praktische Siedeende schon bei etwa 130 — 140 ° liegt, die Anteile von 140 - 165° eben nur als Siedeschwanz enthalten sind.

Die Hauptanteile dieses z.B. für unseren Prozess so wichtigen Siedebereiches stecken in dem unter 3. genannten Schwerbenzin.

Die Vertreter der Vacuum Oil gaben nur an, dass für ihre Raffinerien ungefähr die gleichen Verhältnisse gelten.

Kaufmann

Dr.K/Sza.

00001515

Budapest, den 29.Mai 1942.

Zweite Hauptbesprechung bei der ANI am 29.Mai 1942

betreff Rohbenzinlieferung für Moosbierbaum.

Teilnehmer:

ANI:	Herr	Prof.Dr. Nyul
	"	Direktor Dr.Podrabsky
Shell:	Herr	Direktor Dr. Ernuszt
	"	Direktor Madlener
Vacuum:	Herr	Direktor Kun
	"	Prok. Würsching
Magyar Petroleumipar Ung. Petroleumind.		Ing. Ujhelyi
Fanto:		Herr Direktor Andreich
Délkárpáti Südkarpather:		Herr Direktor Bognár
I.G. Leuna:	"	Dr. Kaufmann.

Herr Prof. Nyul teilte das Ergebnis der Untersuchungen der ungarischen Firmen wie folgt mit:

Von dem von uns gewünschten Spezialbenzin können die ungarischen Firmen monatlich 1300 to liefern und zwar verteilen sich die Liefermengen wie folgt:

Vacuum:	700 moto
Magyar	400 "
Shell	100 "
Fanto	50 "
Délkárpáti	50 "

Zu der Mengen-Frage führte Prof. Nyul an:

Die notwendige Destillation ergibt leichteres Petroleum.

./.

00001516

Von der Benzinquote werden auf je 100 kg obigen Spezialbenzins 167 kg Benzin anzurechnen sein. Die Petroleumquote wird sich entsprechend erhöhen um diese 67 kg.

Er stellt eine Erhöhung der 1300 moto in Aussicht nach 1/2 - 3/4 Jahr durch Ausbau einer Raffinerie, unverbindlich um vielleicht 1/3 der Menge.

Ein Beispiel zur Erläuterung der Mengenfrage:

Die jetzigen vertraglichen Liefermengen sind: 7.000 moto Benzin, + 6.000 moto Petroleum.

Durch obige Lieferung des Spezialbenzins würden sich ergeben: 1.300 to Spezialbenzin = 2.171 bisheriges Benzin.
Es würde also dann geliefert:

4.829 bisheriges Benzin + 1.300 Spezialbenzin,
ferner statt bisher 6.000 moto Petroleum dann 6.871 moto.

Die Preisfrage muss zwei Punkte berücksichtigen:

1. Die Redestillationsspesen betragen Mark 36.-- pro to Spezialbenzin.
2. Der Preiszuschlag für das Benzin durch Erhöhung der Petroleumquote ist noch nicht festgestellt. Der Preiskommissar wird hierüber bis Dienstag entscheiden.

Unverbindlich erwarten die Herren eine Gesamtverteuerung des Spezialbenzins um etwa 60 - 80 Mark pro to.

Unterzeichneter liess sich dann die zu erwartenden Qualitäten für dieses Spezialbenzin so ausführlich wie möglich geben.

Die Vacuum und die Ung.Petroleumindustrie konnten

./.

0000151?

genaue Analysen solchen in ihrer technischen Anlage hergestellten Spezialbenzins geben. Dabei ergab sich, dass infolge strenger Berücksichtigung des Siedeendpunktes von 165° einerseits und andererseits der primitiven Einrichtung der ungarischen technischen Destillationen das in Aussicht genommene Spezialbenzin für unsere Verwendung in Moosbierbaum ungeeignet ist, weil die wichtigen zwischen 140 und 165° siedenden Anteile praktisch fehlen. Der 95% Punkt lag bei zwei technischen Proben im Vacuum z.B. bei 145°. Das würde sich auf die motortechnische Qualität des daraus hergestellten HF-Benzins in untragbarer Weise auswirken.

Ich musste den Herren also mitteilen, dass ein derartiges Spezialbenzin nicht unseren unbedingt notwendigen Wünschen entspricht.

Schon die erste Hauptbesprechung / s. Bericht hierüber/ deutete die Unwahrscheinlichkeit an, destillativ unsere beiden genannten Wünsche, nämlich 165° Siedeendpunkt und 95 % Punkt bei 155 - 160° gleichzeitig zu erfüllen. Es bleibt also, wenn die ungarischen Raffinerien überhaupt für uns etwas zurechtschneiden sollen, ein Nachgeben unsererseits in einer dieser beiden genannten Forderungen.

Ich bat um erneute Prüfung der Qualität hinsichtlich des Siedeverhaltens, wenn die ungarischen Raffinerien nicht mehr auf das Siedeende festgelegt werden, sondern nur noch auf den 95% Punkt.

Es wurde vereinbart, dass von ungarischer Seite in ihren technischen Anlagen Proben hergestellt werden, mit der Allein-Forderung 95% bei 150 - 160°. Die ungarischen Herren sagten zu,

./.

00001518

sowohl Engler-Analysen als auch Rückflusskolonnen-Analysen von solchen technisch schwereren Spezialbenzinen in 1 - 2 Wochen zu liefern. Ich bat darum, diese Angaben sofort an das Reichswirtschaftsministerium / Chemiker Paul Schneider und an die Donauchemie / Dr. Henning zu adressieren.

Hinsichtlich der anderen Wünsche unsererseits, nämlich unter 100° siedendes und Anilinpunkt ergeben sich keine Schwierigkeiten. Die Anilinpunkte wurden von den genannten Spezialbenzinen mit 41 - 42° von mehreren Gesellschaften festgestellt, das spezifische Gewicht mit 0.754 - 0.763, die Anteile bis 100° mit 20-25 % maximal.

Zu erwähnen ist, dass bei Herstellung solcher höher siedenden Spezialbenzine sich die Liefermenge nach Aussage der ungarischen Stellen um ca. 8 -.10 % erhöhen und der Mehrpreis für dieses Produkt sich gegenüber dem erstgenannten Spezialbenzin sinngemäss erniedrigen würde.

Nach Vorlage der Analysenergebnisse von den neuen technischen Spezialbenzinen müssten wir also erneut zu der Frage des Kaufabschlusses Stellung nehmen.

Schliesslich gebe ich hier noch einen Wunsch der Shell-Gesellschaft wieder, die bei Lieferung von solchen Spezialbenzinen mit ihren vertraglich zugesagten spezifischen Gewichten für die an Deutschland zu liefernden Autobenzine von bisher 0.745 auf 0.730 als Minimum herabgehen möchten. Es war dies auch bisher schon wiederholt der Fall, es musste dann aber jedesmal eine Genehmigung seitens der deutschen Stellen eingeholt werden. Das möchte die Shell zur

./.

00001519

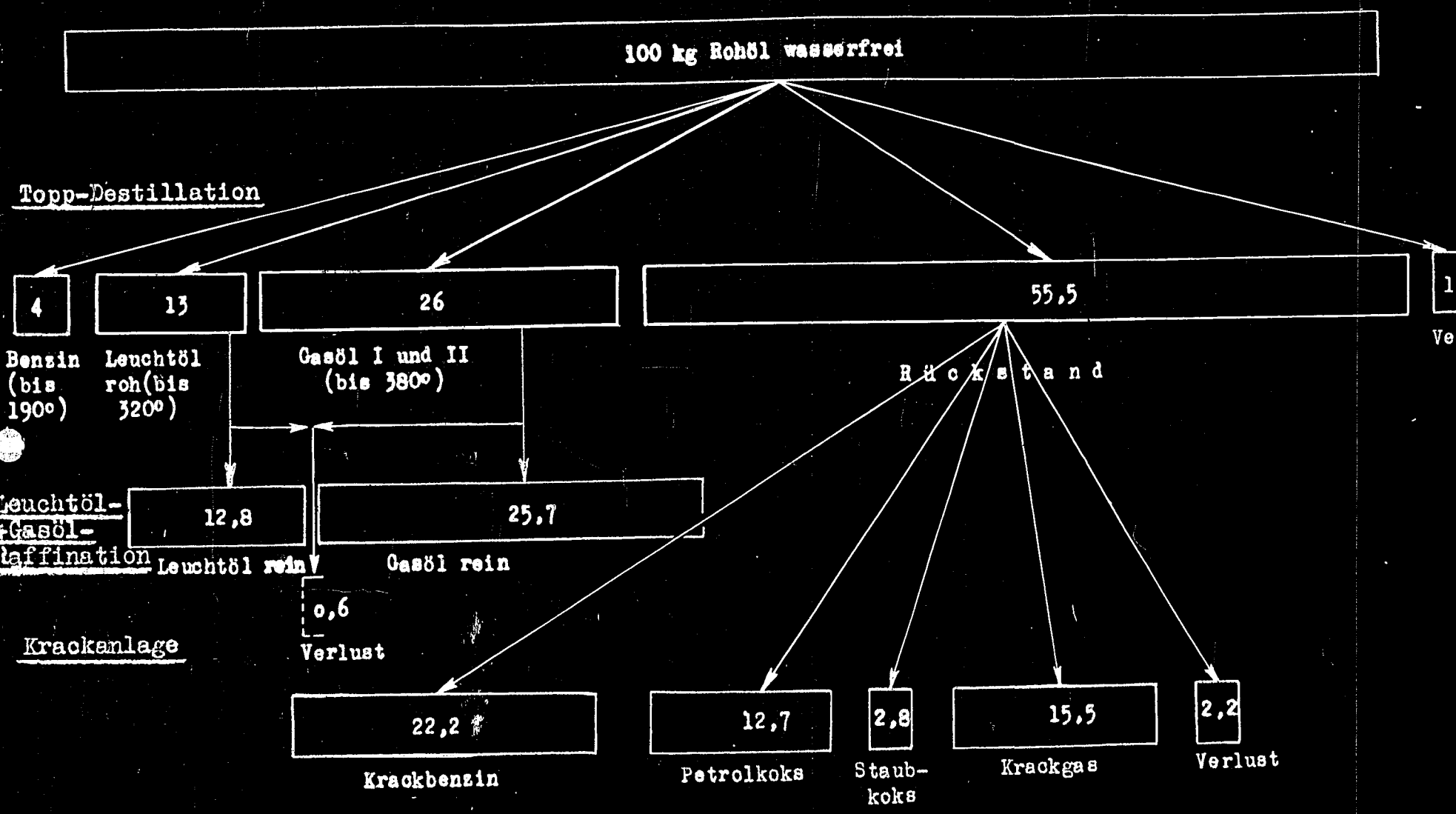
Vereinfachung des Verfahrens gern wegfallen lassen. Sie würden jedoch auch weiterhin im voraus ein Unterschreiten der bisherigen Grenze von 0.745 jeweils anzeigen. Ich versprach, diesen Wunsch unseren zuständigen Stellen weiterzugeben.

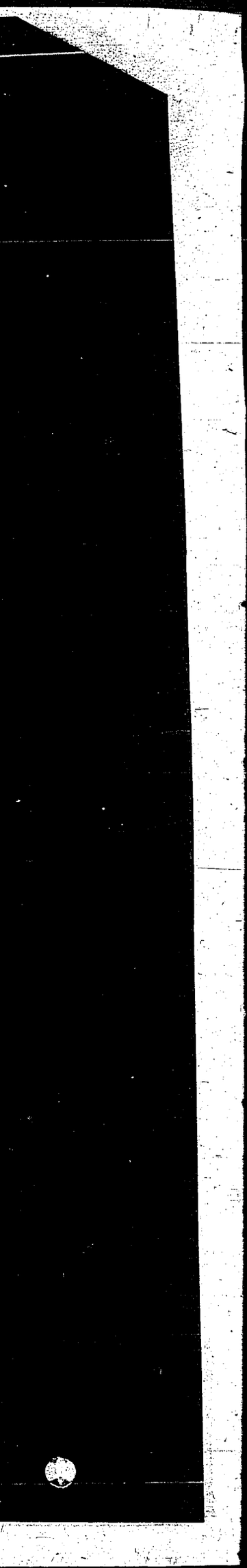
Kaufmann

Dr.K/Sza.

Verarbeitung von ostmärkischem Rohöl mit Verarbeitung des Rückstandes durch Kracken.

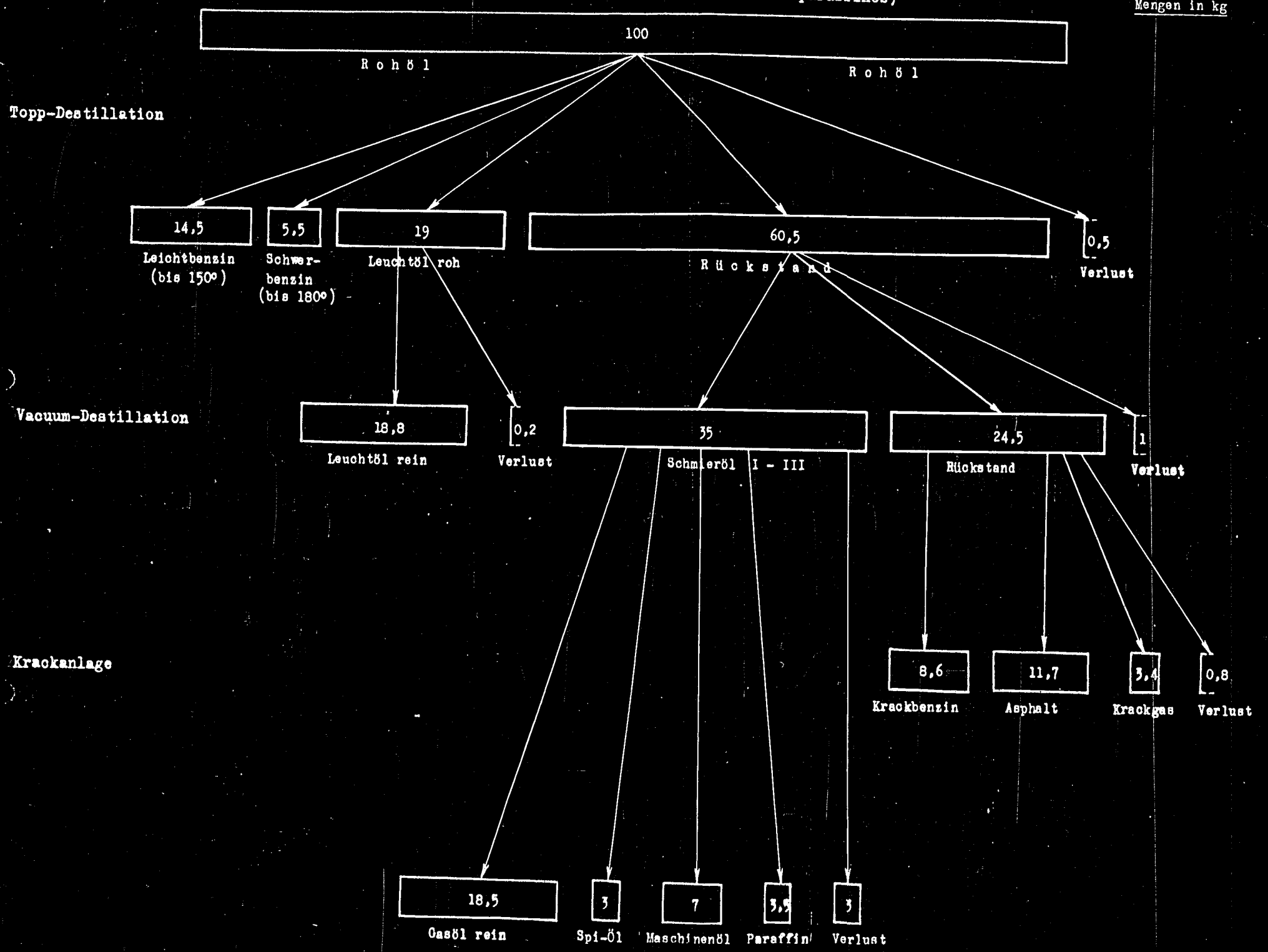
Mengen-Angabe in kg





Verarbeitung von rumänischem Rohöl (Oecnicei paraffinös)

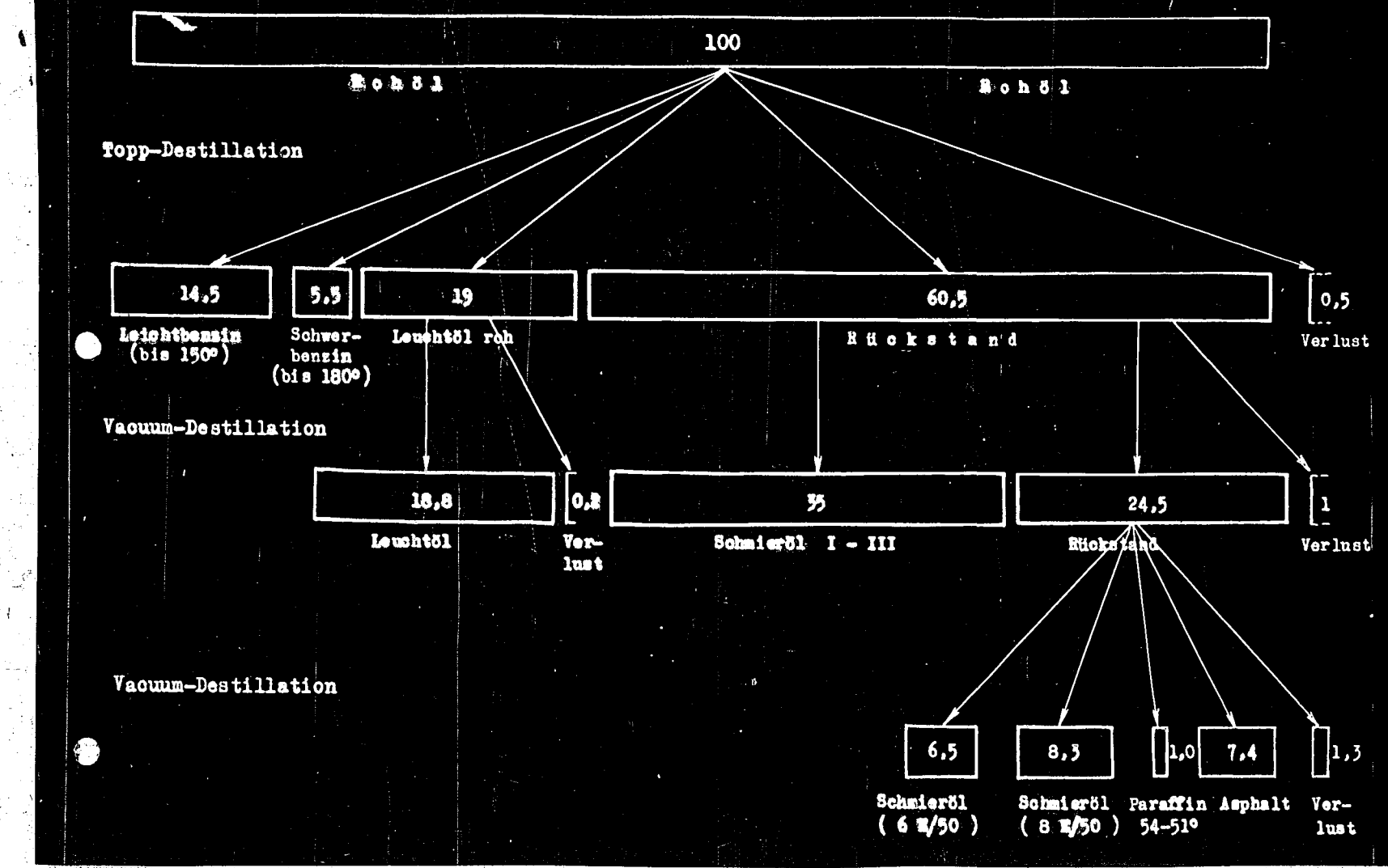
Mengen in kg



00001522

Verarbeitung von rumänischem Rohöl (Oecnicei paraffinös)

Mengen in kg



Verarbeitung von ungarischem Rohöl mit Krackung des Rückstandes.

Mengen-Angaben in kg

100 kg Rohöl

Topp-Destillation

- 4 — Kaltstart-Benzin (.103°)
- 25 — Moosbierbaum-Benzin (bis 160°)
- 23 — Leuchtöl roh
- 11,5 — Gas-öl roh
- 35 — R ü c k s t a n d
- 1,5 — Verlust

Krackanlagen

- 5,6 — Krack-Benzin
- 13,3 — Krackgasöl roh
- 10,9 — Heizöl
- 3,9 — Krackgas
- 1,3 — Verlust

1,5%

1,0%

Leuchtöl-Raffination

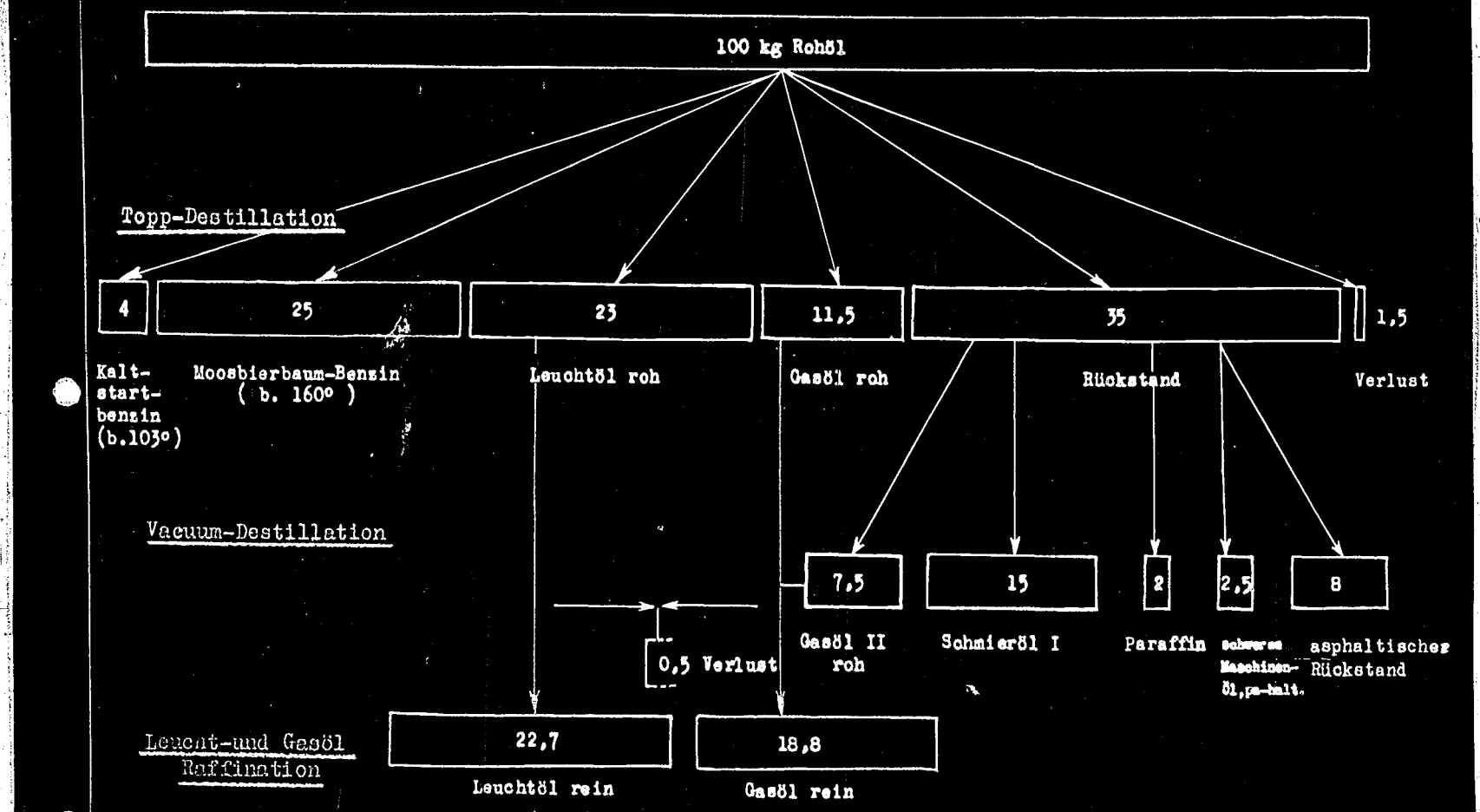
- 22,7 — Leuchtöl rein
- 0,5 — Verlust

Gasöl-Raffination

- 24,6 — Gasöl rein

Verarbeitung von ungarischem Rohöl auf Schmieröl u. Paraffin.

Mengen-Angaben in kg



Verarbeitung von ostmärkischem Rohöl auf Schmieröl.

Mengen-Angaben in kg

100 kg Rohöl wasserfrei

Topdestillation

- 4 — Benzin (bis 185-190°)
- 13 — Leuchtöl roh (bis 320°)
- 20 — Gasöl I roh (b. 380°)
- 63 — Rückstand (d = 925 - 930°)

Vacuumdestillation

- 6 — Gasöl II roh (bis 350°)
- 22 — Schmieröl I
- 10 — Schmieröl II
- 6 — Schmieröl III
- 4 — Schmieröl IV
- 13 — Asphalt
- 2 — Verlust

42
Schmieröl I - IV

8 % Verlust

38,6
Vorraffinat

12 % Verlust

34
entparaff. Schmieröl

2 % Verlust

33,3
Raffinat (Autoöl)

Vorraffination (m.H_2SO_4, Bleicherde, Kalk)

Dichloraethan-Behandlung

Entparaffinierung

1 %

1,5 %

Nachraffination

4,6
Verlust

12,8
Leuchtöl rein

25,7
Gasöl rein

4,6
Reinparaffin roh

$AlCl_3$-Behandlung

0,6
Verlust

4,0
Rein-Paraffin SM 58 - 60

Herrn D. Herr. 28

DONAU CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT
Dr.He/Jt.

Werk Moosbierbaum
29.10.1942.

Aktennotiz.

00001526

Betr. Oel und Erdgas bei Itag/Steinberg/Naphta im Gebiet Hauskirchen/Mühlberg.

Im Anschluss an eine Besichtigung obiger Felder (Teilnehmer Dr.Bütefisch, Conzen, Henning, v.Rautenkranz jr., Dr.Stohwasser) wurde mit Herrn v.Rautenkranz jr. und Herrn Dr.Stohwasser folgendes besprochen:

Das Hauskirchner-Feld arbeitet heute mit zwei Sonden und fördert cca 1500-2000 moto. Bis Ende 1943 sollen 30 Sonden niedergebracht werden. Es wird angenommen, dass davon 25 produktiv sein werden und hiervon etwa 10 pumpend. Die geologischen Verhältnisse für das Feld sind weitgehend geklärt. Man nimmt an, durch entsprechende Neubohrungen für 5-6 Jahre eine Produktion von 10.000 moto halten zu können. Das Oel im Hauskirchner-Feld liegt nur in einem Horizont. Es ist paraphinisch und wird in seiner Beschaffenheit voraussichtlich wenig schwanken; Analyse siehe Anlage. Auf das geförderte Oel im Hauskirchner-Feld hat die Elwerath 50% Anspruch, die weiteren 50% würden uns zur Verfügung stehen.

Es wurde vereinbart, uns von jeder auf Förderung kommenden Sonde eine 10 kg Probe zu übersenden.

Die Verhältnisse im Mühlberg-Feld werden sich etwa Ende 1943 übersehen lassen. Bis dahin sollen 4-8 Bohrungen fertig sein. In Analogie zum Geiselberg-Feld mit der gleichen Tiefschollenstruktur hofft man im günstigen Falle für 6-7 Jahre auf etwa 20.000 moto kommen zu können, frühestens beginnend 1944. Ueber die Eigenschaft des Mühlberg-Oeles lässt sich heute noch nichts genaues sagen. Sicher ist, dass das Oel hier in zahlreichen Horizonten übereinander liegt. Mehrere Horizonte sind bereits durchbohrt. Man beginnt mit dem tiefsten, aus dem man paraffinbasisches Oel erwartet, während die höherliegenden Horizonte vermutlich asphalthaltiges Oel führen. Das Mühlberg-Oel würde uns ebenfalls 50%ig zur Verfügung stehen.

Erdgas.
Die Itag beschäftigt sich mit der Errichtung einer Trennanlage, um aus dem Erdgas Gasolin, Propan und Butan zu gewinnen. Für uns ist der Bezug von Erdgas nach Moosbierbaum von Interesse. Bei Errichtung der Trennanlage soll dieser Gesichtspunkt bereits herangezogen werden. Auf Veranlassung von Herrn Dr.Bütefisch wird sofort unsere Mitarbeit und Beratung über die zu unternehmenden Schritte einsetzen.

Die Erdgasverhältnisse lassen sich z.Zt. noch nicht klar übersehen. Von der Elwerath ist ein Vorprojekt für die Gastrennanlage durchgeführt. Für die beiden produzierenden Hauskirchner-Sonden schätzt man nach einer rohen Messung mit Anemometer 600 m3 Gas pro Stunde. Der ebenfalls nach ungenauen Methoden ermittelte Gasolingehalt (Aktiv-Kohle-Rohr) schwankt zwischen 25 und 70 g pro m3. Gasanalysen sind noch nicht durchgeführt, doch hat die Elwerath Gasolinbestimmungen und Gasanalysen vorbereitet. Nach welchen Methoden Elwerath das Gas untersuchen kann,

Durchschlag

Auf Wunsch mehr.

./.

Leuchtöl rein Gasöl rein

0000152?

wird noch festgestellt. Es wurde vereinbart, dass wir einen Spezialisten für Gasmessung entsenden und ausserdem Gasproben ziehen wollen, um sie bei uns zu untersuchen.

Im Oelfeld selbst muss das Gas weitgehendst für Energieerzeugung herangezogen werden. Man setzt dafür z.Zt. Rohöl bezw.Dieselöl ein. Soweit es für diese Zwecke nutzbar gemacht werden kann, ist es mindestens 10 Pfg. pro m3 wert. Auch Kohlefeuerung kommt gegenüber Erdgas aus preislichen Gründen nicht in Frage, d.h. dass also nur die Erdgasmengen disponibel sind, die nicht im Felde für Energie gebraucht werden. Die Elwerath ist mit ihrer 50%igen Beteiligung an einer Gastrennanlage sehr interssiert, sie betreibt in ihren eigenen Feldern schon mit gutem Erfolg eine derartige Anlage. Auf Grund eines vorläufigen Gutachtens kommt die Elwerath zu folgendem Ergebnis:

Für das Hauskirchner-Feld rechnet man für die spätere Förderung von 10.000 motò Oel mit einem Gesamtanfall von 120.000 m3 pro Tag insgesamt, doch müssen noch geologische und fördertechnische Gutachten herangezogen werden, ob es mit Rücksicht auf die Erdölförderung zulässig ist, dem Felde derartige Gasmengen zu entnehmen. Unter der Voraussetzung, dass eine A-Kohleanlage zur Gewinnung von Gasolin und Treibgas errichtet wird, ist einschl. Gesamt-Energiebedarf für weitere Bohrungen für Förderung und Heizung ein Bedarf von 90.000 m3 pro Tag errechnet, sodass 30.000 m3 pro Tag verblieben; das entspräche cca 10.000 m3 à1000 WE pro Stunde. Die Elwerath hat vorgeschlagen, diesen Ueberschuss später zu verflüssigen.

Im Mühlberg-Feld sind die Verhältnisse noch völlig unsicher. Wie bei dem Oel wird man über das Gas vor Ende 1943 nichts zuverlässiges sagen können. Es besteht hier die Aussicht, oberhalb der Oelhorizonte reine Gaslagerstätten anzutreffen. Diese Frage wird mit den künftigen Bohrungen zwangsläufig geklärt.

Die Erörterung der Frage, wieweit von benachbarten Feldern anderer Besitzer Gas erworben werden kann, ergab, dass Dea im Gebiet von Hauskirchen/Neusiedl eine zentrale Treibgasgewinnung baut; das Ueberschussgas wird an ein zentrales Kraftwerk der Gauwerke Niederdonau abgegeben. Alle übrigen Felder der Umgebung: Göding, Rag, Geiselberg etz. seien als alte Felder heute schon gasbeschränkt.

In etwa 4 Wochen möchte Itag/Elwerath einen Entschluss fassen, ob und wie die Gastrennungsanlage gebaut werden soll. Wir werden vorher für die Durchführung von Gasanalysen sorgen, um festzustellen, wieweit die Gewinnung von Propan und Butan in Frage kommt.

Zusammengefasst, wird unsere Mitarbeit zunächst darin bestehen, bei der Einrichtung von Gasmessungen, wofür schon Stauscheiben bestellt sind, zu beraten, Gas- und Oel-Untersuchungen durchzuführen - letztere besonders im Hinblick auf unsere künftigen Interessen -, die Itag bei der Einrichtung eines Oellabors im Oelfeld zu beraten, zweckmässige Einrichtungen in Moosbierbaum zu schaffen und uns mit dem Projekt einer Gasleitung nach Moosbierbaum zu befassen.

Durchschlag

00001528

Abgesehen von den verschiedenen Möglichkeiten der chemischen Verarbeitung könnte das Gas zwischenzeitlich Kraftgas für die Magnesiumanlage ersetzen, das in Steinkohlenschwelgeneratoren in einer Menge von cca 70.000 m3 á 1000 WE pro Stunde erzeugt werden soll.

Angesagt: Dr.Henning.

Durchschlag

00001529

Leuna Werke, 8.4.1943

00001529

Apollo-Raffinerie Pressburg

1895 erbaut, 1936/37 modernisiert durch Erstellung einer Pipe still-Rohöldestillationsanlage (Mac Kee Verf.) und einer Dubbs-Krackanlage.

Kapazität 1939: 100 000 jato rum. Erdöl für Bedarf der Slowakei, Überschuß an Protektorat.

1939 übernahm die I.G. für RM 7 000 000 die Raffinerie aus franz. Hand (Baron de Lallemand).

1940 - 43 Neuinvestierung von ca. RM 9 000 000 für zusätzliche Verarbeitung von ostmärk. Rohöl für deutschen Bedarf; z. Z. ca. 50 000 jato, in naher Zukunft etwa 120 000 jato ("Donauöl G.m.b.H.").

Rum. Rohöl-Versorgungsbasis für Apollo z. Z. sehr unsicher. Hereinnahme von ungar. Rohöl, jetzt ca. 40 000 jato; Benzin hieraus (25 %) geht zur HF-Anlage Moosbierbaum.

Betriebsanlagen: (Einzelheiten s. Ber. Dr.Höhn v. Jan. 1941)

Energien: 45 stuto Dampf, 9 - 12 atm., slowak. Braunkohle; neues Kesselhaus für 65 - 80 stuto bestellt.
1 stuto Krackgas
Wasser aus Brunnen und Donau
Strom vom Stadtnetz

Rohöldestillation:

1. Pipe still (aus 1936) für 80 000 jato rum. Öl (2 Kol., atmosph. u. Vorl.)
2. " " (" 1942) " 120 000 " ostmärk. Öl
Alte Petroldestillation " 40 000 " nach Bedarf
Steinschneider-Anlage " 15 - 20 000 jato Filtratöl von Paraffinfilterpressen (s.u.)
(Hochvakuum)

Dubbs-Krackanlage:

Einsatz: 48 000 jato destill. Rückstände aus rum., zeitweise aus ungar. Öl.
Rum. Produkt wird "auf Koks", ungar. "auf Heizöl" gefahren.
Ausbeuten (bezogen auf Krackeinsatz): auf Koks: 35 - 40 % Bi, 50 - 40 % Koks, 15 - 20 % Gas
auf Heizöl: 15 - 20 % Bi, 35 - 40 % Gasöl roh, 30 - 35 % Heizöl, 10 - 13 % Gas

Schmieröl- und Paraffin-Gewinnung: (Entparaffinierung und Raffination)

Alt (für rum. Prod.): Filterpressen für ca. 20 000 jato Einsatz Steinschneider-Anlage zur Zerlegung der Filtratöle (s.o.)
Neu (für ostmärk Prod.): Dichloräthan-Anlage z. Z. fertig für 20 000 jato Einsatz (entspr. 50 000 jato Rohöl); in einem Jahr für doppelten Einsatz

In etwa 1 Jahr: Extraktion der Schmierölfraktion mit Phenol vor der Dichloräthanbehandlung statt der bisherigen Vorraffination mit H_2SO_4-Bleicherde; dann hochwertige Flugöle (Raffinat gemischt oder mischpolymerisiert mit SS-Öl).

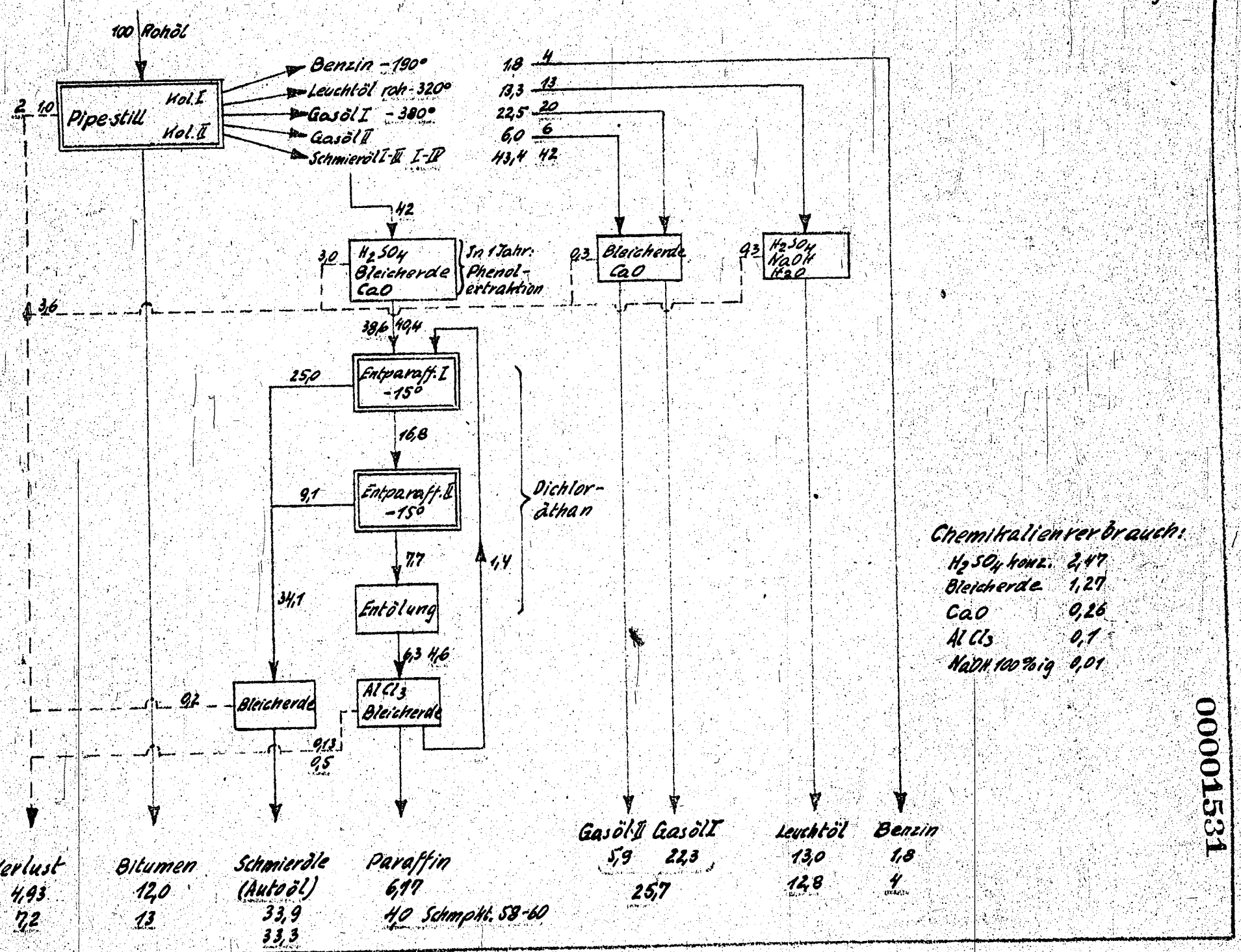
b. w.

Ungefähre Produktionen nach Endausbau (jato):

	Aus 80 000 rum.u.ung.Rohöl	Aus 120 000 ostm.Rohöl
Autobi + Bi für HF Mbb	23 000	4 500
Leuchtöl	15 000	15 500
Gasöle	15 000	31 000
Schmieröle	8 000	40 000
Paraffin	2 800	5 000
Koks und Heizöl	9 500	15 500

120 000 jato z.Z. 40-50 000 jato Ostmärkisches Rohöl.

schwarz aus Bericht Dr. Hahn 1941
rot von AWP, Dr. Kading 1943



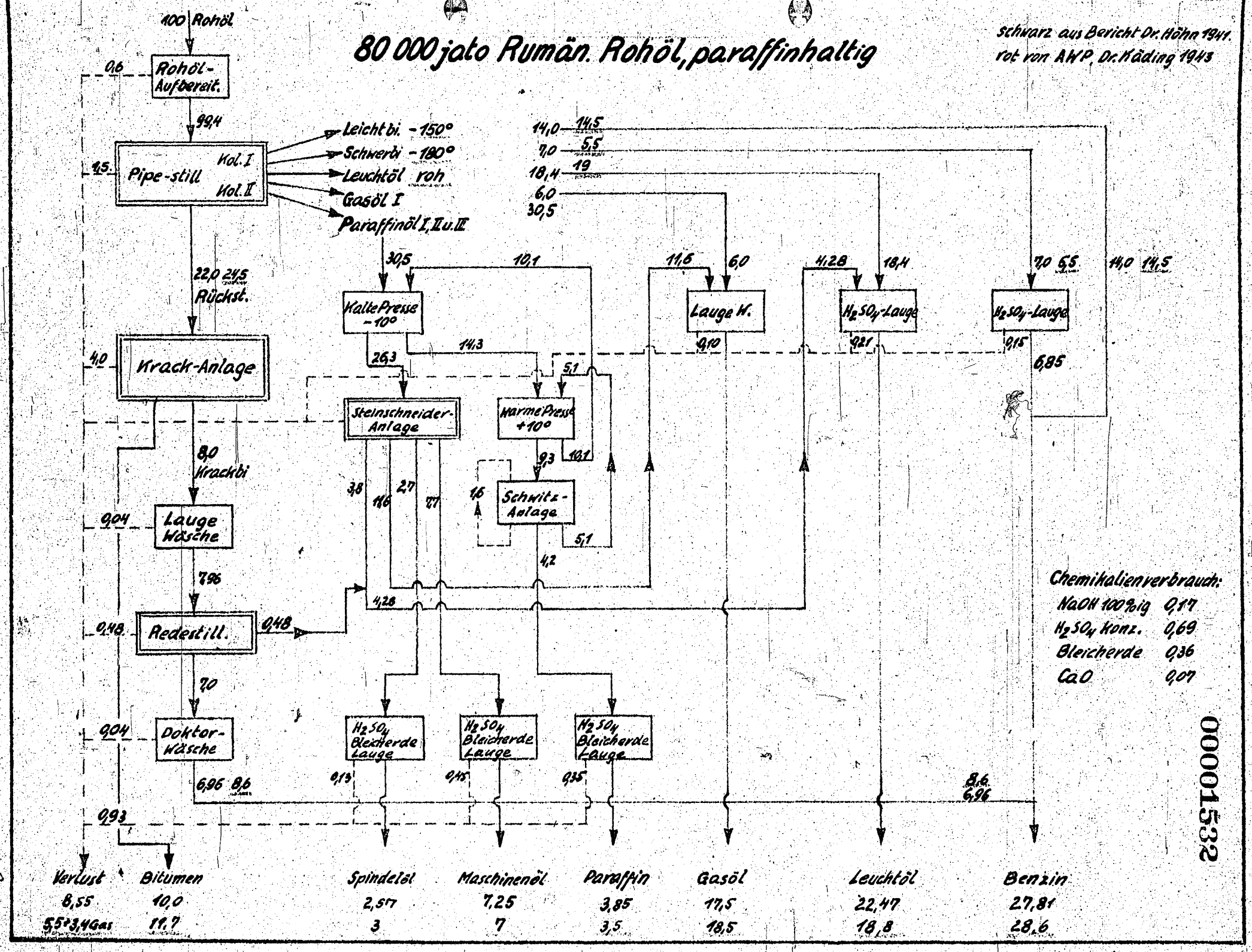
Chemikalienverbrauch:

H_2SO_4 konz.	2,47
Bleicherde	1,27
CaO	0,26
$AlCl_3$	0,1
NaOH 100 %ig	0,01

00001531

80 000 jato Rumän. Rohöl, paraffinhaltig

Schwarz aus Bericht Dr. Höhn 1941.
rot von AWP. Dr. Käding 1943



Chemikalienverbrauch:

NaOH 100%ig	0,17
H_2SO_4 konz.	0,69
Bleicherde	0,36
CaO	0,07

000001532

ETYA FILM

KODAK SAFET

2.4.43.

00001533

Kgollo-Raffinerie Pressburg

Letzte Besichtigung am 6.4.39. Ltn. E.R. Fischer, Cowzen, St. Willig;

1939: Französ. Besitzer Baron de Lallemand; Dir. Leiter St. Dittersdorf (um 1895 gebaut)

Rohölbasis: 6 000 mtto Rumän. Rohöl

Jahresleistung 60 000 cbm

Rohölverarbeitung in 5 Destillationen (für asphaltarmes Paraffinrohöl)

Destillation: 8 stufig Dampfbetrieb (1937 neugebaut). 2 Röhren

1) Atmosph. Röl.: Kp. v. Bi - 125° ~8% (Siehe Gew. Destillat, 1. Anl.)
Glockenboden — Benzin Bi 125-160° ~4,5%, wird mit Benzin Bi gemischt
Leichtöl Bi 145-190° ~4%
Leuchtöl -230° ~21%
Gasöl -320° (Reaktionstreibstoff II)
Rückst. > 320°

2) 1/10 Atm. Röl: Gasöl II
Glockenboden — Spindelöl 15%
Schmieröl leicht } 20%-25%
Schmieröl mittel } 20%-25%
Rückst. (Erstarrungspkt. 35°) → zur Asphaltanlage (1. Anl.)
ca 35% des atm. Rohöls

Alte Überspanndestill. (wurde durch Pipestill) 6 Blasen à 90 + 2 à 50 cbm Inh.
Jetzt zur Destillation von Spezialölen.

Hochvak. Blasendestill. (Steinschneider) 2 Blasen à 35 cbm Inh.
Durchsatz 1000 mtto. Anlage betrieb; gab wasserhelles Schmieröl.

Asphaltanlage: Bubbs 1937. 6stufig Durchsatz Destillat-Rückstand

1) 515°; Strahlen auf Benzin (35% Ausbeute) + Paraffinöl (30%) } mit Rückführung der Destillatanteile
2) 495°: " " " + Asphalt ← 14-16/100 kg

Produktionsverarbeitung: straight run-Bi des atmosph. Röl. ist Leichtöl Benzin wird in Kontinuierl. Anlage mit H_2SO_4, Lauge u. Bleiche gereinigt. Zur Vermeidung der Pfannen in der Destillerei wird das Rückst. des Benzin in 5 Blasen (5 cbm/h). Nachraffin. mit Bleibleiche.

Benzin + str. r. Bi 0.2.58-60, +0,06 Pb 02.76

Leuchtöl-Raffination in 3 Agitatoren mit 50 cbm Inhalt mit 1% H_2SO_4

Gasöl des Röl. ist verkaufsfertig.

Allgemeines: 220 Mann 16 stehe Dampf 300 Kio 3 Ingenieure
Dampf auf 7 Hauptbefeuerte Röhrenkessel, Kesselhaus, Maschinenhaus, Kohlenraum 4 m / Koh
Heizung der Pipe-still u. der Crackofen mit Raffinaten der Destillierung und mit eigenen Abraumprodukten.

Besichtigt von Kaufmann, Reinke (23.-25.10.39) - Dr. Kaufmann, Div. Hela

Anlage von Slowak. Regierung: 60000 jato rumän. Öl für Bedarf der Slowakei (Benzin u. Petroleum); Übernahme an Protektorat.
Zufuhr von z.B. 1,6% White Spirit (150-208°) zum Öl in Rumän. → „Künstöl"
Von Ploesti-Jonikava durch Pipe-line (100 km) in die Öl-Zentr.
Destillationsanlage: 1 o.

Rohöl: Stibi = Str. v. Bi - 125°, 02 64 (-135°, 02.64), spez. Gew ~ 0,720
aus der Gegend gegen Zistersd. Öl; Destillat: Rohöl für Slow. Crackbi also viel Destill.-Rückstand als rum. Öl + Zusatz (zugeführt) Zistersd. Öl
spez. Gew. 0,750 02.72 -190° 95% wird gemischt mit dem Pyrenbi und der Destill. → Crackbi

Besuch v. 15/16. 1. 40. (Dr. Villig)
Neue Pipe still,
Raumanlagen 4½ Mio Kubik. (Pyrenöl-Anlage + Raffination)
Destillationsanlage 40 000 jato in Betrieb. Jetzt kein Stibi mehr, maximale Menge März 41 meine Anlage fertig. Dann Bi über dem Destillölbasis liegenden Crack-Anteile nicht mehr in die Crackanlage, sondern auf Pyrenöl verarbeitet.

Besuch v. 1.2.40

Bericht Dr. Kohn, Januar 1941

7 Mio Rohöl
0,8 qkm Marktgelände, durch Bombenzerstörung beschränkt.
Kapazität der Anlage soll in nächster Zeit auf ~ 200 000 jato Rohöl gesteigert werden. Lieferung bis Juni 1941 8,5 Mio Mg Zusicherung.
Nach dem Fabrikbau:
2 getrennte Anlagen: 1) 120 000 jato Rumän. Rohöl → für Slow. u. Protektorat.
2) 80 000 " Zisterod. " → " Reich

Zu Fließschema 1: 60 000 jato Rumän. Rohöl paraffinhaltig
a) Kol 2 der Pipe-still wird über Dest. destilliert, dabei leichte Ausfälle der Pyrenöl-fraktionen, ist notwendig, um Paraffine filtrierbar zu machen. Durch weit. Erhitzung die 3 Paraffinöle niedrigst siedend (1,5 E/50°). Dann > 9,5 E, dann Durchlauföl (Leichtöl).
b) Kaltpressen: 24 Kammerpressen à 120 qm, Durchsatz 70 cbm/Tag Mischung, -5 bis -10°
Schwerpressen: 6 " " " " 30 " " +10°
Für Leichtpress., Paraffinrohöl, u. Spez.-Press. 2/2 Mann Belegschaft
Paraffin-Roffin. mit Konz. H_2SO_4 (~ 4%), ca O (1,2%) u. Klärerde (1,2%). Paraffinplatten 40/20/4 cm.
c) Zulagung der Paraffinfiltrate in der Raffinerieanlage unter Verkühlen in Leichtöl, Gasöl (Verkp + max -12°), Spindelöl (-2°) u. Maschinenöl (Rückst) (-2°)
Dann klassen Verkpts. nochmals, dann Zugabe von PTO oder Paraflow

Zu Fließschema 2: 18000 jato Rumän. Rohöl paraffinarm (Asphaltbasis)
Bezieht sich Motorenöl-Herstellung! (Oben nur Maschinenöle bis max 6°E/50°.)
a) Kol 2 der Pipe-still jetzt unterteilt mit Verkühlen.
b) Einen Entparaffinierung notwendig. - Genügend Asche Verkpts. Verschiedene Maschinen- u. Motorenöle. V.I. dieser Öle bei ca 40, mit 4% Oppanol bis ca 70.

3. Ölsorte: Godinger Rohöl (Protektorat) 6 000 jato.
Wird in der Fabrik in Verbindung Gasöl und Reichsdeutsch-Ölsorte verlegt

Zu Kleinspenning 3: 40 000 jato Zietersdorfer Rohöl

Produkte gehen noch Nachfolgt zurück.

Anlagen sind voraussichtlich Ende 1941 fertig.

z.Z. wird Diesel Öl in der Fabrikdest. aufgeteilt in Bi, Leuchtöl und Gasöl; der Rückstd. geht in die Krackanlage. Später noch Kleinspenning 3:

Neue Pipe still für 80 000 jato u. dafür nötige Feuerungs- u. Kesselhausanlagen,

Destillation zunächst für 40 000 Rohöl.

Reparaturwerkstätten wie in Oppau für Zietersd. Rohöl.

Löschmittel: Dieselwasser.

Feuerlösch-Büsche 1: 7 Zentrifugen	Je Zentrifuge ~ 320 kg Einsatz
" " 2: 5 "	Verdünnung für Büsche 1: 1:3, 2 u. 3 je 1:6 Vol
Feuerlöschbüsche 3: 5 "	Belagschaft: 1 + 7 pro Schicht.

Motorenöle mit V.Z. 60-70, mit Oppauer Sorgen Blankenola. Einsatz von Flugmotorenöl gibt bekannten grünl. Rückstand. Mit Paraflow oder PBO reinigt sich noch Verdünnung des Rückst. vermindert.

Betriebsanlagen.

I. Energieversorgung.

1) Dampf: Bilanz ~ 20 stdto Dpf von 6-9 atü aus 7+2 Kesselbaukessel; Reserve vorhanden. Neubau geplant für 60 stdto, ausbaufähig auf 90 stdto.

2) Wasser: Brunnen (~ 300 cbm/h); außerdem Anschluß an Bodetal. Filterstation für Donauwasser im Bau. Bedarf bei Endausbau 1200 cbm/h.

3) Boone: Bodetal. Bedarf z.Z. 500 Kw/h; nach Ausbau ca 4000 Kwh. Aus Dampfturbinen (60 → 10 Atm) vom Kesselhaus-Neubau

II. Transport u. Lagerung.

Kesselwagen für Zietersd. Öl u. Donauwasser für Rümön. Öl

Lagerräume für Rohöle + Fertigprod. z.Z. 40 000 cbm.

III. Aufbereitung des Rohöls.

Rümön. Öl muß vom beigemischten Bilgewasser befreit werden. 5 Zentrifugen. +40°.

KODAK SAFETY FILM

SIEMENS

00001537

IV. Rohöldestillation (Pipe still)

1936 gebaut von Skoda, Mac Kee-Werk.

10-11 cbm/h Durchsatz Rohöl.

3 Mann/Schicht. Heizölbedarf 6-8 Atato (10 000 Cal/Kg)

1) Atmosph. Kol. 28 Glockenböden, 1,2 m Ø, 24 m hoch

5 Destillat-Fraktionen: 1) Kopfprod. 2) Benzinöl 140-150° 3) White Spirit - 160°
4) Leuchtöl 200° 5) Gasöl 240°

2) Vakuum-Kol. 14 Glockenböden, 1,6 m Ø, 18 m hoch. Vak. durch Dampfstrahl-injektor. 50 mm Hg abs. in Kol einstellen, 30 mm am Dampfstrahler

5 Fraktionen: 1) Kopfprod. 240-300° 2) Paraffinöl II 290-315° 3) Para.-Öl III 320-360°
4) Para.-Öl IV 360-380° 5) Rückstand > 360°

Vor dem Ofen ein 10 cbm Heizgasbehälter (140°, 6 Atm) zur Pufferung belasten Holzgasgenerator. Gegen Korrosion NH_3-Gas in Mitte u. Kopf der Kol. (~100 Kg/Monat)

Regenerativofen mit gewöhnl. Heizgas. Brenner müssen häufig gereinigt werden.

Beheizung: (Heizgas mit Heizöl). Rohre der Vak.-Anl. müssen nach 8000 t Durchsatz ausgebaut werden; dauert 6 Std bei 1-2 mm Koksansatz.

Abmessungen der Röhrenöfen. Öl eingebaut am Auffangtopf. An der Vak.-Kol. noch für jeden Röhrenstrom eine Rohrkol. v. 3 m Höhe.

Dampfstoff sowohl in Kol I (2% v. Rohöl), wie in Kol II (4% v. Rohöl)

Kopfprodukt: Pflanzen voll in beiden Kol 1:3 betragen.

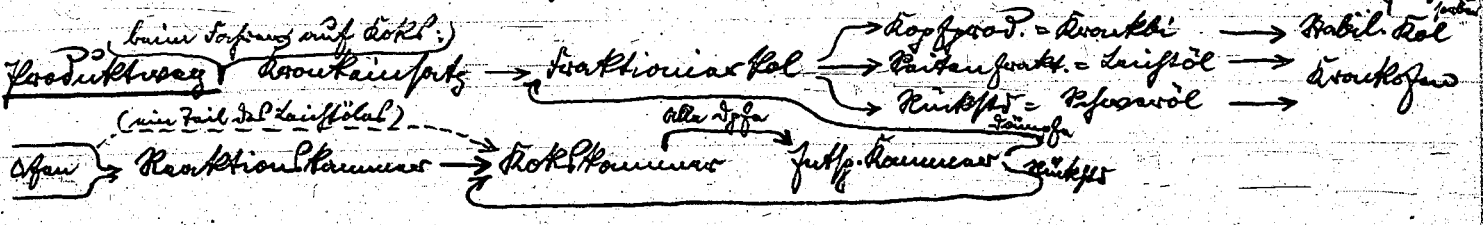
V. Dubbs-Krackanlage

Baujahr 1936, 2 Mio M; Durchsatz 150 Atato / 48000 Jato; 1+11 Mann/Schicht + 9 Tagschicht für Koksentfernung u. Wartung.

Energiebedarf: 80% des anfall. Krackgases (12 000 Cal/Kg Gas). 3 t Dampf/h.
5 000 cbm H_2O/100 cbm Rohöl.

Ölbasis:

Asphalt-Betonen:	Koksbetonen:
25-45 % Benzin	30-55 % Benzin
65-37 % Asphalt	55-25 % Koks
10-18 % Krackgase	15-20 % Krackgase (Anlage 1. z. Heizgas)



beim Fahren auf Asphalt gegen die Produkte direkt auf den Fußb.-Turm oben u. dessen Rückfl. in die Vorkammer, wo der Asphalt als Rückfl. abgezogen wird.

Betriebsdaten:

	Temperaturen	Drücke	
Ofen	~ 700°		beim Fahren auf Asphalt Betrieben Ofenausgangstemp. für Leichtöl 515°, für Schweröl 496° C.
Rohrwickl Ofen Eingang	370°	37 Atm	
" " Ausgang	500°	18	
Leichtöl Ofen Eingang	300°	32	
" " Ausgang	530°	18	
Reaktionsturm Eingang	480°	Reaktionsturm 17,5	
" " Ausgang	470°	Kokl " 10,6	
Kokl Kammer unten	515°	Fußb. " 6	
" oben	450°	Reaktionsöl 4,8	
Reaktionsöl Eingang	400°	Verbindungsöl 10	
" " Kopf	196°	Abkühlungsöl " 4,5	

Koklgewinnung: 2 Kammern à 55 cbm Inhalt. - Verf. 24-28 Std. ca 40 cbm Kokl, Firma Ausstattung. Koklausdrückmaschine Verf. 700 m langes Seil mit Winde. Abnahmeort für Kokl: I.G. Griesheim u. Siemens.

Verfahrteil Leichtöl: Schwerröl beim Koklkochen 18:30, beim Asphaltkochen 13:31 Std.

Betriebszeit: ca 2 Monate, Firma ca 10 Tonnen Lager: Rückbezug der Vorfirmen und Raffinerien u. Verbrauch der Leichtprodukte.

VI. Aufarbeitung des fabrikf. Reaktionsgutes:

Waschen mit NaOH u. H_2O. Firma Radestillation mit 0,5-1% Sulfonsäure-Zusatz. Schließlich Destillation mit H_2O-Dämpfen.

Radestillationsanlage: 6 Blasen von je 12, 12, 30, 40, 55 cbm Inh. mit Heizung Öl.-Aufsatzgas.: 88% Öl, 4-5% Schwere Kokl (Reaktionsgutrückstände) und 6% Rückst. 140-220°

VII. Katrol-Destillation: 3 Kessel à 90 cbm Inh. 35-40000 Jato Rohöl-Durchsatz. Heizung durch Koksgas; Koksabbrand ~ 10% des Durchsatzes.

z.Z. für Zerlegung des Leichtanteiles Rohöl

VIII. Reinigungsanlage (Destill.-Destillation)

2 Kessel je 36 cbm. Kolonnenaufsatz. - f

Für Zerlegung des Leichtanteils der Rohbenzine.

IX. Raffinationsanlage - Extraktion und Säure-Behandlung mit NaOH. Ca 0,5% sind extrahierbar

X. Rückgewinnung u. Verwertung der Abfallöle. Fließende Leichtöle Öl abfangen lassen, Filtrieren und Rückgabe in die Reaktanlage.

Wirtschaftliches:

Verarbeitungsgrundlage: 200 000 Jato Rohöl.

2 Pipe-stills für je 80 000 Jato, die Katroldest. für 40 000 Jato Rohöl.

Entgasungsanlage für die rund 160 000 Jato anzuliefernden Schwerröle

Kostenrückt für die Reaktanlage: 20% Rückstd. auf den Pipe stills = 32000 Jato
+ 40% " " Katroldest. = 16 000 "
48 000 Jato

1) Anlage-Kosten: für Rohöle (120 000 Jato) 14,95 Mio (vorhanden)
" Zusatzbet. " (80 000 ") 5,05 " (im Bau)
20,00 Mio RM.

Gesamt-Anlage-Kosten für 1 Jato Rohöl = 100 M.

2) Betriebsstoffverbrauch 45 Stück Dgl 9-12 Std
3700 Kwh
1100 cbm Waschwasser/Std
600 Kg Heizöl/Std
1 Stück Zwischengas
1 Stück Koks

3) Belegschaft: war bei 100 000 Jato Rohöl 200 Mann; jetzt 85 Angest, 35 Ingen, 500 Arbeiter.

4) Chemikalienverbrauch bei 120000 " " : Im Januar 1940:
35 t H_2SO_4 konz. 10 t NaOH, 100%ig 20 t Bleicherde 3 t CaO Ätznatron S u. Soda.

5) Gewinn: Laut Fr. Willig normalerweise 50 M/to Rohöl.

Qualitätsmäßige Verbesserungen (Fr. Böhm):

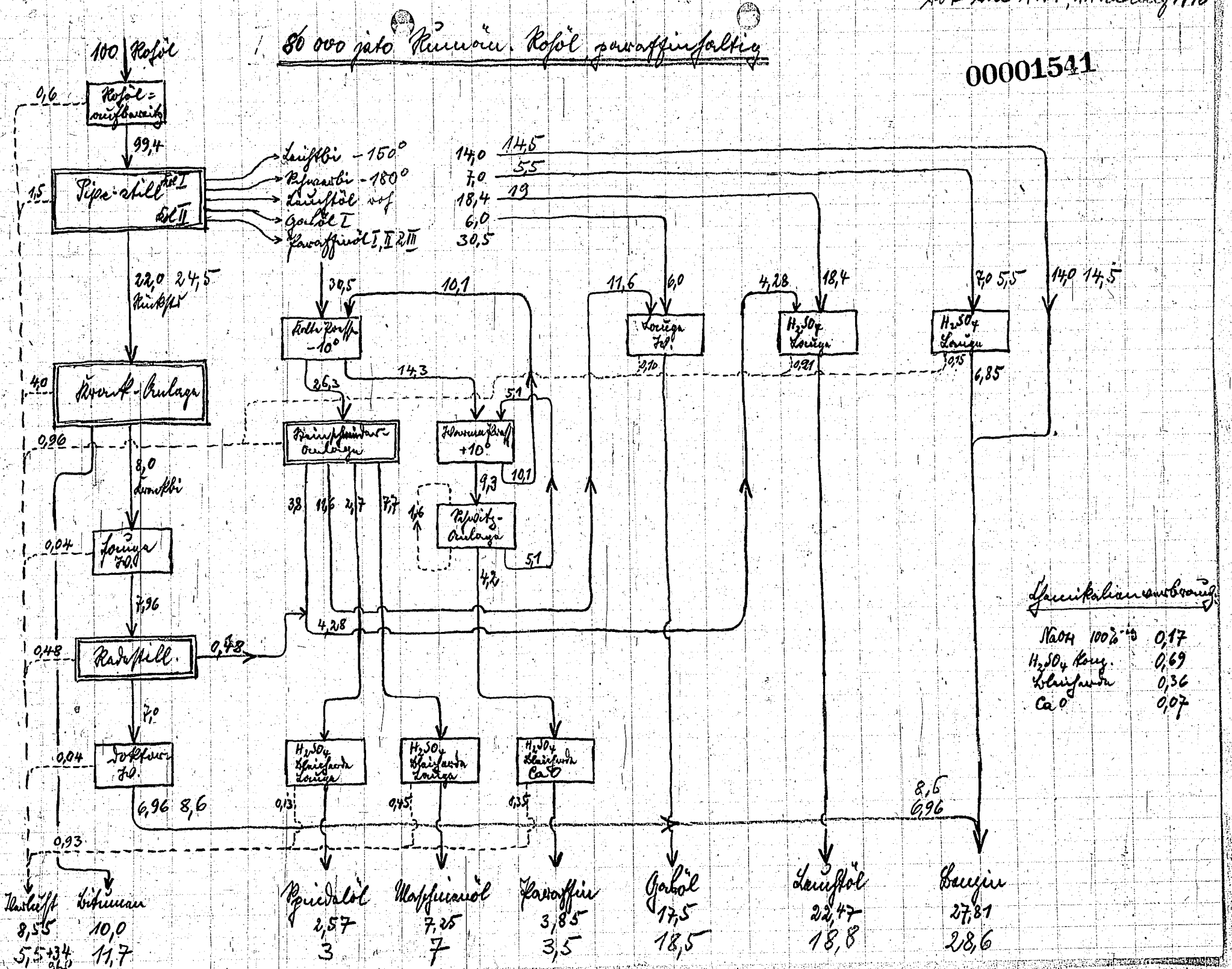
Installation der beiden Pipe still-Rückstd mit Pumpen, um die Schmieröle nicht in der Reaktanlage zu verarbeiten. - Neue Fr. Lösungsmittel: bewährt Gemisch Zyklohexanol Phenol
Galaktische Lösungsmittelgemische der Schmieröle; (Lucida-Teile-Mischungen (Phenol-Kresol)?) I.G. Phenol-Butt des alten Entgasungs-Verf. für das schwere Öl ein modernes Lösungsmittelverf.
Entsatz der alten Regenerations-Anlagen der Katrol-Destillation.

07L0000

Upravuje dle Davidek Kr. Hora 1941
dod. Ing. AWP, Kl. Kadaň 1943

00001541

80 000 jato Ruský. Kopř. parafinový



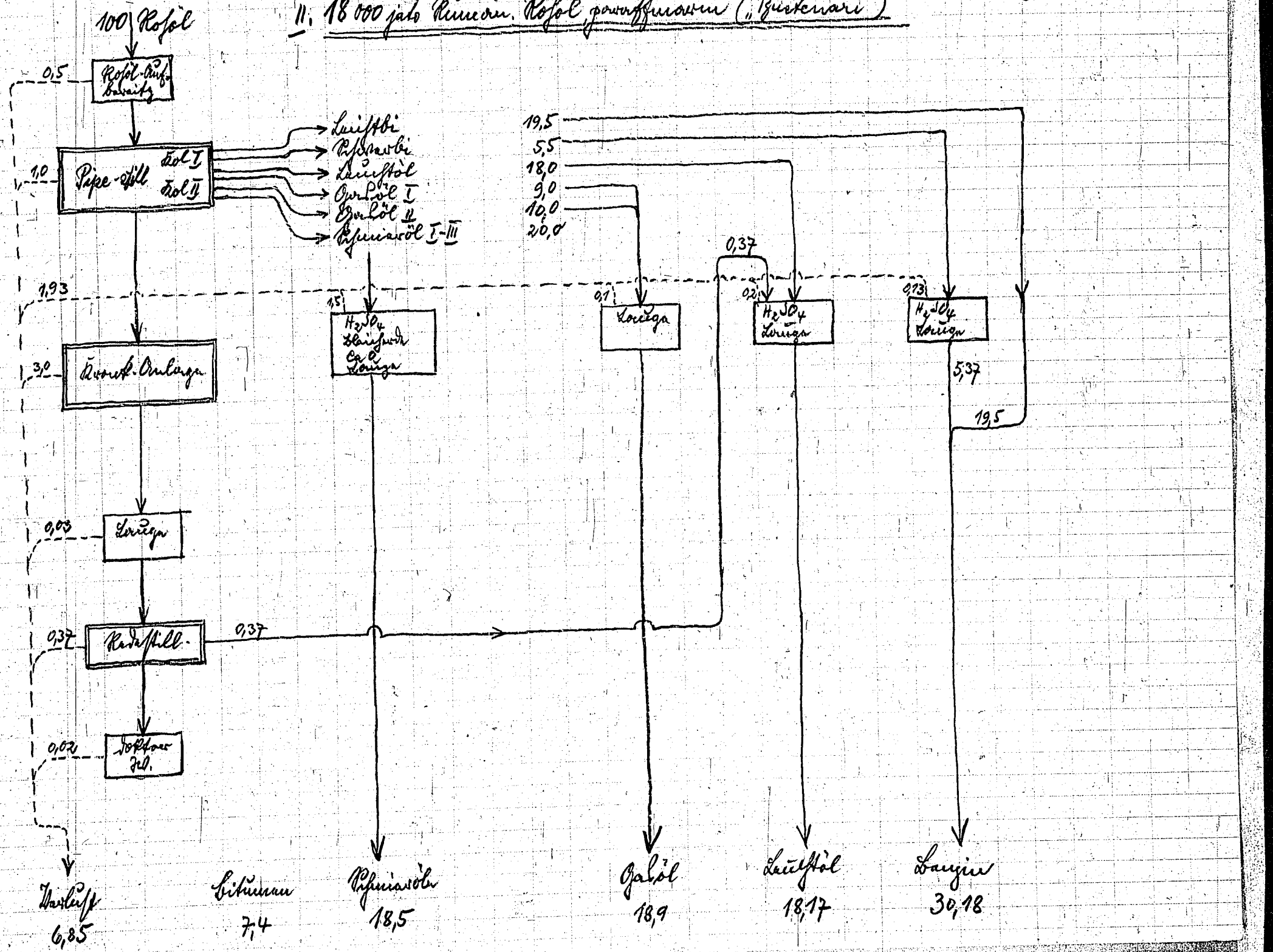
Spotřeba kamenkalinového louhu

NaOH	100 %-ní	0,17
H_2SO_4	Koncentrovaná	0,69
Kyselina		0,36
CaO		0,07

FILMA SAFETYA

00001542

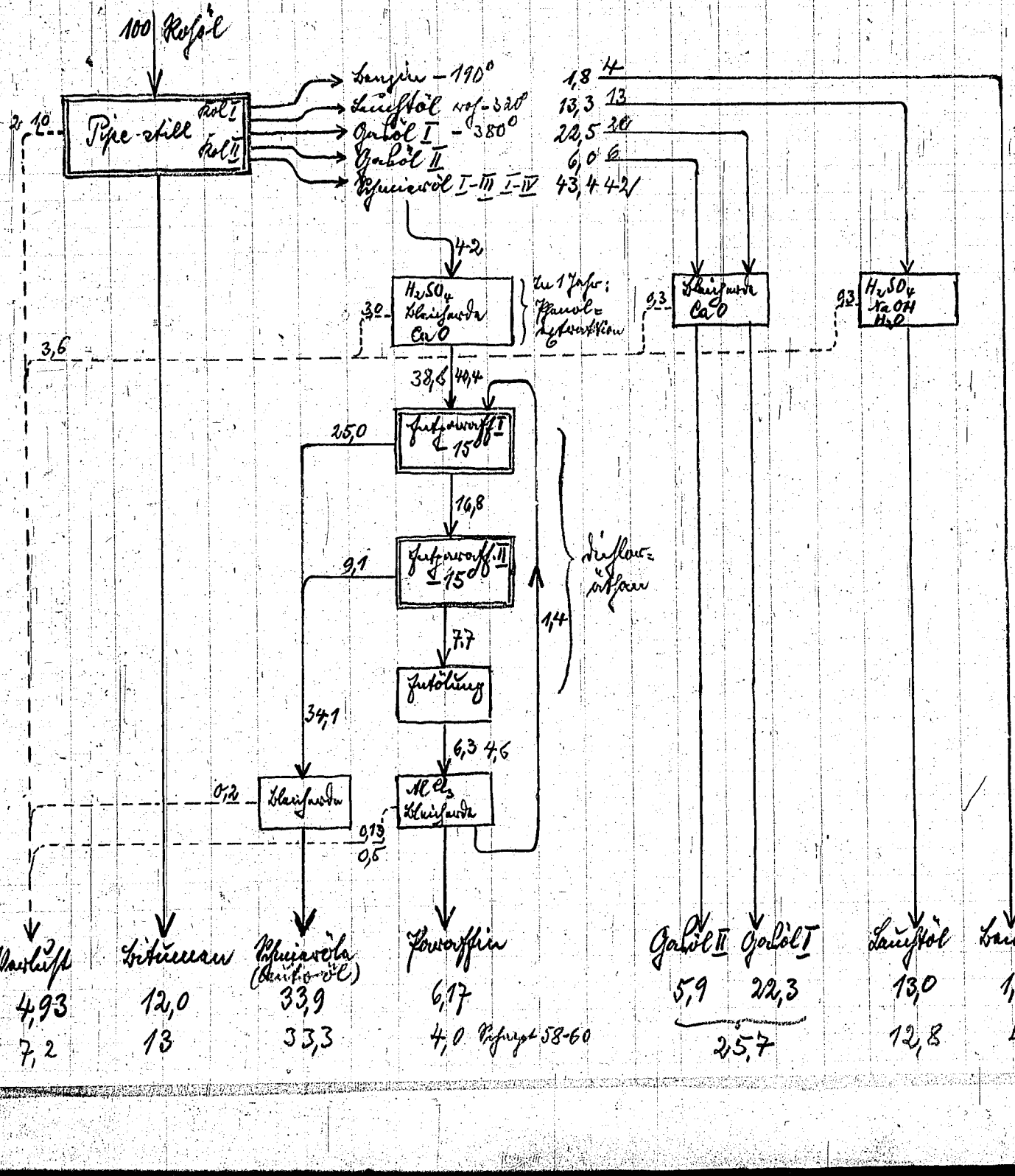
II. 18 000 jato Rumeni. Rafo Ł pawnffiranm („Buckenari")



Genehmigt auf Antrag v. 20. Juni 1941
Prof. von AWP, v. Rading 1943

00001543

120000 jato Ostmark-Kissel / Lisichansker Rohöl



Zusatzbehandlungsverbrauch:

H_2SO_4 konz.	2,47
Kleinsauda	1,27
CaO	0,26
Al Cl₃	0,1
NaOH (10%ig)	0,01

00001544

Schwelkoks Fabrik ? 120 000 Rℳ + 80 000 Zi

Man hat 2. Pipe still gebaut? 120 000 Jato

Katoldestill. noch für 40 000 Rℳ.

Für Kisla: Schwelkoks-Anlage Fabrik? Man arbeitet für ? Soll für 80 000 Jato & für 40000 im 1ten Jahr für 3. J. 20 000 Jato?

Für Kisla: Raffinations-Anlage ungefähr gleich wie Schwelkoks auf 80 000 Rohöl von 40 000.

Benzin

Benzin: Kesselfabrikbau ? 1941 20 stato
Gebaut wenn 60 → 90 stato Klinke 44/45

Kesselbau-Fabrik Hydrierung 1200 cbm/M.
Bauen wenn 3000 cbm/M. Rpf 1000

Ruhrgas – Hydrierung und Kesselfabrikbau ?
1940 ~500 Kat/M, sonst 4000 Kat/M

Lergasöl – 1940 wenn 40 000 obm.

Katalysatorfabrik (Lergasöl) ? Für Schwelkoks Klinke
~~Für Teer Fall~~ Für Benzinraffinerie Für 1 Jahr Fabrikation
Destillation v. Katal. Rückstand Produktion ? (Ringgasöl oder)

00001545

H. Kading: Über Apollo, Pressburg 6.4.43.

Ungar. Rohöl, die vorl. MBB Rumän. Rohöl mischen (1942 nur wenig mehr als 4 000 000 to.!)
z.Z. 40000 jato als Ersatz für Rumänen Öl

Offenöl R. Öl z.Z. ca 50000 jato (über bald mehr
vorl. Pressburg

Donau-Öl f.m.b.H. "
- Fischer
- Fischöl
- Danzen
- Brandlein
- Gadinean

- Lobau-Anbauer 40000 jato für Pressburg
- Zentralraffin. 200 000 jato Sonder } Davon 50% für
- Preßburg Raffin. (Pressburg) 30 000 " " } F.G. geplant.
- Pflanzlich z.Z. 110000 + 40 000 = 150 000 jato

Rückstd. verzuckerbar auf Rais, da z.Z. nur 20000 jato Zentrifug. Zukünftige Kapazität
Zentrifugen soll baldigst für alt Lobau-Anbauer (mehr sie)

80000 Rum + Ungar. Öl.

Rückst. Kroatien

Röhöl Faigel

(nur 5-6% Fettsäure)

Hydrolyse-Anlagen: a) für Niederfolgen 33 000 mit Fettsäure 60:40 Mittl. Fettsäure

zu MBB z.Z. 4 000

ca 30% verbleiben

SS-Rohöl mit ges. HCl3 mit dem Mittl. ca 3 Std auf 120° erhitzt.

b) Verdünnung d. Kompounds auf für Flüssigmotor gemischt mit SS-Öl 1:1

Neuer Anlage für MBB. Top-Anlage z.Z. 100 000 Rohöl für 33 000 Rumänöl (Rumänöl-Kompoun. für Niederfolgenverfahren)

Landbetrieb (Hydrierwerk)	I	22 000 jato SS-Öl
	II	10 000 "
Lenna		17 500 "
Leh Rodau		10 000 "
MBB		3 000 "
Opp		2 000 "
1944		ca 54 500 jato SS-Öl

Hydrolyseverbrauch 0,13 Kg / 100 Kg Raffinat

Hochdruckversuche
Lu 558.

26.August 1943.Ni/Le.

00001546

Untersuchung und Beurteilung auf Verwendungsmöglichkeit von drei ungemischen Rohölen.

Eingang der Proben in Lu: 17.Mai 1943, erhalten durch RWM.

Typen: 1.)	Rohöl	Lovassi	KW.Nr.	514	519	Tagesförderung 1300 t
2.)	"	Lispe	"	"	514	518	" 1000 t
3.)	"	Holiot	"	"	514	516	" 200 t

~ 90000 jato

Der Bericht enthält:

I. Zusammenfassende Beurteilung.

II. Untersuchung und Beurteilung der Rohöle:

a) Gesamt-Rohöle
b) Benzine
c) Gasöle
d) Rückstände.

III. Verarbeitungsmöglichkeiten der Rohöle:

a) Benzinierung der Mittelöle
b) Katalyt.Kracken der Mittelöle
c) EP-Behandlung der Schwerbenzine.
d) Verarbeitung der Öle auf Flugmotorenöl.

00001547

I. Zusammenfassende Beurteilung:

Die Rohöle von Lovassi und Lispe sind als gemischtbasisch, das von Koliot als paraffinbasisch zu bezeichnen. Bemerkenswert ist der ausserordentlich hohe Benzingehalt, insbesondere der ersten beiden Öle, jedoch kommen die straight run Benzine als Flugbenzin kaum infrage, höchstens als Autobenzin (ca. bei 160-170° abgeschnitten). Die Schwerbenzine der beiden ersten Rohöle sind als Ausgangsmaterial für die HWD-Behandlung gut geeignet. Die Destillationsmittelöle stellen alle drei bei grosser Ausbeute ausgezeichnete Gasöle dar, die von Lovassi und Lispe lassen sich aber auch auf S_4-Benzin durch katalytische Druckhydrierung verarbeiten. Für Verarbeitung auf Flugbetriebsöl dürfte nur das Koliot-Öl aussichtsreich sein.

II. Untersuchung und Beurteilung der Rohöle:

a) Gesamtrohöle: Analysen siehe Anlage 1.

Die drei Öltypen sind qualitativ und quantitativ sehr verschieden zusammengesetzt. Das Auffallendste an den Ölen von Lovassi und Lispe ist der ausserordentlich hohe Benzingehalt von ca. 45% (Benzin -200°), aber auch das Öl von Koliot ist noch mit 30% benzingehalt als benzinreich zu bezeichnen. Beim Lovassiöl ist auch der Gehalt an Mittelöl mit ca. 55% sehr hoch, bei den beiden anderen mit ca. 25% normal. Den höchsten Gehalt an Schweröl hat das Koliotöl mit ca. 54%.

Der Paraffingehalt der Öle liegt zwischen 2 und 5% (am paraffinreichsten das Öl von Lispe), der Hartasphaltgehalt liegt zwischen 0 und 2,2% (am asphaltreichsten das Öl von Koliot).

Den Gesamteharakter nach sind die Öle von Lovassi und Lispe als einander ähnlich zu bezeichnen, während das Öl von Koliot stark verschieden von den beiden anderen ist.

b) Benzine (straight run): Analysen verschiedener Schnitte und Fraktionen siehe Anlage 2.

Die Benzine von Lovassi und Lispe sind ähnlich, das von Lovassi ist aromatenreicher (23%), dafür enthält das von Lispe mehr leichtsiedende Anteile, sodass die Oktanzahlen der Benzine fast gleich sind (Benzin -200° OZ. ca. 56; Benzin -150° OZ. ca. 66). Dagegen ist das Benzin von Koliot fast vollkommen paraffinisch und hat fast keine leichten Anteile, seine Oktanzahl beträgt daher nur 16 bzw. 33.

Die straight-run Benzine von Lovassi und Lispe kommen entsprechend abgeschnitten (ca. 160°) für Autobenzin infrage, nicht jedoch als Flugbenzin oder höchstens die leichten Fraktionen daraus, das Koliot-Benzin auch nicht als Autobenzin. Dagegen liessen sich die Schwerbenzine von Lovassi und Lispe nach dem HWD-Verfahren zu Hochleistungsbenzin verarbeiten (siehe später).

c) Gasöle: Analyse siehe Anlage 3.

Die Gasöle (200-350°) aller drei Rohöle sind sehr wasser-

00001548

stoffreich, daher haben sie hohe Cetanzahlen (56-58). Ihr Stockpunkt beträgt ohne Entparaffinierung -14-19°. Die an sich guten Ausbeuten (30-40%) liessen sich durch tieferes Abschneiden der Benzine ohne weiteres um 5-10% (bezogen auf Rohöl) erhöhen.

d) Destillations-Rückstände über 325° bzw. 350°: Analysen siehe Anlage 4.

Hier sind die Unterschiede bei den 3 Typen sehr gross. Der Gehalt des Lovaszi-Öls an Rückstand >350° ist mit 16,5% sehr gering, die Viskosität dieses Rückstandes sehr niedrig 3,3° E/50°. Dagegen hat der Rückstand (45%) des Holiotöls ein hohes spez. Gewicht und eine Viskosität von 50,3° E/50°. Die Werte des Lisper Öles liegen dazwischen. Für Verarbeitung auf Flugmotorenöl dürfte daher nur das Holiot-Öl infrage kommen.

Wegen des verhältnismässig hohen Stockpunkts der Rückstände (+30-40°) sind diese nicht ohne weiteres als Heizöle geeignet.

III. Verarbeitungsmöglichkeit der Rohöle:

a) Benzinierung der Mittelöle:

Sowohl das Destillat-Mittelöl aus dem Lovaszi- als auch aus dem Lispe-Öl sind für eine Verarbeitung über dem üblichen Benzinierungskontakt geeignet, während das Mittelöl aus Holiotrohöl die Grundoktanzahl 70 nicht ergeben dürfte, und auch sonst nicht so vorteilhaft zu verarbeiten ist. In einem Kleinversuch wurde das Mittelöl 150-325° aus Lispeöl geprüft und erwies sich hierbei etwa wie Mittelöl aus Wietzeröl, die Vergasung war normal, das hierbei anfallende L-Benzin mit 55% -100° und Endpunkt ca. 150° hatte eine Motor-O.Z. von 71, mit 0,12% Bleitetra 90 (siehe Anlage 5).

b) Katalytisches Kracken der Mittelöle:

Nach Laboratoriumsversuchen lässt sich sagen, dass die Mittelöle leicht spaltbar sind und viel Gaskohlenwasserstoffe ergeben. Sie kommen für katalytisches Kracken wohl in Frage und ergeben ein gutes B_4 mit ca. 25-30% Aromaten. Die Jodzahlen liegen bei etwa 20-30.

c) DHD-Behandlung des straight-run-Schwerbenzin:

Die Schwerbenzine aus dem Lovaszi- und dem Lispe-Rohöl sind für DHD-Verarbeitung ungefähr gleich gut geeignet, während das Schwerbenzin aus dem Holiotöl, das fast rein paraffinisch ist, nur unter hohen Verlusten auf 50% Aromaten gebracht werden kann und auch dann nicht für C_2-Qualität ausreicht. Ein mit dem Lispe-Schwerbenzin durchgeführter Kleinversuch lässt auf grosstechnische Fahrweise ungeschützt bei guter Ausbeute ein Hochleistungsbenzin mit 50 Vol.% Aromaten und einer Überladbarkeit von mindestens CV_2 Qualität erwarten. x)

x) bezüglich Klopf- u. Überladeverhalten

-4-

x) wurden die Abb. bereits gesondert eingereicht !!

d) Verarbeitung der Destillationsrückstände auf Flugtreiböl:

Aufgrund von Laboratoriums- und teilweise halbtechnischen Versuchen mit den 3 Rohölen lassen sich für technische Anlagen folgende Ausbeuten an Flugtreibölen erwarten:

aus Leroaziöl: $I_{0}2 - I_{0}5$ % (bezogen auf Rohöl)
" Lispeöl: $3 - 3_{0}5$ % " " "
" Boliteöl: $5_{0}5 - 7$ % " " "

Die Qualitäten der Flugtreiböle entsprechen den deutschen Anforderungen.

ges. Rieschberger.

Anl. I.

Gesamt-Kohöle.

00001550

	Lovaszi	Liepe	Koliot
Wassergehalt %	0	0,9	2,5
Benzolunlösliches %	0,01	0,04	0,03
Asche im Ganzen	Spuren	Spuren	Spuren
Hartasphalt	0	0,26	2,2
Paraffin (n.Holde) %	2,1	5,0	4,1
% C	86,78	86,50	85,50
% H	13,11	13,37	12,84
% O	0,39	-	0,93
% N	0,02	0,02	0,15
% S	0,10	0,11	0,58
Viskosität bei 20°	<1,0°E	<1,0°E	2,6°E
Stockpunkt °C	-10	+1	+7
Spezif.Gewicht bei 15°	0,819	0,821	0,843
Siedekurve: Beginn °C.	57	66	103
% - 100°	6	9	6
% - 150°	22	23	13
% - 180°	33	32	19
% - 200°	47,5	40,5	23,5
% - 250°	57,5	47,5	29,5
% - 300°	77	61	42
% - 325°	80,5	67	48
% - 350°	85	71	60
Mit Kolonne zerlegt in			
Benzin bis 200	43,8 %	42,0 %	19,7 %
Mittelöl bis 325°	34,8 %	25,8 %	25,2 %
Rückstand über 325°	21,2 %	32,8 %	55,1 %
Vom Benzin (näheres Anlage 2)			
Spezif.Gewicht bei 15°	0,770	0,756	0,743
Anilinpunkt	40,2	46,7	66,2
% bis 100°	15	26	3
Vom Mittelöl bis 325°			
Spezif.Gewicht bei 20°/Ap.	0,844/63,5	0,836/67,9	0,825/71
% bis 225°	29,1	18,0	27,8
% bis 250°	88,6	85,8	85,9
% bis 300°	96,7	96,3	96,1
Vom Rückstand >325°			
Spezif.Gewicht bei 50°	0,871	0,884	0,922
" " " 80°	0,851	0,864	0,902
Vakuum Kurve bei 15 mm Hg			
% bis 225°	35,4	15,7	13,4
% bis 275°	69,4	41,1	33,3
% bis 325°	89,0	64,0	54,0

Anlage 2.

Benzine und Benzinfraktionen

00001551

	Lovaszi	Lispe	Holiot
Benzine bis 200°			
% vom Rohöl	43,8	42,4	19,7
Spezif. Gewicht bei 15°	0,770	0,756	0,743
Anilinpunkt I/II	40,2/60,3	46,7/58,1	66,2/69,3
Zusammensetzung:			
Paraffine Gew.%	[illegible]	52	94
Naphthene "	25	34	2
Aromaten "	25	14	4
Ungesättigte "	0	0	0
Jodzahl	0,9	0,8	0,5
ASTM Siedekurve: Beginn °	52	45	75
% bis 70°	2	6	-
% bis 100°	15	26	3
% bis 120°	35	47	12
% bis 150°	63	72	46
% bis 170°	82	85	73
% bis 180°	90	91	83
Endpunkt °C/%	196/97,7	196/98,2	199/98,0
Rückstand %	1,3	1,3	1,2
Verlust %	1,0	0,5	0,8
Oktanzahl Motor Meth.	56,1	55,6	16
Benzin bis 150°			
% vom Rohöl	27,6	29,8	9,1
Spezif. Gewicht bei 15°	0,755	0,736	0,716
Anilinpunkt I/II	37,7/56,8	47,6/56,7	63,8/67,0
Zusammensetzung			
Paraffine Gew.%	44	50	86,5
Naphthene "	34	39	9,5
Aromaten "	22	11	4
Jodzahl	0,4	0,4	0,2
ASTM Siedekurve: Beginn °C	55	47	63
% bis 70°	2,5	8	0,5
% bis 100°	29,5	42	15,5
% bis 120°	65,5	75	50,5
% bis 150°	96	97	96
Endpunkt °C/%	155/98,2	152/98,0	155/98,2
Rückstand %	1,8	1,2	1,4
Verlust %	0,5	0,8	0,4
Oktanzahl Motor Meth.	65,8	65,8	33,0

Fortsetzung von Anlage 2.

00001552

Fraktionzerlegung des Benzins bis 200° aus dem Rohöl von L o w a s z i.

Fraktion	- 75°	75-100°	100-120°	120-140°	140-160°	160-180°	180-200
% vom Benzin bis 200°	8,3	14,7	12,7	19,8	12,7	15,9	12,6
Spezifisches Gewicht bei 15°	0,665	0,739	0,772	0,784	0,790	0,801	0,810
Anilinpunkt I	-	41,8	30,2	30,2	39,8	41,7	53,0
Anilinpunkt II	-	51,7	55,2	60,5	63,1	66,7	68,5
Zusammensetzung in Gew.%							
Paraffine	-	35	36	46	57	64,5	75
Naphthene	-	53	36	21	16,5	8	4
Aromaten	-	12	28	33	26,5	27,5	18
Oktanzahl Motor-Methode	-	68,0	66,0	60,5	45,5	40	ca.27

Fortsetzung von Anlage 2.

00001553

Fraktionszerlegung des Benzines bis 200° aus dem Rohöl von Holiot.

	-75°	75-100°	100-120°	120-140°	140-160°	160-180°	180-200°
% vom Benzin bis 200°	3,5	6,9	7,3	15,6	20,0	21,3	19,7
Spezif. Gewicht bei 15°	0,650	0,697	0,716	0,725	0,748	0,762	0,776
Anilinpunkt I	-	61,3	62,6	65,1	67,2	69,1	70,2
Anilinpunkt II	-	63,6	65,7	68,4	70,7	72,9	75,3
Zusammensetzung in Gew.%							
Paraffine	-	76,5	83	91	95,5	94	93,5
Naphthene	-	20,5	13,5	5	-	-	-
Aromaten	-	3	3,5	4	4,5	6	6,5
Oktanzahl Motor Meth.	-	53,0	40,0	ca.27	ca.14	ca. 5	unter 0

SAFETY FILM

00001554

Fortsetzung von Anlage 2.

Fraktionszerlegung des Benzines bis 200° aus dem Rohöl von Holiot.

	-75°	75-100°	100-120°	120-140°	140-160°	160-180°	180-200°
% vom Benzin bis 200°	3,5	6,9	7,3	15,6	20,0	21,3	9,7
Spezif.Gewicht bei 15°	0,650	0,697	0,716	0,725	0,748	0,762	0,776
Anilinpunkt I	-	61,3	62,6	65,1	67,2	68,1	70,2
Anilinpunkt II	-	63,6	65,7	68,4	70,7	72,9	75,3
Zusammensetzung in Gew.%							
Paraffine	*	76,5	83	91	95,5	94	93,5
Naphrthene	-	20,5	13,5	5	-	-	-
Aromaten	-	3	3,5	4	4,5	6	6,5
Oktanzahl Motor Meth.	-	53,0	40,0	ca.27	ca.14	ca. 5	unter 0

Anlage 3

Gasöle (Fraktion 200 - 350° C)

00001555

aus Kohöl von	Lovaszi	Liepe	Holiot
% vom Kohöl	39,6	29,6	34,7
Farbe	gelb	gelb	gelb
Spezifisches Gewicht b. 20°	0,846	0,837	0,826
Anilinpunkt °C	64,8	68,6	71,8
Viskosität bei 20°	1,32°E	1,33°E	1,31°E
" " 38°	1,23°E	1,23°E	1,22°E
Stockpunkt °C	-18	-14	-19
Kupferstreifentest	gut	gut	gut
Cetanzahl	56	57	58
Siedekurve: Beginn °C	218	217	202
% bis 225°	3	3	25
250°	24	14	24
275°	58	54,5	54,5
300°	78	74,5	73,5
325°	90	90	89
350°	97,5	93	97,5

Anlage f.e.

Destillationsrückstände.

00001556

aus Rohöl von		Lovasal	Liepe	Rolliot
Rückstände über 325°				
% von Rohöl		21,3	32,9	54,5
Spezifisches Gewicht bei 50°C		0,871	0,884	0,922
Viskosität bei 50°C	°E	2,14	8,2	25,6
" " 80°C	°E	1,08	2,4	6,1
Stockpunkt	°C	+31	+33	+25
Koksteer	%	0,3	4,3	8,5
Asche	%	-	-	-
Hartasphalt	%	-	-	-
Flammpunkt i.o.T.	°C	-	-	-
Rückstände über 350°C				
% von Rohöl		16,5	27,2	45,0
Spezif.Gewicht bei 50°C		0,873	0,883	0,928
Viskosität bei 50°C	°E	3,3	12,8	50,3
" " 80°C	°E	1,3	3,3	10,1
Stockpunkt	°C	+35	+43	+30
Koksteer	%	1,1	4,9	9,2
Asche	%	Spur	Spur	Spur
Hartasphalt	%	0,1	0,5	5,1
Flammpunkt i.o.T.	°C	214	212	221

Anlage 5

Flugerbenzine erhalten durch

00001557

	Benzinierung von Mittelöl Lispe	HFD-Behandlung von Schwerbenzin Lispe
Spezifisches Gewicht bei 15°	0,708	0,774
Anilinpunkt I/II	59/62	6/64
Zusammensetzung in Gew.%		
Paraffine	68	34
Naphthene	27	9
Aromaten	4	56 (=50 Vol.%)
Ungesättigte	1	1
Oktanzahl Motor/+0,12 Vol.% Pb	71/90	79/91
Jodzahl	2	3
ASTM Siedekurve: Beginn	46°C	45°C
- 70°	19	-
- 100°	56	45
- 160°	-	95
Endpunkt	155°C	169°C
Überlagekurve geschätzt	wie B_4	0,5 at über CV_2b

HAUPTLABORATORIUM
Abt. Versuchslabor.
A.N. 42/44 e

Leuna Werke, 26. Mai 1944
Dr.Eb./Sch.

28

00001558

Aktennotiz

Untersuchung ostmärkischer Erdöle

1. Bearbeitung zum Laborbericht: Dr. Hartmann, Dr. Ebeneder, Hauptlaboratorium (Abt. Versuchslaboratorium Nr. 443/44)

Von den 14 Rohölproben der 4. Sendung (Eingang am 15.2.1944) stammen 10 Proben aus dem Hauskirchnerfeld, darunter 7 neue Proben, Hau 2, 7, 38, 40, 41, 43, 45 und 3 Proben aus bereits einmal untersuchten Bohrungen, welche deshalb mit dem Index 2 versehen wurden, nämlich Hau 17/2, 22/2 und 29/2, und 4 Proben aus einem neuen Feld am Mühlberg, nämlich MB 3, 5, 6 und 9.

Auf Grund der Dichten der Schlüsselfraktionen ist der größere Teil der Öle dieser Sendung gemischt-gemischtbasisch, ein beträchtlicher Teil ist naphthen-gemischtbasisch. Eine Ausnahme bildet MB 6, es ist gemischt-paraffinbasisch. Für einen Teil der neuen Proben zeigte sich für den niedrigsiedenden Bereich der Öle eine deutliche Verlagerung nach der naphthenischen Seite, im schwerersiedenden Bereich keine nennenswerten Abweichungen gegenüber den früheren Proben festzustellen sind, wenn man von MB 6 absieht. Da diese Erscheinung keine entsprechenden Auswirkungen bei den anderen analytischen Daten gezeigt hat, kann vorerst keine Erklärung dafür gegeben werden.

A. Die neuen Proben aus dem Hauskirchnerfeld, Hau 2, 7, 38, 40, 41, 43 und 45 sind Rohöle mit relativ niedrigen Dichten und hohen Stockpunkten und weisen einen relativ hohen Benzingehalt (über 13 Gew.% bis bis 200°) auf.

Der Gehalt an Mittelölen (200 - 350°) ist wie bei den früheren Hauskirchner-Proben besonders niedrig (zwischen 26 und 30 Gew.%).

Die Benzine bis 200° sind entsprechend ihren relativ großen Anteilen am Gesamtrohöl leichtsiedend, paraffinisch und haben niedrige Dichten (Vergl. das Schema auf S. 5 des Laborberichtes!)

Der Aromatengehalt der Benzine liegt im vergl. zu den früheren Hau-Proben auf Kosten des Naphthengehaltes etwas höher, (18 - 20 Vol.% gegenüber 10 - 15 Vol.%).

Die Mittelöle obiger Proben liegen nach der paraffinischen Seite hin, besitzen relativ hohe Cetanzahlen und Anilinpunkte mit Ausnahme des Mittelöles aus Hau 45, das mehreinen ringreicheren Charakter zeigt.

Die Proben Hau 2, 7, 38, 40, 41, 43 und 45 zeigen in ihren chem. Eigenschaften also keine wesentlichen Abweichungen von den bereits früher untersuchten Proben Hau 16, 17, 22 und 29, sie gehören ebenfalls eindeutig zu der Gruppe I mit relativ hohen Benzingehalt und paraffinischen Charakter. (Vergl. Zusammenfassung und Gruppierung, Bericht S. 7)

B. Die Proben aus den bereits früher einmal untersuchten Hauskirchner Quellen, welche 2 bis 3 Monate später gezogen wurden, nämlich Hau 17/2, 22/2 und 29/2 unterscheiden sich im allgemeinen nicht wesentlich von den früher untersuchten Proben, wenn man von der bereits erwähnten Verlagerung nach der naphthenischen Seite im Bereich der Schlüsselfraktion 1 absieht.

Die Dichten und Stockpunkte dieser Rohöle haben sich nicht geändert. Sie weisen einen besonders hohen Benzingehalt auf, der möglicherweise durch geringere Verdampfungsverluste verursacht sein kann.

00001559

Die Benzine selbst haben mehr leichtsiedende Anteile, was durch die niederen Temperaturen bis zu denen 10 Vol.-% nach Engler übergehen deutlich zum Ausdruck kommt, und zeigen deshalb auch einen besonders hohen Gehalt an Paraffinkohlenwasserstoffen. Eine wesentliche Änderung zeigt sich nur beim Benzin bis 200 von Hau 29/2, dessen Aromatengehalt auf Kosten des Naphthengehaltes um 8 Vol.-% gestiegen ist.

Der Charakter der Mittelöle hat sich nicht geändert.

6. Von den Proben aus dem neuen, interessanten Feld am Mühlberg zeigen MM 3, 5 und 9 ähnliche chemische Eigenschaften, während MM 6 eine große Ausnahme darstellt:

Die Rohöle MM 3, 5 und 9 besitzen mittlere Dichten, sie sind naphthen-gemischtbasisch (MM 3 und 9) bzw. gemischt-gemischtbasisch (MM 5), und weisen mittlere Benzingehalte (zwischen 6 und 8 Gew.-% Benzin bis 200°) auf. Der Gehalt an Mittelölen (200 - 350°) entspricht dem Durchschnitt aus sämtlichen ostmärkischen Ölen.

Die Benzine bis 200° sind schwersiedend (hohe 10 Volum-%-Temperaturen nach Engler), weisen sehr hohe Naphthengehalte (80 bis 86 Vaol.-%) und hohe Dichten auf.

Die Mittelöle haben ringreichen Charakter, wie aus ihren hohen Dichten und niedrigen Anilinpunkten, und besonders deutlich aus den außergewöhnlich tiefen Stockpunkten ersichtlich ist.

Diese Öle aus dem Mühlberg-Feld gehören infolge ihres mittleren Benzingehaltes zur Gruppe II. (Vergl. die Gruppierung im Laborbericht S.7) Ihr Charakter ist ausgeprägt-naphthenisch.

Eine besonder Ausnahme unter den Rohölen vom Mühlberg und darüber hinaus unter sämtlichen bisher untersuchten Ölen stellt MM 6 dar.

Dieses Öl hat die niedrigste Dichte (0,807) und einen äußerst hohen Benzingehalt (34 Gew.-% Benzin bis 200°) und enthält 2 Gew.-% (bez. auf das Rohöl) an Butanen. Der Mittelölgehalt ist normal.

Das Benzin bis 200° aus MM 6 ist sehr leichtsiedend und sehr paraffinisch (Gehalt an Paraffinkohlenwasserstoffen 65 Vol.-%) und besitzt sehr niedere Dichten. (d_{20} = 0,724)

Das Mittelöl ist sehr paraffinisch, besitzt unter sämtlichen Mittelölen den höchsten Anilinpunkt (79,6°C) und die höchste Cetanzahl (64).

MM 6 gehört in die Gruppe I. Es ist der Nomenklatur nach zwar noch gemischt-paraffinbasisch zu nennen, steht aber in allen Eigenschaften an der Spitze sämtlicher bisher untersuchten ostmärkischen Erdöle, wenn man von der paraffinischen Seite aus betrachtet.

ø Herrn Dir.Dr.Butefisch
Anlage Moosbierbaum 2 x

...

HS
Hauptlabor. (Versuche) mit Res. d. Kaufmann
Herrn Dr.Zorn

Blatt 1

Untersuchung ostmärkischer Erdöle: Rohöle.

d_{20}	$d_{15.6\,I}$	$d_{15.6\,II}$		Stpkt.	%P
0.940	0.9000	0.9500	Naphthenbasisch.	+26	15%
				+24	
				+22	14%
0.930	0.8900	0.9400		+20	
				+18	13%
				+16	
0.920	0.8800	0.9300	Naphthenbasisch.	+14	12%
				+12	
				+10	11%
0.910	0.8700	0.9200		+8	
				+6	10%
				+4	
0.900	0.8600	0.9100		+2	9%
				0	
				−2	8%
0.890	0.8500	0.9000		−4	
				−6	7%
				−8	
0.880	0.8400	0.8900	Gemischt.	−10	6%
				−12	
			Gemischt.	−14	5%
0.870	0.8300	0.8800		−16	
				−18	4%
				−20	
0.860	0.8200	0.8700	Paraffin.	−22	3%
				−24	
				−26	2%
0.850	0.8100	0.8600	Paraffin.	−28	
				−30	1%
				−32	
0.840	0.8000	0.8500		−34	0%

d_{20} $d_{15.6\,I}$ $d_{15.6\,II}$ Stpkt. %P

Dichte bei 20° — Dichte bei 15,6° Schlüsselfr. I. — Dichte bei 15,6° Schlüsselfr. II. — Stockpkt. — Paraffingeh. — Vol.% bis 200° nach Engler — Gew.% Bi bis 200° im Kolonne — Gew.% Mittelöle 200–350 °C 30cm Widmerk. — Gew.% Mittelöl 200–400 °C 30cm Widmerk. — Vol.% Bi bis 200° (Engler) — Gew.% Rückstand über 350°C siehe Blatt 2, Mittelöle!

Gew.% Bi bis 200° — Gew.% Mi.Öl 200–350°

Gew.% Mi.Öl 200–400° — Gew.% Bi bis 200°

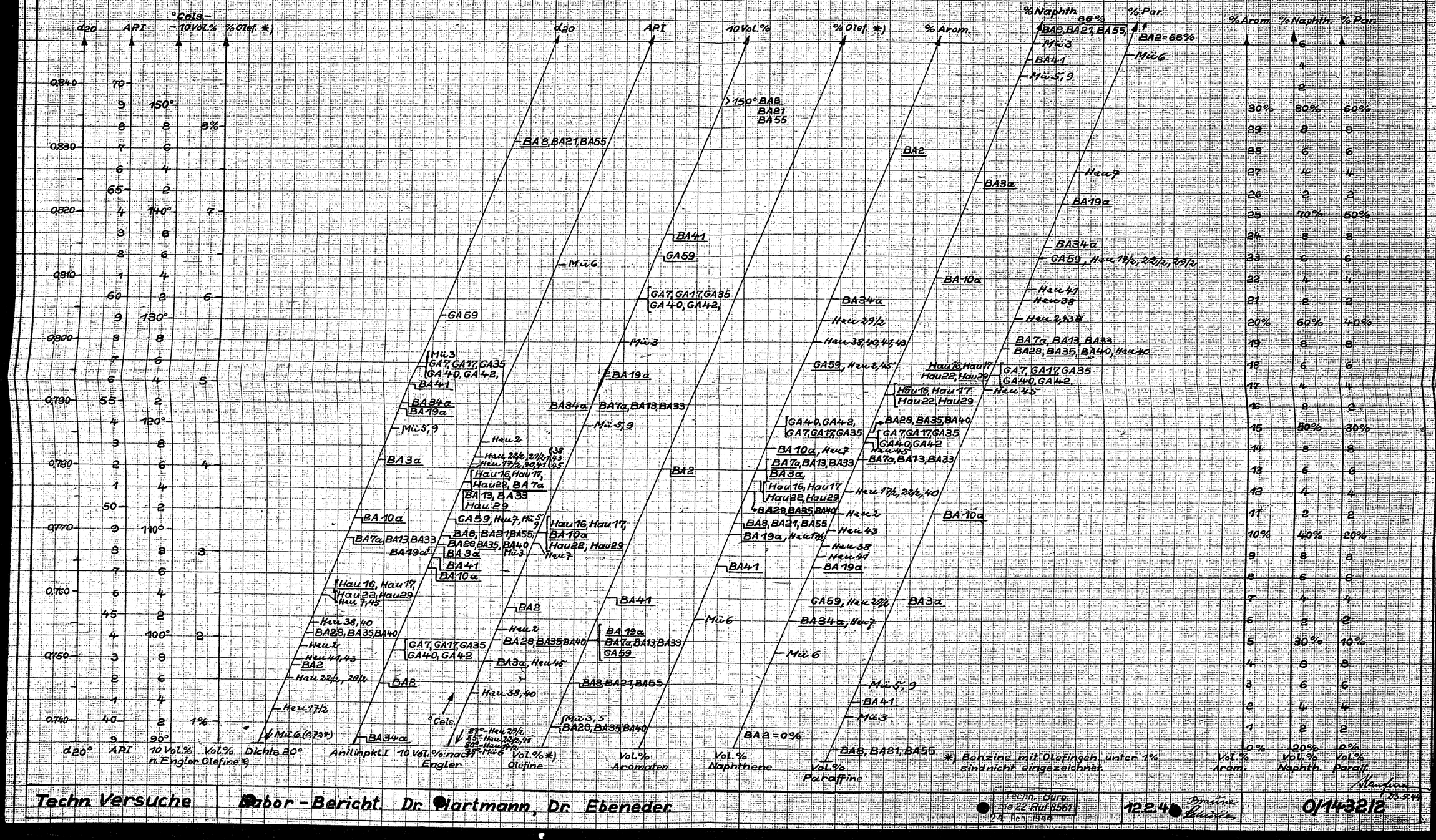
Die innerhalb der einzelnen Gruppen, oder für sich allein eingehend untersuchten Öle sind unterstrichen.

Techn. Versuche	Labor-Bericht Dr. Hartmann, Dr. Ebeneder.	Techn. Büro M.. Ruf 8561 24 Feb. 1944	16.2.44	0/143211

00001561

Blatt 2

Untersuchung ostmärkischer Erdöle: **Benzine** (bis 200°)



Techn Versuche | **Labor-Bericht. Dr. Hartmann, Dr. Ebeneder**

Techn. Büro Lie 22 Ruf 8561 24. Feb. 1944

12.2.44 Dr. Ebeneder

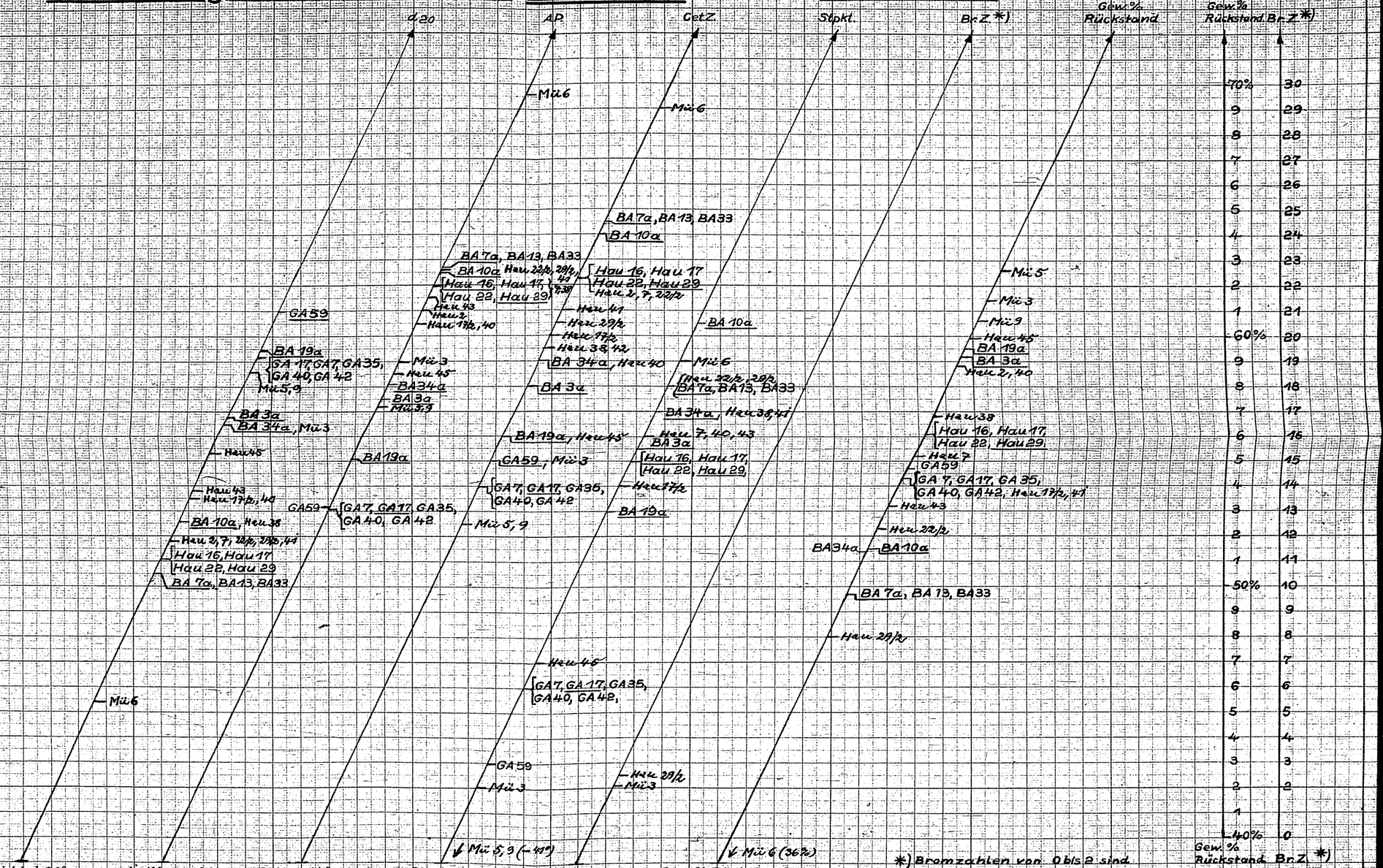
O/14328 13.5.44

KODAK SAFETY FILM

00001564

Blatt 3 — Untersuchung ostmärkischer Erdöle: Mittelöle (200 bis 350°)

d_{20}	AP	Cet Z.	Stpkt.
	80	65	0°
	9	4	-1
	8	3	-2
0.900	7	2	-3
	6	1	-4
	5	60	-5
0.880	4	9	-6
	3	8	-7
	2	7	-8
0.870	1	6	-9
	10	55	-10
	9	4	-11
0.860	8	3	-12
	7	2	-13
	6	1	-14
0.850	5	50	-15
	4	9	-16
	3	8	-17
0.840	2	7	-18
	1	6	-19
	60	45	-20
0.830	9	4	-21
	8	3	-22
	7	2	-23
0.820	6	1	-24
	5	40	-25
	4	9	-26
0.810	3	8	-27
	2	7	-28
	1	6	-29
0.800	50	35	30°



*) Bromzahlen von 0 bis 2 sind nicht aufgetragen.

Techn. Büro
Me 22 Ruf 8561

Graz, Feb. 1944

Manfred Hau 23.5.44

Tech Versuche	Labor-Bericht Dr. Hartmann, Dr. Ebeneder	11.8.44. Brandner	01/143213

00001565

Shale oil

Bag 3043 - 16

Target 30/4.02

00001566

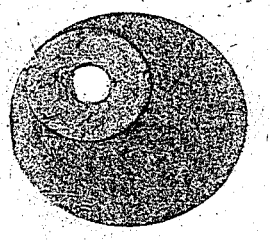
Überschlagsrechnung

über den Anfall ungesättigter Kohlenwasserstoffe aus den Tunnelöfen-Schwelgasen

Lt. Mitteilung der Baltöl vom 9.1.42 enthält das Permanentgas von Werk I: (Ziica in London mündliche Angabe)

Inkl. Toppgas:	3,5 %	Äthylen
	6,0 %	Propylen
	4,3 %	Butylen
Ohne Toppgas:	3,9 %	Äthylen
	4,3 %	Propylen
	3,1 %	Butlyen

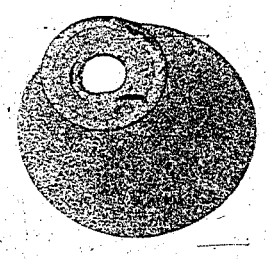
Die Menge der Toppgase beträgt 6 % vom Permanentgas.



Es fallen somit 0,66 (0,77) Nm^3 Äthylen je t Schiefer
0,95 (1,32) " Propylen " "
0,68 (0,95) " Butylen " " " an.

Die eingeklammerten Zahlen beziehen sich auf Schwelgas und Toppgas.

Bei einem mittleren Schieferdurchsatz von 1675 tato im Werk I
und 710 " " " III
(Tunnelöfen) fallen folgende Mengen ungesättigter Kohlenwasserstoffe an:



Werk I

Äthylen	1100 (1300)	Nm^3	=	1375 (1625)	kg
Propylen	1600 (2200)	"	=	3000 (4150)	"
Butylen	1150 (1600)	"	=	2850 (4000)	"

Werk III

Äthylen	470 (550)	Nm^3	=	550 (700)	kg
Propylen	675 (950)	"	=	1220 (1750)	"
Butylen	480 (675)	"	=	1200 (1700)	"

Berlin, den 28.4.1942
Dr.W/D/Wd.

bag Target
3043 -30/4.02

1150

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Po./Bu.

Leuna Werke, den 13. April 1942
A.N. -Nr.:2061
Expl.-Nr.: 7

00001567

Bag Target
3043 -30/4.02

Besprechungsnotiz (intern).

Besprechung bei der Continentale Öl Aktiengesellschaft am 10.4.1942.

Teilnehmer: Dir.Dr.Winkler von Continentale Öl A.G.
Dr.Langheinrich }
Dr.Kaufmann } " Me.
Dr.Pohl }

Betr.: Estnisches Schieferöl.

Da von Herrn Dir.Dr. Bütefisch ein Besuch der Estnischen Schiefer-schwelwerke durch einige Leunaer Herren ins Auge gefasst ist, sollte diese Besprechung möglichst die interessierenden Angaben über dieses Arbeitsgebiet in Erfahrung bringen.

Dir.Dr. Winkler führte folgendes aus:

Derzeit bestehen 4 Werke, von denen 2 ausgebaut und erweitert, die anderen 2 im Laufe der Zeit stillgelegt werden sollen. Ausserdem ist der Neubau eines weiteren grossen Schwelwerks (Jevel) geplant, so dass mit den beiden bestehenbleibenden alten Werken (Kohtla, Kivioli) schliesslich 3 produktionstüchtige Werke als Endergebnis zur Verfügung stehen würden.

Produktion:

Bei etwa 20% Ölausbeute aus Schiefer sollen nach Überwindung der durch umfangreiche Zerstörungen bedingten Schwierigkeiten

ab Ende	1942	200 000 jato Öl
	1943	370 000 jato Öl
	1944 (Endzustand)	560 - 600 000 jato Öl

gewonnen werden. Hiervon soll das geplante neue Werk Jevel etwa 210 000 t erzeugen.

Au.
Co.
Hy.
Kh.
KW.
Pf.
Wa.
Pat.
Ing.

Die Tonne Schiefer frei Schwelerei kostet RM 3.- bis 4.-. Das Heizöl wird derzeit mit RM 51.- /t verkauft.

Die Schiefervorräte werden auf 5 Milliarden t (= ca. 1 Milliarde t Öl) geschätzt.

Die jenseits der russischen Grenze liegenden russischen Schwelwerke Kirow I, II und III werden nicht ausgebaut werden, da die Förderung des Schiefers dort zu teuer ist.

00001568

Öfen:

1) Der Pintsch-Generator liefert etwas geringere Ölausbeuten als der Tunnelofen und beträchtliche Abgasmengen (Heizgase). Die Korngrösse darf 25 mm nicht unterschreiten.

2) Der Tunnelofen lässt Korngrössen herab bis zu 10 mm zu (das sind etwa 65% der Gesamtförderung). Da er nur wenig Abgas liefert, muss eine zusätzliche Heizung angebracht werden. Wenn hierzu feinkörniger Ölschiefer verwendet wird, so treten beträchtliche Schwierigkeiten durch Flugaschverkrustungen der Heizwege auf. Es besteht daher die Absicht, Pintsch-Generator und Tunnelofen in der Weise zu kombinieren, dass das reichliche Abgas des Pintsch-Generators zur zusätzlichen Heizung des Tunnelofens herangezogen wird. Das Öl des Tunnelofens soll dem des Pintsch-Generators etwas überlegen sein.(Durch SO_2 sollen beim Pintsch-Generator starke Polymerisationen hervorgerufen werden (?)).

Produkt-Verteilung:

12	%	Benzin
4	%	Motor-Petroleum (Traktorentreibstoff)
27.	%	Dieseltreibstoff (Mittelöl)
37	%	Heizöl
17,5%		Bitumen
2,5%		Verlust.

Die bisherige Aufarbeitung begnügte sich mit der Abtrennung von etwa 10% Benzin und geringen Mengen Bitumen, so dass fast die gesamte Menge als Heizöl abgegeben wurde, das natürlich einen entsprechend hohen Asphaltgehalt besass.

Das gewonnene Benzin (Siedeende noch nicht genau festgelegt) soll 62% Ungesättigte und einen sehr guten Klopfwert haben. Die Dieselölfraktion soll etwa 50% Ungesättigte enthalten. Sie wird als Dieseltreibstoff im Verschnitt bereits im Estland angewandt. Bezüglich des Heizöls besteht ein Vertrag über 200 - 250 000 Jato mit der Marine, die auch höhere Mengen abzunehmen bereit ist. Das Bitumen könnte in noch grösseren Mengen im Strassenbau allein des Baltikums abgesetzt werden. Auch der Verarbeitung zu Elektrodenkoks wird derzeit besondere Aufmerksamkeit geschenkt. Die hierbei anfallenden Abgase sollen zur zusätzlichen Tunnelofenbeheizung herangezogen werden.

Rüttgers (Dr.Müller) bemüht sich um das Schieferöl, da es ein ausgezeichnetes Lösungsvermögen für Teerkohlenwasserstoffe (Asphalte ?) habe.

Nebenprodukte:

Phenole.

Das Gesamtöl hat 10% saure Bestandteile, die Mittelölfraktion etwa 20%. Bisher wurden Phenole nur bei der Benzin-Raffination gewonnen.

- 3 -

00001569

Über Menge und Phenol-Gehalt der Abwässer konnte Herr Dir Dr Winkler keine Angaben machen. Angeblich wurden auch schon Abwasser-Phenole gewonnen (Verfahren ?).

Aus den Schwelwässern wurde ferner Aceton in nicht genannter Menge und Qualität erzeugt.

Zusammensetzung des Abgases (Ofensystem unbekannt, wahrscheinlich Tunnelofen Kiviõli, 22 - 25 cbm/t Schiefer) wurde einer englischen Analyse zufolge angegeben:

H_2S	7,4	Vol.%	
Merkaptane	1,5	"	
CO_2	18,0	"	Permanentgas
CO	6,0	"	
H_2	6,1	"	
C_2H_4	3,5	"	
C_3H_6	6,0	"	
C_4H_8	4,3	"	
CH_4	21,1	"	
C_2H_6	11,0	"	
C_3H_8	6,3	"	
C_4H_{10}	3,0	"	
N_2	5,7	"	
H_2	0,1	"	

Der Heizwert dieses Abgases nach Herausnahme der Kohlenwasserstoffe (Polymerbenzin !) dürfte verschwindend sein. In der Frage der H_2S-Verwertung hat Herr Dr.Jeltsch die Verbindung bereits aufgenommen.

Zur Frage unseres geplanten Besuches im Estland erklärte Herr Dir. Dr.Winkler, dass die Tunnelöfen erst Anfang Juni in Betrieb kämen. Die Schwierigkeiten, konkrete Angaben über Betrieb und Produkte zu erhalten, seien sehr gross, so dass auch die hier wiedergegebenen Betriebsdaten mit grossen Unsicherheiten belastet seien.

Um uns für unseren vermutlich späteren Besuch beiläufig orientieren zu können, wird Herr Dir.Dr.Winkler Herrn Dr.Kaufmann 10 Liter, evtl. 1 Fass, Schieferöl zukommen lassen. Destillationsversuche mit diesem Öl wurden bereits bei der Duotank im Vakuum und auch als Druck-Destillation (40 atm.) mit Erfolg ausgeführt. Der Schwefelgehalt des Öles (Gesamtöl aus Pintsch-Generator) liegt um 1%.

Innerhalb der nächsten zwei Wochen soll Herr Dr.Wehm, der Kivioli als Chemiker betreut, von dort nach Berlin kommen. Es ist vorgesehen, die Besprechungen mit diesem Herrn dann weiter zu führen, um schon im voraus ein möglichst klares Bild der Betriebsverhältnisse zu gewinnen.

Herrn Dr. Eschmann
AWP Bln./A.

1485

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Kfm./Dr.Po./Me.

Leuna Werke, den 13.5.1942
Aktennotiz Nr. 2092
Exemplar Nr. 4

00001571

Aktennotiz

Über eine Besprechung bei der Continentalen Öl A.G. in Berlin am 28./29.April 1942

Anwesend: Ing. Wehm (Continentale Öl A.G.)
" Drehwing " " "
Dr. Kaufmann (Leuna)
Dr. Pohl " "

Betr.: Estnisches Schieferöl

Am 10.4. war bereits mit Herrn Dir.Dr.Winkler von der Continentalen Öl A.G. eine Fortsetzung der damaligen orientierenden Besprechung über diesen Gegenstand vorgesehen worden.

Ing. Wehm war bis 1939 chemischer Betriebsleiter in Kiviöli. Er kennt die Werke und Produktionsverhältnisse aus eigener Anschauung genau. Drehwing ist Destillateur und dabei, sich einzuarbeiten.

Folgende Informationen wurden erhalten:

1.) Kapazitäten

In Endausbau 990 000 jato Schieferöl. Über Leistung und Terminplan der einzelnen Werke unterrichtet Anlage 1.

2.) Ofen-Systeme.

Der Pintsch-Generator hat in seiner bisherigen Ausführung eine Leistung von 35 - 40 tato Ölschiefer. In Werk 3 soll im Frühjahr 1943 eine 100-tato-Einheit ausprobiert werden. Man rechnet damit, in dem neugeplanten Werk 5 diese größeren Einheiten einsetzen zu können. Er entwickelt 550 m³ Abgas je t Schiefer, das nur direkten Schwelgutbeheizung herangezogen wird. Sein Hauptnachteil scheint in der Vernichtung bezw. nur heizwertmäßigen Ausnutzung der im Abgas enthaltenen Wertstoffe zu liegen (Benzin, Gasol, H_2S, Aceton).

Der Tunnelofen wurde früher in Einheiten von 200-250 tato Schiefer, in den letzten Jahren mit 400 tato gebaut. Er entwickelt nur 25 m³ Abgas / t Schiefer. Die Gewinnung der erwähnten Nebenprodukte, die sich in diesem kleinen Volumen konzentrieren, ist hier leicht möglich und wurde zum Teil schon durchgeführt. Als Ofenbeheizung dient der schwerste, stark staubhaltige Schieferteil (17 - 20% des Gesamtanfalles).

Für den Ausbau der Schwelereien ist - entsprechend jeweils dem Wärmestand der eingesetzten Kohlenlose - eine Kapazität

An
Cc
Hy.
Ku.
KW.
Ph.
Wa.
Pat.
Ing.

00001572

beiden Öfen (je 3 Pintsch + je 1 Tunnelofen, d.i. für jede Ofenart der halbe Anteil der Produktion) in der Weise vorgesehen, dass das überschüssige Pintschgas auch noch die Tunnelöfen mitbeheizt. Hierdurch wird das zur Beheizung des letzteren bisher angewandte Heizöl eingespart. Eine nennenswerte Nebenproduktgewinnung aus den Schwelgasen kann unter diesen Umständen nicht erfolgen.

Ing. Wehm spricht sich entschieden für die Aufstellung von ausschliesslich Tunnelöfen aus. Wenn diese derzeit auch mit Schweröl beheizt werden müssten, so stehe dem eine Mehrproduktion an Benzin (siehe Anlage 2) gegenüber. Hierzu käme noch die Möglichkeit einer Nebenproduktgewinnung aus den Abgasen, die beim Pintschgenerator kaum in Betracht komme. Ferner bestehe die Möglichkeit, dass die Schwerölheizung der Tunnelöfen später einmal nach Beseitigung der hier vorhandenen technischen Schwierigkeiten durch Schiefergas oder aus Schiefer erhaltenes Generatorgas ersetzt werden könnte. Demgegenüber bedeute die vorgesehene Kombination eine wenig vorteilhafte endgültige Festlegung.

Uns scheinen diese Erwägungen nicht unrichtig zu sein. Dem persönlichen Wunsche Ing. Wehms, uns für die von ihm dargelegte Konzeption bei der Direktion der Continentalen Öl AG. einzusetzen, glauben wir aber nicht nachkommen zu können, da eine derartige Stellungnahme eine umfassende Kenntnis des gesamten technischen und wirtschaftlichen Komplexes im weitesten Sinne voraussetzt. Ohne diese können wir auf den übrigens auch von Dir.Dr.Winkler selbst geäusserten Wunsch nicht eingehen, zu der von ihm getroffenen Entscheidung bezüglich der Ofensysteme kritisch Stellung zu nehmen, von deren absoluten Richtigkeit er offenbar selbst nicht völlig überzeugt ist.

Anlage 2 enthält eine Gegenüberstellung der beiden Ofensysteme.

Produktaufarbeitung und Eigenschaften.

Die bisherige primitive Aufarbeitung beschränkte sich im wesentlichen auf die Gewinnung eines Autobenzins (bis 200°), während alles übrige als Heizöl gut abzusetzen war. In Kivioli (Tunnelöfen) erfolgte eine verhältnismässig sorgfältige fraktionierte Kondensation und Gaswäsche (bessere Benzin-Ausbeute). Bei dem vorgesehenen Ausbau ist eine nach modernen Gesichtspunkten eingerichtete Produktaufarbeitung und Unterteilung vorgesehen. (Siehe Anlagen 3 u. 4.) Ing. Wehm liess uns einige Tabellen mit Daten von Schieferölen und daraus gewonnenen Produkten zukommen. Ferner machte er Mitteilungen über die bisherige und geplante Produktaufarbeitung (Anlage 5). Die Ergebnisse der Untersuchung einer kleinen Pintschöl-Probe zeigt Anlage 6.

KODAK SAFETY

In dem neugeplanten Werk 6 soll eine zentrale Benzinaufarbeitung eingerichtet werden. Dr. Winkler würde Vorschläge hierfür unsererseits begrüssen und wird uns für Untersuchungen eine 10 l-Probe Goldfield-sches Benzin schicken; dieses Drehretortenprodukt würde weitgehend dem Tunnelofenbenzin entsprechen.

1.) Nebenprodukte.

a) Gasol.

Als Unterlagen für einen Ueberblick über die gewinnbaren Mengen Gasol liegt lediglich eine in London ausgeführte Analyse des Permanentgases (einschl. Topgas) vor, sowie eine vom Topgas allein. Von den sehr verdünnten Pintsch-Ofen-Gasen ist keine Analyse vorhanden. Infolge der an sich geringen Produktionsmöglichkeit für Flüssiggas aus jeder einzelnen Anlage, betrachten wir zweckmässig die 3 grössten Werke 1, 3 und 6 gemeinsam (Gassammelleitung angenommen, Mitfer- tungen siehe Anlage 1). Diese 3 Werke sollen aus 2 700 000 jato Schiefer 939 000 t Öl produzieren. Bei der geplanten Kombination ergibt sich aus dem Permanentgas einschl. Topgas der Tunnelöfen eine

Insgesamt vorhandene Menge an C_3-, C_4-Kohlenwasserstoffen von etwa 14 000 jato (ohne Stabilisiergas)

Aus Anlage 3 u. 4 ist ersichtlich, dass noch etwa

3 000 t aus der Stabilisation der beiden Ofensysteme

hinzukommen.

Sollte das Flüssiggas nur aus dem konzentrierten Topgas und Stabilisiergas genommen werden, so würden sich obige 17 000 jato verringern auf 2 750 + 3 000 = 5 750 jato.

Bei einem etwaigen Ausbau der Werke nur auf Tunnelöfen würden sich die genannten Mengen etwa auf 32 000 jato insgesamt vorhandene bezw. auf knapp 18 000 jato im Topgas und Stabilisiergas vorhandene C_3-C_4-Kohlenwasserstoffe erhöhen (Siehe Anlage 7)

50 - 60 % der C_3-C_4-Kohlenwasserstoffe sind olefinisch (siehe Analysen). Diese können in Polymerbenzin überführt werden. Es würden sich bei möglichst vollständiger Erfassung aller vorhandenen Olefinkohlenwasserstoffe mithin Anlagen ergeben, wie sie sich in ähnlicher Grössenordnung technisch bewähren.

Somit könnten aus 100 t Tunnelofen-Einsatz zu den 19,7 t erhaltenen flüssigen Schwelprodukten (s.Anlage 4) noch etwa 1,5 t Polymerbenzin und etwa die gleiche Menge Treibgas erzeugt werden.

Die Gewinnung des Gasols bezw. des Polymerbenzins setzt die Entfernung des Schwefelwasserstoffes voraus. Wird für die Tunnelofengase der Werke 1, 3 und 6 eine gemeinsame Alkazid-Anlage errichtet, so dürften unter der Voraussetzung der in Tatsache genogenen Ofenkombinationen 2 500 - 5 000 jato Schwefel anfallen.

00001574

b) Aceton wurde bereits aus dem Schwelwasser der Tunnelöfen in Kiviöli gelegentlich gewonnen. Ob die uns bekannten primitiven Reinigungsmethoden wirklich, wie angegeben, einwandfreies Rein-Aceton ergeben können, bleibe dahingestellt. -- Die Menge wird mit etwa 3 % des Rohöls angegeben. Für die geplante Öfenkombination ergeben sich nur 150 Jato Aceton aus dem Schwelwasser der Tunnelöfen. (Hirtsulschwelwasser soll wesentlich Aceton-ärmer sein.)

Daneben sollen hierbei etwa 150 Jato C_4-C_5-Ketone anfallen (Baton genannt) und 75 Jato höhere Ketonöle.

Beträchtliche, nicht erfasste Aceton-Mengen sollen in den zur Kühlung der Tunnel-Schwelgase verwandten Chlor-Kalzium-Laugen enthalten sein. Würden die insgesamt geplanten 900 Tato Schieferöl ausschliesslich in Tunnelöfen verschwelt werden, so würden sich die obengenannten Mengen etwa verdoppeln.

c) Phenole werden bei der Benzin-Raffination (Laugenwäsche der Natron-Lauge) erhalten (40 % Kresole, 60 % Phenole keine Karbolsäure) Mengen bei Vollausbau: 250 - 300 Jato (= 0,3 - 0,4 % des Rohbenzins). Der Phenolgehalt der Abwässer ist noch nicht untersucht; es soll gering sein.

Dieser geplante Betrieb der estnischen Schieferchemie kann durch die Beschaffung weiterer Einzelgusseisen, wie sie für weitere Tunnelöfen (Kiviöli) benötigt würden, eine Ausweitung zur Weiterbetrieb haben sollen. Die dafür voll Tätigkeit der Verhüttung auf Buntmetallbasis in Form besonders solcher, wie sie Legierung (Nickel) der verschiedenen Mischmetalle kommenden nach Lage der Naturvorkommen.

p/ Rentr. Dir. Dr. Ritterisch
" i. Dir. Dir. v. Staden
Verst. Lehor (Z.)
(" " Dr. Dr. Freiwald)
(" " Dr. Laufhana)
(" " Dr. Pankow)

AMD el
AMP ka

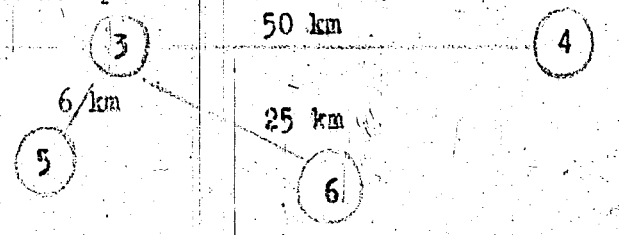
Anlage 1

00001575

Werk	in	Ofensystem	Anzahl (Endzustand)	jato Rohöl 1940 vor Zerstörg.	jato Rohöl Mai 1942	jato Rohöl Ende 1943 (Endausbau)	Stromversorgung
1	Kiviõli (volksdeutsch)	Tunnel Pintsch	6 6 + 2	70 000	derzeit Ø soll Mitte 42 wieder anfahren.	122 000 42 000 164 000	aus Narva
2	Kütte Jõud			lediglich Brennschiefergrube für Verkauf an fremde Industrien			
3	Kohtla Järve (staatlich)	Tunnel Pintsch	2 30	40 000	40 000	52 000 113 000 x) 165 000	nach Wiederaufbau eigene Kraft
4	Sillamäe (Silmanäs) (schwedisch)	Tunnel Pintsch	3	40 000	-	40 000 (Herbst 1942)	Fremdstrom
5	Achtla (ehem. englisch)	Davidson-Drehöfen	8	11 000	5 000	11 000 (Herbst 1942)	Fremdstrom
6	Java (soll neu gebaut werden)	Tunnel Pintsch	4 15 + 3	- -	- -	104 000 105 000 209 000	Eigene Kraftstation geplant
	Insgesamt			45 000		599 000	Gemeinsames Kraftnetz geplant.

Alle Werke haben Mangel an Kühlwasser (30° Härte!)
Werk 6 soll an einem See gebaut werden.
Werk 4 hat eigenen Häfen für Schiffe bis 2 000 t.

Ungefährer Situationsplan:



x) einschl. 7 000 jato Benzin aus Gaswaschanlage (Herbst 43)

B 29
30 43
1 4 3
10 4 6

Bag Target
3043-30/4.02

Anlage 2

Vergleich der Ofensysteme.

00001576

	Pintsch	Tunnelofen mit Schwerölheizg.	Tunnelofen m. Pintschabgasheizg.
Durchsatz: Schiefer tato	bisher 35-40 geplant 100	400	400
Beheizung	Eigengas (im Überschuss vorhanden)	Schweröl (17-20% des Rohöls)	Eigengas + Überschussgas Pintschgas
Produkte			
kg/t Schiefer: Benzin	15 kg/t Schief.	29	29
kg/t Schiefer: Mittelöl	41 " "	46	46
kg/t Schiefer: Schweröl	64 " "	85	51
kg/t Schiefer: Bitumen+Pech	64 " "	160	59
	184		195
Gasol x) aus Stabilisierg.	0,5	1,5	1,5
aus Schwelgas	-	2,0	-
Schwelgas m³/t Schiefer	650 m³/t Schief.	22 - 25 m³	22 - 25 m³
Benzinkohlenwasserstoffe im Heizgas g/m³	20 g/m³	10 g/m³	10 g/m³
Feuchtigkeit des Einsatzes	grubenfeucht 10-12% H_2O	Vortrocknung bis auf 3 - 5% H_2O (Brikettierung nach Anfeuchtung auf 20 - 26 % H_2O und nachherige Trocknung auf 6 % H_2O)	
Schwelwasser			
Rohöl : Schwelwasser	1 : 0,63	1 : 0,30	
Schwelwasser	120 m³/t Schiefer	50 m³/t Schiefer	
Reaktion	deutlich sauer (HCl, H_2SO_4!)	schwach sauer	
Phenolgehalt	unbekannt	unbekannt	

x) gewinnbar; derzeit noch nicht durchgeführt.

Anlage 3

Verarbeitungsschema für 100 Rohöl bezw. 100 Schiefer der Pintschgeneratoren mit (geplanter) Vakuumdestillation (Kivioli).

Überschuß zu den Tunnelöfen

≈340 000 65 000 m³ Heizgas(noch ca. 20 g Bi/m³) (Permanentgas")

Pintschgeneratoren

Schieferdurchsatz 524 100

Kondensation

Öl	86,9	16,6
Schwerstöl staubhaltig	7,5	1,43
Sa.	94,4	18,03

Heiz- + Schwelgas

Gaswaschung (Waschöl 25°)

Gasbenzin 5,6 1,07

86,9 16,6 Öl

Gas-behält.

Toppanlage

Rohbenzin	2,16	0,41
Rohpetroleum	2,16	0,41
Getopptes Öl	82,4	15,73
Sa.	86,72	16,55

82,4 15,73

7,5 1,43

Bitumenanlage

Durchsatz 7,5 1,43 → Bitumen 6,8 1,3

84,7 16,15

Vakuumanlage

Vak.Rohpetrol	5,9	1,13
" Mittelöl	16,8	3,21
" Heizöl	33,3	6,37
" Pech	27,0	5,16
Sa.	83,0	15,87

15,82 3,02

Stabilisation

Stabil.Rohbi. 15,52 2,96 → Flüssiggas 0,3 0,06

Luftbehandlung
Raffination
Redestillation

Autobenzin	7,69	1,47
Motorpetrol	4,72	0,90
Redest.Rückst.	2,32	0,44
Sa.	14,73	2,81

Verkaufsprodukte

	bez. auf 100 Rohöl	bez. auf 100 Schiefer
Bitumen	6,8	1,3
Mittelöl	16,8	3,21
Heizöl	33,3	6,37
Pech	27,0	5,16
Autobenzin	7,69	1,47
Motorpetrol	4,72	0,90
Sa.	96,3	18,47

Anlage 4.

Verarbeitungsscheme für 100 Rohöl bezw. 100 Schiefer der Tunnelöfen mit (geplanter) Vakuumdestillation (Kivioli)

Heizgas v. Pintschgen.

Tunnelöfen
Schieferdurchsatz
500 100

12 500 2 500 m³ Heizgas (noch ca 10 g Öl/m³) (" Permanentgas")

Kondensation

Ofenbenzin 95%-200°	6,5	1,3
Leichtöl 50%-200° S.E. 350°	19	3,8
Mittelöl >200°	11	2,2
Schweröl	58	11,6
Sa.	94,5	18,9

6,5 1,3 — 11 2,2 — 58 11,6

Schwelgas — „Toppgas"

Ventilator

Gaswaschung
Tiefkühlg.(Ca Cl_2-Lauge) -15°
Waschbenzin - 10°
Abtoppen d.Waschbi.
Gasbenzin 5,5 1,1
(Frischwaschbi. 4,4 0,88)

5,5 1,1 — 4,4 0,88

Waschbenzin

19 3,8 Leichtöl

Gas-beh.

Leichtöl-Destill.
(Direktdampf 200% v.Öl)

Destillat I ≈100-150°	6,6	1,32
Destillat II ≈150-250°	4,4	0,88
Rückst.Öl mit 8% höheren Phenolen	7,65	1,53
Sa.	18,65	3,73

6,6 1,32 — 4,4 0,88 — 7,65 1,53

82,2 16,04

Vakuum-Destillation.

Vak.Rohbenzin	3	0,6
" Mittelöl	16,7	3,34
" Heizöl	30,7	6,14
" Pech	29,8	5,96
Sa.	80,2	16,04

3 0,6

26 5,2

Stabilisation.
Stabil.Rohbi.25,22 5,04

Luftbehandlung über Fe-Blechschnitzel bei 26°

Raffination
1) NaOH
2) Plumbit
3) 94%ige H_2SO_4
4) NaOH(ev.b.76° Verseifung)

Redestillation
(mit Direktdampf)

Autobenzin	14,4	2,88
"Motorpetroleum"	6,1	1,22
Redest-Rückstd.	3,5	0,7
Sa.	24,0	4,8

3,5 0,7

Verkaufsprodukte

	bez. auf 100 Rohöl	bez. auf 100 Schiefer
Mittelöl 250-325°	16,7	3,34
Heizöl d>1, $\mathcal{E}_{50°}$<7,5 1/10% Asche 2/10% Staub	30,7	6,14
Pech	29,8	5,96
Flüssiggas	0,78	0,16
Autobenzin	14,4	2,88
Motorpetrol.	6,1	1,22
Sa.	Sa. 98,5	19,70

2 Gasanalysen: (in London ausgeführt)

		H_2S	Mercaptane	CO_2	CO	H_2	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	C_2H_4	C_3H_6	C_4H_8	N_2	O_2
Permanentgas einschl.Toppgas	% Vol.	7,4	1,5	18,0	60	61	211	110	63	30	35	60	43	57	01
Toppgas (6 % v. Permanentgas)	% Vol.	13,0		78	08	32	13			250	33	418		38	04

00001579

Anlage 5

Angaben über Öleigenschaften und Benzinraffination

1.) Säuregehalt der Öle

Heisswasserextraktion

Pintschofen: 1,14 mg KOH pro 1 g Öl für Neutralisation von H_2SO_4
(ohne Schweröl)
0,70 mg " " " " " " HCl

Säurezahl nach H_2O-Extraktion : 1,3 mg KOH

Verseifungszahl " " 1,8 " "

Tunnelofen : 0,06 mg KOH für Mineralsäuren
(ohne Leichtöl u.Bi)

3,9 mg KOH Säurezahl

19,5 mg KOH Verseifungszahl

2.) Benzinraffination

Das Benzin (aus Tunnelofen) hat unraffiniert eine Oktanzahl 64 - 66. Die bisherige H_2SO_4-Raffination möchte Dr. Winkler durch eine geeignetere ersetzen. Er denkt z.B. an die Methode nach Rostin (Benzindämpfe über Fe - Cu - Katal.) Werk 6 soll später zentral alle Benzine raffinieren.

Bag Target
3043 -30/4.02

KODAK

Anlage 6

Pintschgenerator-Öl:

(Leunaer Untersuchungsergebnisse einer 1 kg-Probe)

d_{20} 0,978

AP. nicht feststellbar (zu dunkel)

Flammpunkt 63°

Engler Analyse:

98°	150°	200°	220°	240°	260°	280°	300°	320°	340°	360°
	2,6	7,4	12,2	15,4	19,6	24,5	27,2	35,4	42,8	57,3

30 cm Kolonne:

Bi -200°	R > 200°	H_2O	Verlust
9,15	89,6	0,7	0,55 Gew.%

Elementaranalyse: C 81,85 % N 0,4 %
H 10,05 % S 1,20 %

Gelöstes Wasser 0,7 %

Mit 15 % NaOH : 5,13 Gew.% saure Bestandteile
" 10 % Na_2CO_3 : 1,13 " " "

7,56 % Hartasphalt 0,0 % Weichasphalt

Das bis 200° abgetopte Benzin (9,15 Gew.%):

Engleranalyse

98°	110°	120°	130°	140°	150°	160°	170°	180°	190°	200° R
	0,5	2,0	7,0	30	47	55,5	70	83	92	98,5 1,1

d_{20} 0,800

AP. + 8,8°

Olefine + Aromaten 75,4 % Olefine (nach Br-Zahl) 56%
Glasschale 56 mg
Schnell nachdunkelnd nach der Destillation

Das über 200° siedende Öl ergab folgende Analysenwerte:

	Stockpt.	Olefine+Arom.	Olefine	Gew.%v.Rchl
der bis 200° getopte Rückstand:	- 18°			91%
Fraktion 200 - 250° (Vakuumdest.)	- 48°	73 %	60 %	6-7
" 250 - 300° "	- 28°	80 %	73 %	10
" 300 - 350° "	- 13°	94 %	76 %	10

Anlage 7

Gasol (Gasanalysen und -Mengen s. Anlage 4)

Werk	1	164 000	jato	Öl
Werk	3	165 000	"	"
Werk	6	210 000	"	"
Summe		539 000	jato	Öl aus 2 700 000 jato = 340 stuto Schiefer.

C_3-C_4-Kohlenwasserstoffe im Tunnelofen-Permanentgas einschl. Topgas:

1 350 000 jato = 170 stuto Schiefer x 22 m³ = 30 000 000 m³ Perm-Gas einschl. Topgas

30 000 000 x 20 % = 6 000 000 m³ C_3-C_4 x 2,3 = 14 000 jato = 1,75 stuto C_3-C_4

Hinzu kommt das Stabilisiergas beider Ofenbenzine: (s.Anlage 3 u. 4)

1 350 000 jato = 170 stuto Schiefer (Pintsch) → 800 jato = 0,1 stuto C_3-C_4

1 350 000 jato = 170 stuto " (Tunnelofen) → 2 200 jato = 0,27 " "

Insgesamt vorhanden 17 000 jato = 2,1 stuto

C_3-C_4-Kohlenwasserstoffe nur im Topgas der Tunnelöfen (s.Anlage 4):

Topgas = 6 % von 30 000 000 m³ = 1 800 000 m³

1 800 000 x 67 % = 1 200 000 m³ = 2 750 jato = 0,35 stuto C_3-C_4

00001582

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Po./Me.

Leuna Werke, den 25.9.1942
Aktennotiz Nr. 2226
Exemplar Nr. : 4

Besprechungsbericht.

Besuch bei der Continentalen Öl AG in Berlin am 24.9.1942.

Anwesend: Dir.Dr.Winkler, Continentale Öl-AG
DI. Drehwing, "
Dr. Jeltsch, Leuna
Dr. Kaufmann, "
Dr. Pohl, " .

Betr.: Estnisches Schieferöl.

Anknüpfend an die letzte Besprechung vom 29.April 1942 (s.AN. AWP Nr.2092) teilte Herr Dir.Dr.Winkler mit, dass die Tunnelöfen in Kiviöli nunmehr in Betrieb genommen worden sind. Er schlug vor, unseren vorgesehenen Besuch in Estland nunmehr baldigst auszuführen (wenn möglich um den 7.Oktober herum, da er selbst zu diesem Zeitpunkt gleichfalls dahin zu reisen gedenkt).

Im weiteren Verlauf der Unterhaltung stellte sich dann heraus, dass die für den endgültigen Gang der Aufarbeitung vorgesehenen Anlagen nur zum kleinen Teil arbeiten, sodass wir einwenden mussten, dass ein späterer Termin, zu welchem wir die Anlage einigermassen intakt und die Produkte in ihrem voraussichtlichen Normalzustand kennen lernen könnten, uns bedeutend aussichtsreicher erscheine. Herr Dir.Dr.Winkler blieb aber dabei, dass unser Besuch zu möglichst frühem Termin sehr erwünscht sei und dies nicht nur von seiner Seite, sondern auch von Herrn Dir.Dr.Bütefisch aus. Wir baten daraufhin, Herr Dir.Dr.Winkler möchte in dieser Angelegenheit in einem offiziellen Schreiben an die Werksleitung des Ammoniakwerks herantreten.

Als frühester Termin für einen evtl. Besuch wurde mit Rücksicht auf anderweitige Reisepläne des Herrn Dr.Jeltsch etwa der 25.Oktober genannt. Das Alkazid-Projekt ist derzeit wohl auch der einzige Gegenstand, der unbeeinträchtigt durch den unvollkommenen Ausbauzustand in Angriff genommen werden kann. Hingegen erscheint es sehr fraglich, ob eine einigermassen verlässliche Bilanz und Probenahme der vom Polymerbenzin- bzw. Treibgasstandpunkt interessierenden Gase möglich ist.

An	
Co	←
Hy.	
Ku.	
KW	
Ph.	
Wa.	
Pat.	
Ing.	

Um die laboratoriummässige Bearbeitung des Schieferöls in Leuna nicht bis zu unserem Besuch in Estland hinauszuzögern, baten wir um die Übersendung einiger Fässer Gesamtprodukt sowie besonders jener Fraktionen, die die Anteile 150 - 300° enthalten. Dies wurde uns zugesagt.

Anbei Fliesschemata des Werkes I (Kiviöli) und des geplanten Werkes IV (Jeve), die den vorgesehenen Ausbauplänen entsprechen.

Anlagen

Ø Herrn Dir.Dr.Bütefisch
" Dir.Dr.v.Staden
Versuchslabor 3 x
Herrn Dir.Dr.Herold
" Dr.Kaufmann
Herrn Dr.Jeltsch
AWP Me
AWP Bln

Bag Target
3043 -30 #4 01

Fließschema: W e r k IV .

Schiefer.

2 Tunnelöfen :
Schieferdurchsatz=550 t = 25t/h
Rohölanfall=110t = 5 "

Zum Heizen der Öfen
17 tato = 0,7 t/h

Ofen-heizöl

9 tato = 0,4 t/h

Gas: 12.000 cbm Tag (550 cbm/ h)

Kondensation:

	tato	t/h
Stauböl.....	8	..0,3
Schweröl.....	59	...2,5
Mittelöl.....	10	...0,5
Leichtöl.....	20	...1,0
Benzin.....	7	...0,3

Leichtöldestillation:

	tato	t/h
Destillat I=	7	..0,3
" II=	5	..0,2
Getopptes Öl.....=	8	..0,3

50 tato = 2,1 t/h

Gaswaschung :

	tato	t/h
Frisch-waschöl.....	5	..0,2
Gasbenzin.....	6	..0,3

Roh-Bi

Roh-öl

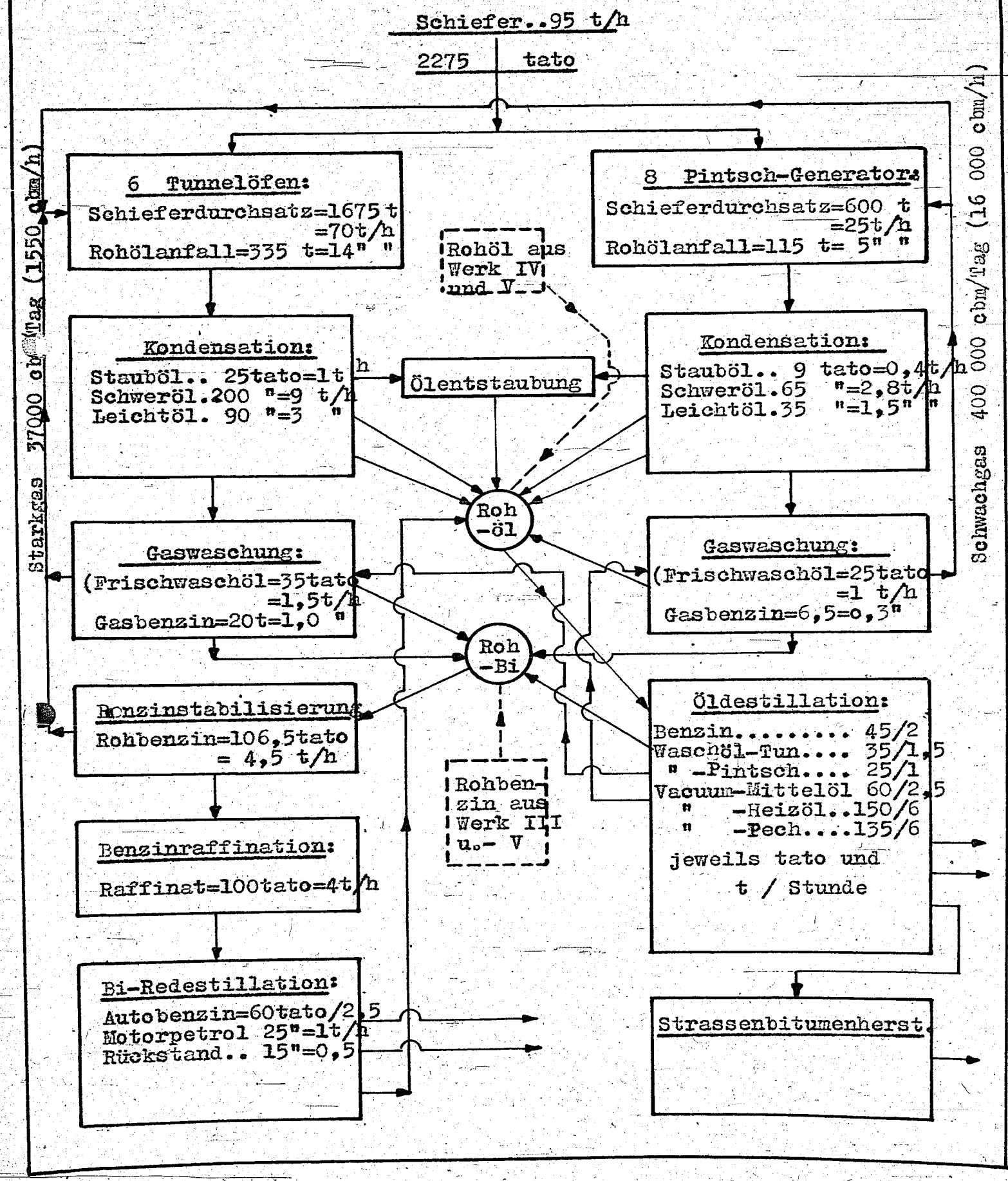
25 tato= 1 t/h
Rohbenzin nach Werk I od.VI.

68 tato= 3t/h
Rohöl nach Werk I, III od. VI

Bag Target
3043 -30/4.02

00001584

Fließschema: W e r k I.



2972

00001585

An
I.G.Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Herrn Dir.Dr. B a y e r

L e v e r k u s e n

S.-B./Hd./Kfm. 13.10.42 Ei.

Estländisches Schieferöl

Ihrem Wunsche entsprechend übersenden wir Ihnen die von uns in letzterer Zeit ausgeführten Untersuchungsergebnisse von 2 estländischen Schieferölproben.

Wir bemerken noch, daß einige Werte (Elementaranalyse, Br-Zahl, Olefine + Aromaten) infolge der komplexen Zusammensetzung des Rohöles nur schwierig exakt zu bestimmen und deshalb mit Vorbehalt zu bewerten sind.

An
Gu
Hy
Ku
KW
Ph
Wa
Fe
Ur

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Anlage

A.W.P.
Versuchslabor. 3 x

Unterlagen zum estländischen Schieferöl I (aus Pintsch-Generator)

Eigenschaften des Originals

d_{20} 0,978

A.P. nicht feststellbar (zu dunkel)

Flammpunkt 63°

Engler Analyse:

98°	150°	200°	220°	240°	260°	280°	300°	320°	340°	360°	
	2,6	7,4	12,2	15,4	19,6	24,5	27,2	35,4	42,8	57,8	ccm

Dest. in einer 30 cm-Kolonne: Bi -200° 9,15 % R >200° 89,6 % H_2O 0,7 % Verlust 0,55 Gew.%

Elementaranalyse: C 81,85 %
H 10,05 %
N 0,4 %
S 1,20 %

Gelöstes Wasser 0,7 %

Saure Öle (mit 15 % NaOH) : 5,13 Gew.%
" " (mit 10 % Na_2CO_3) : 1,13 Gew.%

7,56 % Hartasphalt

Die Destillation in einer 1 m-Kolonne ergab:

H_2O	:	1 %
Bi - 200°	:	9,2 %
Fraktion 200 - 250°	(im Vakuum dest.)	6,5 %
" 250 - 300°	(" " ")	9,6 %
" 300 - 350°	(" " ")	9,9 %
" 350 - 380°	(" " ")	4,5 %
	Gesamt Dest. :	40,7 %
	Rückstand :	57 %
	Gas + Verlust :	2,3 %

Eigenschaften des Bi -200°

d_{20} : 0,800
A.P. : +8,8°

Olefine + Aromaten (100 % H_2SO_4) : 75,4 %

Br.Z. : 71,2 J-Rho-Z. : 93,8 (Olefine ~56 %)

Glasschale 56 mg saure Öle : 2,47 Gew.%

Engler Dest.:

98°	120°	140°	160°	180°	200°	R	
	2,0	30,0	55,5	83	98,5	1,1	ccm

Das Bi wird beim Stehen braunrot

Elementaranalyse C : 84,16 %
S : 1,47 %
H : 12,65 %

Eigenschaften der Fraktionen über 200°

Fraktion	d_{20}	A.P.	Stock-punkt	Arom.+ Olef.	Br.Z.	J.Kho.Z.
200-250°	0,860	+18,8°	-51°	73 %	51	-
250-300°	0,919	+25°	-29°	80,6 %	50	79,6
300-350°	0,985	-7,2°	-6°	94 %	38	-
350-365°	1,009	-20°	+5°	97 %	41	63

Ein Teil des Rohöls wurde bei 200° getoppt und dann durch Verdünnen mit L-Bi und durch Ausschütteln mit NaOH sowohl vom Asphalt wie von den Phenolen befreit. An Öl >200° konnten dann 45 % bezogen auf Rohöl herausdestilliert werden; mit dem vorher abgetriebenen Bi -200° kommt man so auf 55% Gesamt-Destillat.

Eigenschaften der aus dem asphalt- und phenolfreien Öl erhaltenen Fraktion 200 - 400°

d_{20} : 0,923 Stockpunkt : -3,2°

Olef. + Arom. : 85,4 % Br.Z. : 44,8

Engler Dest.:	218°	240°	280°	300°	340°	380°	400°	405°	R
		9,0	30,0	38,0	55,0	76,0	91,0	97,0	2,6 ccm

Unterlagen zum estländischen Schieferöl II (aus Tunnelofen)

Faß B.O.G.2.

Analytische Daten des Originals

Dichte : d_{20} = 0,930

Englerdestillation :

°C	103	130	140	160	180	200	220	240	260
ccm		0,1	0,15	2,0	4,0	7,0	10,0	14,3	18,4

°C	280	300	320	340	360	365	370	R	
ccm	24,0	29,2	36,4	48,0	68,4	76,3	86,1	wurde fest	

A.P. : nicht feststellbar (zu dunkel)

Flammpunkt : 89,0°

Wassergehalt : 1,9 %/1,95 %

saure Öle mit 15 % NaOH : 14,195 Gew.%

org. Säuren mit 10 % Na_2CO_3 : 1,275 %

Säuren im Wasser : 0,318 %

Olefine + Aromaten (100 %ig. H_2SO_4) : 96,2 %

Bromzahl : 23,9 (ungefähr 36 % Olef., wenn Mol 250)

Hartasphalt : 8,11

Elementaranalyse : C 82,0
H 9,90
N 0,56
S 1,03

Die fraktionierte Destillation des Schieferöls ergab:

2 % Wasser
10 % Benzin -200°
45 % Öl 200 - 430° (im Vak. dest.)
38 % Asphalt (noch ölhaltig, da nicht bis zur Zersetzung destilliert wurde)
5 % Verlust (der hohe Verlust ergibt sich vor allem aus den asphaltartigen Rückständen, die nicht ganz erfaßt werden konnten)

Die Ölfraktion 200 - 430° wurde im Vakuum destilliert und war in mehrere Unterfraktionen mit verschiedenen Siedebereichen unterteilt worden. Eine Fraktion 230 - 340° (26 % v. Original) und eine 200 - 300° wurden besonders untersucht.

Eigenschaften des Bi -200°

d_{20} : 0,759

A.P. : +27,1°

Br.Z.: 25,7

Aromaten + Olefine : 59,9 % (~ 24 % Olefine, wenn Molgew. ~140)

00001589

saure Öle : 0,132 %

Englerdestillation:

°C	74	100	120	140	160	180	190	210	R
ccm		15,5	49,5	71,5	81,5	90,5	95,5	98,0	1,4

Elementaranalyse: C 84,75 N 0,11
H 13,44 S 0,90

Eigenschaften der Fraktion 230 - 340° (26 % v. Original)

d_{20} : 0,917

A.P. : +29,9°

Aromaten + Olefine : 66,2 %

Br.Z. : 27,3

Jodrhodan-Zahl: 37,8

saure Öle : 10,4 %

Englerdestillation :

°C	232	260	280	300	320	330	339	R
ccm		3,0	31,5	67,0	81,0	56,0	98,0	1,5

Elementaranalyse : C 84,76
H 11,2
N 0,38
S 0,82

Bei einem mittleren Mol.Gew. von 210 ergäben sich 36 % Olefine

Eigenschaften der Fraktion 200 - 300°

d_{20} : 0,862

A.P. : +38,3°

Br.Z.: 19,0

Aromaten + Olefine (100 % H_2SO_4) : 52,7

saure Öle : 4,05

Englerdestillation :

°C	208	220	240	260	280	293	R
ccm		3,5	39	81	94	97,5	2

Elementaranalyse : C 85,40
H 12,27
N 0,14
S 0,88

Eigenschaften der Fraktion 200 - 300° nach dem Waschen mit 20 % H_2SO_4 und 15 % NaOH

d_{20} : 0,846

A.P. : +38,1°

Br.Z.: 23,0

Aromaten + Olefine : (100 % H_2SO_4) 50,1 %

Bag Target
3043 -30/4.02

Englerdestillation:

°C	220	230	240	250	260	270	280	288	R
ccm		8,0	35,0	63,0	79,0	89,0	94,0	98,5	1,3

Elementaranalyse:

C	85,46
H	12,65
N	
S	0,89

00001591

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219

Leuna Werke, den 8.12.1942
Ei.

Unterlagen zum deutschen Schieferöl I (Sendung aus Wesseling)

Eigenschaften des Originals

Dichte: d_{20}: 0,950
A.P.: +20,3
Farbe: braun-schwarz

Englerdest.:	160	190	200	220	240	260	280	300	320	340	360	370
	2,0	4,5	10,5	15,5	20,0	24,0	31,5	38,5	47,5	66,5	78,5	
											R	C°
											Test	ccm

Flammpunkt: 85°
Arom.+Olefine (100%ig H_2SO_4): 52,1 %
Brom-Z.: 36
saure Öle (mit 15 % NaOH): 0,55 Gew.%
" " (mit 10 % Na_2CO_3): 0,01 Gew.%
gelöster Wasser: 0,7 %
Hartasphalt: 1,48
Elementaranalyse: C: 84,05
H: 10,53
N: 1,02
S: 3,41

Destillation in einer 30 cm Kolonne

	H_2O :	0,7
0 –	200°:	7 %
200 –	250°:	11 %
250 –	300°:	23 % schwache Zersetzung
300 –	400°:	23 % im Vakuum dest.
R	400° :	35,3 %

Eigenschaften der Fraktion 0 – 200°

d_{20}: 0,820 A.P. +18,7° Br.Z: 60 saure Öle: 0,44 Gew.%

Englerdest.:	C°	120	140	150	160	170	180	190	200	210	226	R
	ccm	2,0	13,0	31,5	56,0	74,5	87,0	95,5	96,5	99		0,4

Arom.+Olefine (100%ig H_2SO_4): 61,5 Vol%
Elementaranalyse: C : 82,86
H : 12,38
N : 0,45
S : 4,61

Eigenschaften der Fraktion 200 – 250°

d_{20}: 0,863 A.P. +21,5° Br.Z: 48 saure Öle: 1,03 %
Arom.+Olefine (100%ig H_2SO_4): 62,2 %

Bag 30.4.02

KODAK SAFETY

Englerdest.:

C	180	200	210	220	230	240	250	260	270	284	R
ccm	4,5	14,0	40,0	62,0	81,0	89,0	94,5	97,5	98,5	1,2	

Elementaranalyse:

C : 83,71
H : 11,76
N : 0,35
S : 3,15

Eigenschaften der Fraktion 250 - 300° x)

d_{20}: 0,896 A.P. +23,6° Br.Z.: 34 saure Öle: 0,78

Arom.+Olefine: 69,1

Englerdest.:

C°	80	120	160	200	230	250	260	270	280	290	300
ccm	2,0	4,0	7,0	11,0	18,0	23,5	37,5	58,5	72,0	84,5	

310	320	330	R
95,5	97,5	98,5	1,3

Elementaranalyse:

C : 83,58
H : 11,22
N : 0,53
S : 3,37

x) (Bei dieser Fraktion ist zu beachten, daß bei der Destillation schon Zersetzung eingetreten war, die wie die Englerdest. zeigte, zu leichtsiedenden Produkten führte)

Eigenschaften der Fraktion 300 - 400° (im Vakuum dest.)

d_{20}: 0,963 A.P. +28,6° Br.Z: 23,5 saure Öle: 0,34

Arom.+Olefine: 53,6 %

Englerdest.:

C°	325	340	360	370	380	390	400	402	R
ccm	4,5	38,5	52,0	67,5	77,5	87,5	91,5	8,0	

Elementaranalyse:

C : 86,18
H : 10,12
N : 2,76
S : 1,17

W. Barkhoff

Bag Target
3043 -30/4.02

00001593

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Po./Bu.

Leuna Werke, den 15. Dezbr.1942.

A.N. -Nr.: 2295
Expl.-Nr.: 6

Herrn R. Wahl
Bt. Bankow Wb
z.K.
b.zdA.

Aktennotiz.

Besuch in den estnischen Schieferschwelereien Kiviõli, Kohtla Järve, Kohtla vom 24. bis 26.11.1942

Aus den dem Besuch vorausgehenden Besprechungen mit Herrn Dir. Dr.Winkler und Herrn Dr.Wehm (s. A.N. AWP 2081, 2092, 2225) war uns bereits alles Wesentliche über die Ölschiefer-Verschwelung in Estland bekannt geworden, soweit Angaben überhaupt verfügbar sind. Der Besuch konnte daher nur dem Zweck dienen, die uns geschilderten Produktionsverhältnisse an Ort und Stelle kennenzulernen und so ein plastischeres Bild des jetzigen Zustandes dieser Industrie zu gewinnen. Unser Interesse an dieser Materie ist vor allem darin zu erblicken, ob und in welchem Umfang Produkte gewonnen werden oder gewonnen werden können, die als Rohstoffe einer chemischen Industrie in Frage kommen.

Das estnische Ölschiefervorkommen wird auf 5 Milliarden Tonnen geschätzt (36% org.Substanz, 20% Ölausbeute erzielbar), so dass im ganzen

1 Milliarde Tonnen Öl gewinnbar

sind; also ein Vorkommen, das an Grösse beispielsweise das Erdöl-Vorkommen von Baku sehr wesentlich übertrifft.

Die bisherige Produktion der vier in Estland vorhandenen Schwelereien betrug vor dem Kriege 180 000 jato Öl,
ist zur Zeit nach teilweisem Wiederaufbau etwa 100 000 jato.
Sie soll innerhalb höchstens zweier Jahre ausgebaut werden auf 600 000 jato Öl.

Die ölschieferhaltige Schicht breitet sich unterhalb des ganzen nördlichen Estlands aus und reicht im Osten noch ziemlich weit nach Russland hinein, wo bei Kriegsausbruch ein grosses Werk in Bau war (Kirow). Der Brennschiefer ist im Norden (am finnischen Meerbusen) so gelagert, dass er im Tagebau gewonnen werden kann (Kütte Joad, Kohtla Järve). Nach Süden zu sinkt die Schicht ab, so dass die Gewinnung bergmännisch erfolgen muss. Der Schiefer ist praktisch S-frei, er enthält 2 - 2,5% Pyrit.

An
Co
Hy.
Ku.
KW.
Ph.
Wa.
Pat.
Ing.

Über die Natur der darin enthaltenen Substanz besteht keine Klarheit. Immerhin ist schon einige grundlegende Arbeit geleistet (Dr.Wehm und Miterbeiter). Durch Flotation ist es gelungen, aus dem Brennschiefer, der das Aussehen eines ockerfarbigen amorphen

Bag Target
3043 -30/4.02

00001594

Minerals hat, ein Konzentrat mit 90% org.Substanz, von hellgrauer Farbe, herausstellen. Diese ursprüngliche org.Substanz, Kerosen genannt, ist völlig unlöslich in allen organischen Lösungsmitteln. Bei etwa 320° beginnt eine monomolekulare Zerfallsreaktion, wobei aus dem unlöslichen Kerosen das öllösliche B i t u m e n entsteht. Dieses scheint seiner Verseifungszahl nach zumindest zu etwa 40% aus hochmolekularen Estern zu bestehen. Man denkt an Abietate. Bei etwa 340° setzt, wieder in monomolekulsrem Zerfall, der Abbau des Bitumens zu Öl ein. Die Geschwindigkeit beider Zerfallsreaktionen nimmt mit der Temperatur stark zu, für den Kerosen-Zerfall stärker als für die Ölbildung. Oberhalb 460° gewinnen krackende Zersetzungsreaktionen die Oberhand.

Beschreibung des Werkes Ziviöli (Tunnelöfen).

Dieses Werk, ehemals in volksdeutschen Händen, hat zweifellos zur technischen und auch wissenschaftlichen Entwicklung dieses Gebietes die wesentlichsten Beiträge geleistet. Nachdem die beim Abzug der Russen vor etwa einem Jahr angerichteten Zerstörungen soweit behoben sind, dass die Ölproduktion wieder 2/3 ihrer alten Höhe erreichen konnte, geht man an die Errichtung nicht nur neuer Betriebsanlagen (Tunnel- und Pintsch-Öfen, Destillation, Raffination, Aceton- und Phenol-Gewinnung), sondern auch dem Ausbau eines leistungsfähigen wissenschaftlichen Labors ist Rechnung getragen.

Vorkriegsproduktion:	70 000	jato Öl	4 Tunnelöfen
heute:	etwa 50 000	jato Öl	-
geplante Produktion:	154 000	jato Öl	6 Tunnel- 8 Pintsch-Öfen.

Der Schiefer wird hier etwa 12 m unter Tag gewonnen. Er steht in wagrechten etwa 20 cm starken Schichten an, die von Schichten kristallinen Kalksteins ähnlicher Stärke unterbrochen sind. Nachdem durch Bohren und Sprengen das Gestein gelockert und zerkleinert ist, muss der eigentliche Schiefer, durch Farbe und Struktur kenntlich, von Hand vom Kalkstein ausgelesen und verladen werden. Das Netz der Stollen, die jeweils mehrere km lang sind, ist weit verzweigt, in leidlichem Ausbauzustand und in den Hauptsträngen von einer elektrischen Grubenbahn befahren. Nach einer Vortrocknung von 12 auf 5% Wasser (Bandtrockner, etwa 300°) wird etwa 1/3 als Feinschiefer ausgesiebt und verfeuert, während etwa 2/3 zur Verschwelung kommen.

2 Tunnelöfen	je 330	tato Schiefer	(400 max.)
2 "	" 190	tato Schiefer	(250 max.)

Die Beheizung der Öfen erfolgt durch zirkulierende Schwelgase, die ihrerseits durch indirekte Schieferfeuerung aufgeheizt werden. (Einzelheiten der Ofenkonstruktion siehe Besuchsbericht Dr.Jeltsch).

- 3 -

Der ausgeschwelte Schiefer enthält 6 - 8% S. Das den Ofen mit 460° verlassende Schwelgas gelangt in die Kondensationsanlage, zunächst 2 Luftkühler, dann 3 Wasserkühler. Die Kondensate der ersteren (Schwer- und Mittelöl) werden vereinigt, die Kondensate der letzteren (Leichtöl und Ofenbenzin genannt) getrennt aufgefangen. Das übrige Gas wird derzeit verbrannt, nachdem die Tiefkühlanlage, in welcher die Gase mit einer $CaCl_2$-Kühlsole bei -10 bis -15° gewaschen wurden, vor kurzem abgebrannt ist. Letztere Anlage liefert normalerweise Gasbenzin. Sie soll wieder aufgebaut, ferner auch eine neue Ölwäsche errichtet werden. Beide Anlagen sollen nebeneinander laufen. Die so entbenzinierten Restgase werden verheizt. Die Gewinnung von H_2S und C_3-C_4-Kohlenwasserstoffen wird erwogen.

Verhältniszahlen der Produktzusammensetzung f. 1938-40 s. Anlage 1.

Aufarbeitung:

Das M i t t e l - und S c h w e r ö l wird ohne Nachbehandlung als Heizöl an die Marine abgegeben. Für später ist eine Entstaubung durch Zentrifugieren und eine moderne destillative Zerlegung des gesamten Anfalls vorgesehen. Die Destillationsrückstände sollen mit heisser Luft auf Strassenbitumen verblasen werden. - Aus dem L e i c h t ö l wird derzeit in zwei kleinen 2-stufigen Destillationen von offenbar minimaler Schnittschärfe ein bis etwa 200° siedendes Benzin abgetrieben, während der Rest ins Heizöl geht. - Das B e n z i n (aus Leichtöl + Ofenbenzin, mit dem normalerweise anfallenden Gasbenzin der Tiefkühlanlage) macht etwa 20% des Rohölanfalls aus. Es wird mit Natronlauge, Schwefelsäure und wieder Natronlauge raffiniert. Das so erhaltene Autobenzin (δ = 0,740) zeigt nach Riesenfeld und Bantz

Olefine	62%
Aromaten	7%
Paraffin	22%.

Die Ö l w ä s c h e will man in der Weise betreiben, dass ohne Schwerbenzinfraktion als Waschöl, mit dem ausgewaschenen Gasbenzin beladen, unmittelbar ins Autobenzin geht (also ohne Ölkreislauf). Durch eine Anschlussbauart will man späteren Verbesserungen vorarbeiten, wobei man an die gleichzeitige Auswaschung der C_3-C_4-Kohlenwasserstoffe denkt. Hierzu muss allerdings die Entwicklung des Alkamidprojektes abgewartet werden.

P h e n o l w a s s e r . Infolge Fehlens von Karbolsäure im Öl dürfte der Phenolgehalt des Wassers gering sein. Das Leichtöl-Destillations- und Schwelwasser hat einen intensiven ätherischen Geruch. In ihnen sowie vor allem auch in den Waschwässern der Benzinraffination und tiefgekühlten $CaCl_2$-Solen wurden wechselnde Mengen niederer Ketone gefunden. Man schätzt den Ketonanfall auf 12 - 18 moto (bei 70 000 jato Öl), davon etwa die Hälfte Aceton. Da die im Benzin enthaltenen Acetonmengen hierbei nur sehr unsicher mit erfasst sind, liegt die vorhandene Gesamtmenge wahrscheinlich wesentlich höher. Das abdestillierte Aceton wurde mit Lauge gewaschen und (offenbar recht mangelhaft) destilliert. Es

wurde vom estnischen Verbraucher sehr gefragt, trotz seines üblen Nachgeruches. Für ein durchgearbeitetes Aceton-Reinigungsverfahren besteht Interesse. Zur Zeit ist die Acetongewinnungsanlage gestört, ebenso die Gewinnung der Phenole aus den Waschlaugen der Benzinraffination.

Das Vorhandensein von Fettsäuren wird vermutet. Mit der Vergrösserung der Werke dürfte eine Abwasserreinigung unerlässlich werden.

Es wurde vereinbart, dass Proben von je 3 Fass der einzelnen Kondensate, auch des Waschens, nach Leuna geschickt werden sollen. Durch vorsichtiges Ansaugen des die Kondensation verlassenden Abgases mi einer genau bezeichneten Stelle in eine evakuierte Sauerstoffflasche soll auch hiervon eine Probe für uns genommen werden. Es ist also der gesamte Schwelanfall so repräsentiert. (Zu beachten ist, dass der "Gasbenzin"-Anteil infolge derzeitigen Ausfalls der Tiefkühlanlage zur Zeit im Fernergase enthalten ist, wodurch sich dessen Menge und Zusammensetzung entsprechend ändert.

Beschreibung des Werkes Kohtla Järve.

Das Werk Kohtla Järve, etwa 30 km von Kiviõli gelegen, vormals dem estnischen Staat gehörig, verschwelt seinen im Tagebau gewonnenen Schiefer ausschliesslich in Pintsch-Generatoren.

Vorkriegsproduktion:	60 000 jato Öl	
Gegenwärtig: (nach teilweisem Wiederaufbau	etwa 40 000 jato Öl	
Geplanter Endausbau: (Kombination von Pintsch- und Tunnelöfen)	165 000 jato "	

Auf die Bauart der mit Drehrosten ausgestatteten Generatoren, die nicht grundsätzlich vom bekannten Typ abweicht, wird im Besuchsbericht Dr. Jeltech näher eingegangen.

Derzeitig im Betrieb oder Wiederaufbau sind:

6 Generatoren zu je 35 jato und

22 " " " 55. " Schiefer.

Ausserdem wird eben der Bau für einen 100 tato Versuchsgenerator aufgeführt. Der Schiefer, der ohne Vorbrechung und mit nindestens 16 mm Korngrösse zur Schwelung kommt, wird mit von Hand bedienten Beschickungsvorrichtungen eingeführt. Die Kondensation besteht wiederum aus Luft- und Wasserkühlern, ist aber infolge der durch Verunreinigungsluft und -gase bewirkten starken Verdünnung trotz ihrer Grösse unvollständig. Der ausgeschwelte Schiefer hat 4% C. Verhältniszahlen der Produktzusammensetzung f. 1938-40 s. Anlage 2.

Aufarbeitung:

Das staubhaltige "Gas - O e l" wird mit heisser Luft auf Bitumen verblasen. Das K i e s e l ö l wird als Heizöl ohne Nachbehandlung abgegeben (0,5% Staub). Später soll eine destillative Auf-

8981000

00001597

arbeitung im neuzuerbauenden Werk 6 (Jevc) erfolgen. Ferner ist eine Entbenzinierung des R e s t g a s e s von 25 auf 5 g/m³ mittels Ölwäsche geplant.

Es wurde vereinbart, 1 Fass SS-Öl und 5 Fass M-Öl nach Leuna zu bemustern.

Beschreibung des Werkes Kohtla.

Kohtla liegt wenige km südlich von Kohtla Järve und gehörte einer englischen Gesellschaft. Der Charakter dieses Werkes ist mehr der eines Versuchsbetriebes als einer Produktionsanlage. Die Vorkriegserzeugung von 11 000 jato Öl soll in Bälde wieder erreicht werden (derzeit etwa die Hälfte). Eine Erweiterung ist nicht vorgesehen.

Die Schwelung erfolgt hier in Davidson-Drehöfen (8 Stück vorhanden, 4 wieder in Betrieb). Die Kondensation weist keine Besonderheiten auf. Auch eine einfache Destillationsanlage ist vorhanden. Zahlenmässige Unterlagen fehlen. Die Produktion soll in Zahlen und Mengenverhältnis etwa denen des Tunnelofens entsprechen.

Völlig zerstört ist derzeit noch das Werk Sillamä, ehemals schwedisch, dessen ehemalige Produktion von 40 000 jato später wieder hergestellt werden soll. Eine Neugründung ist das Werk Jevc, das sich in dem ersten Baustadien befindet. Es soll in 2 - 3 Jahren 209 000 jato Öl produzieren können. Die Ausstattung des Werkes, in dem auch die Produkte von Kohtla Järve und Kohtla mit aufgearbeitet werden sollen, soll allen modernen Anforderungen genügen.

Schlussbemerkungen

Das allgemeine Bild, das diese Industrie bietet, zeigt, dass auch vor der Zerstörung durch die Russen die Aufbereitung denkbar primitiv war; offenbar vor allem deshalb, weil unter den lokalen Verhältnissen die rohen Produkte einen zufriedenstellenden Markt haben. Dagegen ist die Technik des Schwelens soweit entwickelt, dass umwälzende Verbesserungen kaum zu erwarten sind. Dieser Ansicht ist jedenfalls auch die Baltische bzw. Continentale Öl A.G., da sie bei ihren Planungen sich damit begnügt, die vorhandenen Schwelsysteme, Pintsch und Tunnel, in grösseren Einheiten aufzustellen und möglichst geschickt zu kombinieren.

Nur in Kiviöli bestanden vor der Russenzeit Ansätze zu einer gewissen Produktveredlung und Nebenproduktengewinnung. Dort soll auch wieder ein modernes Forschungslabor errichtet und das ganze Gebiet wissenschaftlich weiter entwickelt werden. Ziel dieser Arbeiten soll offenkundig die Schaffung chemischer Rohstoffe und Schieferöl sein und, in noch weiterer Ferne, darauf aufgebaute chemische Fabrikationen. Hierbei sucht man auch ausser uns die Fühlung zu der deutschen Industrie; so hat die Ruhrchemie, Dr. Ha-

gemann) grössere Benzinproben erhalten, um, wie es heisst, Raffinationsversuche damit zu machen. Vermutlich dürfte auch der hohe Olefingehalt die Ruhrchemie interessieren.

Es wurde vereinbart, dass Proben des gesamten Schwelanfalls beider Systeme von je einigen Fass nach Leuna geschickt werden, deren eingehende Untersuchung in Verbindung mit den mitgeteilten Verhältniszahlen uns die Möglichkeiten eines chemischen Einsatzes dieser Produkte klar abzuschätzen gestatten soll.

Darüber hinaus wurde von den Herren der Baltischen Öl A.G. der Wunsch nach einer weitergehenden Unterstützung, vor allem bei der Ausarbeitung eines Benzin-Raffinationsverfahrens ausgesprochen. Demgegenüber mussten wir uns zunächst ablehnend verhalten, da vor der Aufnahme einer so eingehenden Zusammenarbeit eine generelle Klärung über die allgemeine Form der Zusammenarbeit abgewartet werden muss.

2 Anlagen!

6 Herrn Dir.Dr.Bütefisch
" Dir.Dr.v.Staden
" Dr.Jeltsch
Hauptlabor.(Versuche)

00001599

Anlage 1

Produktverteilung Tunnelofen

Im Durchschnitt der Jahre 1938-40 (mit Tiefkühlanlage)

500 t grubenfeuchter Schiefer mit 36% org. Subst.
und 10-12% Wasser ergeben:

---

100 t flüssige Schwelprodukte (ohne Wasser)
entsprechend 20%, bezogen auf Schiefer,

69 t Schwer- + Mittelöl ("S+M") d=1,040
23-26°E/50°; 2,38-3,27°E/100°
2% 250° siedend.

19 t Leichtöl ("L") d=0,850

Siedebeg.	70°	25 %	167°
5 %	115°	35 %	180°
15 %	144°	70 %	250°
		Ende	360°

6,5 t Ofenbenzin ("OB") d=0,760
80% 160°, 95% 250°

5,5 t Gasbenzin ("GB") d=0,700
(aus der Tiefkühlanlage) Siedebeg. 27°
80% 100°
Ende 150°

---

11 000 m³ sogen. Permanentgas, d.i. 22 m³/t Schiefer
enthaltend
0,11 t C_5-K.W. und höhere (d.i. 10 g/m³, "Gasöl" genannt)
3,3 - 3,5 t C_3-C_4-KW (d.i. 300 - 300 g/m³)
2,6 t H_2S = 2,5 t S (d.i. 240 g H_2S/m³, nach an Ort ausgeführter Bestimmungen Dr. Jeltsch)

Hierbei wurden teils als Schwelprodukt, teils als Waschwässer u.dgl. erhalten:

30 m³ Abwasser

14 m³ Schwelwasser
12,5 m³ Leichtöldestillationswasser
3,5 m³ Waschwasser der Bi-raffination.

e0810000

Anlage 2

00001600

Produktionsverteilung Pintschgeneretor

520 t grubenfeuchter Schiefer mit 30% organ.Subst.
und 10 - 12% Wasser

100 t flüssige Schwelprodukte (ohne Wasser)
(entsprechend 16 - 18%, bezogen auf Schiefer)

7 t staubhaltiges Schweröl ("SS") d=1,03-1,04
2% 250°

93 t Mittelöl ("M") d=0,980; 4,5°E/50°
Siedebeg. 150°
5% 200°
15% 250°
28% 300°
57% 350°

400 000 m³ Restgas d.i. 640 l/t Schiefer

enthaltend

10 t C_5-KW u.höhere (d.i. 25 g/m³ "Gasol")
(-200°)

Hiervon sollen 8 t, d.i. 20 g/m³, später durch Ölwäsche gewonnen werden.

Gewinnung der C_3-C_4-KW und des H_2S wegen zu grosser Verdünnung und Gasbeschaffenheit nicht vorgesehen.

Die hierbei anfallenden Abwässer sind weder ihrer Menge noch ihrer Zusammensetzung nach näher untersucht.

Ungefähre Menge:

60 m³ Abwasser.

176

Ø Hauptlabor (Versuche)
" (Analyt.)

00001601

Reichsamt für Wirtschaftsausbau

(1) B e r l i n W 9

Saarlandstraße 123

(10)

X Cat Dr.Se/Kü. 4.1.44 Stickstoff-Abt. S.-B./Hd/Wtz.x 31. März 1944 St.

Auf die in einem persönlichen Brief des Herrn Dr. Sennewald an unseren Herrn Dr. Wetzel gerichtete Bitte zur Vornahme von grundlegenden Untersuchungen an württembergischen Ölschiefern haben teilen wir nachstehend die Ergebnisse der analytischen Untersuchung mit:

Die Werte beziehen sich alle auf 100 g Ursubstanz.

1) Analyse vom Schiefer

a) Kohlensäure in g C, die durch HCl in Freiheit gesetzt wird	4,4	g
b) Kohlenstoff, der dann noch in organ.Bindung vorliegt	8,5	"
c) Gesamt-Schwefel (Sulfide sind im Schiefer nicht enthalten)	3,5	"

2) Fischer-Schwelung

a) H_2O	2,6	"
b) Urteer	5,2	" 61% Ausbeute a.C.
c) Rückstand	89,49	"
d) Gas u. Verluste	2,68	"

3) Rückstandsuntersuchung der Fischer-Schwelung

a) Kohlensäure in g C, die durch HCl in Freiheit gesetzt wird	5,2	"
b) Kohlenstoff, der dann noch in org.Bindung vorliegt	2,5	" 26% Ausbeute a.C.
c) Gesamt-Schwefel	2,1	"

4) Schwefel im ausgeglühten Rückstand der Fischer-Analyse 1,7 " .

Die angegebenen Werte gelten nur für die uns übersandte Schiefer-Probe. Wir können nicht beurteilen, wie weit sich die Befunde verallgemeinern lassen. Auch innerhalb derselben fanden wir leichte Schwankungen.

Heil Hitler!

An	
Co	
Hy.	
Ku.	
KW.	
Pa.	
Wa.	
Cat.	
Ino.	

Bag Target
3043 -30/4.02

1774

00001602
Akten Dr. Herold
Ø Hauptlabor (Versuche)

Sapropel = mapre Ölschiefer

I.G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung
z.Hd. von Herrn Dr. Kollek

S.-B./Hd./We. 21. Juni 1944 Be.

Sapropel-Verwertung

Wir sandten Ihnen am 19. d.M. durch die Post in einem Karton Nr. 285 eine Probe von

500 ccm feuchtem Sapropel

mit der Bitte, sich mit der Verwertbarkeit dieses Produktes zu befassen. Zu Ihrer näheren Unterrichtung teilen wir Ihnen in folgendem die Vorgeschichte dazu kurz mit:

Die Kontinentale Öl A.G. bereitet in Lettland den Abbau der dortigen Sapropelvorkommen in einer kleineren Versuchseinheit vor. Es ist vorläufig geplant, das Sapropel zu trocknen und die getrockneten Stücke zu schwelen. Der Koks soll für Brennzwecke, der Teer auf dem Mineralölsektor eingesetzt werden.

Nun hat sich vor einiger Zeit die "Kontöl" an uns mit der Bitte gewandt, ihr bei der Herstellung von Wachs aus Sapropel behilflich zu sein. Auf Grund von Versuchen, die im Ammonlabor Oppau und in Leuna durchgeführt wurden und nach einer Reise, die unser Herr Dr. Wenzel mit Herrn Dr. Winkler - Kontöl, gemeinsam nach Lettland unternommen hat, glauben wir, daß die Wachsgewinnung kaum Aussichten auf technische Verwirklichung hat. Wir sind aber der Ansicht, daß der neue Rohstoff für andersartige Verarbeitungen eher Aussichten bietet, wenn man seinem eigentümlichen Charakter Rechnung trägt.

Der größte Teil des Sapropels würde beim Abbau in dünnflüssiger Form anfallen und beim Trocknen in einigen Tagen als dickliche Paste von hellbrauner, dunkelbrauner, braungrüner oder ähnlicher Farbe vorliegen. Sie enthält dann noch etwa 96 % Wasser. Beim weiteren Trocknen schrumpft sie noch erheblich zusammen und erstarrt in lufttrockenem Zustand zu einer steinharten Masse. Bei dem geplanten Abbau in Lettland würden vielleicht Stücke von der Größe eines Braunkohlen-Briketts bis Ziegelsteines anfallen. Der Aschegehalt des Produktes schwankt je nach Vorkommen zwischen etwa 7 - 17 % und ist offenbar durch einen Gehalt Kalzium- und Magnesium-Karbonat und dgl. bedingt

An
Co
Hy.
Kn.
KW
Ph.
W.
Fr.
L.

Wir haben eine Analyse eines ähnlichen Sapropels vorliegen, aus dem vorher 4 % Wachs extrahiert worden waren. Auf aschenfreie Substanz berechnet war die Zusammensetzung folgende:

C	58,3 %
H	7,5 %
N	1,66 %

durch Trocknung auf 100° noch zu entfernendes H_2O 5 %.

SIN40000

00001603

I.G. Ludwigshafen,
Color. Abt. z.Hd.v.
Herrn Dr.Kollek

S.-B./Sd./We. 21.6.44 -2-

Sapropel-Verwertung

Charakteristisch für Sapropel scheint sein hoher Stickstoffgehalt zu sein. Beim Schwelen werden die Schwelwässer stark ammoniakalisch. Hierdurch unterscheidet sich Sapropel wesentlich von Torf und allen anderen ähnlichen Produkten.

Wir halten es für wahrscheinlich, daß das Sapropel identisch ist mit dem von Krämer und Spilker, B 32 (1899) Seite 2914O/59, beschriebenem Produkt.

Für Ihr Arbeitsgebiet könnten wir uns eine Verwendung des Sapropels als Füllmittel, als Schutzkolloid, Zusatz zu Kunststoffen und dergl. vorstellen. Unser Herr Dr. W e n z e l ist demnächst in Ludwigshafen und könnte mit weiteren Auskünften zu einer Besprechung zur Verfügung stehen, falls Sie eine Anwendungsmöglichkeit des Rohstoffes sehen.

KODAK SAFETY FILM

Akten Dr. Herold

00001604

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Po./Me.

Leuna Werke, den 23.6.1944
Aktennotiz Nr. 2835
Exemplar Nr. : 1

Aktennotiz

Betr.: Estnisches Schieferöl.

Im folgenden geben wir eine kurze Darstellung der mit estnischem Schieferöl bisher ausgeführten Untersuchungen, mit dem Zweck, eine Entscheidung darüber herbeizuführen, ob diese Produkte weiterzubearbeiten sind oder nicht.

Den analytischen Befunden zufolge erschien es nicht ausgeschlossen, auf dieser Rohstoffbasis aus den darin vermutlich enthaltenen Olefinen chemische Produktionen, vor allem Oxoalkohole, aufbauen zu können. Nachdem schon früher verschiedene kleine Proben undefinierter Herkunft vorgelegen hatten, wurden daher durch den Unterzeichneten im Nov.42 an Ort und Stelle grössere Fassproben des gesamten Produktanfalls ausgesucht. Diese Proben kamen etwa Juni 43 nach Leuna und umfassten 8 Fass diverse Tunnelprodukte, 6 Fass Pintschprodukte und 2 Fass Schwelwasser.

Durch die inzwischen eingetretene Entwicklung der allgemeinen Lage, die u.a. infolge Verknappung von Personal zu einer Einschränkung der Versuchsarbeiten zwang, konnte die Bearbeitung dieser Ölproben nur in geringem Umfange aufgenommen werden und wurde bald zugunsten vordringlicherer Arbeiten gänzlich eingestellt.

In der KW-Gruppe des Versuchslabors (Dr.Kaufmann, Dr.Barkow) wurden die üblichen analytischen Kennzahlen der rohen Öle und ihrer Fraktionen bestimmt, wobei der schon bekannte stark ungesättigte Charakter bestätigt wurde, im übrigen aber keine mehr ins einzelne gehenden Erkenntnisse gewonnen wurden. Besonders kann über die Gegenwart grösserer Mengen Olefine nach wie vor kein schlüssiges Urteil abgegeben werden.

Ferner wurden mit der Fraktion 200-300° des Tunnelöls einige Raffinationsversuche mit SO_2 angestellt (Dr.Rennhak). Da die Unterlagen durch Fliegerangriff verloren gingen, liegen über die Ergebnisse nur spärliche qualitative Angaben vor. Zu der vorgesehenen Oxierung des Raffinats kam es nicht, da letzteres verloren ging.

Die rohen Fraktionen 60 - 100, 100 - 200 und 200 - 300° des Tunnelöls wurden in Autoklavversuchen auf ihre Oxierbarkeit untersucht, wobei die 1.Fraktion zu etwa 10 %, die zweite zu etwa 6 % und der 3.praktisch nicht reagierte. Raffinierte Fraktionen gelangten nicht zum Einsatz. (Wenig zuverlässige Einzelversuche)

Wenn diese ersten orientierenden Arbeiten auch keinerlei Anhaltspunkte für die Oxierbarkeit des Öls erkennen lassen, so wird bei der Spärlichkeit des Versuchsmaterials auch das Gegenteil in keiner Weise dadurch erwiesen, sodass unter normalen Verhältnissen eine intensivere

00001605

Bearbeitung dieser Fragen, vor allem eine Untersuchung des Verhaltens vorgereinigter Produkte zu befürworten wäre. Ob dies unter den obwaltenden Umständen zu vertreten ist, kann nur unter Berücksichtigung der anderweitigen Beanspruchung der Versuchsstellen entschieden werden.

Zurzeit liegt eine Anfrage nach dem Schicksal der seinerzeit zur Verfügung gestellten Proben von Seiten der Kontinentalen Öl AG. vor, die, wie wir wissen, auch andere Gesellschaften an diesen Produkten zu interessieren bestrebt ist.

Es wird also eine Entscheidung zu treffen sein, ob die Versuchsarbeiten wieder aufgenommen werden sollen und wir der Kontinentalen Öl AG gegenüber unser Interesse an den Produkten aufrechterhalten oder fallen lassen sollen.

Ø Herrn Dir.Dr.Herold
" Dr. Smeykal /Vers.Labor

00001606

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.Po./Me.

Leuna Werke, den 13. Juli 1944
Aktennotiz Nr. 2842
Exemplar Nr. : 4

Herrn Dr. Helm z. K.
" Dr. Barkow z. K.

Aktennotiz

Betr.: Besprechung über estnisches Benzin am 7. Juli 44.

Anwesend: Dir.Dr.Hero
Dr.Sueyka
Dr.Kaufmann
Dr.Wenzel
Dr.Gemassmer
Dr.Meusel
Dr.Richter
Dr.Langheinrich
Dr.Groger
Dr.Pohl

Angestossen durch eine Anfrage der Kontinentalen Öl AG nach dem Schicksal der von ihr gelieferten Ölproben fand im Luftschutzbunker Me 456c eine Besprechung statt, um einerseits vom den Sachbearbeitern über den Stand der Untersuchungen unterrichtet zu werden, andererseits über die Möglichkeit einer weiteren Bearbeitung unter den heutigen Verhältnissen schlüssig zu werden.

Zu dem Stand der Untersuchungen, wie wir ihn in unserer Aktennotiz (AWP 2835, 23.6.44) dargestellt haben, teilte Dr.Kaufmann als wesentliche Ergänzung mit, dass von Dr.Barkow mit dem estnischen Benzin orientierende Raffinationsversuche gemacht worden seien, und zwar einmal mit Bleicherde, wobei es nicht gelang, den Gumtest auf ein erträgliches Mass zu senken; ferner durch HF-Behandlung des Schwerbenzin-Anteils unter abgewandelten Bedingungen, wobei die Nichtanwendbarkeit dieses Verfahrens für diesen Zweck festgestellt wurde.

Dr.Gemassmer referierte über die an früheren Proben gewonnenen Oxierungs- und Sulfierungsergebnisse, die durchweg wesentlich günstiger liegen als bei den letzten Proben; die Fraktionen erwiesen sich als zu 20 - 45 % oxierbar. Die Ergebnisse sind im einzelnen in dem darüber herausgegebenen Bericht (Dr.Gemassmer, Dr.Barkow, Dr.Rennhak) niedergelegt. Dr.Richter hat einige der Produkte waschtechnisch geprüft.

An
Co
Hy.
Ku.
KW.
Ph.
Wa.
Pat.
Ing.

Das sehr verschiedene Verhalten der einzelnen Proben ist auffallend. Dr.Kaufmann weist darauf hin, dass als Ursache evtl. der ausserordentliche hohe Harzgehalt der Produkte in Betracht käme, der je nach Alter und Vorbehandlung der Proben sich sehr verschieden bemerkbar machen könne. Jedenfalls müsste versucht werden, diesen Punkt zu klären, bevor ein endgültiges Urteil über die Verwendbarkeit des estnischen Öls abgegeben wird. Dementsprechend soll an die Kontinentale Öl AG hinhaltend geschrieben werden.

Über die Frage ob und in welchem Umfange die Versuchsarbeiten zurzeit weitergeführt werden können, konnte nicht mehr gesprochen werden, da wegen Entwarnung der Bunker geräumt wurde. Wie Herr Dr.Herold bei einer späteren Gelegenheit sagte, würde nach Massgabe der verfügbaren Arbeitskräfte auch weiterhin an diesen Fragen gearbeitet werden, doch kann mit Rücksicht auf vordringlichere Arbeiten und auch auf die Zielsetzung bei der Bearbeitung des Schieferöls selbst, die ja im wesentlichen nicht auf Treibstoff sondern auf Alkohole und Sulfonate gerichtet ist, an die Durchführung eines umfassenderen Versuchsprogramms zurzeit nicht gedacht werden.

Ø Herrn Dir.Dr.Bütefisch
Hauptlabor (Vers.)

1

00001608

HAUPTLABORATORIUM
Abt. Versuchslabor.

Leuna Werke, 15. Sept. 1943
Dr.Hkw./Sch.

Unterlagen zum estnischen Schieferöl IV

Es handelte sich dabei um eine Sendung von insgesamt 16 Faß. 8 Faß mit Benzin, Mittel- und Schweröl aus dem Tunnelofen, 6 Faß Schwelöl aus dem Pintschgenerator und 2 Faß Schwelwasser.

Die Fässer 114/1-3 Benzin 0-230°
114/4-6 Mittelöl 70-340°
114/7-8 Schweröl 160-370°

Daten der Originalprodukte aus den Tunnelöfen. Faß 114/1-8

Faß 114/1

d_{20} : 0,768 Ar. + Olf : 66,7 % Br Z : 100,1

Engler-Dest.	47°	80	100	120	150	170	190	210	245	R	CO_2
	7,5	20,5	42,5	69,5	80,5	88,5	93,5	98,0	1,2	0,5	

C. 84,00 H.13,93 N.0,05 S. 0,39

saure Öle (mit 15 % NaOH) : 0,416 Gew. %

Stickstoffbasen : 0,089 Gew. %

Faß 114/2

d_{20} : 0,756 Ar + Olf.: 75,8 Br Z : 64,6

Engler-Dest.	52	80	100	120	150	170	190	210	227	R.	CO_2
	9,0	26,5	50,0	76,0	86,0	92,0	95,0	98,0	1,0	0,5	

C : 83,19 H : 10,93 N : 0,19 S : 0,90

saure Öle (15 % NaOH) : 0,434

Stickstoffbasen : 0,050

Faß 114/3

d_{20} : 0,767 Ar + Olf. : —— Br Z. : 64

Engler-Dest.	50	80	100	120	150	170	190	210	234	R	CO_2
	6,0	20,0	41,5	68,5	82,0	89,5	93,0	98,0	1,4	0,2	

C : 84,74 H : 12,88 N : 0,42 S : 1,01

saure Öle (15 % NaOH) : 0,486 %

" " (10 % Na_2CO_3)

Stickstoffbasen : 0,059

Faß 114/4

d_{20} : 0,831 Ar + Olf : —— Br Z : 62,1

Engler-Dest.	71°	100	120	150	180	210	240	270	300	320	334	R	CO_2
	3,0	9,0	25,0	37,5	54,0	70	81,0	90,0	92,5	98,0			

C. 84,13 H 12,21 N 0,37 S 1,11

saure Öle (15 % NaOH) : 0,695

" " (10 % Na_2CO_3)

Stickstoffbasen : 0,068

00001

Faß 114/5

d_{20} 0,831 Ar + Olf : 69,1 BrZ 28,2

Engler-Dest.:

68°	100	120	150	180	210	240	270	300	320	342	R.
	3,5	9,0	23,0	39,0	55,0	70,0	82,5	90,0	92,0	97,0	2,5

C : 83,95 H : 12,25 N : 0,29 S : 1,30

saure Öle (15 % NaOH) : 0,699
Stickstoffbasen 0,069

Faß 114/6

d_{20} : 0,825 Ar + Olf : ---- BrZ : 69,6

Engler-Dest.:

73°	100	120	150	180	210	240	270	300	320	334	R.
	2,5	8,5	20,0	38,5	54,0	70	81,0	90,5	95,0	98,0	1,6

C : 84,10 H : 12,37 N : 0,28 S : 1,22

saure Öle (15 % NaOH) : 0,792
" " (10 % Na_2CO_3)
Stickstoffbasen : 0,070

Faß 114/7

d_{20} : 1,000 Ar + Olf : 100 % BrZ : 92,0

Engler-Dest.:

158°	210	270	300	330	350	370	R
	2,0	9,0	16,0	28,0	45,0	59,0	fest

C : 83,21 H : 9,52 N : 0,44 S : 0,71

saure Öle (15 % NaOH) : 12,070
" " (10 % Na_2CO_3) :
Stickstoffbasen : 0,078

Faß 114/8

d_{20} : 0,995 Ar + Olf: ---- BrZ : 62,0

Engler-Dest.:

170°	205	270	300	330	350	365	R.
			15,5	30,0	38,5	57,0	fest

C : 83,02 H : 9,63 N : 0,51 S : 0,65

saure Öle (15 % NaOH)
" " (10 % Na_2CO_3)
Stickstoffbasen

Produkte aus dem Pintschgenerator
Fässer 124/1-6

Faß 124/1

d_{20} : 0,985 Ar + Olf : 99,0 BrZ : 106,4

Engler-Dest.:

93°	160	200	240	280	320	340	352°	R
	4,0	8,5	16,0	27,0	38,5	48,0	66	fest

C : 82,83 H : 9,80 N : 0,46 S : 1,15

saure Öle (15 % NaOH) : 3,574 %

saure Öle (10 % Na_2CO_3) : 3,44 %
Stickstoffbasen : 0,076 %

Flammpunkt 71°

gelöstes H_2O : 1,6 % Hartasphalt: ------

Faß 124/2

d_{20} : 0,975 Ar + Olf : 99 BrZ : 119,6

Engler-Dest.:

90	165	200	240	280	320	340	360	R
	4,0	9,5	17,5	26,0	39,0	54	77,0	fest

C : 81,79 H : 9,94 N : 0,39 S : 1,08

saure Öle (15 % NaOH) : 3,609
" " (10 % Na_2CO_3) : 3,59
Stickstoffbasen : 0,083
Flammpunkt :73,5
gelöstes H_2O : 0,8 % Hartasphalt:--------

Faß 124/3

d_{20} : 0,980 Ar + Olf : 99,0 BrZ : 123,6

Engler-Dest.:

90	160	200	240	280	300	320	340	350	R.
	40	10,0	16,5	27,5	33	38	45	57	fest

C : 82,26 H : 9,66 N : 0,37 S : 1,16

saure Öle (15 %ig NaOH) : 4,797 %
" " (10 % Na_2CO_3) : 4,79 %
Stickstoffbasen : 0,17 Flammpunkt 58,5°
Hartasphalt : ---- gelöst. H_2O 0,6 %

Faß 124/4

d_{20} : 0,980 Ar + Olf : 99 BrZ : 95,2

Engler-Dest.:

140	180	220	260	300	320	340	365	R.
	3,0	12,	19,0	27,5	32	38,5	49,0	fest

C : 82,91 H : 9,88 N : 0,40 S : 1,06

saure Öle (15 % NaOH) : 5,493 %
" " (10 % Na2CO3) : 5,47 %
Stickstoffbasen 0,199 % Flammpunkt 58,0°
Hartasphalt : ---- gelöst. H_2O o,6 %

Faß 124/6

d_{20} : 0,985 Ar + Olf : 99 BrZ : 129

Engler-Dest.:

93°	160	200	240	280	300	320	340	365	R.
	5,0	8,5	17	25	29	34	42	58	fest

C : 82,50 H : 9,73 N : 0,29 S : 1,33

saure Öle (15 % NaOH) : 9,208
" " (10 % Na_2CO_3) : 9,1
Stickstoffbasen : 0,23 Flammpunkt 65,0

Hartasphalt gelöst. H_2O 0,7 % 00001611

Estl. Öl Pintsch-Prod.

Faß 124/5

d_{20} : 1,039 BrZ : 91,0

saure Öle : 7,56 Pyridin 0,221

Engler-Dest.:

130°	210	240	300	330	350	370	R.
	2,0	3,5	10	23	43	59,0	fest

Flammpunkt : 158°
Wasser : 0,9 %

C : 82,96 H : 9,82 N : 0,61 S : 0,78

Unterlagen zum Estnischen Öl
Tunnelofenprodukt destilliert

Fraktion 0-100°

d_{20} : 0,705 A.P + 21,3° BrZ : 127,3 Olf: 80 %o (Mol. 100)

Ar + Olf : 68,2 % s.Öl : 0,03

Engler-Dest.:

45°	60	70	80	90	100	110	122	R
	12	35	63,5	82,5	92,5	96	98,5	1,2

C : 84,73 H : 13,85 N : 0,05 S : 0,66

Fraktion 100-200°

d_{20} : 0,783 A.P. : 19,2 BrZ : 95,6 Olef. 75 %o (Mol 136)

Ar + Olf : 71,5 s.Öle : 0,66

Engler-Dest.:

98	110	120	130	140	150	160	170	180	190	205	R
	1	6	23	42	57	69	81	90	96	99,0	0,8

C : 84,93 H : 13,05 N : 0,08 S : 1,14

Fraktion 200-300°

d_{20} : 0,899 A.P. + 24,5 BrZ : 65 Olef. 70 % (Mol 150)

Ar + Olf : 77,0 s.Öle 10,2 %

Engler-Dest.:

196°	220	240	260	280	300	320	330	338	R
	1	21	47	66	80	92	95	98,5	1,2

C : 84,36 H : 11,47 N : 0,17 S : 1,00

Unterlagen zum Estländ.-Öl aus dem Pintschgenerator IV. Sendung

Fraktion bis 240

d_{20}	AP.---	Bromzahl: n.Auswäsche	Aromaten-Olefine	Phenole	Pyridin
0,851		55,0	61,0	4,996	0,052

00001612

Engler-Dest.:

S.A.140°	170	180	190	200	205	210	215	220	225	230	235	240	250+N.Rücks
~~0 0 112~~	1,2	3,0	6,0	14,0	20,0	27,0	37,0	47,5	60,0	74,0	87,0	97,0	98,7	0,9

C : H : S : 2

Fraktion über 240° – ca 325°

d_{20} 0,955	AP.	Bromzahl: n.Auswäsche 62,5	Aromaten-Olefine 80,0	Phenole 14,150	Pyridin 0,054
	--				

Engler-Dest.:

S.A. 130°	200	260	270	275	280	285	290	295	300	305	310	315	320
~~0 0 112~~	--	1,2	4,4	11,8	23,0	33,0	45,0	54,0	62,5	71,9	77,5	80,0	83,7

325	338 + N	Rückst.
85,7	97,3	2,1 ccm

C : H : N : S :

3

Kaff 114/1-3 vereinigt
1 m Rol Inhalt.

		Prozentzahl
0-80°	13 Gew%	20,05
80-85	2,5	15,25
85-165	5,0	13,1
165-170	3,0	17,5
170-200	10,0	16,1
Rückstand	3,0	
>200°	11,0	

106

Ø Herrn Dr. Bütefisch
" Dr. Ester
Hauptlabor (Versuche)
A.W.P.

00001613

Einschreiben

Kalk- und Zement-G.m.b.H.

(20) S c h a n d e l a h

b. Braunschweig

Stickstoff-Abt.
S.-B./Hd/x

12. Januar 1945 St.

Schwel-Öl

Die uns beim Besuch des Rechtsunterzeichneten am 28.Dez.v.J. in Ihrer Schwelanlage überlassene Probe Schwel-Öl wurde, wie mit Herrn Prof. Dr. Wittig verabredet, näher untersucht. Das Ergebnis ist in der beiliegenden Tabelle zusammengestellt, getrennt nach Rohprodukt und zwei Fraktionen mit den oberen Siedegrenzen 360° und 400°.

Aus dem Befund geht hervor, daß Ihr Schwel-Produkt in mancherlei Hinsicht eine Sonderstellung einnimmt und daher interessant ist.

Auffallend ist schon der aromatische Charakter des Öles und sein niedriger Gehalt an Brom verbrauchenden Anteilen (wenig Olefine). Überrascht waren wir auch von dem geringen Gehalt saurer Anteile (Phenole).
Günstig ist auch der niedere Stockpunkt, sogar beim Rohprodukt.

Ein beachtlicher Nachteil ist der hohe Schwefelgehalt, der wohl auch die Hauptursache des Korrosionstestes ist. Letzterer, der nicht aus der Tabelle entnommen werden kann, wurde nachträglich für die Fraktion bis 360° Sp. zu 26,7 mg Abnahme von Zinkblechstreifen nach festgelegter Methode ermittelt und liegt damit sehr hoch.

Trotz dieses und gewisser anderer Mängel halten wir es doch für lohnend, uns mit dem Produkt noch weiter zu befassen und dürfen wohl nach der Aussprache zwischen Herrn Prof. Dr. Wittig und dem Rechtsunterzeichneten an Ort und Stelle auch damit Ihr Einverständnis voraussetzen.
Herr Dir. Dr. Bütefisch wünscht, daß mit bestimmten Fraktionen aus dem Produkt auch Versuche zur motortechnischen Eignungsprüfung angestellt werden. Weil dazu noch mancherlei Vorarbeiten nötig sind und um den Beginn nicht zu lange hinausschieben zu müssen, haben wir vor, die erforderlichen Destillationsmaßnahmen hier selbst vorzunehmen. Wir können daher dem Wunsche Ihres Herrn Dr. Hefter auf zeitweilige Abgabe einer Destillationskolonne mit Zubehör leider nicht entsprechen. Der Beschleunigung dieser Aufgabe ist mehr gedient, wenn dieses hier geschieht. Dazu brauchen wir aber recht bald eine gewisse Menge Rohstoff. Wir bitten Sie zu diesem Zweck um unverzügliche Zusendung von 4 Faß Schwel-Öl.

Für einen zur besonderen Behandlung abgestempelten Eilfrachtbrief haben wir gesorgt. Er liegt bei. Wir bitten, sich seiner zu bedienen.

Hg.

Lan.

Bag Target
3043 -30/4.02

Schwei-Öl

Um keine Zeit zu verlieren, bitten wir, ferner den Versand in Ihren Fässern vorzunehmen. Wir werden sie Ihnen nach Entleerung so schnell wie möglich wieder zuschicken.

Über die weiteren Erfahrungen mit Ihrem Produkt werden wir Sie dann zu gegebener Zeit unterrichten.

Wir danken für Ihr Entgegenkommen und zeichnen mit

Heil Hitler!

2 Anlagen

Schwelöl

aus der Schiefer-Schwel-Anlage der Kalk- u. Zement-G.m.b.H., Schandelah b. Braunschweig

00001615

Produkt	Dichte	A.P.	Br.Z	Ausschüttl b. 98% H_2SO_4	C	H	N	S	Phenole %	Pyridine %	Stockpunkt	Trübungspunkt	Asche	Asphalt	Conradson t	Engler-Analyse
Rohprodukt	0,976	-114	7,42	100 %	82,24	9,80	1,30	4,40	1,9	2,275	-3		0,1	0,32	2,33	190 200 220 240 260 280 300 5,7 9,3 15,7 22,0 28,5 35,7 320 340 360 380 400 N R 42,9 48,6 57,0 74,0 80,0 84,4 15,0
Frakt. bis 360°	0,922	-5,8	9,4	78,9					2,21	4,05	-28,5	-16		0,0	0,16	124 160 180 200 220 240 260 0,5 2,0 8,5 20,5 33,5 48,5 280 300 320 340 360+N R 62,0 75,5 86,0 93,0 98,5 1,1
Frakt. bis 400°	0,934	-6,1	10,3	81,5					2,16	4,1	-25,0	-14		0,0	0,16	124 160 180 200 220 240 260 0,5 2,0 9,0 16,5 27,0 42,0 280 300 320 340 360 380 393+N R 53,0 64,0 73,0 82,0 92,0 96,0 98,5 1,0

00001616

Notiz über einige Tastversuche zur Herstellung von Treibstoffen aus estnischem Schieferöl.

(Landung IV

Für einer grösseren Probesendung estn. Schieferöle waren 3 Hauptfraktionen destilliert worden.

1. 0 - 100°
2. 100 - 200°
3. 200 - 300°

bag Target
3043 - 30/4.02

a) Fraktion 0-100°

Da die Glasschale dieses dest. Leichtbenzins über 600 mg lag, wurde es einige Stunden unter Rückfluss mit Bleicherde gekocht und dann von dieser abdestilliert, trotzdem war die Glasschale immer noch mit 210 mg so hoch, dass auf die Bestimmung der OZ. verzichtet wurde.

b) Fraktion 100-200°

Die vielen Harzbildner, Phenole und S-Verbindungen sollten durch eine schwach hydrierende Behandlung über einem HF-Kont, ohne Hydrier. der Isomeren, vielleicht sogar unter Neubildung solcher, entfernt werden um so zu einem brauchbaren Benzin zu gelangen.

Es wurden nur 3 Versuche bei 100, 50 u. 30 at mit H_2 im geraden Durchgang gefahren.

1) Bei 100 at, 480°, 0,75 v/o/h und 1000 l Gas/l Öl war die Vergasung so ausserordentlich hoch, dass auf die weitere Untersuchung verzichtet wurde

2) Bei 50 at, 480°, 2000 l/l, 0,75 v/v/h und einer Reaktionsperiode von 5 Stdn war die Rüsbeute an fl. Rufall mit 78 % so wie bei einem gemischt basischem Benzin. Aus dem Rufall wurde ein Bi bis 165° mit einem Dampfdr. v. 0,4 at hergestellt, es hatte folgende anal. Daten:

d_{20}: 0,739 FP.: +38° BrZ: 1,8 Fr+Olf: 30 % OZ

OZ mit 0,12 TB: 81,5

3. Bei 30 at 490° 1000 l/l 0,75 v/v/h in 5 Stdn war die Benzinausbeute um 3 % schlechter, doch war der Fronatgehalt höher, es wurde ein Bi erhalten mit folgender Qualität:

d_{20}: 0,756 FP.: +22° BrZ: 2,6 Fr+Olf: 41,2 %

Die beiden letzten Versuche zeigten, dass der Kont schnell abklingt (Phenole!) und die Koks-bildung auch bei den kürzen Perioden bei 50 at mit 0,3 und bei 30 at mit 0.8 % bez auf Einspeisung ziemlich hochliegt.

Fraktion 200-300°

Dieses M-Öl wurde bei 26,5 m V, 100 at, 5000 l/l 0,6 v/v/h über einem Kobaltkont mit 5 % MoO_3 benzi-niert; Ergebnis: sehr hohe Vergasung und ein Bi mit folgender Qualität:

d_{20}: 0,765 FP: +35° BrZ: 6,6 Fr+Olf 25 %

Das K-Öl über 165°:

d_{20} 0,874 FP: + 22,2 BrZ: 3,8 Fr+Olf: 56,8

W Barkow. 28. 6. 44.

00001618

Analytical methods

(miscellaneous)

Bag 3043 — 17

Target 30-402

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums
Bericht Nr. 153

00001619

Franck Lausch

abor.-Bericht Me

(II a)

370 vom 30. 9.1932.

153

Herrn Dr Pungsdorf hier

z. K.

bitte prüfen

25.11.32 [illegible]

Dr Bestimmung des Wassers

Analytische Bestimmung von Ammoniak [illegible]

Teilnehmer:

Bag Target
3043 -30/4.02

00001620

Inhalt

	Seite
1) Veranlassung zur Ausführung der Arbeit	1
2) Zur Verfügung stehende Bestimmungsmethoden	1
3) Theoretische Grundlagen dieser Methoden	1- 3
4) Kritik der Methoden	3- 4
5) Bearbeitung der gewählten Methode	
a) Probenahme und Analysenvorbereitung	4- 9
b) Analysenvorschrift	9-12
c) Kontrollanalysen mit der ausgearbeiteten Vorschrift	13-14
6) Zusammenfassung	14

Von Dr. H e r o l d und Dr. S m e y k a l wurde uns die Aufgabe gestellt, für die in ihren Hochdruckversuchen zur Herstellung von Methylaminen aus Methanol und Ammoniak anfallenden Reaktionsprodukte eine Analysenmethode für die Basen auszuarbeiten. Zu rechnen war mit der Anwesenheit von Ammoniak, Mono-, Di- und Trimethylamin, ferner mit etwas Wasser und inerten Gasen wie Wasserstoff, Kohlenoxyd, Methan, Stickstoff, Methyläther usw. Als geeignete Grundlagen zur Bestimmung der Basen konnten 3 Methoden angesehen werden, nämlich die I.G.-Vorschrift No.413, ferner die von Dr.Flemming in Oppau ausgearbeitete Methode und das kürzlich von Briner und Gandillon beschriebene Analysenverfahren.[1]

Nach der I.G.-Vorschrift No.413 wird zunächst in der Probe, in der die freien Basen in Wasser gelöst sind, die Gesamtbasizität bestimmt, dann das NH_3 mit Quecksilberoxyd ausgefällt. Im Filtrat wird das Mono-und Dimethylamin mit Benzolsulfochlorid umgesetzt und anschließend das Trimethylamin abdestilliert. Das Gemisch von Mono- und Dimethylsulfamid wird bromiert und das ausgefallene Benzolsulfobrommethylamid durch Filtration abgetrennt und bestimmt.

Die I.G.-Methode arbeitet demnach nach folgendem Schema:

Basengemisch

1) Titration der Gesamtbasen mit n-Schwefelsäure.

2) Mit HgO in alkalischer Lösung geschüttelt (Francois, Erdmann) → 3) NH_3 aus Hg-NH_3-Verbindung abdestilliert.

4) Mo-, Di- u. Tribasen mit Benzolsulfochlorid geschüttelt; Bildung von $C_6H_5SO_2NH{\cdot}CH_3$ und $C_6H_5SO_2N(CH_3)_2$; Tribase reagiert nicht

5) Tribase abdestilliert und titriert.

6) Lösung der beiden Stoffe bromiert; Bildung von $C_6H_5SO_2NBrCH_3$ (fest)

7) Abfiltriert, mit KJ umgesetzt und jodometrisch ermittelt = Mobase.

8) Dibase aus 1-(3+7) errechnet.

1) Helv.chim.acta v.1.XII.1931, S.1283.

00C01622

Dr. Flemming entzieht einer Probe des völlig wasserfreien Aminsalzgemisches durch Extrahieren mit Isobutanol alle Methylamine. Die Menge des als Rückstand verbleibenden Ammonchlorids wird durch Wägung bestimmt. Aus einer zweiten Aminsalzprobe werden durch Extrahieren mit Chloroform das Di- und Trisalz entfernt. In dem so erhaltenen Gemisch von sekundären und tertiären Basen wird das Dimethylamin durch Umsetzung mit Phenylsenföl als Thioharnstoff gebunden und das Trimethylamin durch Titration bestimmt. Schematisch lässt sich der Vorgang in folgender Weise darstellen:

Salzgemisch der Basenchloride

1) Extraktion mit Isobutanol

2) NH_4Cl (grav.) (Mo-, Di-, Trichlorid lösl.

3) Extraktion mit Chloroform

4) Mochlorid unlösl. NH_4Cl → Mochlorid grav. nach Abzug von NH_4Cl

5) Di-u. Trichlorid löslich

6) Gesamtbasen ermittelt.

7) + Phenylsenföl

Dibase umgesetzt → 8) Dibase grav.

Tribase unverändert → 9) Tribase titr.

Bei der Brinerschen Methode wird das angefallene Aminsalzgemisch in wässriger Lösung mit salpetriger Säure behandelt. Diese Reaktion führt bekanntlich je nach dem vorhandenen Amin zu verschiedenen Reaktionsprodukten.

Tertiäre Amine werden nicht angegriffen. Das in unserem Fall vorhandene Dimethylamin gibt Dimethylnitrosamin, während bei der Einwirkung von salpetriger Säure auf Ammoniak und Monomethylamin gasförmiger Stickstoff entbunden wird, dessen Menge zu messen ist. Um festzustellen, in welchem Anteil das Ammoniak resp. das Monoamin an der Stickstoffausbeute beteiligt sind, wird in einer Parallelprobe das Ammoniak als Ammoniumcobaltnitrit gefällt und so bestimmt, während die Menge des vorhandenen Monoamins aus der Differenz zu errechnen ist.

Zur Ausführung der Analyse werden von dem Aminsalzgemisch gleichzeitig 4 Proben angesetzt, die nach den Angaben der nächsten Tabelle verarbeitet werden:

Basensalzgemisch in wässriger Lösung:

1. Portion: Gesamtbasen titrimetrisch.
2. " : NH_3 d. Fällung mit Natrium Kobaltnitrit.
3. " : Mobase + NH_3 nach van Slyke (Stickstoffmessung)
(Dibase gibt Nitrosamin,
Tribase reagiert nicht).
4. " : Tribase u. HNO_2
(NH_3 + Mobase gibt Stickstoff,
Dibase gibt Nitrosamin,
Tribase unverändert).

Tribase abdestilliert.

Dibase errechnet.

Wir überzeugten uns zunächst an synthetisch aus reinen Salzen hergestellten Gemischen von der Brauchbarkeit der angeführten Methoden. Hierbei zeigte sich, daß nach den Angaben der I.G.-Vorschrift bei Anwesenheit von nur wenig Ammoniak und Trimethylamin diese Basen recht genau zu bestimmen waren. Für das Monomethylamin wurden zu niedrige und entsprechend für das Dimethylamin zu hohe Werte gefunden. Die Resultate für diese beiden Basen wurden besser, wenn bei der Bromierung des Benzolsulfomethylamids mehr Bromwasser, als der Vorschrift entsprach, zugefügt und nach der Umsetzung des erhaltenen Benzolsulfobrommethylamide mit Jodkalium das ausgeschiedene Jod in etwa dem doppelten Menge Tetrachlorkohlenstoff aufgenommen wurde. Auch nach dieser Abänderung blieben die Resultate unbefriedigend. Abgesehen von diesen Mängeln eignete sich die Methode nicht für unsere Zwecke, da die Ausführung einer Analyse zu lange Zeit in Anspruch nahm.

In dieser Hinsicht war die Orlando Methode wesentlich besser. Beim Vorliegen trockener Salze war eine Analyse in relativ kurzer Zeit durchzuführen. Zur Erzielung guter Analysenresultate mußten die Salze jedoch völlig wasserfrei sein. Da dieser Zustand bei den so überaus hygroskopischen Salzen nur sehr schwer zu erreichen war, mußten wir von der Benutzung dieser Methode Abstand

Am günstigsten ließen sich die Analysen in Anlehnung an die Arbeiten von Briner und Gandillon ausführen. Ein besonderer Vorteil dieser Methode war der, daß die einzelnen Bestimmungen nebeneinander ausgeführt werden konnten, sodaß bei einer Fehlbestimmung nur der betreffende Teil der Analyse wiederholt zu werden brauchte.

Im Folgenden soll die von uns benutzte Arbeitsweise beschrieben werden. Vor Analysenbeginn musste jedoch eine Methode entwickelt werden, um die nach dem hiesigen Hochdruckverfahren anfallenden Amine in eine zur Analyse geeignete Form überzuführen. Zur Trennung von den inerten Begleitgasen wurden die anwesenden Basen wie bei Briner als Salze[1]) niedergeschlagen. Es war jedoch weiterhin notwendig, die Konzentration der Methylamine gegenüber dem Ammoniak zu erhöhen. Nach dem Verfahren Herold-Sneykal wird nämlich zur Begünstigung einer möglichst hohen Monomethylaminbildung mit einem großen Ammoniaküberschuß gearbeitet. Dementsprechend finden sich im Anfall 80-90% Ammoniak. Wollte man ein derart zusammengesetztes Basengemisch analysieren, so würden, da den Einzelbestimmungen gewisse Fehler anhaften, nur recht ungenaue Resultate für die Methylamine zu erhalten sein.

In Vorversuchen wurde festgestellt, daß wasserfreies Methanol ein ausgezeichnetes Mittel zur Aminanreicherung ist. NH_4Cl löst sich nur wenig, die Aminchloride dagegen stark. Wir leiteten deshalb die zu analysierenden Basen in mit gasförmiger Salzsäure gesättigtes Methanol und erhielten hier eine Ausscheidung von Ammonchlorid, während nur ein relativ geringer Anteil des Ammoniaks neben den gesamten Aminchloriden in Lösung blieb.

---

1) Ein einfaches Lösen der Basen in Wasser zur Trennung von den Begleitgasen erscheint uns nicht exakt genug, da Verluste und verbunden damit Veränderungen in der Basenzusammensetzung zu befürchten sind. Will man die Analyse nach einer anderen Methode ausführen, bei der die freien Basen der Analyse unterworfen werden (I.G. Methode No.413), so ist es trotzdem erforderlich, die Basen vorher in Salzform abzuscheiden.

KODAK SAFETY

Folgende Arbeitsweise zeigte eine gangbare Lösung: Eine kleine V2A-Stahlbombe von 100-200 ccm Inhalt wurde zunächst mit Hg gefüllt und anschließend hinter dem Hochdruckofen an das Hochdrucknetz angeschlossen. Dann wurde durch kontinuierliches Ausfließenlassen des Quecksilbers die Bombe mit dem Amingemisch gefüllt. Die Füllung dauerte 6 Stunden. Auf diese Weise wurde eine möglichst gute Durchschnittsprobe erhalten. Die Bombe wurde dann im Laboratorium entspannt. Die Gase passierten einen kleinen, 250 ccm fassenden Rundkolben, in dem sich flüssige Produkte abscheiden konnten, dann zur Trocknung einen mit Natriumhydroxyderbsen gefüllten Turm und wurden anschließend in einen Rundkolben, in dem sich mit gasförmiger Salzsäure bei Zimmertemperatur gesättigtes Methanol befand, geleitet. Hier fand die Bindung der Amine statt. Die vorausgegangene Trocknung sollte den feuchten Gasen das Wasser entziehen, um zu verhindern, daß durch Wasserzufuhr zum Methanol Verschiebungen in der Löslichkeit der Aminsalze eintreten könnten. Wir legten 750 ccm Methanol vor. Um Aminverluste zu vermeiden, passierten die nicht gebundenen Gase einen zweiten Sättigungskolben mit 250 ccm Lösung und anschließend eine mit der gleichen Lösung (75 ccm) gefüllte Intensivwaschflasche. Die nicht gebundenen Begleitgase strömten dann ins Freie.

Die Entleerung der Bombe wurde so geleitet, daß nur ein langsamer Gasstrom das System verließ, so langsam, daß in der Intensivwaschflasche noch gut die einzelnen Gasblasen zu erkennen waren. Nur so hatte man eine Gewähr, daß die entweichenden Gase tatsächlich basenfrei waren. Zum Schluß wurden die in der Bombe noch vorhandenen Produkte - es handelt sich in der Regel um letzte Gasreste und um größere oder kleinere Mengen einer wäßrigen Flüssigkeit - mit Quecksilber aus der Bombe herausgedrückt. Zu dem im ersten Gefäß angesammelten Kondensat wurde jetzt aus einem seitlichen Ansatz Kalilauge gefügt und der Kolben zur Entfernung der gelösten Basen erhitzt. Zum Transport der Basen wurde mit Stickstoff gespült, nachdem die Bombe abgeschaltet war.

Die zu Versuchsbeginn in das System eingeführte Menge an salzsäuregesättigtem Methanol war so bemessen, daß schon die im ersten Kolben vorhandene Säuremenge ausreichte, um die Basen zu binden. Zugefügtes Methylrot zeigte in allen Kolben während der ganzen Dauer der Aufarbeitung an, daß genügend Säureüberschuß vorhanden war. Zur Vermeidung von Temperaturerhöhung im Methanol bei der Neutralisierung der Basen wurden die Kolben mit Eiswasser gekühlt. Zur Sicherheit war ferner zwischen dem zweiten Sättigungsgefäß und der Intensivwaschflasche ein Rückflußkühler mit stark fließendem Kühlwasser eingebaut, um evtl. durch örtliche Überhitzungen entstandene Dämpfe niederzuschlagen. Zum Schluss der Aufarbeitung hatte sich eine große Menge Bodenkörper abgeschieden. Um festzustellen, in welcher Weise die einzelnen Anteile in der festen und flüssigen Phase verteilt sind, wurde das feste Salz von der Flüssigkeit durch Filtrieren getrennt und die letzten Spuren anhaftender Flüssigkeit durch scharfes Absaugen entfernt. Die in der flüssigen Phase enthaltenen Salze wurden nach Vertreiben des Methanols in der weiter unten zu beschreibenden Weise analysiert. In einem Probeversuch wurden erhalten:

2338 ccm NH_3 (gasförmig)[1]	1,772 g	17,8 Gew.%
3589 " CH_3NH_2 "	4,962 "	49,8 "
1016 " $(CH_3)_2NH$ "	2,040 "	20,5 "
452 " $(CH_3)_3N$ "	1,190 "	11,9 "
	9,964	100,0 "

Wichtig war die Feststellung, ob das ausgefallene Salz nur aus Ammonchlorid besteht, resp. in welchem Maße Methylamine mit ausgefällt worden sind. Eine Extraktion mit Methanol konnte Klarheit schaffen, da vorhandene Methylamine infolge ihrer größeren Löslichkeit sich im Methanol anreichern mussten. Wir haben deshalb das feste Salz mit Methanol (auf 100 g Salz 150 ccm Methanol) eine Stunde am Rückflußkühler gekocht, haben anschließend nach dem Erkalten die Flüssigkeit vom Rückstand durch Filtrieren und nachfolgendem scharfen Absaugen getrennt und am erhaltenen

1) Alle Angaben über Gasvolumina beziehen sich auf 0° und 760 mm.

Rückstand die gleiche Manipulation noch einmal ausgeführt. Die in den beiden Methanollösungen vorhandenen Salze I und II wurden nach Abtreiben des Methanols analysiert. Es wurden erhalten:

I.	1317 ccm	NH_3	1,00 g
	165 "	CH_3NH_2	0,228 "
	5 "	$(CH_3)_2NH$	0,010 "
	9 "	$(CH_3)_3N$	0,024 "
	1496 "		1,262 "
II.	1469 "	NH_3	1,114 g
	124 "	CH_3NH_2	0,172 "
	44 "	$(CH_3)_2NH$	0,088 "
	3 "	$(CH_3)_3N$	0,008 "
	1640 "		1,381 "

Wie zu ersehen ist, sind die bei den Methanolextraktionen I und II erhaltenen Mengen an Methylaminen sehr gering - die bestimmten Dimethyl- und Trimethylaminmengen liegen schon innerhalb der Fehlergrenzen der Analysenmethode, sodaß man den jetzt noch vorhandenen Rückstand als reines Ammonchlorid ansprechen kann. Zu seiner Bestimmung nahmen wir von einer Wägung Abstand[1], sondern lösten das Salz in einer bekannten Wassermenge und führten mit einem aliquoten Teil eine Kalilaugedestillation aus. Es wurden 59200 ccm NH_3 = 41,87 g erhalten. Die Zusammensetzung der Probe ist demnach die Folgende:

	g	g	g	g	Gew-%	Gew-%
41,87 g NH_3	+ 1,772	+ 1,00	+ 1,114	= 45,756	= 83,9	
CH_3NH_2	4,062	+ 0,228	+ 0,171	= 5,361	=)	61,5
$(CH_3)_2NH$	2,040	+ 0,010	+ 0,088	= 2,138	=(16,1	24,5
$(CH_3)_3N$	1,190	+ 0,024	+ 0,008	= 1,222	=)	14,0
				54,477	100,0	100,0

Wertet man die Analysen vor den beiden Extraktionen des Rückstandes mit Methanol aus, so also, daß man den zuerst anfallenden Rückstand als reines Ammonchlorid ansieht,

1) Um Verluste bei zu scharfem Trocknen zu vermeiden, resp. eine Fehlbestimmung auszuschließen, die von noch anhaftenden Methanolspuren herrühren könnten.

dann ergeben sich folgende Werte:

46,020 g NH_3		84,9 Gew.-%	
4,962 " CH_3NH_2	)		60,6 Gew.-%
2,040 " $(CH_3)_2NH$	(	15,1 "	24,9 "
1,190 " $(CH_3)_3N$	)		14,5 "
54,212 g		100,0 "	100,0 "

Wird die Rechnung nach der ersten Methanolextraktion ausgeführt, so gibt es folgende Resultate:

45,886 g NH_3		84,4 Gew.-%	
5,190 " CH_3NH_2	)		61,4 Gew.-%
2,050 " $(CH_3)_2NH$	(	15,6 "	24,3 "
1,214 " $(CH_3)_3N$	)		14,3 "
54,340		100,0	100,0 "

Aus diesen Zusammenstellungen ist zu ersehen, daß beim Einleiten des Basengemisches in salzsäurehaltiges Methanol mit dem ausfallenden Ammonsalz nur verschwindend kleine Mengen an Methylaminen gefällt werden. Es sind jedoch immerhin so viel Amine, daß das Ammoniak-Methylamin-Verhältnis durch weiteres Auswaschen des Rückstandes mit Methanol nicht unwesentlich verschoben wird. Auch bei den einzelnen Aminen treten durch diese Arbeitsweise Verschiebungen auf. Man kann sich aber, wie die Daten zeigen, mit einer einmaligen Extraktion des Rückstandes begnügen. So wurden im Folgenden die Proben aufgearbeitet:

Nach Bindung der Reaktionsteilnehmer als Chloride werden die im Methanol gelösten Produkte vom Rückstand auf der Nutsche getrennt, anschließend wird der Rückstand mit Methanol (auf 100 g Salz 150 ccm Methanol) durch einstündiges Kochen am Rückfluß extrahiert. Nach Kühlung mit Eiswasser werden die neu gelösten Produkte vom anfallenden Rückstand getrennt, die Methanollösungen vereinigt und die gelösten Salze nach Verdampfen des Methanols isoliert. Durch diese Arbeitsweise ist erreicht worden, daß drei Viertel des vorhandenen Ammoniaks ausgefällt worden sind. Nur das restliche Viertel des Ammoniaks gelangt mit allen Methylaminen zur Analyse. Wir legen Wert darauf, daß die Proben 20 g bis 25 g Salz (entsprechend 7000 bis 10000 ccm gasförmigen Basen) umfassen, um möglichst genaue Resultate zu erhalten.

Wir führten die Analyse nach folgender Vorschrift aus:

Beim Abdampfen des Methanols und der überschüssigen Salzsäure aus den Aminsalzlösungen auf dem Wasserbade blieben im Rückstand neben freier Salzsäure gewisse Methanolmengen und auch andere flüchtige organische Substanzen haften, die im Analysengang Störungen hervorrufen können, wie weiter unten gezeigt wird 1) Deshalb wurde der Rückstand mit etwa 250 ccm dest. Wasser in einen Destillationskolben gespült und die wässrige Lösung auf etwa die Hälfte eingeengt. Mit den abdestillierenden Wasserdämpfen konnten alle störenden Bestandteile entfernt werden. Während dieses Arbeitsganges zeigte die Lösung im Kolben saure Reaktion (Methylrot), sodaß mit Basenverlusten nicht zu rechnen war, sie traten auch nicht auf, wie gelegentliche Kontrollen bezeugten. Anschließend wurde die zurückbleibende Lösung mit 2 n-Natronlauge neutralisiert und dann mit Eisessig versetzt, in solchen Mengen, daß die wässrige Lösung nach Auffüllen auf 500 ccm 3% essigsauer war.

Zur Gesamt-Aminbestimmung wurden 50 ccm dieser Lösung mit Kalilauge in der üblichen Weise destilliert, die Basen in vorgelegter 2 % n-Schwefelsäure aufgefangen und der Säureüberschuss mit n/2-Natronlauge titriert. (Indikator: Nitrophenol).

In einer zweiten Probe wurde das Ammoniak durch Fällung mit Natriumkobaltinitrit als Ammoniumkobaltinitrit bestimmt. Die Kobaltlösung wurde durch Vereinigung von 10 g Kobaltnitrat + 30 g Wasser mit 20 g Natriumnitrit + 30 g Wasser unter Zugabe von 6 g Eisessig erhalten. Die Lösung blieb 24 Stunden stehen, dann wurde vom evtl. entstandenen Niederschlag abfiltriert und anschließend noch vorhandene Stickoxyde im Luftstrom ausgetrieben.

Zur Fällung des Ammoniaks wurden 50 ccm der Aminlösung mit 50 ccm dest. Wasser versetzt und 70 ccm Kobaltlösung zugefügt. Anschließend blieb die Mischung zum vollständigen Ausfällen des Ammonsalzes über Nacht stehen und wurde dann filtriert. Das Filter mit dem Ammoniumkobaltinitrit wurde nach Auswaschen mit etwa 100 ccm Kobaltlösung einer Destillation mit Kalilauge unterzogen, um die Menge des vorhandenen Ammoniaks zu ermitteln. Im allgemeinen wurde auch hier n/2-

1) vgl. Seite 11

00001630

Schwefelsäure vorgelegt und der Überschuß mit n/2-Natronlauge neutralisiert. Bei Anwesenheit von nur wenig Ammoniak wurde jedoch mit 1/10 n-Lösungen gearbeitet.

Zur Bestimmung des Trimethylamingehaltes der zu analysierenden Probe wurden weitere 50 ccm Anilinlösung mit 50 ccm dest. Wasser versetzt. Dann wurden 20 ccm Natriumnitritlösung (500 g Natriumnitrit und 1500 g Wasser) und 50 ccm Eisessig gegeben. Wir ließen die Zersetzung ebenfalls wie Reiner[1] angegeben hat, bei Zimmertemperatur vor sich gehen, da beim Erwärmen auch das Triäthylamin durch die salpetrige Säure angegriffen wird, unter Bildung von Nitrosamin und Methylalkohol. Der Absatz blieb eine Nacht stehen, um die vollständige Zersetzung der anderen Basen herbeizuführen. Dann wurden die Stickoxyde im Luftstrom verjagt und die Lösung mit 2 n-Natronlauge neutralisiert. Anschließend wurde die Lösung in einen Destillationskolben gespült und das vorhandene Trimethylamin durch K.I.-Lauge-Destillation in vorgelegte Schwefelsäure getrieben. Da in unseren Analysen relativ wenig Trimethylamin vorhanden war, wurde stets mit n/10-Schwefelsäure gearbeitet und der Überschuß mit n/10-Natronlauge zurücktitriert.

In einer vierten Probe wurde schließlich der Gehalt an Anilinbase, Monomethylamin, die beide bei der Umsetzung mit salpetriger Säure gasförmigen Stickstoff liefern, ermittelt. Wir bedienten uns dabei der von van Slyke[2] beschriebenen Apparatur und richteten uns nach den Angaben, die im Meyer: Analyse und chemische Konstitution organischer Verbindungen (Berlin (1922) S. 941) gemacht worden sind. Unser Zersetzungsgefäß hatte einen Inhalt von 50 ccm. In dieses wurden 20 ccm Natriumnitritlösung (500 g Natriumnitrit auf 1500 g Wasser) und 10 ccm Eisessig gegeben. Die sich entwickelnden Stickoxyde vertrieben die im Apparat vorhandene Luft. Nachdem dreimal mit je 20 ccm Stickoxyd gespült worden war, wurden 5 ccm der Anilinlösung zugegeben. Wir benutzten nicht das von van Slyke für die Zugabe der Lösung vorgesehene

1) l.c. S. 1238.
2) Ber. 43 (1911) S. 3170. ff.

kalibrierte Meßröhrchen, sondern gaben die Lösung mit einer geeichten Pipette in ein Zuführungsrohr des Apparates[1] und von hier in den Reaktionskolben. Durch Nachspülen mit etwas dest. Wasser (2 mal 2 ccm) wurden auch die letzten Spuren der Ammoniumsalzlösung in den Kolben geführt. Auf diese Weise waren gleichmäßigere Resultate zu erzielen.

Mit den entweichenden Stickoxyden wurde der bei der Zersetzung von NH_3 und CH_3NH_2 gebildete Stickstoff in die Meßbürette übergeführt. In der Regel benutzten wir die dreifache Menge an Stickoxyden zum Transport des gasförmigen Stickstoffs, also rund 200 ccm, da der Anfall an gasförmigem Stickstoff 60 bis 80 ccm betrug. Nur so war man sicher, daß der aus dem Ammoniumborid langsamer sich entwickelnde Stickstoff quantitativ in die Meßbürette gelangte. Wie bei van Slyke wurde der Stickstoff mit alkalischer Permanganatlösung in einer Hempelpipette von den Stickoxyden befreit und anschließend in der Meßbürette über 1%iger Schwefelsäure gemessen.

Zu Anfang machten uns die van Slyke-Bestimmungen erhebliche Schwierigkeiten. Bei nitrithaltigen Proben verlief die Stickstoffentwicklung besonders stürmisch, während das nachfolgende Absorbieren der Stickoxyde in der Permanganatlösung nur außerordentlich träge vonstatten ging und schließlich unbrauchbare, viel zu hohe Werte für den Stickstoff gab. Wir machten die Beobachtung, daß diese Erscheinung dann auftrat, wenn flüchtige organische Substanzen, besonders größere Mengen Methylalkohol neben den Aminsalzen in der Lösung vorhanden waren. Deshalb wurden alle Analysenproben, wie Seite 9 beschrieben ist, zunächst in 250 ccm Wasser aufgenommen und in einem Destillationskolben auf etwa die Hälfte des Volumens eingeengt, um die störenden organischen Bestandteile zu vertreiben. Nach dieser Behandlungsweise traten die oben geschilderten Schwierigkeiten bei der van Slyke Bestimmung nicht mehr auf.[2]

1) Entsprechend den Angaben in Meyer, S. 943.

2) Die bei der Umsetzung des Monomethylamins mit salpetriger Säure gebildeten geringen Methanolmengen scheinen nicht zu stören.

Von Zeit zu Zeit wurden in der van Slyke-Apparatur Blindversuche ausgeführt, um festzustellen, in welchen Mengen Luft neben dem entbundenen Stickstoff noch vorhanden war. Im allgemeinen wurden etwa 7/10 ccm gefunden. Um diesen Betrag wurden die Stickstoffwerte korrigiert. Trotzdem ergaben die van Slyke-Bestimmungen Werte, die einen zu hohen Gehalt an NH_3 und CH_3NH_2 vortäuschten, wie auch Brinton gefunden hat. Er korrigierte deshalb seine Werte um 2%. Wir haben die gleiche Korrektur eingeführt und haben festgestellt, daß die so erhaltenen Werte den in den Probeanalysen eingeführten Mengen besser entsprechen. Worauf diese seltsame Erhöhung der Stickstoffwerte zurückzuführen ist, haben wir aus Zeitmangel bisher nicht näher untersucht. Eine Untersuchung dürfte wegen der geringen Menge der verunreinigenden Substanz mit beträchtlichen Schwierigkeiten verknüpft sein. Die Erhöhung der Stickstoffwerte ist jedenfalls unabhängig von der jeweiligen Zusammensetzung der Aminproben, sodaß die Vermutung, die wir zuerst hatten, daß das entstandene Nitrosamin Schuld an der Erscheinung hat, nicht zutrifft, da auch bei Abwesenheit von Dimethylamin zu hohe Werte gefunden wurden.

In den beschriebenen Analysenverfahren wurden demnach, wie schon weiter oben in der gegebenen Schema der Methode gezeigt wurde, direkt folgende Bestimmungen erhalten: 1. Der Anfall an Gesamt-Basen. 2. Die vorhandene Ammoniakmenge. 3. Das Trimethylamin und 4. (nach van Slyke) NH_3 + CH_3NH_2. Der Wert für NH_3 + CH_3NH_2 wurde zunächst um 2% vermindert, dann die Menge des bestimmten Ammoniaks abgezogen, um die Monomethylmenge zu erhalten. Das vorhandene Dimethylamin wurde durch Differenzrechnung gefunden.

Zum Schluß seien einige Analysenresultate wiedergegeben, die wir an synthetisch hergestellten Gemischen reiner Amine erhielten:

I. Salzprobe Oppau.

Die Probe wurde von Herrn Dr. Flemming zusammengestellt.

	Soll-Zusammensetzung	gefunden
	Gew.-%	Gew.-%
NH_4Cl	36,66	37,2
NH_2CH_3HCl	30,0	29,3
$NH(CH_3)_2HCl$	23,34	23,9
$N(CH_3)_3HCl$	10,0	9,6
	100,0	100,0

II. Wässrige Dimethylaminlösung

hergestellt durch Einleiten von tensionsreinem Dimethylamin in destilliertes Wasser.

	Gegebene Gew.-%	gefundene Gew.-%
NH_3	0,0	0,1
CH_3NH_2	0,0	0,9
$(CH_3)_2NH$	100,0	98,8
$(CH_3)_3N$	0,0	0,2
	100,0	100,0

III. Wässrige Lösung eines Monomethyl-Dimethylamin-Gemisches, hergestellt durch Lösen von tensionsreinem Monomethyl und Dimethylamin in destilliertem Wasser.

	Gegebene Gew.-%	gefundene Gew.-%
NH_3	0,0	0,0
CH_3NH_2	80,0	80,9
$(CH_3)_2NH$	11,0	8,1
$(CH_3)_3N$	9,0	11,0
	100,0	100,0

IV. wie III., nur anderes Monomethyl-Dimethylaminverhältnis.

	Gegebene Gew.-%	gefundene Gew.-%
NH_3	0,0	0,0
CH_3NH_2	37,5	37,2
$(CH_3)_2NH$	62,5	61,2
$(CH_3)_3N$	0,0	1,6
	100,0	100,0

Wie die angeführten Beispiele zeigen, geben die nach dem oben beschriebenen Analysenverfahren gefundenen Daten recht genau die tatsächliche Zusammensetzung der

Anilinprobe wieder. Die Fehler dürften zwischen 1 und 2% liegen. Auffallend ist in den letzten Beispielen der relativ hohe Gehalt an gefundenem Trimethylamin, trotzdem kein Trigas zugefügt worden ist. Diese Ungenauigkeit ist darauf zurückzuführen, daß nur relativ kleine Mengen an Gasproben zur Verfügung standen. Zur Analyse kamen in diesen Beispielen 2 bis 3000 ccm Gas gegenüber den vorgesehenen 7 bis 10000 ccm, sodaß die Fehlergrenze hier erhöht ist.

Zusammenfassung

In vorliegender Arbeit sollte eine Methode zum Analysieren von Mono-, Di- und Trimethylamin neben viel (etwa 80 bis 90 Gew.-%) Ammoniak ausgearbeitet werden. Es war zunächst notwendig, die Methylamine anzureichern. Zu dem Zweck leiteten wir die gasförmigen Basen in mit Salzsäure gesättigtes Methanol und erreichten, daß etwa dreiviertel des vorhandenen Ammoniaks als Ammonchlorid ausgefällt wurden, während der Rest des Ammoniaks mit allen Methylaminen als Chloride in Lösung blieben.

Das in der Methanollösung enthaltene Salzgemisch wurde nach Vertreiben des Methanols analysiert. Als geeignet erscheinende Methoden standen 3 zur Verfügung - die I.G. Vorschrift-No 413 - eine von Dr. Flemming in Oppau ausgearbeitete Analysenmethode und eine kürzlich von Briner und Candilles erschienene Arbeit -, von denen sich nach Vorversuchen die Brinersche Methode als brauchbarste erwies. Wir legten die Bedingungen fest, nach denen die exaktesten Werte zu erhalten sind und zeigten an Kontrollanalysen, daß die Fehler 1% nicht wesentlich übersteigen.

Verteilung:
1 Exemplar Direktion,
1 " Dr. Herold,
1 " Dr. Wastrow,
1 " Dr. Wetzel,
2 " Sammlung,
4 " Reserve.

Leuna-Werke, 30 September 1932.

Ia/392

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums
Bericht Nr. 157

(Gr. II A)

Nr. 392 vom 29.12.04.

Akten Dr. Herold

00001635

Versuche zur Bestimmung der Verunreinigungen im Hoch-spannungs-Acetylen durch fraktionierte Destillation.

Bag Target
3043 -30/4-02

00001636

Inhalt

		Seite
A	Zweck der vorliegenden Arbeit	1
B	1. Arbeitsmethode	1
	2. Apparatur	2-3
	3. Modelldestillation mit einem synthetischen Gasgemisch	3-4
	4. Fraktionierte Destillation des einen uns zur Verfügung gestellten Kondensats aus einem Hochspannungsversuch	4-8
	5. Fraktionierte Destillation einer zweiten Probe	8-10
C	Zusammenfassung	11

KODAK SAFETY FILM

Bei der Herstellung von Acetylen aus Methan mit Hilfe des Lichtbogens fallen neben dem zu gewinnenden Acetylen auch andere Stoffe an, die bei der Weiterverarbeitung auf Acetaldehyd bezw. Essigsäure die Ausbeuten an diesem Produkt stark zurückdrängen. Um diese unerwünschten Stoffe kennen zu lernen, wurde uns von Herrn Dr. Stadler, Op. 139, zwei in flüssiger Kohlensäure aufbewahrte Kondensate aus dem Hochspannungsprozeß zur weiteren Untersuchung zur Verfügung gestellt, deren genaue Untersuchung die Aufgabe der vorliegenden Arbeit darstellt.

Durch voraufgegangene Versuche war festgestellt, daß als Verunreinigungen des Hochspannungs-Acetylens hauptsächlich Äthylen, Allen und Allylen, Butadien, Vinylacetylen und Diacetylen in Frage kommen. Ob neben diesen bei der Herstellung des Acetylens noch andere Kohlenwasserstoffe gesättigter oder ungesättigter Art gebildet wurden, konnte bis jetzt nicht ermittelt werden.

Die eben aufgeführten Verunreinigungen im Hochspannungs-Acetylen waren in Versuchen festgestellt worden, die in der Stock'schen Hochvakuum-Apparatur in Oppau durchgeführt waren. Dabei zeigte es sich, daß für die Trennung solcher Gemische das Arbeiten in dieser Apparatur viel zu viel Zeit erfordert, sodaß leichter zum Ziele führende Methoden gesucht werden mussten. Es wurde deshalb versucht, auf dem Wege der Destillation eine schnellere Trennung des angefallenen Produktes zu erzielen. Eine für die vorliegenden Zwecke geeignet erscheinende Destillationsapparatur war die in Merseburg entwickelte Laboratoriums-Vakuum-Kolonne[1]. Um deren Brauchbarkeit für die Analyse dieser Gemische zu erweisen, wurden zunächst in Merseburg syntheti - sche Gemische von Gasen, deren Anwesenheit im Hochspan - nungsacetylen inzwischen nachgewiesen war, destilliert. Nachdem diese Versuche brauchbare Ergebnisse gezeitigt hatten, wurden die oben erwähnten, von Herrn Dr. Stadler zur

---

1) vgl. Wustrow, Merseburger Bericht v. 5.4.1933.

Verfügung gestellten Konden sate in der Kolonne fraktio - niert.

Die in diesen Versuchen benutzte Kolonnen-Apparatur ist speziell zum Destillieren von Gemischen solcher Stoffe, deren Siedepunkte unter Raumtemperatur liegen, entwickelt worden. Sie ähnelt der Apparatur, die zum Fraktionieren der artiger Gemische von Podbielniak [1] empfohlen worden ist. Das zu destillierende Gemisch wird in verflüssigtem oder gasförmigem Zustand in die vorher evakuierte Apparatur eingeführt und mittels flüssigen Stickstoffs in der Kolonnen-Blase kondensiert. Die Blase besitzt einen Rauminhalt von etwa 50 ccm. Mit ihr stehen die eigentliche Kolonne und der Dephlegmator in Verbindung. Diese ganze Apparatur ist aus Glas, ihre einzelnen Teile sind miteinander verschmolzen. Als Dephlegmator dient der sich schon im Laboratorium von Professor Stock sehr bewährte Hahn'sche Aufsatz, dessen Hauptvorteil darin besteht, daß das aufsteigende Destillationsgut in sehr dünner Schicht auf einer langen Strecke ein konstant gehaltenes Temperaturgebiet passieren muß. Neben der Tätigkeit als Rückflußerzeuger ist diesem Aufsatz noch eine spezifische Trennwirkung eigen, wodurch die Wirksamkeit der Kolonne tatkräftig unterstützt wird. Die eigentliche Kolonne ist eine Glasspirale von 60 cm Glas - länge und 5 mm innerem Durchmesser, an derem vertikal nach unten verlaufenden Ende der von Podbielniak entwickelte Rückflußregler eingebaut ist. Dieser wird durch eine Einschnürung des Glasdurchmessers gebildet, in deren Mitte ein 10 mm langes und 2 mm weites Röhrchen angeblasen ist, in dem sich die rückfließende Substanz sammeln und tropfenweise abfließen kann. Das aus der Blase aufsteigende Gut kann durch einige Öffnungen in der Einschnürung nach oben entweichen. In Fortentwicklung der in unserer Arbeit vom April 1933 gegebenen Apparatur besteht die hier benutzte Kolonne aus drei aneinandergefügten Spiralen, mit drei derartigen Schikanen, wodurch die Trennschärfe der Kolonne noch gesteigert worden ist.

Dephlegmator, Kolonne und der obere Teil der Blase sind mit einem versilberten Vakuummantel umgeben, um die

---

1) vgl. Podbielniak. Ind. and Ing. chem., Analyt. Edit. Bd. 3, Nr. 2, S. 180 (April 1931).

störende Wärmezufuhr von außen vollständig zu unterbinden. Dem oberen Teil dieses Vakuummantels in der Höhe des Dephlegmators ist die Form eines Dewar-Gefäßes gegeben, das die Badflüssigkeit für den Dephlegmator aufzunehmen hat. Als Badflüssigkeit wurde tiefgekühltes Pentan verwandt. Die Temperatur im Dephlegmator wurde mit einer Differenz von 1, höchstens 2^{0} konstant gehalten, was sich durch gelegentliches tropfenweises Zugeben von flüssigem Stickstoff bequem erreichen ließ. Für eine gute Durchmischung des Bades wurde durch Eindrücken von gasförmigem Stickstoff an der tiefsten Stelle der Kühlflüssigkeit Sorge getragen. Die Badtemperatur der Blase zeigte die notwendige höhere Temperatur um einen ausreichenden Rückfluß zu erzielen. In der Blase wurde die Temperatur wie bei jeder anderen Destillation im Verlauf der Fraktionierung langsam kontinuierlich gesteigert.

Der Destillationsdruck kann jeden gewünschten Wert annehmen, er ist durch die gewählte Dephlegmatortemperatur gegeben. Wenn möglich soll er nur wenige Zentimeter erreichen, da dann die nicht zu vermeidenden Zwischenfraktionen sehr kleine Werte annehmen. In unseren Destillationen haben wir mit einem Druck von 30 mm gearbeitet. Das Überdestillierte tritt verdampft nach Verlassen des Dephlegmators. Es passiert einen Druckregler, der gleichzeitig die Geschwindigkeit der Destillation anzeigt und wird dann von der automatisch arbeitenden Stockpumpe[1] in bereitgestellte Büretten gepumpt. In diesen wird das angefallene Material gasförmig gemessen. Seine Zusammensetzung kann dann durch Molekulargewichtsbestimmungen in der Stock'schen Schwebewaage ermittelt werden. Da in unseren Versuchen nur selten einheitliche Körper in einer Fraktion anfielen, mussten durch weitere Analysen deren Mengen ermittelt werden, worüber in den betreffenden Versuchen im Zusammenhang gesprochen werden soll.

Vor Ausführung der Fraktionierung der von Herrn Dr.Studler gelieferten beiden Proben sollte zunächst, wie schon erwähnt, durch eine Modelldestillation die Brauch-

---

1) vgl. Merseburger Bericht vom 8.IV.1931.

barkeit der hier beschriebenen Kolonne für diesen Zweck erwiesen werden. Uns zur Verfügung stehende Proben von Allen, Butadien, Vinylacetylen und Diacetylen wurden deshalb zunächst für sich destilliert, um möglichst reine Ausgangsprodukte zu erhalten. Es wurden auf diesem Wege 388,0 ccm gasförmiges Allen mit dem Molekulargewicht 39,9, 384,0 ccm Butadiengas mit dem Mol.-Gewicht 54,1 und 94,2 ccm Vinylacetylen mit dem Mol.-Gewicht 52,0 aufgefangen, die mit 1071ccm reinem Diacetylengas gemischt in unsere Kolonnenapparatur eingeführt wurden. Dieses Gemisch wurde im Verlauf von 3½h fraktioniert destilliert. Nach Einstellung des notwendigen Rücklaufs wurde mit dem Auffangen der ersten Fraktion begonnen. Bei einem Destillationsdruck von 30 mm destillierte zunächst bei -85° das Allen, dann folgte nach kurzer Zwischenfraktion bei -52° das Butadien. Nach einer weiteren Zwischenfraktion wurde Vinylacetylen bei -52° abdestilliert und schließlich folgte, allerdings erst nach einer größeren Zwischenfraktion, die wegen des geringen Siedepunktsunterschiedes der beiden benachbarten Fraktionen nicht zu vermeiden war, bei etwa -45° das Diacetylen. Die erhaltenen Resultate sind graphisch in der Fig. 1 am Schluß der Arbeit wiedergegeben.

Die Daten zeigen, daß das Gemisch durch Fraktionierung gut zu trennen ist. Ein größerer Fehler ist nur bei der Trennung des Vinylacetylens vom Diacetylen aufgetreten. Hier gestaltete sich, wie schon erwähnt, die Trennung wegen der benachbarten Siedepunkte beider Substanzen schwieriger. Der Destillationsverlust hält sich in normalen Grenzen.

Nach Abschluß dieses Versuchs wurde das erste Kondensat mit der Bezeichnung: Dr.Stadler, Gefäß 3, vom 23.X.33 in die Blase eingeführt und der fraktionierten Destillation unterworfen. Hier zeigte sich schon zu Beginn der Destillation, dass ein wesentlich komplizierter zusammengesetztes Gemisch vorlag, dessen erste Anteile bei weit tieferer Temperatur als in der Modelldestillation destillierten. Um auch hier eine weitgehende Trennung in die Einzelkomponenten zu erzielen, wurden die übergehenden Substanzen stark unterteilt aufgefangen. Insgesamt wurden 16 Fraktionen gebildet, von denen aber nur 6 als eigentliche Hauptfraktionen anzu-

sprechen waren. In diesen wurde der überwiegende Teil des Ausgangsgemischs -etwa 85%- erhalten.

Der Siedepunkt[1] der ersten Fraktion lag bei etwa -115°, der der zweiten bei -102°, die dritte sott bei -95°, die vierte bei -75°, die fünfte bei -60° und die sechste bei -45°. In keiner dieser Fraktionen war es jedoch gelungen, eine der im Ausgangsgemisch enthaltenen Komponenten für sich allein aufzufangen. Die erste enthielt 80%iges Acetylen, die zweite und besonders die dritte war hochprozentiges Propylen, in der vierten fiel fast reines Allylen an, in der fünften wurden hauptsächlich Butadien und die Butylene enhalten, während in der sechsten Diacetylen als Hauptbestandteil nachgewiesen werden konnte.

Die Identifizierung der einzelnen Körper war nicht ganz leicht. Einen ersten Anhaltepunkt für die Zusammensetzung der Fraktionen ergab nach der Mengenmessung die Mol.-Gewichtsbestimmung des Gases in der Stock'schen Schwebewaage. Ebenfalls ausgeführte Dampfdruckmessungen der Gase bei zwei verschiedenen Temperaturen unterstützten noch diese Werte. Da jedoch in unseren Fraktionen mehr als zwei Gase vertreten sein konnten, war durch diese physikalischen Bestimmungen die Zusammensetzung der Fraktionen nicht anzugeben. Deshalb wurde weiter der Gehalt der einzelnen Gase an Acetylen-Kohlenwasserstoffen mit ammoniakalischer Cuprosalzlösung bestimmt und anschließend im Restgas der Anteil der Olefin-Kohlenwasserstoffe ermittelt. Die dann noch nicht gebundenen geringen Gasreste wurden einer nochmaligen Mol.-Gewichtsbestimmung zur Ermittlung des betreffenden gesättigten Kohlenwasserstoffs unterworfen. Nach diesem allgemeinen Schema wurde die Ermittlung der einzelnen Komponenten vorgenommen. Es soll jetzt zunächst das Protokoll der Destillation in der Tabelle 1 gegeben werden, der anschließend in der Fig. 2(am Schluß der Arbeit) eine graphische Darstellung des Destillationsverlaufs folgen soll.

1) Die Siedepunkts-Angaben beziehen sich auf einen Druck von 30 mm.

Tabelle 1 00001642

Temperat.	Fraktion	ccm	Mol.-Gew.	Gasmenge ccm	Tension °C	Tension mm Hg	Acetylen-KW ccm	Acetylen-KW Farbg. m. Ilosvay	Diolefine	Olefine	ges. KW ccm	Blausäure
130/127 120/120	1.	63,5	29,6		89,8 89,2	500 250	556 C_2H_2			41,0 C_2H_4	26,8 C_2H_6 16,7 C_3H_8	
118/118 118/117,5	2.	384,0	27,9	540,5				carminrot				
115/117 109/107 102/10[illegible]	3.	253,0	27,9		109,6 105,0	100 103,5						
10[illegible]/102	4.	134,0	29,6	237,0			45,7 C_2H_2			180,0 C_3H_6	8,5 C_2H_6 2,8 C_3H_8	
114/11[illegible] 10[illegible]/100	5.	53,0										
95/94 95/94	6.	307,0	42,0	589,0	56,8 56,0 87,0	100 500 100	53,9 C_2H_2			699,0 C_3H_6	11,1 C_2H_6 12,2 C_3H_8	
9[illegible]/94 95/94 95/94	7.	282,0	41,85									
90/91	8.	116,5	41,45	185,0			17,0 C_2H_2	oben gelb, unten schw. [illegible] rot		142 C_3H_6	8,0 C_3H_8	
89/86 86/87	9.	68,5	40,85				18,0 Allylen					
7[illegible]/72 75/74	10.	700,0	42,0	700,0	84,0 84,0 95,0	101,0 102,5 500,0	23,5 Allylen	kein [illegible] Vinylen gelb	480 Di[illegible]		9,7 C_4H_{10}	
60/60 59/57 57,5/[illegible]	[illegible]	[illegible]	48,7	53,0			21,0 Allylen	gelb, starke Rote	622 C_4			
[illegible]	[illegible]	[illegible]	53,5	574,0	10,8 10,8 50,1 50,2	504,0 508,0 100,0 100,0	45,0 Vinylacetylen 5,8 C_4H_2	rot	456,2 C_4		35,6 C_4H_{10}	
[illegible]	12.	[illegible]	50,7	60,8			22,2 Vinylacetylen C_4H_2	rot gelb [illegible]	34 C_4			
[illegible]	14.	562,5	47,2	562,5	0°	572,0	270,5 C_4H_2	weinrot	92,0 C_4			gut filtr. nach [illegible]
[illegible]/4[illegible] 4[illegible]/4[illegible]	13.	525,5	50,1	[illegible]	0° 0°	532,0 552,0	1258 C_4H_2	dunkel weinrot	~~138 C_4~~			
[illegible]		2228,0	[illegible]						137,8 höher als C_4			
	Rückstand [illegible]			71,0								

Der Nachweis der einzelnen Glieder in den ersten Fraktionen war nicht schwierig. Die Angaben über das Äthylen, das Acetylen, das Äthan, das Propylen, das Propan und die Butane besitzen einen hohen Grad an Genauigkeit. Auch das Allylen ließ sich in seiner rahmgelben Kupferverbindung recht genau ermitteln und ebenso hat der Allenwert Anspruch auf eine befriedigende Genauigkeit. Bei den übrigen nachgewiesenen Substanzen sind die genauen Werte jedoch nur äußerst schwierig zu machen. Aus diesem Grunde wurde auf die getrennte Angabe des Butadiens und der Butylen-Kohlenwasserstoffe verzichtet und diese gemeinsam aufgeführt, da wegen der Kürze der Zeit eine exakte Einzelbestimmung dieser Substanzen nicht ausführbar war. Nur angenähert richtig dürfte weiter der Wert für das Vinylacetylen sein, dessen Vorhandensein in den Fraktionen 11 und 12 (Mol.-Gew. und Farbe der Kupferverbindung) sehr wahrscheinlich gemacht werden konnte, dessen quantitative Bestimmung aber wegen des schon mitdestillierenden Diacetylens außerordentlich schwer auszuführen sein dürfte. Auch das Diacetylen ist nicht ganz exakt anzugeben, da noch Blausäure in dem errechneten Wert enthalten ist. Die Anwesenheit des Cyanwasserstoffs ist in der Fraktion 13 durch den Geruch und durch die Bildung von Berlinerblau qualitativ nachgewiesen worden, eine quantitative Bestimmung mußte wegen der Kürze der Zeit ebenfalls unterbleiben. Ein Vorhandensein von noch anderen Kohlenwasserstoffen in der Diacetylenfraktion (Nr.14 und 15) dürfte nicht in Frage kommen, da die C_6-Kohlenwasserstoffe wesentlich höher sieden. Von den C_4-Kohlenwasserstoffen kämen noch das Äthylacetylen und das Dimethylacetylen in Frage. Deren Anteil in der Diacetylenfraktion kann nur unwesentlich sein, da die Siedepunkte beider Stoffe wesentlich höher als der des Diacetylens liegen. Eine Anwesenheit dieser Stoffe in größerer Menge ist auch schon deshalb unwahrscheinlich, da sowohl das Molekular-Gewicht, wie auch der Dampfdruck der Diacetylenfraktion mit dem reinen Diacetylen weitgehend übereinstimmen.

Unter Berücksichtigung der eben wiedergegebenen Ausführungen dürfte die im Folgenden aufgeführte prozentuale Zusammensetzung des destillierten Gemisches der wahren Zusammensetzung recht nahe kommen.

Tabelle 2.

Zusammensetzung des Gemisches im Gefäß III v. 23. X. 33

	Vol.-%
Äthylen	0,8
Äthan	0,9
Acetylen	14
Propylen	21
Propan	3
Allen	3
Allylen	6
Butadien + C_4-Olefine	13
Butane	0,7
Vinylacetylen	1
Diacetylen	33
höhere Olefine	3
Rest	1
	100

Zum Schluß dieses Abschnittes sei darauf hingewiesen, daß die in den einzelnen Fraktionen bestimmten Tensionen in der Figur 3 (am Schluß der Arbeit) wiedergegeben sind. In dieser Figur finden sich gleichzeitig die Dampfdruckkurven der reinen hier interessierenden Kohlenwasserstoffe. Aus den eingezeichneten Werten geht hervor, daß die erhaltenen Tensionen in der Mehrzahl sich gut einer der Kurven für die reinen Kohlenwasserstoffe anpassen.

Das zweite von uns untersuchte Kondensat mit der Bezeichnung Dr. Stadler, Gefäß 2, vom 15. XII. 1933, war wesentlich einfacher zusammengesetzt. Zunächst sei angeführt, daß die Durchführung der Destillation und die Ermittlung der einzelnen Komponenten in derselben Weise wie im vorigen Versuch geschehen ist. Die erhaltenen Destillationsresultate sind in der Tabelle 3 und graphisch in der Figur 4 (am Schluß der Arbeit) wiedergegeben.

Tabelle 5

Temp.	Frakt.	cm³	Mol.Gew.	Gasmenge cm³	Tension °C	mmHg	Acetylen-KW cm³	Färbg. Ilosvay	Diolefine	Olefine	Ges. KW	Blausäure
35/34,5 72/71 67/66	1	40,2	44,4				23,9			120	4,3 C_4H_{10}	
62,5		97,8	51,3		52,85	97,0	44,1	dkl.-rot.		101,6 C_4		
60/61 60/61	2	47,9	52,4	145,7	51,40	100,0						
56/55	3	24,6	52,8									
53,5/ 52,5	4	194,5	51,4	341,1	40,3	94,0	238	dkl. rot-braun		82,0 C_4-		21,1 C_4H_{10}
51,5/ 50,5		122,0	51,4		39,5	100,0						
48/47 50/49 47/46,5 48/47	5	1042,5	50,0									
44/43 44/43	6	1080,0	50,4	3453	-0	520	3029	weinrot-braun	324 höher als C_4-		100 nehöher als C_4-	gätiv
43,5/ 43	7	947,5	50,4									
40/41		402,0	49,65									

Wie die Zahlen zeigen, destillierten merkbare Produktmengen erst ab -60°. Die Hauptmenge ging jedoch erst bei -50° über, während bei etwa - 45° die letzten Destillate die Apparatur verließen. Schon aus diesen Angaben ist zu ersehen, daß die im voraufgegangenen Versuch erhaltenen leichtflüchtigen Stoffe, wie Äthylen, Acetylen, Äthan, Propylen, Propan, Allen und höchstwahrscheinlich auch das Allylen in diesem Gemisch fehlen. Dessen Siede-

punkt liegt bei etwa -75°, sodaß dieser Acetylenkohlenwasserstoff höchstens in den ersten übergehenden Anteilen anwesend sein kann. Sein Nachweis als gelbgefärbtes Kupfersalz ist jedoch nicht gelungen, da schon in diesen ersten Anteilen die erhaltenen Kupferverbindungen der überdestillierten Acetylenkohlenwasserstoffe braunrot gefärbt sind. Da auch ein exakter Nachweis für das Vinylacetylen fehlt, sind alle in diesem Versuch destillierten Acetylen-Kohlenwasserstoffe unter der Rubrik Diacetylen aufgeführt worden, wobei noch zu erwähnen ist, daß von dieser Fraktion tatsächlich der weitaus größte Teil Diacetylen ist, wie der Siedepunkt, das Molekulargewicht und die Tensionen zeigen. Ein Vorhandensein von Äthyl- resp. Dimethylacetylen ist hier ebenso unwahrscheinlich wie in dem Gemisch des voraufgegangenen Versuches. Die gefundenen Olefin-Kohlenwasserstoffe mit dem niedrigsten Molekulargewicht sind die C4-Olefine, wobei nicht anzugeben ist, wie hoch der Anteil an Diolefinen im diesem Gemisch ist. Die gesättigten Kohlenwasserstoffe sind auch hier im geringen Prozentsatz vertreten, das niedrigste Glied sind die Butan-Kohlenwasserstoffe. Blausäure ist in diesem Gemisch nicht nachzuweisen, sodaß das Produkt dieses Versuches als hochprozentiges Diacetylen anzusprechen ist.

Die prozentuale Zusammensetzung des in diesem Versuch destillierten Gemisches zeigt die folgende Tabelle 4.

Tabelle 4.

	Vol.-%
Butadien + C4-Olefine	5
Butane	1
Diacetylen	84
höhere Olefine	8
höhere gesätt. KW.	2
	100

Daß das in diesem Versuch destillierte Gemisch hochprozentiges Diacetylen ist, zeigt der Tensionswert der Hauptfraktion, der wie aus der Fig. 4 zu ersehen (Kreuze), direkt auf der Kurve des reinen Diacetylens liegt.

00001646

Zusammenfassung.

In vorliegender Arbeit wurden in Merseburg zwei von Herrn Dr. Stadler, Op., aus dem Hochspannungs-Acetylen gewonnene Kondensate, die in der Hauptsache die Verunreinigungen des Acetylens enthielten, durch fraktionierte Destillation getrennt. Vorher konnte an einem synthetisch zusammengesetzten Gemisch gezeigt werden, daß die Kolonne brauchbare Resultate liefert.

Es gelang, in dem einen Produkt des Herrn Dr. Stadler neben Acetylen: Äthylen, Äthan, Propylen, Propan, Allen, Allylen, Butadien und die C_4-Olefine, ferner die Butane, Vinylacetylen, Diacetylen und etwas Blausäure nachzuweisen, während das zweite Kondensat in der Hauptsache aus Diacetylen bestand.

Verteilung:

12 x Oppau, z. Verfügung d. Hr. Dr. Hieke,
1 x Direktion/Dr. von Staden,
1 x Dr. Herold/Dr. Baumann,
1 x Dr. Langheinrich,
1 x Dr. Wustrow,
2 x Reserve.

18 x

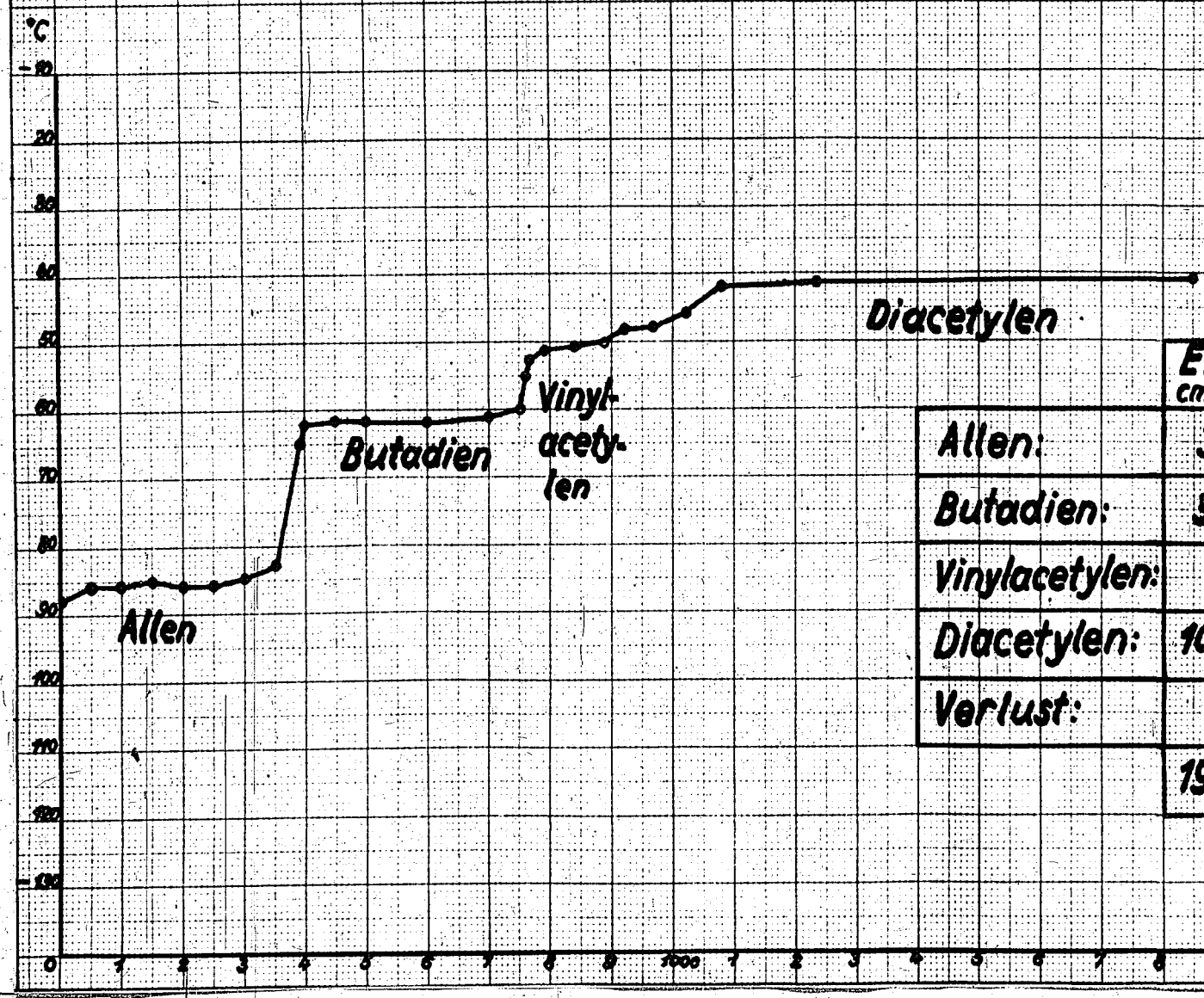
Leuna-Werke, 29. XII. 1933.

Modelldestillation eines synthetischen Gasgemisches aus Allen, Butadien, Vinylacetylen, Diacetylen.

Fig. 1.

00001647

[redacted]



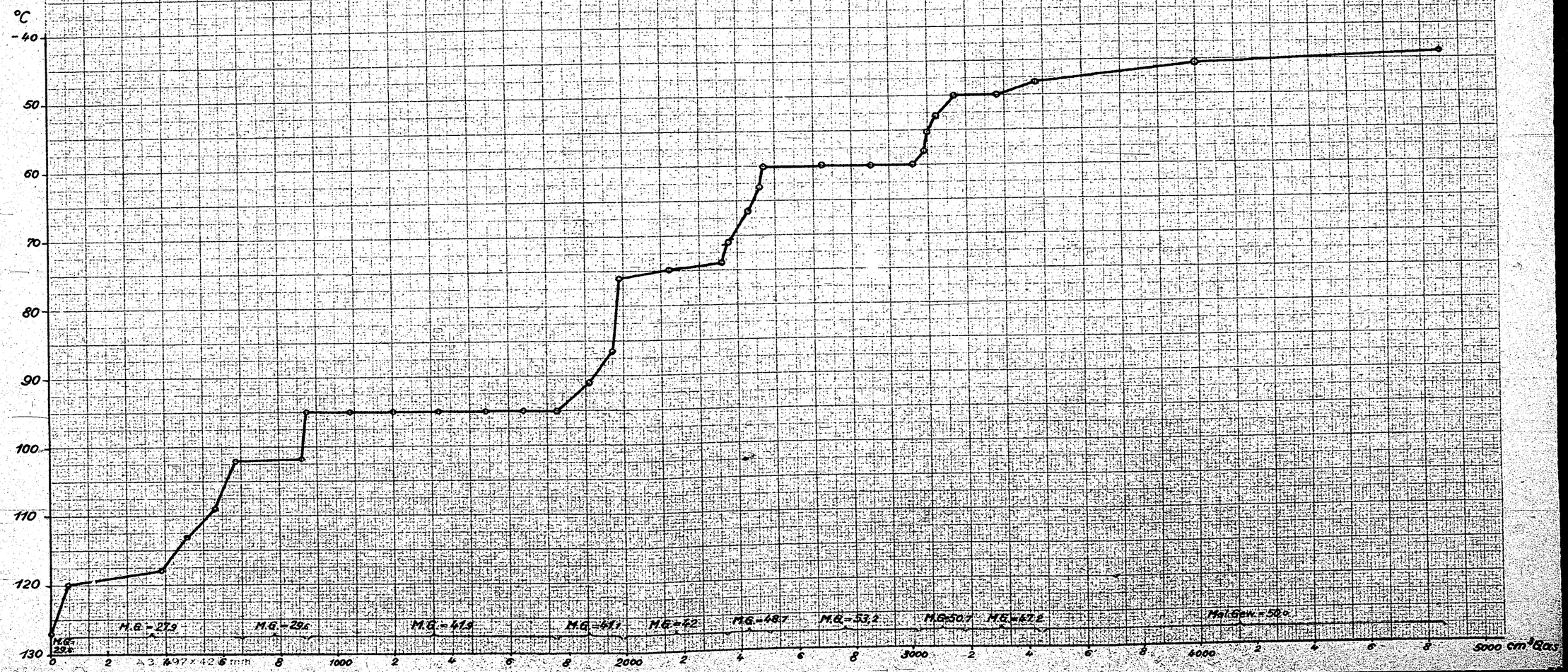
Bilanz

	Eingeführt: cm³ Gas	Vol. %	erhalten: cm³ Gas	Vol. %
Allen:	388.0	20.0	372.5	19.2
Butadien:	384.0	19.8	383.5	19.8
Vinylacetylen:	94.2	4.9	129.5	6.7
Diacetylen:	1071.0	55.3	963.5	50.0
Verlust:	-		88.2	4.3
	1937.2	100.0	1937.2	100.0

Fig. 2.

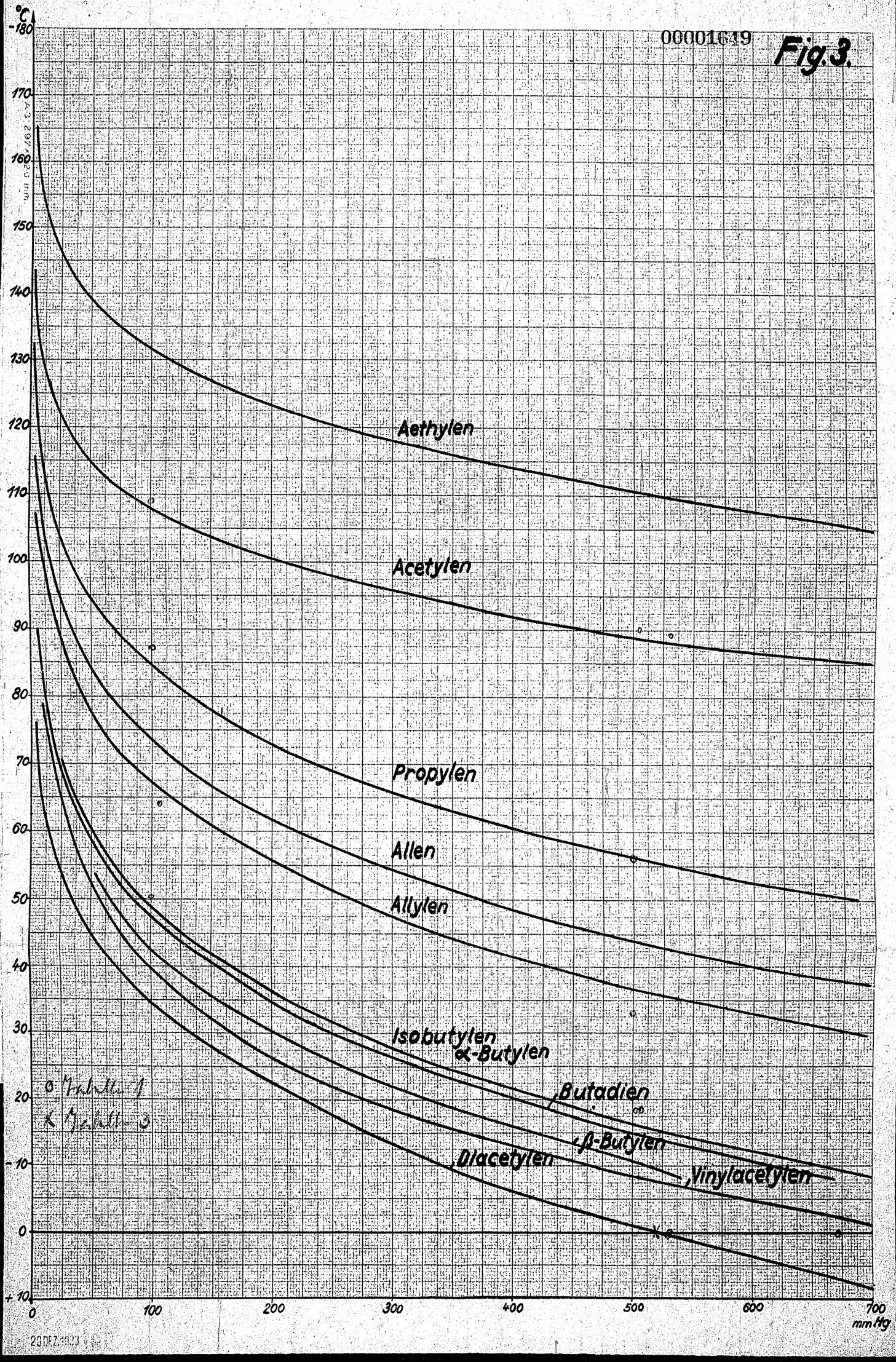
00001618

Produkt Dr. Stadler Oppau v. 23. X. 1933.



00001649

Fig. 3.



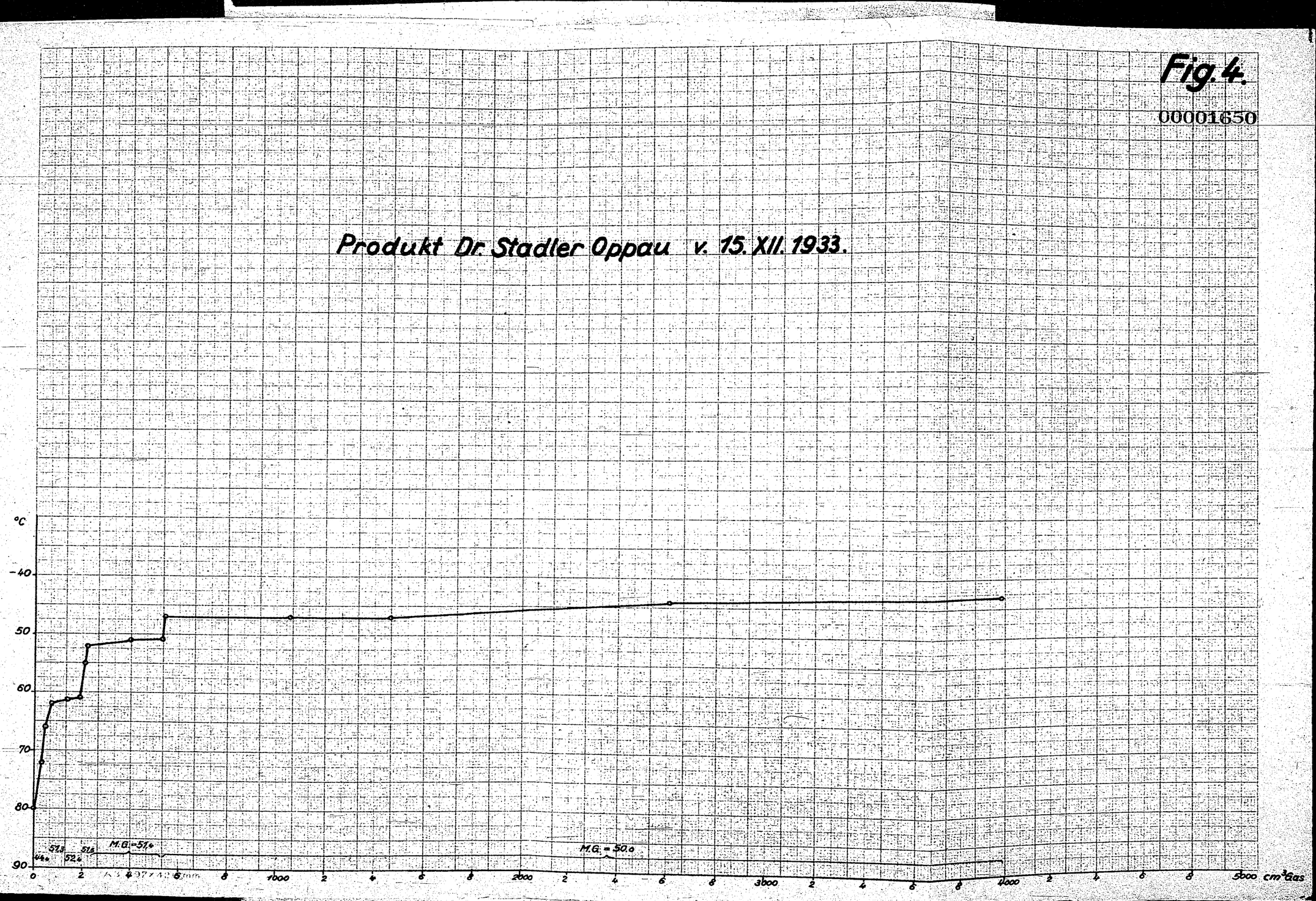
28 DEZ. 1933

KODAK SAFETY FILM

Fig. 4.

00001650

Produkt Dr. Stadler Oppau v. 15. XII. 1933.



Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums
Bericht Nr. 155

(Gr. II a)

Nr. 376 vom 7/4 33.

Vertraulich

00001651

Dr. Wustrow.

Analytische Bestimmung von Gasgemischen, insbesondere mit grösseren Gehalten an gasförmigen Kohlenwasserstoffen.

155

Akten Dr. Herold

Bag Target
3043 -30/4.02

Bag Target
3043 -30/4.04

00001652

Inhaltsangabe.

	Seite
I. Kurze Einführung und Angaben über zur Verfügung stehende Analysen-Apparaturen.	1 – 4
a) Drehschmidt-Apparatur zum Analysieren von kohlenwasserstofffreien Gasgemischen.	1 – 2
b) Stockapparatur und Methode der Destillation mit anschliessender fraktionierter Kondensation zur Trennung von Gasgemischen.	2 – 3
c) Methode zur Trennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen durch fraktionierte Destillation in einer Kolonnenapparatur.	3 – 4
II. Beschreibung von Verbesserungen an der Kolonnen-Apparatur.	4 – 9
a) Apparative Verbesserungen.	4 – 6
b) Apparatur und Arbeitsweise.	6 – 8
c) Probenanalysen.	8 – 9
III. Zusammenfassung.	9 – 10

Zur analytischen Ermittlung der Zusammensetzung eines Gasgemisches bedient man sich in der Regel, wenn exaktere Resultate verlangt werden, der Drehschmidt-Apparatur. [1] In ihr wird bekanntlich aus einem gemessenen Volumen des zu untersuchenden Gasgemisches zunächst durch Waschen mit Kalilauge die Kohlensäure entfernt (bei Anwesenheit von H_2S und SO_2 auch diese Gase, deren Mengen durch spezielle Untersuchungsmethoden festzustellen sind), dann in der Phosphor- oder Chromchlorürpipette der Sauerstoff bestimmt. Anschliessend wird durch fraktionierte Verbrennung über Kupferoxyd bei 270° der Gehalt des Gasgemisches an Wasserstoff und Kohlenoxyd und bei 700° das Methan ermittelt, während als Restgas Stickstoff übrig bleibt.

Bei Anwesenheit von höheren Kohlenwasserstoffen im Gas wird der Anteil an Olefinen durch Absorption in einer Brompipette vor der Saderstoffbestimmung ermittelt, während die höheren gesättigten Kohlenwasserstoffe gemeinsam mit dem Methan verbrennen. Man bestimmt somit die Menge der gesättigten Kohlenwasserstoffe einschliesslich Methan in ihrer Gesamtheit und kann nur dann eindeutig die Menge des vorhandenen Methans rechnerisch ermitteln, wenn von den höheren gesättigten Kohlenwasserstoffen allein Äthan vorhanden ist.

Abgesehen davon, dass man demnach in der Drehschmidt-Apparatur nur summenmässig den Gehalt der ungesättigten bezw. gesättigten Kohlenwasserstoffe feststellen kann, wird auch bei ihrer Gegenwart die Genauigkeit der Bestimmung der anderen Gaskomponenten stark herabgesetzt, da die Kohlenwasserstoffe durch ihre stärkere Löslichkeit in den benutzten Reagenzien höhere Gehalte an den betreffenden Gasbestandteilen vortäuschen, vor allem aber bei der 270°-Verbrennung schon teilweise mitverbrannt werden, so dass die Kohlenoxydwerte zu hoch ausfallen.

---

1) Vgl. hierzu: Dr.Wustrow-Dr.Wetzel, Mo Bericht vom März 1931, in dem einige Verbesserungen an der Drehschmidt-Apparatur beschrieben sind, mit deren Hilfe die Genauigkeit einer Analyse bis auf einige hundertstel % pro Gaskomponente zu treiben ist.

00001654

In unserem Laboratorium werden deshalb in der Drehschmidt-Apparatur nur solche Gase untersucht, die frei von höheren Kohlenwasserstoffen sind. Bei Anwesenheit werden sie zunächst durch Kondensation entfernt. Erst dann wird das Restgas in die Hoffgesandt-Apparatur gegeben. Gestattet es, in Gegenwart von Luft an Kohlenwasserstoffen zu messen, so ist zu obiger Bestimmung nur eine Volumenmessung notwendig. In der Regel wird jedoch die Bestimmung der einzelnen in den vorhandenen Kohlenwasserstoffe, und zwar sowohl der gesättigten als auch der ungesättigten, verlangt. Zu dieser Aufgabe haben wir bis vor kurzer Zeit ausschließlich die Stock'sche Methode der Destillation mit anschließender fraktionierter Kondensation in der Glas-Hochvakuum-Apparatur benutzt. Nach dieser Methode werden zunächst durch Verbindung mit flüssigem Sauerstoff sämtliche die jetzt noch flüchtigen Stoffe H_2, O_2, CO, CH_4 und N_2 von kondensierten Gase abgetrennt und anschließend die Kondensate im Hochvakuum langsam verglast. Die passieren dann, beim gekühlten Gefäßen derart, daß im ersten nur die Kohlenwasserstoffe mit der höchsten Kohlenstoffzahl (C5 und höher in -100°-Bad), im folgenden Gefäße die Butane (in -135°-Bad), anschließend Propan und Propylen (in -150°-Bad) und schließlich in letzten die C2-Kohlenwasserstoffe kondensiert werden. Die Zeitdauer der Trennung ist in hohem Maße von den empfindlichen Einhalten der vorgeschriebenen Temperatur-Stufen (erfordert Einhalten $\pm$ 2°) abhängig.

Nach erfolgter fraktionierter Kondensation werden die in den einzelnen Temperatur-Stufen erhaltenen Fraktionen nach Vergasung getrennt aufgefangen und dann in den Produkten die Mengen an ungesättigten Kohlenwasserstoffen durch Behandlung mit Brom-Wasser bestimmt. Anschließende Kontrollen durch Molekulargewichtsbestimmungen in der Stock'schen Schwebewaage geben Aufschluß über die Gesamtgüte der erfolgten Trennung. Die Fehler überschreiten bei einwandfreien Arbeiten in der Regel nicht $\pm$ 5 %, bezogen auf die Menge des betreffenden Kohlenwasserstoffes. Die zunächst in ihrer Gesamtheit abgetrennten Gase H_2, O_2, CO, CH_4 und N_2 werden, wie schon weiter oben angegeben, einzeln durch Bestimmungen in der Drehschmidt-Apparatur ermittelt.

00001655

Diese Stock'sche Analysenmethode lässt sich dann am schnellsten und genauesten ausführen, wenn die einzelnen Fraktionen in der Vakuum-Apparatur nicht zu gross ausfallen. Fraktionen mit mehr als 100 ccm Gas müssen möglichst vermieden werden. Dieser Umstand kann bei sehr kohlenwasserstoffreichen Gasen dahin führen, dass die erhaltenen Mengen an unkondensierbaren Gasen sehr gering werden und kaum für eine Drehschmidt-Analyse ausreichen.

Für stark kohlenwasserstoffhaltige Gasgemische ist in der letzten Zeit ein Analysenverfahren ausgearbeitet worden, das an Genauigkeit der Bestimmungen den Analysen in der Stock-Apparatur nicht nachsteht. Das Verfahren beruht auf der Methode der fraktionierten Destillation in einer Kolonnenapparatur. Vor einiger Zeit [1] ist ein Vorläufer der jetzigen Apparatur von uns beschrieben worden. Die Analysengenauigkeit wurde damals mit ± 10 %, bezogen auf den einzelnen Kohlenwasserstoff, angegeben, wie die beigefügten Probeanalysen zeigten. Bei der weiteren Entwicklung ist durch Verbesserung der Apparatur die Genauigkeit der Trennung noch erhöht worden. Hierüber soll im folgenden berichtet werden.

Die Apparatur, die in der früheren Arbeit skizziert worden ist, ist nochmals in der Figur 1 unter II wiedergegeben. Sie besteht aus einem Stehkolben B, einem cylindrischen Gefäss von etwa 50 ccm Inhalt, mit dem durch Schliff der Hahn'sche Aufsatz C verbunden ist, der den Dephlegmator und die Kolonne einer normalen Fraktionierkolonne zu vertreten hat; mit dem Hahn'schen Aufsatz ist das Kühlgefäss D verbunden. Dieses Kühlgefäss ist als versilbertes, hochevakuierbares Dewargefäss ausgebildet, um die zum Destillieren der niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffe notwendigen tiefen Temperaturen in der Kühlflüssigkeit möglichst lange konstant zu halten. Die Vorsammelsen des Kühlmantels mit dem Hahn'schen Aufsatz hat sich als notwendig herausgestellt, da bei den tiefen Temperaturen des Kühlmittels (bis -150°) eine andere Verbindungsmöglichkeit nur mangelhaft sein würde. Diese Art der

1) Vgl. Rustrow: Merseburger Bericht vom 10.1.1931.

00001656

Verbindung zwischen Aufsatz und Thermometer lässt sich glastechnisch nur durch eine entsprechende Bedrosung Cl erreichen. Mit dem Einfügen dieser Glasfeder ist, wie schon in dem früheren Bericht erwähnt wurde, der Vorteil verbunden, dass das rückfliessende Kondensat auf einem längeren Wege mit den aus dem Siedekolben aufsteigenden Dämpfen in Berührung kommt, ein Umstand, der die Fraktionierung noch unterstützen wird. An dem Hahn'schen Aufsatz befindet sich ausserdem noch ein Nebenapparat, auf die später eingegangen werden soll.

In dieser alten Ausführung war der Vorgang im Hahn'schen Aufsatz während der Destillation nicht zu beobachten. Wichtige Einzelheiten konnten sich demzufolge leicht der Aufsicht entziehen und Fehler auftreten, die dann schwierig zu finden sein können, wenn man bedenkt, dass mit diesen Apparaten Destillationen mit äusserst geringen Flüssigkeitsmengen, etwa 1000 ccm Ausgangsmaterial, entsprechend 1 - 2 ccm Destillat, durchgeführt werden sollen.

Bei dem [illegible] endigt, wurde [illegible] 3 mm [illegible] Glasspirale [illegible] so [illegible] Aufsatz [illegible] unteren [illegible] System der [illegible] trop- [illegible] Siedegeschwindigkeit [illegible], dass [illegible] Siedekolben [illegible] Glasspirale [illegible] Dieser Fall [illegible] Schliff ausgeschlossen werden [illegible] schnell [illegible] Schliffverbindung entfernt und der [illegible] Aufsatzteile des Siedekolben [illegible] Kondensat [illegible] Aufsatz [illegible] Siedekolben [illegible]

des Volumenmantels noch in die Destillatflüssigkeit eintauchte. Ein Einwirken der wesentlich wärmeren Raumluft auf den Destillationsvorgang war damit gänzlich ausgeschaltet.

Das im Aufsatz gebildete Kondensat konnte nun ungestört in den Siedekolben zurückfließen. Zur Kontrolle des Rückflusses des Kondensats wurde weiter am unteren Ende der Kolonne bei H eine Schikane, ähnlich der von Podbielniak [1] vorgeschlagenen Rückflußregler, eingebaut. Die Schikane ist durch eine Einschnürung des Glasrohrmessers gebildet worden, in deren Mitte ein ca. 10 mm langes und 1,5 mm weites Röhrchen angeblasen ist, in den sich die rückfließende Substanz sammeln kann, um dann tropfenweise in den Siedekolben zurückzufließen. Für die aus dem Siedekolben aufsteigenden Dämpfe sind in der Einschnürung einige Öffnungen frei gelassen worden.

Mit diesen Änderungen war eine wirksame Kontrolle über den Rückfluß geschaffen. Wir konnten also jetzt nicht nur die Geschwindigkeit der den Raman'schen Aufsatz verlassenden gasförmigen Produkte, sondern - und das ist von ausschlaggebender Bedeutung für die Exaktheit der Fraktionierung - auch den Rückfluß prüfen. Es wurde so gearbeitet, daß bei einer Destillatrate von etwa 500 mm Hg/h die Tropfenfall an den beschriebenen Beobachtungsstellen in Abständen von etwa 2 - 5 Sekunden erfolgte, da dies die Menge der rückfließenden Substanz ein Vielfaches von Destillationsgut war. Damit war eine wesentliche Steigerung der Leistungsfähigkeit in der Trennschärfe der einzelnen Fraktionen erzielt worden.

Zum Schluss dieses Abschnittes mögen noch einige weitere Veränderungen aufgeführt werden. Der untere Teil des Volumenmantels ist wesentlich schmaler ausgefallen, damit er bequem in das Mittelloch des Siedekolbens tauchen kann. In Verbindung damit mußte auch die als Kolonne dienende Spirale Cl eine andere Form erhalten. Sie hat jetzt eine Glaslänge von 600 mm und einen Durchmesser von 5 mm. Ferner hat das Siedegefäßchen eine andere Gestalt bekommen. Es ist jetzt ein U-förmig gebogenes Kondensationsgefäß eingebaut worden, da die neue Form gegenüber der alten wesentliche Vorteile beim Einführen des Destillationsgutes hat.

1) Vgl Podbielniak: Ind and Eng Chem., Analytical Edition Bd. 3, Nr. 2 S. 180. (April 1931)

00001658

Im Anschluss an die Aufzählung der Veränderungen an der Destillationsapparatur sei im Zusammenhang die Nebenapparatur und die Arbeitsweise beschrieben. Das kann in aller Kürze geschehen, da sich die folgenden Ausführungen im wesentlichen mit den Angaben des früheren Berichtes decken. Mit der eigentlichen Destillationsapparatur, bestehend aus dem Siedekolben und dem mit Vakuummantel ungebenen Hahn'schen Aufsatz, wird mittels Schlauchverbindung die Gaswurst A mit dem zu destillierenden Gas (ca. 1000 ccm) verbunden, nachdem mit dem Aufsatz die übrige Apparatur, die sich aus dem Blasenzähler B, dem Messkolben F und einem Pumpenaggregat, bestehend aus der automatischen Stockpumpe G, ferner einer Wasserstrahl- und Ölpumpe, zusammensetzt, verschmolzen worden ist. Die beiden zuletzt genannten Pumpen dienen zum Evakuieren der Apparatur, da dieses Verfahren als Vakuumverfahren ausgebildet worden ist. Die Stockpumpe hat die gasförmig anfallenden Fraktionen automatisch im bereitgestellte Gasometer zu pumpen. [1]

Nach Evakuieren der Apparatur werden die Gefässe E1 und B durch Kühlbäder mit flüssigem Sauerstoff gekühlt und anschliessend die Gase aus der Gaswurst A langsam in die Apparatur geleitet. Die kondensierbaren Anteile kondensieren sich zunächst in E1, während die noch flüchtigen Gase O_2, H_2 CO, CH_4 und N_2 mit der Stockpumpe abgepumpt werden. Es hat sich bei unseren Arbeiten gezeigt, dass geringe Mengen Methan ebenfalls in E1 zurückgehalten werden. Diese werden nach Fortnahme des Kühlbades von E1 mit dem übrigen Kondensat vergast und können, während die kondensierbaren Bestandteile sich jetzt im Siedekölbchen B niederschlagen, abgepumpt werden. [2] Die Zusammensetzung des unkondensierbaren Gasgemisches muss durch eine Analyse in der Drehschmidt-Apparatur ermittelt werden.

Sind die kondensierbaren Anteile des Gases in das Siedekölbchen überführt worden, wird Hahn λ geschlossen. Jetzt kann die eigentliche Destillation beginnen. Zunächst wird in das Mantelgefäss des Hahn'schen Aufsatzes die Kühlflüssigkeit

---

1) Vgl. Dr. Saffert-Dr. Wustrow: Marseburger Berichte vom 8.4.1931.
2) Gegenüber den Angaben des früheren Berichtes werden hier an Stelle der Kühlbäder mit flüssigem Stickstoff solche mit flüssigem Sauerstoff genommen, um zu verhindern, dass grössere Methanmengen im Kondensat gelöst werden. Zur Tiefkühlung von Äther-Alkohol-Gemischen, Pentanbädern oder anderen organischen Medien wird selbstverständlich nach wie vor nur flüssiger Stickstoff verwendet.

(auf -150° gekühltes Pentan) gegeben und am Siedekolben das Bad mit flüssigem Sauerstoff gegen ein auf -120° gekühltes Petroläther bad ausgewechselt. Die Temperatur in diesem Bad wird nun langsam soweit gesteigert, bis ein gleichmässiger Rückfluss im Aufsatz zu beobachten ist. Der Rückfluss ist dann zufriedenstellend, wenn, wie schon weiter oben gesagt, in regelmässigen Abständen von 2 bis 5 Sekunden Tropfen sowohl von der ausgezogenen Spitze des Hahn'schen Aufsatzes als auch aus dem Röhrchen der Schikane abfallen und in den Siedekolben zurückfliessen.

Während dieser Zeit darf noch kein Destillat die Apparatur verlassen. Das zeigt der Blasenzähler E an, in dem, gleich nach dem Abpumpen der zukondensierbaren Gase, im Hochvakuum das Quecksilber bis zur Marke J gedrückt worden ist. Während der Einstellung des Rückflusses zeigt sich hier ein schwacher Gasdruck, der jedoch nicht ausreicht, um die Quecksilbersäule zu überwinden. Nach Erteilung eines guten Rücklaufs wird die Temperatur im Mantelgefäss D soweit erhöht, bis die erste Fraktion destilliert. In unserem Fall wird das Destillationsgut beim Verlassen des tiefgekühlten Hahn'schen Aufsatzes durch die die Abgangsleitung umspülende warme Raumluft vorgeheizt, die Gase drücken gegen die Quecksilberschicht i.Blasenzähler und perlen durch das Quecksilber, wenn ihr Druck den des Quecksilbers eben überschreitet. Der Gasdruck ist dann 30 mm, da die Marke J so angebracht ist, daß dem Niveau im Hochvakuum eingestellte Quecksilber eine Höhe von 30 mm erreicht, wenn die von der Seite des Hahn'schen Aufsatzes drückenden Gase eben durch die Quecksilberschicht perlen. Der Blasenzähler hat also eine doppelte Aufgabe zu erfüllen: Einmal wird durch die Einstellung der Quecksilberschicht während der Destillation ein konstanter Druck gehalten, darüber hinaus gibt uns der Blasenzähler Auskunft über die Destillationsgeschwindigkeit. Die den Blasenzähler passierenden Gase werden von der Stockpumpe erfaßt und automatisch in vorgelegte Gasometer gepumpt.
Der Druck ist bei unseren Kohlenwasserstoff-Destillationen deshalb so niedrig gewählt worden, um das tote Volumen der Apparatur möglichst klein zu halten. Man ist nicht an diesen

Druck gebunden, und wir selbst haben in andere gelegerten Fällen mit derselben Apparatur, allerdings ohne den Blasenzähler, Druckdestillationen bis 2 Atm. absolut ausgeführt.

Während mit dem Fortschreiten der Destillation die Temperatur im Kühlbad des Siedekölbchens wie bei jeder normalen Destillation stetig langsam gesteigert wird, muß während des Überganges einer Fraktion die Temperatur [1] im Dephlegmatorband konstant gehalten werden (maßgeige Differenz +- 1°). Das Ende einer Fraktion ist daran zu erkennen, daß kein Gas mehr den Blasenzähler passiert. Jetzt wird die Dephlegmatortemperatur soweit gesteigert, bis die nächste Fraktion destilliert. Die inzwischen übergegangenen wenigen ccm Gas werden als Zwischenfraktion aufgefangen und bei Errechnung der Analysenwerte zur Hälfte der vorangegangenen und zur Hälfte der nachfolgenden Fraktion zugeschlagen. Nach Überdestillieren der zweiten Fraktion wird bis zum Destillieren der nächsten eine weitere Zwischenfraktion aufgefangen. So geht die Destillation fort, bis zum Schluß die Benzin-Kohlenwasserstoffe destillieren. Diese Stoffe nimmt man nicht mehr mit der Stockpumpe abgepumpt werden; da sie sich hier kondensieren würden, sondern werden im Meßkolben F aufgefangen und dort gemessen.

Der Fortschritt gegenüber der ersten Methode liegt in der genauen Beobachtung des Rückflusses. In Verein mit einem exakten Konstanthalten der Dephlegmatortemperatur und einem langsamen Destillieren derart, daß man zum Fraktionieren von ca. 1000 ccm Gasgemisch Zeitraum 2 - 2½ Stunden gebraucht, läßt sich eine ganz erhebliche Genauigkeit in der Bestimmung herausholen. So gelingt es, i-Butan neben n-Butan ebenso durch

---

1) Die Temperaturmessung ist die gleiche wie in früheren Berichten. Wir benutzen geeichte Platinthermometer und kontrollieren die Temperaturen in den Bäder, in Mantelgefäßen und am Ausgang des Kapillarrohres. Während wir jedoch früher die Hauptmessung am Ausgang des Kapillarrohres angesehen haben, wird jetzt meistens die am Ausgang der Mantelgefäßen die größte Beachtung der Temperaturmessung im Mantelgefäßen hat, denn die Temperatur gegenüber der Außenluft beeinflußt am Ausgang schon stärker von der wärmeren Raumluft beeinflußt wird. - Der Erreichung einer gleichmäßigen Temperatur in den Mantelgefäßen arbeiten wir auch jetzt mit den in der früheren Arbeit beschriebenen Gasrührern. Die verlangte Temperaturkonstanz wird, wie schon häufig erwähnt, durch wiederholte Zugabe geringer Mengen flüssigen Stickstoffs erreicht.

KODAK SAFETY FILM

einmalige Destillation zu trennen, wie man weiter Aethylen neben Aethan mit guter Genauigkeit auseinander fraktionieren kann. Propylen fällt mit dem Propan an, der Anteil des ungesättigten Kohlenwasserstoffs muss durch Brombestimmung ermittelt werden. Sind neben den Butanen Butylene in grösserer Konzentration (über 5 %) vorhanden, dann kann i-Butan von n-Butan nicht mehr hinreichend genau getrennt werden. In diesem Falle empfiehlt es sich, die Butane zunächst als Sammelfraktion aufzufangen, den ungesättigten Anteil durch Bromabsorption zu entfernen und dann in Restgas i- und n-Butan durch fraktionierte Destillation zu bestimmen. Eine Reihe von Probeanalysen (Fig. 2) am Schluss der Arbeit zeigen, mit welch grosser Genauigkeit die Kohlenwasserstoffe durch fraktionierte Destillation zu trennen sind.

Es sei noch darauf hingewiesen, dass derartige Genauigkeiten nur dann zu erzielen sind, wenn bei der Destillation der einzelnen Kohlenwasserstoff-Fraktionen keine Fremdsubstanzen, wie SO_2, H_2S oder SO_3 vorhanden sind. Diese Stoffe würden eine scharfe Trennung verhindern, deshalb ist es notwendig, normalerweise Gase in genügender Menge (über 2 %) in Destillationsgut vorhanden sind, die durch Laugenabsorption vorher zu entfernen.

In vorliegender Arbeit ist beschrieben worden, dass in der Destillationsapparatur durch Vornahme einiger Verbesserungen Kohlenwasserstoff-Analysen mit der gleichen Genauigkeit wie in der Stockapparatur durchführen lässt. Beide Methoden werden jetzt von uns benutzt und ergänzen sich auf das Beste. Die Stockmethode wird mit Vorteil bei Kohlenwasserstoffgasen Sorge benutzt, während nach der Destillationsmethode gerade die Gasgemische mit hohen Kohlenwasserstoffgehalten günstiger zu untersuchen sind, da hier die einzelnen Fraktionen wegen der auftretenden Zwischenfraktionen nicht zu klein ausfallen. Darüber hinaus haben beide Apparaturen einen weit grösseren Anwendungsbereich und sind in der Lage, Gasgemische unter dann mit ausreichender Genauigkeit in ihre Komponenten zu zerlegen, wenn die Dampfdruckkurven der Komponenten [1] hinreichend

1) Ausgenommen sind natürlich Substanzgemische mit ähnlichen Siedeverhältnissen.

00001662

weit auseinander liegen. Sollten sich in einem Falle zwei oder mehrere Komponenten eines Gemisches nicht auseinander fraktionieren lassen, so wird eine chemische Methode in der Lage sein, deren Menge einzeln zu bestimmen. Ob in einem Falle die Stockmethode oder die Destillationsmethode zu wählen ist, ist eine reine Zweckmässigkeitsfrage. Als Grenzen für beide Methoden in der jetzigen Form ist anzugeben, dass sie die Komponenten nur soweit trennen können, soweit sie einerseits einen Siedepunkt unter etwa +100° besitzen und auf der anderen Seite bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs keinen Dampfdruck haben. Zu der zuerst genannten Einschränkung ist zu sagen, dass Stoffe, die diesen Rahmen überschreiten, nicht in das Gebiet der Gasanalyse fallen. Zur Untersuchung der sogenannten permanenten Gase steht uns in der Drehschmidt-Apparatur weiter eine Analysenmethode zur Verfügung, deren Exaktheit für normale Analysen vollkommen ausreichend ist.

Leuna Werke, den 5. April 1933.

Verteiler:

Dr. v. Stauss/Dr. Koppe	1
Überlandzentrale	1
Dr. Schrader/Dr. Krebsschmerber	1
Dr. Bergius/Dr. Sommerfeld	1
Dr. Wolf/Dr.	1
Archiv	5
	10

00001662

weit auseinander liegen. Sollten sich in einem Falle zwei oder mehrere Komponenten eines Gemisches nicht auseinander fraktionieren lassen, so wird eine chemische Methode in der Lage sein, deren Menge einzeln zu bestimmen. Ob in einem Falle die Stockmethode oder die Destillationsmethode zu wählen ist, ist eine reine Zweckmässigkeitsfrage. Als Grenzen für beide Methoden in der jetzigen Form ist anzugeben, dass sie die Komponenten nur soweit trennen können, soweit sie einerseits einen Siedepunkt unter etwa +100° besitzen und auf der anderen Seite bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs keinen Dampfdruck haben. Zu der zuerst genannten Einschränkung ist zu sagen, dass Stoffe, die diesen Rahmen überschreiten, nicht in das Gebiet der Gasanalyse fallen. Zur Untersuchung der sogenannten permanenten Gase steht uns in der Buchholz-Apparatur weiter eine Analysenmethode zur Verfügung, deren Exaktheit für normale Analysen vollkommen ausreichend ist.

Berlin-Charlottenburg, den 5. April 1933.

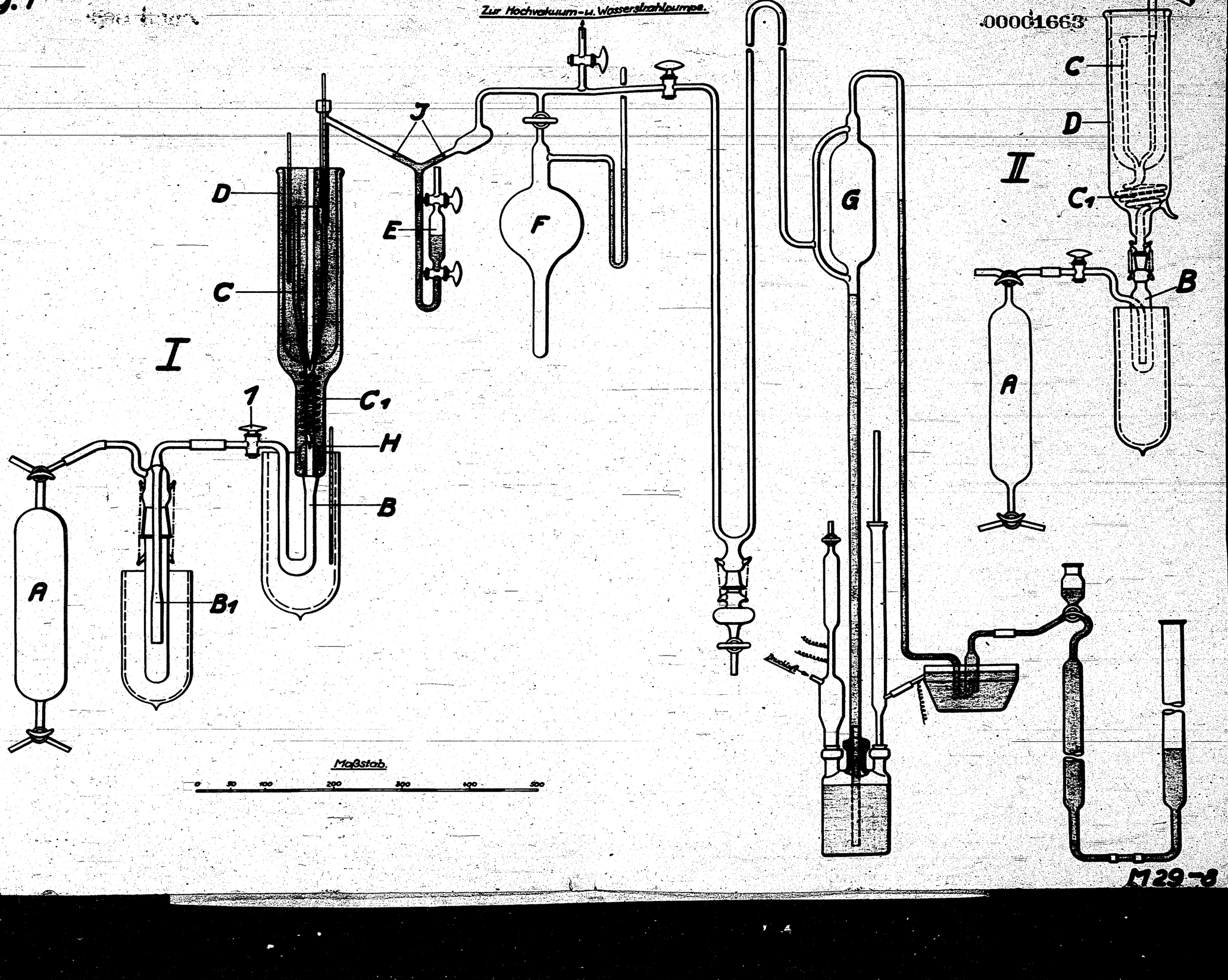
Verteil

Dr. v. Stacker/Dr. Koppe	1
Oberstlt. Dahel	1
Dr. Schmidt/Dr. Hochschwender	1
Dr. Herold/Dr. Dannenmann	1
Dr. Winterfeld	1
Registr.	5
	10

.0000 1663

Fig. 1

Zur Hochvakuum-u. Wasserstrahlpumpe.



M29-8

KODAK SAFETY FILM

Fraktionierte Destillation von Kohlenwasserstoffgemischen bei 30 mm Druck.

Fig. 2

00001684

Versuch 1

Methan
Molgew. 17.1

Äthan
Molgew. 30.0

Propan
Molgew. 43.3

i Butan
Molgew. 57.6

n Butan
Molgew. 57.5

i Pentan

	Eingeführt		Erhalten	
Methan	202,0 cm³	16,8 %	209,5 cm³	16,7 %
Äthan	196,5 "	16,3 "	194,5 "	16,2 "
Propan	204,0 "	17,1 "	216,5 "	17,8 "
i Butan	201,0 "	16,7 "	216,5 "	18,1 "
n Butan	200,5 "	16,6 "	179,5 "	15,0 "
i Pentan	198,5 "	16,5 "	198,5 "	16,6 "
	1204,5 cm³	100,0 %	1199,0 cm³	100,0 %

Versuch 2

Methan
Molgew. 17.1

Äthan
Molgew. 29.3

Propan
Molgew. 43.2

i Butan
Molgew. 56.8

n Butan
Molgew. 57.6

i Pentan

	Eingeführt		Erhalten	
Methan	209 cm³	15,1 %	209,5 cm³	15,5 %
Äthan	215,0 "	15,2 "	206,5 "	15,7 "
Propan	236,0 "	17,0 "	241,5 "	18,4 "
i Butan	235,0 "	17,1 "	232,5 "	17,7 "
n Butan	234,0 "	17,1 "	230,0 "	17,5 "
i Pentan	264,0 "	19,4 "	199,0 "	15,2 "
	1324,0 cm³	100,0 %	1313,0 cm³	100,0 %

Versuch 3

Methan
Molgew. 16.5

Äthylen
Molgew. 28.0

Äthan
Molgew. 30.0

	Eingeführt		Erhalten	
Methan	322,0 cm³	24,1 %	322,0 cm³	24,3 %
Äthylen	472,0 "	35,3 "	469,0 "	35,2 %
Äthan	543,0 "	40,6 "	539,5 "	40,5 %
	1337,0 cm³	100,0 %	1330,5 cm³	100,0 %

Versuch 4

Methan
Molgew. 17.1

Äthan
Molgew. 29.3

Propan
Molgew. 44.0

i Butan
Molgew. 57.4

n Butan
Molgew. 57.4

	Eingeführt		Erhalten	
Methan	190,5 cm³	21,2 %	185,0 cm³	20,8 %
Äthan	56,0 "	6,2 "	50,0 "	5,6 "
Propan	319,5 "	35,7 "	306,0 "	34,5 "
i Butan	308,5 "	34,4 "	282,0 "	31,7 "
n Butan	23,0 "	2,5 "	30,5 "	3,4 "
	896,5 cm³	100,0 %	893,5 cm³	100,0 %

Dephlegmator-Temperatur

cm³ Gas

100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 1100 1200 1300

---------- eingeführte KW
———— gefundene KW

M 30 – 8
0,5 6.5.43

DK 621.892 Deutsche Normen 2. Ausg. Febr. 1936

Prüfung von Schmierstoffen

Zähigkeit (Viskosität)

00001665

DIN DVM 3655

Copyright by Dinorm
Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet — Anschrift: Dinorm, Berlin NW 7, Dorotheenstraße 40
Gegenüber Ausgabe November 1932 zu beachten: Abschnitt „Umrechnung" ergänzt.

Begriff

1 Zähigkeit (Viskosität) oder innere Reibung ist die Eigenschaft einer Flüssigkeit, der gegenseitigen Verschiebung zweier benachbarter Schichten einen Widerstand entgegenzusetzen.

Zweck der Prüfung

2 Die Zähigkeit der Schmierstoffe muß so groß sein, daß die flüssige Reibung zwischen den gleitenden Teilen während des Betriebes aufrecht erhalten bleibt, d. h., daß die Belastung und die Bewegungsvorgänge im Betriebe den Schmierstoff nur in dem Maße zwischen den gleitenden Teilen herausdrücken, wie es durch Schmiervorrichtungen oder Bewegungsvorgänge zugeführt wird. Es ist gebräuchlich, die Zähigkeit der dünnflüssigen Öle (Spindelöle) bei 20°C, die der gewöhnlichen Maschinenöle bei 50°C und die der Zylinderöle bei 100°C anzugeben. Da die Zähigkeit der Öle mit wachsender Temperatur stark abnimmt, legt man der eingehenden Beurteilung eines Öles zweckmäßig die aus Messungen bei mindestens drei verschiedenen Temperaturen abgeleitete Zähigkeitskurve (vorteilhaft in logarithmischem Maßstab) zugrunde.

3 Die Schmiereigenschaften der Öle und die beim Betrieb auftretenden Reibungsverluste können allgemein aus der Zähigkeit allein nicht abgeleitet werden.

Maßeinheiten

4 Im CGS-System sind die Maßeinheiten für die dynamische Zähigkeit $gcm^{-1}\,sek^{-1}$ und für die kinematische Zähigkeit $cm^2\,sek^{-1}$. Als konventionelle Maße sind in Gebrauch in Deutschland der Englergrad (E), in England die Redwood-Sekundenzahl (R), in Amerika die Saybolt-Sekundenzahl (S).

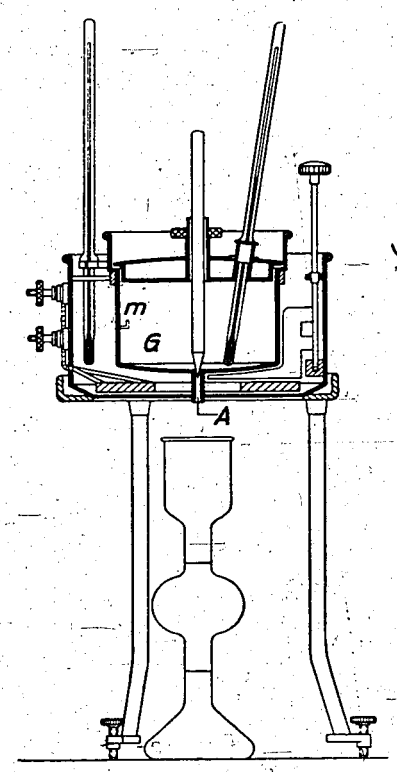


Bild 1

Bei laminarer Strömung einer Flüssigkeit sind die 5
darin auftretenden Schubspannungen proportional der Geschwindigkeitsänderung senkrecht zur Strömungsrichtung. Der Proportionalitätsfaktor (η) heißt dynamische Zähigkeit. Ihre Einheit im CGS-System führt den Namen Poise (P), der hundertste Teil davon Centipoise (cP). Wasser von 20,2°C hat die dynamische Zähigkeit 1 cP, Rüböl bei 20°C rund 1 P. Im technischen Maßsystem erhält man die dynamische Zähigkeit in $kg \cdot sek \cdot m^{-2}$, wenn man sie in Poise durch 98,1 dividiert.

Kinematische Zähigkeit (ν)[1] $[cm^2 sek^{-1}]$ 6
ist der Quotient

$$\frac{\text{dynamische Zähigkeit } \eta}{\text{Dichte der Flüssigkeit}} \Big\} \text{ beide Werte für die gleiche Temperatur genommen.}$$

Der Englergrad (E) ist das Verhältnis 7

$$\frac{\text{Ausflußzeit von 200 cm}^3\text{ Öl bei der Meßtemperatur}}{\text{Ausflußzeit von 200 cm}^3\text{ destilliertem Wasser b. 20°.}}$$

Die Ausflußzeit von Wasser bei 20°C ist ein für allemal bei der Eichung jedes Viskosimeters (Zähigkeitsmessers) zu ermitteln (Schiedsmessungen durch die Physikalisch-Technische Reichsanstalt, Berlin).

Bei den im Ausland gebräuchlichen Viskosimetern 8
(Zähigkeitsmessern) nach Redwood und Saybolt wird als Zähigkeitsmaß die Ausflußzeit in Sekunden (R bzw. S) angegeben.

Prüfgeräte

Das Engler-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) 9
ist in Bild 1 dargestellt. Die Maße, soweit sie die Auslaufzeit beeinflussen, sind in Bild 2 festgelegt. Zur Ermittlung der dynamischen und der kinematischen Zähigkeit können u. a. das Vogel-Ossag- oder das Lawaczeck-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) benutzt werden.

Prüfverfahren

Man filtert eine Ölmenge von etwa 250 cm^3 durch 10
ein Sieb von 0,3 mm Maschenweite (Prüfsiebgewebe Nr. 20 DIN 1171), erwärmt sie auf die

1) Es wird vorgeschlagen, die Einheit der kinematischen Zähigkeit Stok (abgekürzt St, nach Stokes), den hundertsten Teil Centistok (abgekürzt c St) zu nennen.

Maße in mm

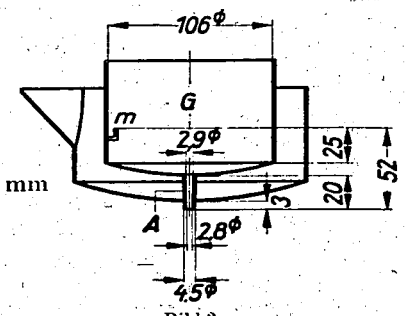


Bild 2

Abmessungen des Viskosimeter- (Zähigkeitsmesser-) Gefäßes mit den festgelegten Fehlergrenzen

		Fehlergrenze
a)	Für das innen vergoldete Gefäß *G*:	
	Weite (innerer Durchmesser)	106 mm ± 1,0 mm
	Höhe des zylindrischen Teils unterhalb der Markenspitzen *m*	25 mm ± 1,0 mm
	Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrchenmündung	52 mm ± 0,5 mm
b)	Für das Ausflußröhrchen *A*:	
	Länge	20 mm ± 0,10 mm
	Weite (innerer Durchmesser):	
	oben	2,90 mm ± 0,02 mm
	unten	2,80 mm + 0,02 mm
	der aus dem äußeren Gefäß unten hervorragende Teil des Röhrchens:	
	Höhe	3,0 mm ± 0,3 mm
	Außendurchmesser	4,5 mm ± 0,2 mm

big
3043, 30/4.02
target

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik Fortsetzung Seite 2

Alleinverkauf der Normblätter durch Beuth-Vertrieb GmbH (früher Beuth-Verlag) Berlin SW 68

00001666

Prüfung von Schmierstoffen

Zähigkeit (Viskosität)

DIN
DVM 3655

Meßtemperatur und füllt sie in das Meßgerät, das vorher so ausgerichtet sein muß, daß die drei Markenspitzen m (Bild 1 und 2) in einer waagerechten Ebene liegen. Durch wiederholtes Lüften des Verschlußstiftes füllt man das Ausflußröhrchen ganz mit der Versuchsflüssigkeit und benetzt die Fläche der unteren Mündung, so daß ein Tropfen hängen bleibt. Um den Flüssigkeitsstand genau auf die Markenspitzen einzustellen, saugt man den Überschuß mit einer Pipette ab. Dann setzt man den Deckel auf das Gefäß G und wartet ab, bis das im Gefäß befindliche Thermometer (Bild 1) die Meßtemperatur genau anzeigt. Die Versuchsflüssigkeit ist dabei zu rühren, indem das Thermometer durch Hin- und Herdrehen des Deckels darin bewegt wird. Die Temperatur des Wasserbades soll betragen:

20°C bei 20°C Meßtemperatur
50,25°C bei 50°C „
101°C bei 100°C „

Nach Einstellung der Temperaturen läßt man durch Anheben des Verschlußstiftes 200 cm³ Prüföl in einen untergestellten Meßkolben laufen und mißt die Ausflußzeit mit einer Stoppuhr. Während der Messung ist lediglich das Thermometer im Wasserbade zu beobachten und die Temperatur des Wasserbades danach konstant zu halten. Die Quecksilbersäule des Thermometers im Gefäß G sinkt, da sie von Flüssigkeit entblößt wird.

11 Die Ausflußmenge ist in einem gereinigten trockenen auf Einguß geeichten Meßkolben 200 E DENOG 48 zu messen.

12 Für dickflüssige Öle können Engler-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) nach Ubbelohde verwendet werden, in die ein kleineres Ölgefäß (Zehntel-Gefäß) eingesetzt werden kann. Für Annäherungsbestimmungen der Ausflußzeit von 200 cm³ genügt es, bei dickflüssigen Ölen die Ausflußzeit von 20, 50 oder 100 cm³ zu messen, die entsprechend mit 11,95, 5,05 oder 2,35 zu multiplizieren sind.

Umrechnung [1])

13 Die konventionellen Meßzahlen der Zähigkeit in Englergraden bzw. Redwood- oder Saybolt-Sekunden geben kein zutreffendes Bild von der wirklichen Zähigkeit der Schmierstoffe. Deshalb empfiehlt sich, der Angabe in Englergraden stets die kinematische Zähigkeit in absolutem Maß in Klammern hinzuzufügen. Zur Umrechnung dient die nebenstehende Tafel, die zum Vergleich auch die Redwood-Sekundenzahlen und Saybolt-Sekundenzahlen enthält.

Prüffehler

14 Da die Zähigkeit sehr stark von der Temperatur abhängt, muß bei allen Messungen die Temperatur des Wasserbades sorgfältig konstant gehalten werden.

15 Für nicht homogene und für kolloide Flüssigkeiten (Emulsionsöle, Fette, stark paraffinhaltige Öle) sind die beschriebenen Meßverfahren nur bedingt verwendbar. Bei stark paraffinhaltigen Ölen z. B. kann man nur dann auf zuverlässige Ergebnisse rechnen, wenn die Meßtemperatur wesentlich (etwa 30° bis 50°C) über dem Stockpunkt des betreffenden Öles liegt.

Toleranzen

16

Meßtemperatur	Englergrad	Toleranz
20°C	bis 10 E	± 1 E
	über 10 E	± 10 %
50°C	bis 10 E	± 0,5 E
	über 10 E	± 5 %
100°C		± 10 %

Tafel

17 zur Umrechnung von Englergraden, Redwood- und Saybolt-Sekundenzahlen in kinematische Zähigkeit.

Absolutes Maß	Konventionelle Maße		
Kinematische Zähigkeit*) ν cm²/sek	Englergrade E sek/sek	Redwood-Sekundenzahl R sek	Saybolt-Sekundenzahl S sek
0,010	1,00	29,2	31,1
0,018	1,10	30,5	32,9
0,028	1,20	32,8	35,6
0,039	1,30	35,4	38,8
0,050	1,40	38,2	42,1
0,0625	1,50	41,4	46,0
0,0745	1,60	44,9	49,6
0,085	1,70	48,2	53,8
0,096	1,80	51,0	57,8
0,107	1,90	54,5	62,1
0,118	2,00	57,9	66,3
0,128	2,10	61,1	70,0
0,138	2,20	64,5	73,6
0,148	2,30	67,8	77,2
0,157	2,40	70,8	81,2
0,166	2,50	73,7	85,2
0,211	3,00	89,0	104
0,254	3,50	105	122
0,293	1,00	119	140
0,333	4,50	133	157
0,373	5,00	149	174
0,412	5,50	163	192
0,451	6,00	178	209
0,529	7,00	206	242

18 Für Werte, die größer als 7 E sind, gelten die Gleichungen:

$$\nu = 0{,}076\ E$$
$$R = 29{,}2\ E$$
$$S = 34{,}5\ E$$

Die Tafelwerte sind unabhängig von der Meßtemperatur.

*) Bei der Berechnung der flüssigen Lagerreibung ist die dynamische Zähigkeit η einzusetzen, die aus der kinematischen Zähigkeit ν durch Multiplikation mit der Dichte erhalten wird (vgl. Ziffer 6). Näherungsweise kann man die Dichte von Ölen mit 0,9 g/cm³ annehmen; damit ist

$$\eta = 0{,}9\,\nu \left[\frac{cm^2}{sek} \cdot \frac{g}{cm^3}\right] = 0{,}9\,\nu \left[\frac{g}{sek \cdot cm}\right].$$

Für technische Rechnungen verwendet man meist das kg-m-sek-System. Man erhält dann:

$$\eta = \frac{0{,}9\,\nu}{981} \cdot \frac{100^2}{1000} \sim \frac{0{,}9}{100}\,\nu \left[\frac{kg \cdot sek}{m^2}\right].$$

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Toleranz	siehe DIN DVM 3652	Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653	Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654	Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656	Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657		

1) Empfohlen wird die Auswertung der Meßergebnisse mit dem Temperaturviskositätsblatt. (Siehe Ubbelohde, Zur Viskosimetrie, Verlag S. Hirzel, Leipzig C 1.)

DK 621.892 Deutsche Normen 2. Ausg. Febr. 1936

Prüfung von Schmierstoffen

Neutralisationszahl (bisher Säurezahl [1])

DIN DVM 3658

00001667

Copyright by Dinorm
Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet — Anschrift: Dinorm, Berlin NW 7, Dorotheenstraße 40
Gegenüber Ausgabe November 1932 zu beachten: Abschnitte 4 und 6 teilweise überarbeitet.

Begriff

1 Unter Neutralisationszahl versteht man bei Schmierstoffen die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, welche die freien Säuren in 1 g des Öles neutralisiert.

Zweck der Prüfung

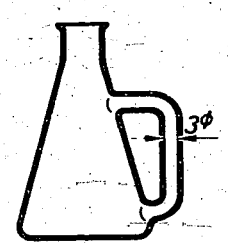
2 Freie Mineralsäure, die von der Raffination der Schmieröle herrühren könnte, soll in Schmierölen überhaupt nicht vorhanden sein, weil sonst die mit dem Öl in Berührung kommenden Metallteile angegriffen werden. Freie organische Säuren kommen als Naphthensäuren in fast allen Schmierölen vor, als freie Fettsäuren gelegentlich in gefetteten (kompoundierten) Ölen. Sie bilden sich beim Altern der Öle stets in mehr oder minder großen Mengen neu. Ein zu hoher Gehalt an Naphthensäuren im frischen Schmieröl ist wegen des möglichen Angriffs auf die Maschinenteile unerwünscht.

Maßeinheit

3 mg Kaliumhydroxyd/g Öl

Prüfgerät

4 Zur Bestimmung der Neutralisationszahl verwendet man zweckmäßig einen Erlenmeyer-Kolben 300 DENOG 11 aus Glas der 1. hydrolytischen Klasse mit seitlichem Ansatzrohr von 3 mm lichter Weite, in dem der Farbumschlag auch bei dunkel gefärbten Ölen noch gut sichtbar ist. (Sogenannter Baader-Kolben.)



Prüfverfahren

Prüfung auf wasserlösliche Säuren

5 100 g des Öles werden mit 100 cm³ destilliertem Wasser in einem Erlenmeyer-Kolben 300 DENOG 11 auf dem Wasserbade einige Zeit erwärmt und wiederholt gut durchgeschüttelt. Man filtert die wässerige Lösung durch ein mit destilliertem Wasser angefeuchtetes Filter ab und setzt zu einem Teil des Filtrates 1 bis 2 Tropfen Methylorange-Lösung (0,1 % in destilliertem Wasser gelöst) hinzu. Färbt sich die Lösung rot, so sind freie Mineralsäuren oder niedrig molekulare organische Säuren vorhanden. Zur quantitativen Bestimmung der wasserlöslichen Säuren wird ein gemessener Teil des wässerigen Filtrates mit $^1/_{10}$ normaler wässeriger Kalilauge unter Zusatz von Methylorange als Indikator titriert, bis die rote Farbe der Lösung verschwindet.

Prüfung auf Gesamtsäuren

6 Man stellt zunächst ein Lösungsgemisch her, indem man 1,20 g Alkaliblau 6 B zur Analyse in einem Gemisch von 1000 cm³ Reinbenzol und 1500 cm³ 99 %igem Alkohol auflöst, der mit 1 % Petroleum-Benzin oder Normalbenzin vergällt ist; man läßt über Nacht absitzen und filtert die blanke Lösung von dem Ungelösten ab. In dem vorher beschriebenen Baader-Kolben mit dem seitlichen Glasrohr wägt man 10 g des zu untersuchenden Öles ab, bei stark säurehaltigen Ölen entsprechend weniger, gibt 40 cm³ des Lösungsgemisches dazu und bringt das Öl durch Umschwenken, bei dicken Ölen erforderlichenfalls unter gelindem Anwärmen, in Lösung. Man titriert jetzt unter ständigem Schwenken des Kolbens möglichst rasch mit alkoholischer $^1/_{10}$ normaler Kalilauge, bis in dem seitlichen Glasrohr der Farbumschlag von Blau in Rot erfolgt. Der Verbrauch an Kalilauge sei a cm³. In gleicher Weise titriert man 40 cm³ des Lösungsgemisches ohne Ölzusatz, um die im Lösungsmittel vorhandenen freien Säuren zu erfassen und den Einfluß der Alkalität der Glasgefäße auszuschalten. Werden hierbei b cm³ $^1/_{10}$ normaler Lauge verbraucht, so erhält man bei einer Einwaage von c g Öl die Neutralisationszahl aus der Gleichung

$$\text{Neutralisationszahl} = \frac{(a-b)\cdot 5{,}611}{c}$$

7 Bei dunklen Ölen, bei denen der Umschlagspunkt nur schwer zu erkennen ist, kann das Verfahren des Ausschüttelns nach Holde benutzt werden (vgl. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 6. Aufl. Seite 72 bis 73).

Prüffehler

8 Bei Neutralisationszahlen

bis 0,5	± 0,05 [2])
über 0,5 bis 2	± 10 %
über 2	± 5 %

1) In der Chemie der verseifbaren Fette und fetten öle versteht man unter Säurezahl die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die zur Absättigung der in 1 g Fett enthaltenen freien organischen Säuren nötig sind.

2) Diese Angabe ist ein Additionswert zu den Anforderungen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik

Alleinverkauf der Normblätter durch Beuth-Vertrieb GmbH (früher Beuth-Verlag) Berlin SW 68