

Mineralölaufbereitung, sowie Sulfonate von hydrierten Braunkohlenteeren in der beschriebenen Weise zweckentsprechend gewaschen und vom sauren Waschwasser nach eindeutiger Schichtentrennung abgetrennt, so lassen sie sich mit Ammoniak 0,910 oder Kalilauge von 25-40°Be bequem neutralisieren. Lange vor Erreichen des pH 7 schlägt die Farbe der schwarzen Säureteere in ein intensives Laubgrün um, bei pH 7-8 aber in ein leuchtendes Rotbraun. Dieses derart neutralisierte Oelharzsulfonat ist bei pH 7-8 in jeder Menge Wasser blank löslich, scheidet aber nach längerem Stehen, besonders in Verdünnungen mit Wasser, mitgerissene Oelanteile ab, so dass es sich für die beabsichtigte weitere Verwendung dieses Produktes unbedingt empfiehlt, dasselbe noch mit Benzin oder Benzol zu extrahieren und damit die Kohlenwasserstoffanteile insgesamt zu entfernen. Die Erfahrung zeigt, dass bei Verunreinigung dieser oleophoben Oelharzsulfonate durch Kohlenwasserstofföle auch im alkalischen pH-Gebiet Korrosionsneigung gegenüber Metallen besteht.

Die in beschriebener Weise neutralisierten und gereinigten Oelharzsulfonate sind hydrophyle Schmierstoffe von ausgesprochener Grenzflächenwirksamkeit und damit Schmierfähigkeit. Die nachfolgende Zahlenaufstellung gibt Resultate wieder, die in der Almen-Wieland-Oelprüfmaschine mit ammoniakalischem Oelharzsulfonat (pH 8) einerseits, Bohrröl (pH 8) der üblichen Erzeugung, Mineralölraffinat und aktiviertem Mineralöl, sog. "Schneidöl" (gefettet und faktisiert) andererseits erhalten wurden. Das wasserlösliche Oelharzsulfonat, sowie das wasser-emulgierbare Bohrröl hatten vergleichsweise 90% Wassergehalt. In der Tabelle bedeuten: p Lagerbelastung in kg, R die erhaltenen Werte Reibungskraft (Umfangskraft) in kg und die Reibungszahl = R/p.

Werte für p	Ammoniakal. Oelharzsulf.	Bohrröl	Mineralöl- raffiniert	Schneidöl aktiviert
	Werte für	R	
62,5	0	0	9	5
125,0	0	2	23	19
187,5	0	4	40	33
250,0	0	9	56	53
312,5	5	23	87	74
375,0	24	39	--	95
437,5	26	63	3)	108
500,0	37	68		119
562,5	58	100-250		138
625,0	88-97	--		157
687,5	102-112	2)		---
750,0	146-135			4)
812,5	134-125			
875,0	144-140			
937,5	156-152			
1000	1)			

Ann.: Beim Versuchslauf der kleinen Prüflager der Almen-Wieland-Oelprüfmaschine zeigte sich 1) mit ammoniakalischer Oelharzsulfonat-Wasserlösung mit steigender Belastung anfangs verzögertes, dann sprunghaft ansteigendes Anwachsen der Reibungswerte, ohne dass es zu einem Verfressen von Zapfen und Lager kam. Der Versuch wurde

bei 1000 kg Belastung abgebrochen, da das Prüflager unter Reibungsschwingungen zu pfeifen begann. Bei Eröffnung des Lagers war eine raue Spur zu sehen und etwas Schleifstaub in der Flüssigkeit, wohl ein Zeichen für Abrieb, aber auch ein Zeichen für die Verhinderung des Verschweissens der Gleitflächen. 2) Bei Verwendung 10%iger Behröl-Emulsion war die Belastbarkeit des Lagers zusehends geringer; zudem lief der Zapfen in den Lagerschalen mit einem breiten Wulst der Verarschweissung fest. 3) Es ist bekannt, dass Mineralölraffinate als einfache Kohlenwasserstofföle ohne ausgeprägte Grenzflächenaktivität sind, weshalb auch hier bei schon geringer Belastung ein Zerreißen des Schmierfilms und ein Verschweissen der Gleitflächen erfolgte. 4) Das gleiche Mineralöl, durch Zusatz von 1,5% Schwefel in 5% Rüböl aktiviert, wird filmfester, erreicht aber noch nicht die Wirkung der 10%igen Oelharzsulfonat-Lösung.

Ausführungsbeispiel:

1000 Teile Spindelöl werden bei Raumtemperatur innerhalb 30 Minuten mit 180 Teilen Oleum behandelt, wobei die Temperatur auf 420°C ansteigt. Nach dreistündigem Abstehen kann in 840 Teile raffiniertes Öl und 310 Teile Säureteer geschieden werden. Das raffinierte Öl enthält neben Säurespuren öllösliche Sulfonate, weshalb es mit einem Gemisch von 200 Teilen Methanol und 200 Teilen Wasser ausgeschüttelt wird. Nach achtstündigem Stehen kann in 410 Teile einer alkoholischen Emulsion und 830 Teile eines von Emulsion noch getrübbten Oelraffinates getrennt werden. Die alkoholische Emulsion liefert nach Abdestillieren des Alkoholes und eines Teiles von Wasser ein lichtocker-farbenes, opalisierendes Öl von hoher Emulsionskraft. - Der Säureteer wird sofort nach der Trennung von Öl mit 200 Teilen Wasser gewaschen. Es können nach dreistündigem Stehen 260 Teile Sauerwasser abgezogen werden. Neutralisation mit 240 Teilen 25%iger Kalilauge führt schliesslich zu einem rotbraunen Produkt, das ein aussergewöhnlich salz- und säurebeständiges Oelharzsulfonat darstellt. Es ist in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar, besitzt indessen kein Emulsionsvermögen für Mineralöl.

Patentansprüche

- 1.) Verfahren zur Herstellung hydrophiler und oleophober Schmierstoffe und Metallbearbeitungsflüssigkeiten, dadurch gekennzeichnet, dass die frisch anfallenden Säureteere der Mineralöl-Raffination mit Schwefelsäure bzw. der Mineralöl-Sulfonierung mit Oleum mit weniger als der gleichen Menge Wasser oder Salzsole gewaschen und neutralisiert, darauf durch Extraktion mit oleophylen und hydrophoben Lösungsmitteln von Mineralölresten befreit werden.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1), dadurch gekennzeichnet, dass beim Raffinieren oder Sulfonieren von Mineralöl-Destillaten bzw. von rohen Erdölen die Durchmischung durch Blasen mit Luft erfolgt.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 1), dadurch gekennzeichnet, dass die Bildung von Na- bzw. K-sulfat in Lösung durch einen Elektrolytzusatz verhindert wird.
- 4.) Verfahren nach Anspruch 1), dadurch gekennzeichnet, dass die zu sulfonierenden oder raffinierenden Kohlenwasserstoffe vorher von Hartasphalten und anderen unerwünschten Bestandteilen durch Behandlung mit wenig Schwefelsäure oder Lösungsmitteln befreit werden.
- 5.) Verfahren zur Verwendung der Erzeugnisse nach Anspruch 1), dadurch gekennzeichnet, dass die isolierten Produkte der Aufarbeitung von Mineralölen und Synthesölen, sowie ihrer natür-

lichen und künstlichen Alterungsprodukte mit Wasserverdünnung im pH-Bereich 7-8 als Lagerschmierstoffe (Druckumlaufschmierung vorausgesetzt), als Zerspanungsflüssigkeiten und als Basisstoffe bei spanloser Metallverformung Verwendung finden."

Das im Ausführungsbeispiel der Patentanmeldung beschriebene Produkt trägt im gegenwärtigen Versuchsstadium die Bezeichnung

"Versuchsprodukt Kadmer-Luere"
kurz "V/Ka-L"

Zur Erprobung dieses Produktes in der Praxis der Maschinenbetriebe sind Mengen erforderlich, die im Hochschul-Laboratorium nicht hergestellt werden können. Die Firma Goldgrabe & Scheff in Bremen, welcher Herr Luere als Chemiker angehört, hat sich indessen bereitgefunden, in ihrem Ausweichbetrieb in Jerichow (Kr. Genthin) eine Versuchsanstalt für eine Tagesleistung von 1000 Litern zu bauen und zur Herstellung von Versuchschargen in Betrieb zu halten.

Um den praktischen Einsatz des V/Ka-L hat sich Herr Ing. H. Diener (VDI), Oelsachbearbeiter der Gauwirtschaftskammer Franken bzw. der R. In. XIII, und des Sparwirtschaftskommissars, in besonders dankenswerter Weise angenommen. Er hat dem Berichtersteller im Gebiet von Nürnberg nicht nur eine ganze Reihe von Firmen der Rüstungsindustrie namhaft gemacht, die mit bestimmten Maschinen zu Versuchen mit V/Ka-L infrage kommen, sondern er selbst überwacht die bereits angelaufenen Versuche und gibt fallweise wertvolle Anregungen, um raschestens zu brauchbaren Ergebnissen zu kommen.

Über den Stand dieser praktischen Versuche mit V/Ka-L wird nachstehend berichtet:

Bei Noris-Zündlicht AG, Nürnberg, kam unter Aufsicht von Betriebsleiter Dirat, erstmals das Ammoniak-abgesättigte Oelharzsulfonat an zwei Bohrmaschinen in Erprobung. Der Schnitt war unbefriedigend, das Ausrosten der gefertigten Kleinteile im Behälter war schon nach ein bis zwei Stunden sehr lebhaft und ausserdem zeigten sich angeblich firnisartige Verklebungen an gleitenden Maschinenteilen. Die Sache schien zunächst also ein eindeutiger Misserfolg und gab zunächst zu der Überlegung Anlass, dass man selbstverständlich nicht NH₃-abgesättigte Oelharzsulfonate zu Schneidwerkzeugen einsetzen dürfe, wenn NH₃-abgesättigte Bohrer seit langem als rostgeneigt bekannt sind. - Der Einsatz von Oelharzsulfonat, abgesättigt mit Kalilauge, und - auf Anweisungen von Ing. Diener - in Verbindung mit Natriumnitritzusatz zwecks Rostverhütung, hatte bereits ein wesentlich besseres Ergebnis. Der Schnitt war jetzt einwandfrei und die Rostbildung war bis auf Spuren von Flugrost zurückgedrängt. An der Aussenseite des Bohrfutters zeigte sich nach längerer Arbeitszeit indessen ein rostähnlicher Anflug, der in Wirklichkeit ein hauchdünner Rückstand des eingetrockneten V/Ka-L war und sich mit Wasser leicht abwachen liess. Unangenehm war, dass die Spindel gegenüber dem Schaltkasten nicht genügend abgedichtet war, ... (es wird in Zukunft ein Filz-Dichtungsring angelegt) sodass wässrige Flüssigkeit in den Schaltkasten eindringen konnte, was sich bald in Schalthemmungen und in einem Warmlaufen des Schaltkastens zu erkennen gab.

Bei Hering AG, Nürnberg-Ziegelstein hat Ing. Diener zwei Versuche angesetzt. - a) Eine Revolver-Drehbank "Prävema" bearbeitete C-armen Wellenstahl St. 0012, der bekanntlich ziemlich rostgeneigt ist, mit einem Viermessel-Revolverkopf (Bohren, Phase-Drehen, Plandrehen, Abstechen) bisher mit Bohrerl in der Verdünnung 1:20. An dessen Stelle wurde V/Ka-L in 2,5%iger wässriger Lösung, KOH-ab-

gesättigt, eingesetzt, mit einem Zusatz von 0,7% Natriumnitrit auf die Flotte. Gefertigt werden 1 mm starke Beilage Scheiben, deren fortgesetztes Abstechen einen ziemlich schweren Zerspanungsvorgang darstellt. Der Schnitt war mit V/Ka-L sehr gut, doch zeigte sich bei vielen der gefertigten Stücke rasch hellroter Rost, während er an der Überwiegenden Zahl derselben überhaupt nicht in Erscheinung trat. Bei Zusatz von 1% Natriumnitrit war der Rost für einen Tag völlig verschwunden, trat dann aber, scheinbar abhängig von Gefüge- und Zusammensetzungsänderungen des Werkstoffes, fallweise wieder in Erscheinung. Sehr nachteilig erwies sich z.B. der weitere Zusatz von 0,1% Soda, der die rostverhütende Wirkung von Natriumnitrit nahezu beseitigte. Beachtenswert war schliesslich, dass sich die an der Drehbank arbeitende Ostarbeiterin über ein Aufquellen der Hände (wie bei Tätigkeit in Wäschereien) beklagte und auf Juckschmerzen hinwies. Unangenehm war schliesslich, möglicherweise auch für die Rostbildung, dass die Pumpe für die 15-Literfüllung ziemlich Falschlufte hatte, sodass die V/Ka-L-Lösung als schaumige, weisse Milch umlief, was schliesslich beseitigt werden konnte. - b) Wesentlich erfreulicher war das Ergebnis mit 2,5%iger V/Ka-L-Lösung an dem benachbart stehenden, wesentlich grösseren Skoda-Revolver-Drehbank, die mit 7 Meisseln weniger rostempfindlichen Stahl St 3712 durch Schrappen, Fein- und Hinterdrehen bearbeitete. Zusatz von 0,7% NaNO_2 zur Flotte ergab nur Spuren von Rostansatz an der Hinterdrehung; mit 1% Natriumnitrit war jede Rostbildung völlig beseitigt. Schnitt und Standzeit der Werkzeuge konnten hier als sehr gut bezeichnet werden.

Bei Metallwarenfabrik Keller & Co. Nürnberg, Humboldtstr. 103, gaben beim Aussengewindeschneiden von Röhren mit 10 mm ϕ aktivierte Schneidöle der Vacuum Oil AG in zweifachem Arbeitsgang (Vorschnitt und Feinschnitt) bei Schnittgeschwindigkeit von 160 U/min nicht immer saubere Gewinde und vor allem durchschnittlich 20% Ausschuss durch rauhe Gewindeflanken und Ueberachneidungen. Die Standzeit der Gewindeschneider betrug mit grossen Schwankungen im Durchschnitt 6-7000 Stück. V/Ka-L liefert nun in den Verdünnungen 1:5, 1:10, ja selbst 1:20 ein viel saubereres Gewinde als die erwähnten Öle, aber die Rostbildung an verschiedenen, durchaus nicht allen gefertigten Stücken war trotz Zusatz von 1% Natriumnitrit unerfreulich. - Steigert man bei diesen Versuchen die Schnittgeschwindigkeit auf 300 U/min, so gibt V/Ka-L in 2,5%iger Lösung immer noch gute Gewindeflanken, aber der Gewindeschneider wird sichtlich überanstrengt und dürfte dadurch an Standzeit verlieren, weshalb eine Versuchsfortsetzung in dieser Richtung unterblieb. - Ueber Anregung von Ing. Diener wurde die Bearbeitung der Röhren mit einem einzigen Schnitt zur Verkürzung der Arbeitszeit vorgenommen, und es zeigte sich, dass die aktivierten Schneidöle versagen und offensichtlich diesen Vorgang nicht zu bewältigen vermögen. Bei V/Ka-L aber ist der Vorgang durchführbar; V/Ka-L gibt auch hier gute Gewindeflanken; allerdings verlangsamte sich der Schnitt und es ist bei dieser Ueberbelastung mit Standzeitverkürzung zu rechnen.

Herr Luers konnte über Versuche mit V/Ka-L bei Automobilfabrik Borgward, Bremen-Sebaldebrück, Werk 3, berichten. Hier wurden versuchsweise Innengewinde M 18 in Sacklöcher von 9 mm ϕ Werkstoff 3411 mit Schnellstahl-Gewindebohrern geschnitten. Mit Shell-Schneidöl MB 22 (13,5% Verseifbares, 4,5% Gesamtschwefel) wurde eine Standzeit von 1200 Stück erreicht, mit V/Ka-L 5%ig, 15%ig und 20%ig ohne NaNO_2 -zusatz, aber mit 1% Tylose als Verdicker, eine Standzeit von 1400 Stück. In beiden Fällen waren die Gewinde sehr schön und ohne Rostenflug. - Mit 1% Kolloidschwefel "Cosan" in wässriger Dispersion

war der Schnitt ebenfalls durchführbar, aber die Gewindeflanken gerieten ziemlich rauh. - (Anm. Wegen Fliegenschadens ist hier die Versuchsfortsetzung nicht möglich.)

Interessant ist es nun, dass ein ganz ähnlicher Vorgang bei Vulkanwerft, Bremen, nämlich das Schneiden von Innengewinden in Saeklöcher von 30 mm ϕ mit Schnellstahl-Gewindebohrern, ein Versagen von V/Ka-L feststellte, dadurch, dass rauhe, recht unansehnliche Gewindeflanken entstanden, während sich eine Emulsion von Shell-Bohröl 1:15 vollauf bewährte.

Zweifellos berechtigen die bisherigen Ergebnisse zu weiteren Einsätzen von V/Ka-L, nunmehr auch in der spanlosen Formung.

Bei Dynamit AG, Nürnberg, beabsichtigt Herr Ing. Gronemann die Verwendung von V/Ka-L anstelle von Seifenlösung beim Tiefziehen kleiner, atramentierter Geschosshülzen. Vgl. hierzu Teilbericht "Schmierstoffprüfung beim Tiefziehen kleiner Geschosshülzen" vom August 1944. Leider stehen einseitigen auch hier der Fortsetzung der Versuche Fliegenschäden entgegen.

Besondere Erwartungen bestehen bei den Vereinigten Deutschen Metallwerken (VDM), Nürnberg-Schweinau, da hier das V/Ka-L einerseits beim Nasszug von SM-Stahl-Draht, andererseits sogar im Beizbad als Zusatz erprobt werden soll. Dieses Versuchsvorhaben des Berichterstatters hat das ganz besondere Interesse der Herren Direktor Rasber, Obering. Berlinger und Ing. Sigmund. Als Versuchsobjekte wurden festgelegt:

a) Nasszug von SM-Stahl-Draht, Zug im sauren Tauchbad in 9 Zügen von 8 mm auf 6,65 mm, Ziehflotte bestehend aus: 12% Zieh fett, 6,5% Schwefelsäure (60%ig) und 81,5% Wasser. Die Ziehdüsen sind hier aus Widia und Kunststein. Der saure Draht wird dann in Stapeln in ein Kupfersulfatbad eingelegt und aus diesem heraus in einem Schmierseifenbad (4% Seife, 96% Wasser) durch Diamantdüse blank gezogen. Planung: Das Zieh fett im sauren Bade wird durch 10% V/Ka-L ersetzt, da dieses gegen die Schwefelsäure nahezu unempfindlich ist, und in dieser Eigenschaft das Zieh fett für jeden Fall übertrifft.

b) Gekalkter Draht wird zunächst im Freckenzug mit Dunkelschmier fett der Sortengruppe 9 durch eine Düse vorgezogen und darauf in ein Beizbad gelegt, das gegenwärtig 3-4% CuSO_4 mit 5% Zieh fett, 28% Schwefelsäure (60%ig) und 63% Wasser enthält. Dieses Bad wurde in seiner Eignung vom Berichtersteller beanstandet, da über der milchig blauen Lösung des Kupfersulfats das Fett als ockergelbe Schumschicht aufgeschwemmt war. Auch hier soll das Zieh fett durch das ungleich säurebeständigere V/Ka-L ersetzt werden. Der gebeizte Draht wird dann ohne weitere Schmierung mit 18% Verjüngung blank gezogen und aufgehaspelt.

M. J. J.

000181

Bag 4062

Target 30/Opportunity

Prof. Dr. W. Theilacker,

University of Tübingen:

1. C A F T assessment report
2. Report on refining oil from
Württemberg oil shale.

Copy
SECRET.

000182

CIOS CONSOLIDATED ADVANCE FIELD TEAM.

ASSESSMENT REPORT.

6 May 1945.

TO : CIOS SECRETARIAT SHAEF REAR.

1.. Target No., Opportunity.

2. Full title of Target : Professor Dr. W. Theilacker.

3. Location: University of Tübingen, Tübingen.

4. Items guarded : None.

5. Description:

Prof. Theilacker has carried out some investigations on removal of sulphur from shale oil for "Reichsamt für Wirtschaftsaufbau". He concludes that the oil contains both elementary sulphur as well as sulphur compounds. A copy of his report is attached.

6. Items guarded: None.

7. Priority assessment: No further investigation recommended.

8. Date of assessment: 2 May 1945.

9. Assessors: Major A.J.Skey
Mr. K.T. Nilsson
CIOS Iem 30 (Group 3) 6th ARMY GROUP.

Bag 4062



000183

6A013171 2

Ölschiefer

Arbeitsberichte

beendet:

angefangen:

19

19

000184

Bericht

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus württ. Ölschiefer".

1. I. 1944 - 31. XII. 1944.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer.
4090 - 0044.

1. Versuche mit Maleinsäureanhydrid (MA). (Forts.)

A) Mit Schieferbenzin:

Estländisches Benzin (J.Z. 39), 100 g mit 15 g MA 9 Stdn. zum Sieden erhitzt, mit Natronlauge abgezogen:

72 g dunkles Neutralbenzin, J.Z. 153 (stark schwankend!)

16 g braune, ölige, alkalilösliche Substanz, J.Z. 61, V.Z. 369,
daraus mittleres Molekulargewicht 80 unter der Annahme, daß
ein Molekül 2 COOH-Gruppen enthält, 512.

Estländisches Benzin, mit Na_2S gereinigt, Fraktion bis 150° (J.Z.
103), 100 g wie oben behandelt:

73,5 g helles Neutralbenzin, J.Z. 129 (stark schwankend!)

5 g braune, ölige, alkali- und ätherlösliche Substanz, V.Z. 444,
daraus MG 253

4 g kolophoniumartige, feste, alkalilösliche, in Äther und Chloroform unlösliche, in Dioxan lösliche Substanz, V.Z. 227,
daraus MG 494.

B) Mit Schieferöl: (Bezeichnungen s. letzter Bericht)

Dott. III, d₄ 0,973, Stockpunkt roh getrocknet -5° , mit Soda,
Natronlauge und Salzsäure gereinigt -4° , MA-Produkte:

Dott. III + 5% MA, Ätherunlösliches, V.Z. 151, MG 745

Ätherlösliches, V.Z. 223, MG 563

Neutralöl, Stockpunkt $-2,5^\circ$

Dott. III + 15% MA, Ätherunlösliches, V.Z. 128, MG 877

Ätherlösliches, V.Z. 140, MG 802

Neutralöl, Stockpunkt $-1,5^\circ$

Dott. III + 30% MA, Ätherunlösliches, V.Z. 199, MG 564

Ätherlösliches, V.Z. 242, MG 463

Neutralöl, Stockpunkt -1°

Estn.II + Stockpunkt roh getrocknet -40° , mit Soda, Natronlauge und Salzsäure gereinigt (phenolfrei) -24° , MA-Produkte:
 Estn.II (phenolfrei) + 15% MA, Ätherlösliches, V.Z. 41, MG 2735
 Ätherlösliches, V.Z. 175, MG 642

Die alkalischen MA-Produkte wurden zur Entfernung des Restes von organischem Lösungsmittel bis auf 200° erhitzt, die so behandelten Produkte sind nicht mehr vollständig in Natronlauge löslich, ungenügend treten bei dieser Temperatur bereits Spaltungen der MA-Produkte ein.

2. Stockpunkte.

Ausser den im vorhergehenden Abschnitt angeführten Stockpunkten wurden noch folgende Stockpunkte bestimmt:

Metzinger Schöl, getrocknet $+9^{\circ}$
 Holzheimer Öl: I $-29,5^{\circ}$ a: Bericht von S.II.43
 II -42°
 III -67° .

3. Untersuchungen an Württ. Schieferöl:

Die Jodzahl nach Wijs wurde bei Dett.III an vier aufeinanderfolgenden Tagen bestimmt, Einwirkungs-dauer 1 Stunde, und folgende Werte gefunden: 94, 81, 89 (wiederholt 89), 79, 86. Temperatur- und Lichteinfluss wurden ausgeschaltet, die Ursache der Schwankungen konnte nicht ermittelt werden.

Einfluss der Einwirkungszeit bei Dett.III:

Zeit	1. Reihe	2. Reihe
10 min	21	-
1/2 Stunde	74, 85, 84	89
1 "	88	85, 93, 91
2 Stunden	91	93
5 "	94	94

Bei der Bestimmung der J.Z. an Kohölen wäre demnach eine längere Einwirkungszeit zu empfehlen, da die J.Z. jedoch bei diesen Ölen nur eine orientierende Bedeutung besitzt, wurde die bisherige Einwirkungs-dauer von 1 Stunde beibehalten.

Zum Vergleich wurde die J.Z. von Cyclonexen nach Wijs bei einer Einwirkungs-dauer von 1 Stunde bestimmt:

Ger. 574, ber. 509.

Zur Bestimmung von Alkoholen wurden 50 g Dett.III (mit Soda, Natronlauge und Salzsäure gereinigt) mit 20 g Ethylsäure-

anhydrid 6 Stunden bis zum beginnenden Sieden erhitzt, nach dem Erkalten in Äther aufgelöst, die ätherische Lösung mit Soda-lösung und 2n. Natronlauge ausgezogen und der alkalische Extrakt nach dem Ausäuern wieder mit Äther ausgezogen. In dem letzteren Ätherauszug befanden sich 0,1 g (ungefähr 0,2%) alkalilösliche Substanz. Das Öl enthält demnach keine Alkohole oder nur solche, die unter diesen Bedingungen sich nicht verestern lassen, sondern Wasser abspalten.

Analog verhält sich ein ebenso vorherbehandeltes estnisches Schieferöl (Estn. II).

4. Phenolfraktion des estnischen Schieferöls.

Von den aus Estn. II mit 2n. Natronlauge ausgezogenen Phenolen wurde eine Probe bei gew. Druck destilliert (anfängs starkes Schäumen), wobei folgendes Bild erhalten wurde:

Siedebereich	Temperatur	Farbe	Charakter
1. Fraktion	250-300°	gelb	
2. "	300-315°	Orangerot	
3. "	315-330°	gelbbraun	schon rasch
4. "	330-345°	rotbraun	schon rasch

Diese Fraktionen stellen nur einen kleinen Teil der destillierten Substanz dar, die Hauptmenge siedet über 345°. Da die Phenolfraktion praktisch erst ab 250° überdestilliert, enthält sie kein Phenol und keine Cresole und Xylole, sondern auch nur homologe einwertige Phenole ab C₁₀, zweiwertige Phenole, sowie Naphtole und Oxidiphenyle enthalten. Eine kristallisierte Substanz konnte bis jetzt aus keiner der obigen Fraktionen erhalten werden.

5. Versuche mit estnischem Schieferbenzin.

A) Trennung in gesättigte und ungesättigte Kohlenstoffe.

Die Trennung wurde wiederholt mit Mercuriacetat an einer Benzinfraction bis 150° auch mit hoch gereinigtem estn. Rohbenzin versucht, jedoch stets mit ungenügendem Erfolg. Beispiel:

	J.Z.
Ausgangsbenzin	103
gesättigte Kohlenstoffe	60
ungesättigte "	108

B) Schieferölbildung.

50 g Estn. Rohbenzin, langsame Zugabe von 10 g Aluminiumchlorid bei 0°, 1 Tag bei gew. Temperatur. Öl mit verd. Salz-

Säure und Wasser gewaschen und getrocknet:

46 ccm, von denen bis 275° bei gew. Druck 93% überdestillieren, nochmals destilliert (20ccm Rückstand), J.Z. 90 (Ausgangsbenzin 93)

50 g Rohbenzin, 10 g Aluminiumchlorid langsam bei 0°, 2 Stunden zum Sieden (anfängs starke Nebelbildung!). Mit verd. Salzsäure erwärmt, mit Äther aufgearbeitet (deutliche Verharzung!), ätherische Lösung mit verd. Salzsäure und Wasser gewaschen, über Chlorcalcium getrocknet, und dann Äther in einer grossen Kolonne abdestilliert. Ansatz bis 245° bei gew. Temp. destilliert (ab da Vers.) 30 ccm, zurück bleiben 13 g. Nochmals destilliert: 28 ccm helles Destillat, J.Z. 79, Vers. ab 275°, Rückstand 1,5 g.

200 ccm estn. Rohbenzin, 10 g frisch subl. Aluminiumchlorid langsam bei gew. Temp. (keine seltztere Reaktion), 2-3 Tage bei gew. Temp., Benzin abgegossen, nochmals 10 g Aluminiumchlorid, dann 2-3 Stdn. bei gew. Temp. und 24 Stdn. auf dem siedenden Wasserbad. Mit verd. Salzsäure und Wasser versetzt und gewaschen und über Chlorcalcium getrocknet, 140 ccm.

Destillation: bei gew. Druck bis 200°, 1 (etwas HCl entwickelt!)
bei 15-20 mm bis 200°, 11, 23,0 g helles Öl, das beim Stehen rasch trübungslos,
Rückstand 31 g klar fließendes, dunkles Öl, III.

Jodzahlen:	1	11	111
15 min	96	94	95
60 min	106	96	89

200 ccm estn. Rohbenzin, 10 g frisch subl. Al-chlorid bei gew. Temp., 5-6 Stdn. bei gew. Temp. gerührt. Mit verd. Salzsäure und Äther gewaschen und über Chlorcalcium getrocknet, 180 ccm.
Destillation: Siedebeginn 69°

bei gew. Druck bis 200°, 1, J.Z. 100
bei 15-20 mm bis 200°, 11, J.Z. 121
Rückstand: 18 g dunkles Öl, III, J.Z. 100.

1200 ccm estn. Rohbenzin, 30 g frisch subl. Al-chlorid bei 0°, 5-6 Tage bei gew. Temp. gerührt. Mit verd. Salzsäure und Wasser gewaschen und über Chlorcalcium getrocknet, 1100 ccm.
Destillation wie bei den vorhergehenden Versuchen (anfängs geringe HCl-Entwicklung): Rückstand 100 g dunkles, klar fließendes Öl, J.Z. 102, $d_{20}^{20} = 0,980$, Visk. $_{20}^{20} = 404^{\circ}E$ VP = 5,7
 $d_{20}^{20} = 0,960$, Visk. $_{20}^{20} = 24^{\circ}E$

Öl-Densität 0,47, V.Z. 7, Asche 0, Siedepunkt -14°, Flammpunkt 170°

1900 ccm estn. Rohbenzin, 25 g frisch subl. Al-chlorid bei gew. Temp., 2-3 Tage bei gew. Temp. gerührt. wie beim letzten Versuch aufgearbeitet: Rückstand 30 g dunkles, klar fließendes

ol, S.Z. 1,4, $d_{20}^{20} = 0,982$, Visk.₂₀ = 339⁰ VP = 4,9
V.Z. 1,4, $d_{50}^{20} = 0,962$, Visk.₅₀ = 22⁰U

Die weiteren Konstanten werden noch bestimmt.

Das Viskositäts- Temperatur- Verhalten der so erzeugten Schmier-
öle ist schlecht.

C) Oxidationsversuche.

1) Bei 120° am Silicagel, estn. Benzol, S.Z. 2, V.Z. 3, J.Z. 93.

20 ccm reine öle von Silicagel, bei 200° getrocknet, 75 ccm
Benzin in etwa 1 Stunde durchgezogen (zuerst wasserhell, dann
dunkel). Dann Silicagel bei gew. Temp. mit 75 ccm Methanol
ausgewaschen, ist dunkel gefärbt.

1. Versuch: Benzin S.Z. 0, V.Z. 6
Methanollösung S.Z. 2 (25 ccm)

2. Versuch: Benzin S.Z. 9, V.Z. 9
Methanollösung (66cc) S.Z. 2

3. Versuch (mit 240 ccm Methanol ausgezogen):
Benzin S.Z. 3, V.Z. 11, J.Z. 126
Methanollösung (154 ccm) S.Z. 1

4. Versuch: (mit 120 ccm Methanol ausgezogen), Durchlaufz. 35Std
Benzin S.Z. 8, V.Z. 7, J.Z. 131
Methanollösung (66 ccm) S.Z. 1, V.Z. 6

5. Versuch mit Fraktion bis 15° aus mit Lager gereinigtem
Benzin, mit 90 ccm Methanol ausgezogen:
Benzin S.Z. 1, V.Z. 4, J.Z. 133
Methanollösung (49 ccm) S.Z. 8, V.Z. 4
Ausgangsbenzin S.Z. 3, V.Z. 20, J.Z. 132

6. Versuch mit Fraktion 150-210° aus mit Lager gereinigtem
Benzin, mit 120 ccm ausgezogen:
Benzin S.Z. 2, V.Z. 1, J.Z. 135
Methanollösung (67 ccm) S.Z. 4, V.Z. 13
Ausgangsbenzin S.Z. 0, V.Z. 0, J.Z. 117

Methanolösungen aus allen Versuchen mit Ausnahme von 4) zusam-
mengegeben, mit viel Wasser versetzt, mit Natronlauge alkalisch
gemacht und ausgeethert. Aus dem Überstand nach dem Trocknen
mit Calciumchlorid 31,6 g schmelzbares Öl, V.Z. 0, J.Z. 143.
Alkalische Lösung angesäuert und ausgeethert, aus der ätherischen
Lösung nach dem Trocknen mit Calciumchlorid: 2,6 g ölige Substanz
Auffallend ist, dass das Schmelzöl (V.Z. 3) nach Behandlung mit
Lager eine V.Z. von 14 besitzt.

Da die Versuche zu einseitig waren und nur eine geringe Säure-
bildung zeigten, wurde die Temperatur erhöht.

2) bei 200° am Silicagel, bei 200° vorgetrocknet. Durchlaufzeit, wenn keine anderen Angaben, 12 Stunden im Luftstrom von ungefähr 2-3 Blasen in der Sekunde. Gelschicht 70-80 cm. Braun gefärbtes (estn. Rohbenzin, S.Z. 2, V.Z. 3, S.Z. 93, 75 ccn.

1. Versuch: 20 ccn ungeschwefeltes Benzin, V.Z. 8, S.Z. 82.

1 ccn wässrige, saure Flüssigkeit ($p_1 = 2$).

Schwarz gefärbtes Gel mit Methanol ausgekocht, Methanol-Fraktion mit viel Wasser versetzt, ausgeathert, ätherische Lösung mit Calciumchlorid getrocknet getrocknet und verdunstet: Rückstand einige ccn dunkle Flüssigkeit. Gel ist nach wie vor schwarz gefärbt.

2. Versuch: Frische Gel-Füllung, Durchlaufzeit 5 Stunden,

27 ccn ungeschwefeltes Benzin, V.Z. 12, S.Z. 101,

3 ccn wässrige, saure Flüssigkeit ($p_1 = 2$).

3. Versuch: dieselbe Gel-Füllung,

42 ccn hellgelbes Benzin, V.Z. 5, S.Z. 121,

6 ccn wässrige, saure Flüssigkeit ($p_1 = 2$).

4. Versuch: dieselbe Gel-Füllung,

60 ccn hellgelbes Benzin, V.Z. 7, S.Z. 81,

1 ccn wässrige, saure Flüssigkeit ($p_1 = 2$).

5. Versuch: Gel-Füllung mit Methanol nachgewaschen, bei 200°

getrocknet und wieder verwendet.

61 ccn helles Benzin, V.Z. 1, S.Z. 6,

2 ccn wässrige, saure Flüssigkeit ($p_1 = 2$).

Die bei 200° behandelten Benzine sinken nicht mehr nach, es scheint auf diese Weise eine Deffinition möglich zu sein. Die Versuche werden deshalb fortgesetzt.

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Schieferer". 1. IV. 1944 - 30. VI. 1944.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer
4090 - 0044.

1. Selektive Extraktion von württ. Schieferöl

aus Botternhausen (Dott. III).

Kennzahlen: S = 3,31% , Jodzahl (JZ) 83.

Die selektive Extraktion wurde an einer Petrolätherlösung (Sp. 40-60°) des Öls vorgenommen, deshalb wurde zunächst ermittelt, welche Lösungsmittel mit diesem Petroläther nicht mischbar und so überhaupt nur für die selektive Extraktion gangbar sind. Es sind dies Eisessig, Essigsäureanhydrid, Ameisensäure, Formamid, Anilin und Nitrobenzol, die Versuche wurden mit den ersten 4 Lösungsmitteln unternommen.

Zur Extraktion wurden 50 g Öl mit 150 ccm Petroläther versetzt, die so erhaltene Lösung wird nach Stehen über Nacht vom abgetrennten Asphalt (2,9 g = 6%) abfiltriert und so zur Extraktion verwendet (Öllösung).

30 ccm Öllösung 4mal mit je 10 ccm Eisessig ausgeschnittelt (4. Extrakt war heller als die Öllösung), Extrakte 1 und 2, sowie 3 und 4 vereinigt, mit Wasser versetzt, mit Äther extrahiert, Aetherauszug mit Sodalösung und Wasser gewaschen, mit Natriumsulfat getrocknet und verdampft:

Extrakt 1 und 2: 2 g dünnflüssiges Öl, JZ 116, C 82,1%, H 8,2%,

" 3 und 4: 1,5 g " " " JZ 89, C 82,0%, H 9,2%

Öllösung mit Sodalösung und Wasser gewaschen, getrocknet und der Petroläther daraus abdestilliert: 4,3 g leicht bewegliches Öl, JZ 83, C 83,7%, H 10,4%.

30 ccm Öllösung analog 3mal mit je 10 ccm Formamid extrahiert, die Extrakte vereinigt und daraus durch Versetzen mit Wasser und Ausziehen mit Äther das Öl isoliert: 0,2 g. Aus der Öllösung wurden 7,6 g leicht bewegliches Öl zurückgewonnen.

30 ccm Öllösung analog mit je 10 ccm Ameisensäure 4mal extra-

hiert, wobei zuerst beträchtliche Verharzung eintrat. Die weitere Verarbeitung geschah wie bei der Essigsäure:

Extrakt 1 und 2: 1 g dickflüssiges Öl, JZ 128

" 3 und 4: 0,2 g " "

Aus der Öllösung: 6,1 g dünnflüssiges Öl, JZ 79.

25 ccm Öllösung analog mit je 10 ccm Essigsäureanhydrid 4mal extrahiert, Aufarbeitung wie bei der Essigsäure:

Extrakt 1 und 2: 3 g dünnflüssiges Öl, JZ 89

" 3 und 4: 0,8 g " " , JZ 87

Aus der Öllösung: 2,6 g " " , JZ 99.

Während Formamid zu wenig extrahiert, tritt durch Ameisensäure schon Verharzung ein, sie ist trotz ihrer guten selektiven Wirkung infolge ihrer Säurestärke nicht brauchbar. Essigsäure und Essigsäureanhydrid besitzen merkwürdigerweise verschiedene Wirkung, erstere löst mehr die ungesättigten, letzteres bevorzugt die gesättigten Bestandteile

2. Extraktion mit flüssigem Propan.

1.) Mürt. Schieferöl aus Botternhausen (Dott. III):

50 bzw. 100 ccm Öl werden mit der 5- bzw. 3-fachen Menge fl. Propan bei -60 bis -70° versetzt, das Druckgefäß verschlossen und auf der Schüttelmaschine so lange geschüttelt, bis es sich auf Zimmertemperatur erwärmt hat. Dann wird das Gefäß wieder auf -60° gekühlt, geöffnet, und die Propanlösung unter Kühlung vom Ungelösten abfiltriert. Der feste Rückstand verflüssigt sich beim Erwärmen auf Zimmertemperatur, ein Teil davon läuft dann noch durchs Filter. Der verbleibende Rückstand wird dann zusammen mit dem Rest im Druckgefäß in Äther gelöst. Die Propanlösung hinterlässt nach dem Verdunsten des Propan ein klares gelbbraunes Öl, das beim Stehen an der Luft nachdunkelt. 10 g dieses Öles werden 3mal mit je 5 ccm 80, 90 und 100%igem Methanol bei 100° vermischt, man lässt dann jeweils die Gemische sich durch Abkühlen auf Zimmertemperatur entmischen, trennt Öl und Methanollösung und arbeitet in üblicher Weise auf Öl auf.

I. 50 ccm Öl extrahiert:

Aus der Propanlösung: 18,5 g, JZ 85.

Extrakt mit 80%igem Methanol: 0,2 g

" " 90%igem " : 0,2 g JZ 88

" " 100%igem " : 1,0 g

Rückstand : 6,5 g JZ 74

II. 100 ccm extrahiert:

Aus der Propanlösung: JZ 82

Mit Methanol extrahiert: JZ 90

Rückstand: JZ 81

III. 100 g Öl extrahiert:

Aus der Propanlösung: 50 g, JZ 75, C 83,0%, H 10,6%

Durchs Filter bei Zimmertemp.: 39 g, JZ 81, C 81,3%, H 10,2%

Rückstand: 19 g, JZ 83, C 80,5%, H 9,1%

Extrakt mit 80%igem Methanol: 0,2 g

" " 90%igem " : 0,2 g

" " 100%igem " : 1,0 g

Rückstand : 4,8 g

IV. 50 g Öl extrahiert:

Aus der Propanlösung: 18,5 g, JZ 94, C 80,2%, H 10,7%

Durchs Filter bei Zimmertemp.: 9,0 g, JZ 85

Rückstand: 19,0 g, JZ 88

Extrakt mit 30%igem Methanol: 0,2 g

" " 90%igem " : 0,2 g

" " 100%igem " : 1,5 g, JZ 78

Rückstand: 5,0 g, JZ 77

2.) Öl von der Ülschiefer-Gesellschaft (Prof. Rally):

I. 50 g Öl extrahiert:

Aus der Propanlösung: 16,5 g, JZ 75

Durchs Filter bei Zimmertemp.: 12,0 g, JZ 75

Rückstand: 16,0 g, JZ 79

II. 100 ~~g~~ g Öl extrahiert

Aus der Propanlösung: 20 g, JZ 79

Durchs Filter bei Zimmertemp.: 55 g, JZ 66

Rückstand: 14 g, JZ 89

3.) Estnisches Schieferöl der Baltischen Öl-~~AG~~ G.m.b.H. (Estil)

I. 50 g Öl extrahiert

Aus der Propanlösung: 13 g, C 81,9%, H 10,9%, dünnflüssiges,
Helles Öl, das beim Stehen an der Luft nachdunkelt.

Rückstand: C 75,9%, H 8,2%.

II. 100 g Öl extrahiert

Aus der Propanlösung: 29 g, JZ 117, C 81,3%, H 10,5%

Durchs Filter bei Zimmertemp.: 8 g, JZ -, C 81,3%, H 10,1%

Rückstand: 60 g, JZ 105, C 78,7%, H 8,8%.

Die Propanextraktion sieht, soweit man aus den primitiven Ver-
suchen schliessen kann, vielversprechend aus, es lassen sich
so jedenfalls klare, durchsichtige Öle erhalten, in denen

namentlich bei dem estnischen Öl, die Kohlenwasserstoffe angereichert sind. Sicher ist auf diesem Wege in geeigneter Weise eine Fraktionierung der Öle durch Anwendung verschiedener Temperaturen möglich.

3. Versuche mit Maleinsäureanhydrid (MA).

Aus früheren Versuchen wurde durch Bestimmung der Verseifungszahl des MA-Addukts ermittelt, dass 5% MA ausreichen sollten für die Umsetzung des Dott. Öls III.

I. 250 g Dott. III mit 12,5 g MA 9 Stdn. $44\frac{1}{2}$ im Ölbad bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Das erkaltete Gemisch wird mit Äther und 2n. Natronlauge ausgezogen und so in einen neutralen und in einen alkalilöslichen Teil getrennt.

Neutralöl: 228 g, dünnflüssiges Öl, JZ 53,53.

Alkalilösliches: 20 g zähes Öl.

II. dasselbe 8 Stdn. unter Rühren. Aus den alkalischen Lösung scheidet sich beim Ansäuern ein Öl ab, das sich nicht mehr vollständig in Äther löste.

Rückstand: 3,5 g grauschwarzes Pulver

Alkalilöslich: 25 g zähes Öl

Neutralöl: 211 g dünnflüssiges Öl, JZ 78,78.

III. 250 g Dott. III mit 38 g (15%) MA unter Rühren 8 Stdn. im Ölbad bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Das erkaltete Gemisch wird mit Äther und 2n. Natronlauge ausgezogen, die alkalische Lösung angesäuert und der dadurch entstandene Niederschlag mit Äther ausgezogen, das in Äther Unlösliche wird dann im Soxhlet mit Dioxan extrahiert.

Neutralöl: 165 g = 66,0% dünnflüssiges Öl, JZ 70,73

Alkalilöslich: 114 g = 45,6%

davon

in Äther löslich: 45 g = 18,0% zähfeste Substanz

in Dioxan löslich: 69 g = 27,6% zähes Öl

IV. 100 g Dott. III und 30 g (30%) MA wie bei III behandelt.

Neutralöl: 76,0 g = 76% , JZ 72,77

Alkalilöslich: 45,0 g = 45%

davon

in Äther löslich: 9,0 g = 9%

in Dioxan löslich: 36,0 g = 36%

V. 50 g Estnisches Öl (Est. II), das mit Natronlauge von den Phenolen befreit worden war, und 7,5 g (15%) MA wie bei III behandelt.

000194

Neutralöl: 10 g = 20%

alkalilöslich: 30,5 g = 73%

davon

in Äther löslich: 10 g = 30%

in Dioxan löslich: 16,5 g = 57%

5% SA reichen gewissermaßen nicht aus, um die maximale Ausbeute an
Säuremilch zu erhalten, mehr als 15% sind aber auch nicht er-
forderlich. Erstauslich ist der hohe Umsatz bei dem estnischen
Schieferöl, drei Viertel des Öles lassen sich so in alkalilös-
liche Verbindungen überföhren.

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Schiefer". 1. X. 1943 - 31. III. 1944.

Reinwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer
4090 - 0044.

1. Württ. Schieferöl aus Dotternhausen (III).

Kennzahlen: S = 3,31% , Jodzahl (JZ.) 73.

Zur Ergänzung früherer Versuche über Chlorierung wurde das Öl auch mit Brom in Eisessig bzw. Tetrachlorkohlenstoff behandelt. In beiden Fällen tritt Erwärmung und starke Vernetzung ein begleitet von Bromwasserstoffentwicklung. Aus der Eisessiglösung konnten noch 30% dickes Öl (S = 1,90%, Br = 16,5%, JZ. 40), aus der Tetrachlorkohlenstofflösung 60% terpeninähnlich riechendes Öl (S = 1,87%, Br = 41,9%, JZ! 12). Im letzteren Fall ist die Bromanlagerung der überwiegende Vorgang, während im ersteren die Substitution bzw. die nachträgliche Abspaltung von Bromwasserstoff in den Vordergrund tritt.

Weiter wurden noch die Viskositäten der früher durch Chlorierung und Erhitzen auf 300° hergestellten Öle (s. Bericht vom 15.1.43.) gemessen:

- a) Öl mit 32 g Chlor auf 100 g Öl hergestellt
- | | |
|---------------------------|-------------------------------|
| bei 20°: spez. Gew. 1,017 | Viskosität 968 ⁰ E |
| bei 50°: " " 0,995 | " 56,8 ⁰ E |
- b) Öl mit 14 g Chlor auf 100 g Öl hergestellt
- | | |
|---------------------------|-------------------------------|
| bei 20°: spez. Gew. 0,991 | Viskosität 123 ⁰ E |
| bei 50°: " " 0,969 | " 13,3 ⁰ E |

Umsetzung mit Maleinsäureanhydrid:

- a) Mit 15% Anhydrid auf 100° 9 Stunden erhitzt und dann in einen alkalilöslichen und -unlöslichen Anteil getrennt; Ergebnis:
- 85% dünnflüssiges neutrales Öl, JZ. 68
- 9% dickflüssiges, alkalilösliches Öl, Verseifungszahl (VZ.) 227, das Produkt enthält demnach 20% Maleinsäureanhydrid.
- b) Mit 15% Anhydrid 3 Stunden auf 190° erhitzt und wie oben aufgearbeitet, Ergebnis:

65% neutrales Öl, JZ. 58

26% alkalilösliches Öl von angenehmem Geruch, VZ.118, enthält demnach 10% Maleinsäureanhydrid.

Von dem Rohöl wurde noch die Viskosität bestimmt, es ist bei 20°: spez.Gew. 0,965, Viskosität 12,8°E. Bei einem Aufschluss nach Carius zeigte sich, dass das Öl geringe Mengen von Eisen, dagegen keinen Phosphor und kein Arsen enthält. Durch Behandeln mit 2n SodaLösung, 2n Natronlauge, 2n Salzsäure und mit Hydroxylamin wurden aus dem Rohöl verschiedene Fraktionen herausgeholt, es wurden so erhalten:

Neutralöl 83,6%, Carbonsäuren 0,8 %, Phenole 1,4%, Basen 2,4%, Ketone 4,4% , Verlust 7,4%. Der mit Hilfe von Hydroxylamin isolierte Anteil dürfte nur aus Ketonen bestehen und keine Aldehyde enthalten, da mit Bisulfitlösung nur Spuren aus dem Öl zu extrahieren sind.

2. Estnisches Schieferöl der Baltischen Öl G.m.b.H.(II)

Spez.Gew. 0,994, S = 1,37%, nach Behandlung mit 20%iger Na₂CO₃-Lösung in der Wärme 1,21%, enthält demnach keinen freien Schwefel. Ein Aufschluss nach Carius enthielt geringe Mengen von Eisen, keinen Phosphor und kein Arsen.

Destillationsanalyse:

Siedebeginn 87°

bis 100°	2 ccm	bis 260°	4,23 ccm
110	3	270	25
150	6	280	28
160	7	290	31
170	8	300	34
180	10	310	39
190	11	320	49
200	13	330	69
210	15	340	80
220	16	ab 340° Zersetzung, Rückstand	
230	17	asphaltartige Masse.	
240	19		
250	22		

Behandlung mit 2n HCl und 2n NaOH:

72,5% neutrales Öl, S = 1,20%, spez.Gew. ^{20°} 1,001, Visk. ^{20°} 4,33°
 20% saure Bestandteile, S=0,63%, " " 1,063, " 10735°E
 0,2% basische Bestandteile
 7,3% Verlust

Viskosität des Rohöls zum Vergleich:

bei 20° spez. Gew. 0,931, Viskosität 24,5°E.

Behandlung mit 2n Sodalösung, 2n Natronlauge, 2n Salzsäure und mit Hydroxylamin, Ergebnis:

57,6% Neutralöl, 30% Phenole, 1,1% Carbonsäuren, 0,4% Basen, 9,4% Ketone, Verlust 1,5%. Die mit Hydroxylamin isolierte Fraktion dürfte in der Hauptsache aus Ketonen bestehen, da sich mit Bisulfitlösung keine Aldehyde extrahieren lassen.

3. Estnisches Schieferbenzin der Baltischen Öl G.m.b.H.

Dunkelbraun gefärbt, S = 1,20%, JZ. 99, mit 20iger Na₂S-Lösung in der Wärme behandelt S = 1,56% (Ausbeute 82%), aus der Sulfidlösung durch Ansäuern und Extraktion mit Äther 1% Öl.

Destillationsanalyse (rohes, getrocknetes Benzin):

Siedebeginn 35°

bis	100°	5 ccm	bis	200°	79 ccm
	110	9		210	84
	120	18		220	88
	130	28		230	92
	140	37		240	94
	150	44		245	97
	170	60			
	180	65	JZ. des Gesamtdestillats		
	190	72	96		

Rohbenzin mit 2n NaOH und 2n HCl behandelt:

Neutrales Öl	84%
Saure Bestandteile	3%
Basische Bestandteile	0,2%
Verlust	12,8%

Destillation von 1200 ccm mit Na₂S gereinigtem Benzin in einer Spiralarhrkolonne nach Jantzen, Gesamtdestillat 607,5 ccm:

Fraktion	Temp. ccm	nd ^{16,5}	d ^{16,5}	[nd ^{16,5}]	JZ.	%S	
1	36-40°	9,0	1,379	0,636	0,363	118	
2	40-46°	3,5	1,396				
3	46-64°	7,5	1,394				
4	64-69°	34,5	1,394	0,678	0,363	101	0,18
5	69-74°	25,0	1,402	0,698	0,349	150	0,58
6	74-79°	7,0	1,417	0,731	0,344	158	0,37
7	79-84°	13,0	1,422	0,748	0,340	151	0,33

Fraktion	Temp.	ccm	$n_D^{16,5}$	$d^{16,5}$	$[n_D^{16,5}]$	JZ.	%S
8	84-89°	4,5	1,424			130	0,68
9	89-94°	16,0	1,415	0,724	0,346	177	0,13
10	94-96°	25,0	1,415	0,722	0,347	184	0,34
11	96-98°	22,0	1,415	0,727	0,345	147	
12	98-100°	18,0	1,415	0,733	0,342	172	
13	100-102°	27,5	1,419	0,735	0,344	170	
14	102-104°	31,5	1,428	0,754	0,341	154	
15	104-109°	11,5	1,434				
16	109-114°	16,0	1,438				0,64
17	114-119°	23,0	1,438				
18	119-124°	45,0	1,432				
19	124-126°	35,0	1,425				
20	126-131°	52,5	1,428				
21	131-136°	12,0	1,438				
22	136-140°	40,0	1,443				
23	140-145°	48,0	1,445				
24	145-150°	40,0	1,442				
25	150-151°	20,5	1,440				

Die S-Bestimmungen bei den einzelnen Fraktionen, besonders bei Nr. 10 machten Schwierigkeiten, da der Pt-Kontakt vergiftet wurde. Aufschluss der Fraktionen 10, 11, 13, 14 und 15 nach Carius ergab einen geringen Gehalt an Eisen, dagegen waren Phosphor und Arsen nicht nachweisbar. Bei den Fraktionen 11, 13 und besonders 15 hatten sich nach dem Aufschluss weisse, wasser- und säureunlösliche Kristalle abgeschieden vom Schmp. 165°, bzw. 158°, die noch nicht weiter untersucht worden sind. Es wurde daraufhin einem württ. Schieferöl Eisenpentacarbonyl zugesucht, dabei ergab sich jedoch, dass die S-Bestimmung erst bei erheblichen Mengen gestört wird, ebenso hatte ein Zusatz von Kakodylsäure keine Wirkung.

Um eine Trennung der gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffe durch Destillation erreichen zu können, wurde zunächst eine Fraktionierung durch Adsorption des Benzins an Kieselgel in flüssiger Phase versucht, um dadurch die gleichsiedenden Gesättigten und Ungesättigten in verschiedene Fraktionen herbeizubekommen, die dann durch Destillation getrennt werden können. 150 ccm Benzin durch eine ungefähr 20 cm hohe Schicht aus gepulvertem Kieselgel (Sorte E engporig der Firma Gebr. Herrmann, Köln), das bei 200° getrocknet wurde, hindurchgeschickt und dabei 19 Fraktionen zu je 5 ccm aufgefangen, davon waren die ersten

sehr hell. Das gefärbte Silicagel wurde mit 75 ccm Chloroform eluiert, wobei ein Teil des Farbstoffes in Lösung ging, dann wurde die Säule mit Dioxan angefeuchtet und mit 50%igem wässrigem Dioxan eluiert, wobei die gefärbten Betsandteile sehr stark vom Kieselgel abgelöst wurden. Aus der wässrigen Dioxanlösung konnte durch Versetzen mit Wasser und Extraktion mit Äther 6 g dunkles, dickflüssiges Öl (D), aus der Chloroformlösung 14,5 g dunkles dünnflüssiges Öl (C) gewonnen werden.

Fraktion	n_D^{19}	JZ.	%S	Fraktion	n_D^{19}	JZ.	%S
1	1,441	61	0,33	13	1,446		
2	1,441			14	1,446	95	1,25
3	1,441			15	1,446		
4	1,447			16	1,446		
5	1,452			17	1,449		
6	1,453	81	0,72	18	1,447		
7	1,453			19	1,456	69	0,98
8	1,448			C	1,468	71	1,52
9	1,449			D	nicht zu bestimmen	59	2,06
10	1,449	84	0,93				
11	1,446						
12	1,446						

Nachdem auf diese Weise eine Trennung erreicht werden konnte, wurden 1000 ccm mit Na_2S gereinigtes Benzin durch eine ca. 150 cm lange Schicht aus bei 200° getrocknetem körnigen Kieselgel (Sorte E engporig, Fabr. Hermann, Köln) hindurchgeschickt. Die Säule schluckt 580 ccm ehe die ersten Tropfen unten erscheinen, durch die Adsorption tritt Erwärmung ein. Das Benzin wurde in Fraktionen zu 5 ccm aufgefangen und die Fraktionen mit gleichem Brechungsindex vereinigt:

Fraktionen	n_D^{20}	ccm	JZ.	Fraktionen	n_D^{20}	ccm	JZ.
1-5	1,430	22	82	106-108	1,441	13	
6-7	1,431	9	76	109-110	1,442	10	
8-10	1,432	19	98	111	1,443	5	
11-25	1,433	83	85	112	1,444	5	
26-35	1,434	36	68	113	1,444	4	
36-55	1,435	87	79	114	1,445	5	
x 56-71	1,436	76	97	115-117	1,446	11	70
72-92	1,437	88	79	118-119	1,447	10	
93-99	1,438	30		120	1,448	5	
100-102	1,439	12		121-128	1,449	36	71
103-105	1,440	13		129-131	1,450	13	

Fraktionen	n_D^{20}	ccm	JZ.	Fraktionen	n_D^{20}	ccm	JZ.
132-135	1,451	8		143-149	1,452	8	
134-140	1,452	32	73	150	1,450	4	
141-143	1,453	13		151-152	1,446	8	
144-147	1,453	17		153	1,444	4	

Bei x wurde mit der Elution mit Methanol begonnen, insgesamt wurden 700 ccm Methanol zugegeben, aber Nacht liefen dann noch 300 ccm Gemisch durch (MM). In der Säule waren noch 600 ccm Benzol-Methanol-Gemisch. Jetzt wurde noch mit 600 ccm Wasser eluiert und 600 ccm Gemisch aufgefangen (W).

MM in der Kolonne destilliert, zunächst alles bis einschliesslich Methanol (I), von 110-124 destilliert ein schwach grün gefärbtes Öl von stechendem Geruch über (II). I wird mit viel Wasser versetzt, das Wasserunlösliche abgetrennt, getrocknet ($\frac{1}{45}$ ccm helles Benzin) und erneut destilliert.

Siedebeginn 68°

Fraktion	Temp.	n_D^{20}	
1	bis 80°	1,419	
2	$80-100^\circ$	1,423	
3	$100-105^\circ$	1,432	} grünlich, stechender Geruch
4	$105-115^\circ$	1,446	
5	$115-120^\circ$	1,444	
6	$120-124^\circ$	1,433	

Die stechend riechenden Fraktionen wurden mit Soda-Lösung versetzt (starke CO_2 -Entwicklung!), dann die alkalische Flüssigkeit ausgeäthert, angesäuert und wieder ausgeäthert. Der letzte Auszug wurde getrocknet und verdampft, es blieben einige ccm einer hellen, stechend riechenden Flüssigkeit zurück. Aus den 6 Fraktionen W, die erhebliche Säurezahlen besaßen, wurde das Methanol abdestilliert und dann wie oben verfahren, es konnte so 1 g stechend riechende Flüssigkeit isoliert werden. Die Säure besitzt keine reduzierenden Eigenschaften, Ameisensäure kann ~~also~~ also nicht vorliegen, dem Siedepunkt nach kommt nur Essigsäure in Frage, die nur durch oxydierende Wirkung des Luft-sauerstoffs am Kieselgel entstanden sein kann.

Es wurden nun die Fraktionen 1-10 und 11-25 aus dem Kieselgelversuch der Destillation in der Kolonne unterworfen, dabei ergab sich jedoch, dass die gewünschte Trennung nicht oder nur in untergeordnetem Masse eingetreten ist, das Verfahren ist in dieser Form nicht brauchbar.

000201

Schwefelgehalt

verschiedener Schieferöle in %

- M Mezzinger Schiefer, Verfahren nach Schweitzer
- MS Schömlinger " " " "
- S " " Meier-Otto-Verfahren
- H Holzheimer " " " " " " " " " " " "
- ME Estnischer " " " " " " " " " " " "
- E Estnisches Schieferöl von der Baltischen O.-A.G.
- I Seefelder " " " " " " " " " " " "

Der Schwefelgehalt wurde in Schmelze, sowie nach der Behandlung mit zehnfacher Natriumsulfid- bzw. Natriumsulfat-Lösung bei 1-30° bestimmt, die Differenzen dürften dem Gehalt der Öle an freiem Schwefel entsprechen.

	Schmelze	mit Na ₂ S	Beh.	Diff.	mit Na ₂ S ₂ O ₃	Beh.	Diff.
M ₁	4,23	2,24		1,99	2,47		1,63
M ₂	4,27	2,38		1,89			
MS	5,67	3,08		2,59			
S ₁	3,35	2,83		0,52	3,14		0,21
S ₂	3,03	2,58		0,45	2,84		0,19
S ₃	3,11	2,23		0,88			
S ₄	3,31	2,72		0,59			
H ₁	2,65	2,59		0,06	2,51		0,14
H ₂	2,09	2,10		0			
H ₂ '	3,20	3,30		0			
H ₂ ''	3,34	3,35		0			
I	13,1	11,1		2,0			
E	1,24				1,21		0
ME	1,61	1,69		0	1,50		0,11

000202

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Ölschiefer". 1. VII. - 30. IX. 1943.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer
4090 - 0044.

Ausser den in den beiden beigelegten Berichten erwähnten Untersuchungen wurde noch folgendes durchgeführt:
Eine neue Sendung Öl nach dem Meier-Otto-Verfahren (Dotternhausen III) besass in rohem Zustand einen Schwefelgehalt von 3,31% und eine Jodzahl von 73, nach der Reinigung mit Natriumsulfidlösung in der Wärme einen Schwefelgehalt von 2,72% und eine Jodzahl von 74. Der ~~S~~Gehalt an freiem Schwefel bewegt sich also bei diesem Öl in der üblichen Grössenordnung (ungefähr 0,5%), die Jodzahl wird durch die Reinigung nicht verändert. In Ergänzung zu früheren Versuchen wurde auch noch die Jodzahl des Seefelder Schieferöls (Bericht vom 15.1.43) bestimmt sie beträgt bei dem rohen Öl 61, nach der Reinigung mit Na_2S -Lösung 66, ändert sich also dadurch nicht und liegt etwas niedriger als bei den württ. Ölen.

Die durch Einwirkung von Chlor erhaltenen hochchlorierten Schieferöle, die durch Behandlung mit Ammoniak so stabilisiert werden konnten, dass nach 1-2 Monaten keine Chlorwasserstoffabspaltung beobachtet werden konnte, entwickeln nach längeren Zeiten (8-10 Monate) doch wieder Chlorwasserstoff, so dass diese Produkte kaum einen Verwendungszweck haben dürften.

Von einer Reihe von Destillaten württ. Schieferöle wurden nachträglich die Viskositäten gemessen.

Netzinger Öl (Verfahren Dr. Schweizer):

Fraktion V	Dichte		Centiggrise		Englergrade		
	25°	50°	25°	50°	25°	50°	
	0,953	-	16,02	-	2,52	-	
" VI	0,952	0,923	45,31	13,68	6,31	1,90	
" VII	0,963	0,946	151,1	31,39	20,7	4,46	
" VIII	0,990	0,966	609,2	75,25	81,2	10,3	
" IX	0,992	0,969	2969 2606	173,3	395 353	23,6	erste, Fall- letzte zeit

Schömberger Öl (Meier-Otto-Verfahren):

Fraktion	Dichte		Centipoise		Englergrade		Viskosität
	25°	50°	25°	50°	25°	50°	
" V	0,951	-	27,20	-	3,96	-	+ 20
" VI	0,973	0,950	113,4	24,60	15,4	3,55	+ 170
" VII	0,987	0,966	575,1	75,42	76,9	10,3	+ 140
" VIII	1,006	0,981	3319	225,7	435	30,2	+ 100
" IX	1,015	0,998	25559	824,4	3524	109,0	+ 200

Das Schömberger Öl ist viel viskoser als das Metzinger in den einander entsprechenden Fraktionen, wie schon früher aus groben Vergleichen an Rohölen festgestellt wurde. Dieser Unterschied ist aber im wesentlichen nicht auf das Verfahren, sondern auf das Schiefervorkommen zurückzuführen, denn ein Öl aus Schömberger Schiefer nach dem Schweizer'schen Verfahren ist ebenfalls viskoser als das Metzinger Öl.

Zitieren

000204

Untersuchung der Schwelprodukte aus estnischem Schiefer

von dem Metzinger Versuch. (Fortsetzung).

Das Rohöl besass einen Flammpunkt von 110° , es wurde durch Destillation im Vakuum bei 2,5 mm Druck in 7 Fraktionen zerlegt.

Ausgangsmenge 500g

Fraktion	Siedetemp.	Menge	S-Gehalt
I	bis 100°	50 g	1,54; 1,55%
II	$100-130^{\circ}$	46 g	1,50; 1,54%
III	$130-160^{\circ}$	55 g	1,41; 1,52%
IV	$160-200^{\circ}$	56 g	1,60; 1,66%
V	$200-225^{\circ}$	67 g	1,40; 1,34%
VI	$225-250^{\circ}$	80 g	1,24; 1,22%
VII	$250-260^{\circ}$	20 g	1,74; 1,69%
von da ab Zersetzung		374 g	

I war anfangs wasserhell, dunkelt aber stark nach

II war wesentlich dunkler

III und IV waren rotbraun und dünnflüssig

V und namentlich VI waren schon dickflüssig

VII war sehr zäh.

Von allen Fraktionen wurden Lichtbrechung, Dichte und Viskosität bestimmt.

Fraktion	n_D^{25}	$[n]_D^{25}$	d^{25}	α^{50}	Viskositäten			
					in centipoise		in Anglergraden	
				25°	50°	25°	50°	
I	1,463	0,328	0,839	-	1,32	-	1,07	-
II	1,483	0,3275	0,872	-	2,45	-	1,20	-
III	1,505	0,323	0,919	-	7,81	-	1,69	-
IV	1,535	0,315	0,986	0,969	74,31	17,27	9,9	2,62
V	1,548	0,314	1,010	0,993	430,0	56,9	58,40	7,8
VI	1,557	0,317	1,019	1,000	1789	231	149,6	19,7

Von Fraktion IV an steigen die Viskositäten stark an.

000205

Untersuchung der Öle aus Holzheim nach dem Verfahrenvon Dr. Schneiders.

Zur Verfügung standen 3 Öle:

- I Öl, das bei der Vorheizung des Gebirges ausgeflossen ist, Temperatur im Heizbohrloch 360°.
- II Öl, das sich nach Austritt aus dem Gebirge im ersten Absetzbehälter, d.h. vor der Kühlschlange absetzte. Temp. 70-90°.
- III Öl, das sich nach der Kühlschlange absetzte. Temp. 18°.
- Bei II und III betrug die Temperatur im Heizbohrloch 500-700°.

Siedeanalyse:

I		II		III	
Beginn	ccm	Beginn	ccm	Beginn	ccm
110°		150°		115°	
120°	3	160°	2	130°	6
130°	6	170°	3	140°	10
140°	9	180°	4	150°	17
150°	12	190°	6	160°	26
160°	17	200°	14	170°	37
170°	25	210°	19	180°	45
180°	29	220°	22	190°	58
200°	35	230°	28	200°	65
210°	47	240°	36	210°	72
220°	50	250°	45	220°	79
230°	54	260°	52	230°	84
240°	57	270°	54	240°	87
250°	62	280°	59	250°	90
260°	66	290°	64	260°	92
270°	69	300°	69	270°	94
280°	72	310°	71	280°	96
290°	74	320°	73	285°	97
300°	78	330°	77		
310°	82	340°	78		
320°	86	345°	86		
330°	88	350°	92		
340°	89	360°	94		

- I : Die ersten cem des Destillats besaßen üblen Geruch. Bis 300° war das Destillat auffallend hell, von da ab dunkler. Das Destillat fluoreszierte stark und dunkelte nach längerem Stehen nach.
- II: Die ersten cem des Destillats besaßen üblen Geruch, das Destillat zeigte starke Fluoreszenz.
- III: Das Destillat fluoreszierte nicht und dunkelte beim Stehen stark nach.

	I	II	III
Flammpunkt:	unter 35°	74°	unter 35°
n_D^{22} :	1,483	1,360	1,487
Dichte bei 25°:	0,865	0,965	0,868
Schwefelgehalt:	2,12%	3,20%	3,34%
	2,03%		
	2,13%		

Behandlung mit wässriger Na_2S -Lösung in der Wärme führte zu wesentlicher Geruchsverbesserung, von diesen so gereinigten Ölen wurde bestimmt:

Schwefelgehalt:	2,10%	3,34%	3,35%
		3,25%	
Ausbeute bei der Reinigung:	83%	83%	84%
Gehalt an basischen Bestandteilen, ermittelt durch Extraktion mit 2n. Salzsäure:	0,6%	1%	-
Gehalt an sauren Bestandteilen, ermittelt durch Extraktion mit 2n. Natronlauge:	0,6%	0,6%	-
Jodzahl:	46	56	59

Aus den Untersuchungen geht hervor, dass die Öle keinen freien Schwefel enthalten. Der Schwefelgehalt liegt umso niedriger, je tiefer die Schweltemperatur war (I gegenüber II und III parallel damit geht der Gehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen (Jodzahl), das zweifellos durch Cracking entstanden. Man darf daraus schliessen, dass der Schwefel des Öles nicht im Bitumen enthalten ist, sondern wahrscheinlich erst durch die Einwirkung der durch Cracking entstandenen ungesättigten Kohlenwasserstoffe auf das im Schiefer enthaltene Eisensulfid in das Öl herein kommt.

000207

Destillation des Schieferöls aus sibirischer Schiefer aus dem
deutscher Versuch.

Schieferöl:

S-Gehalt 1,61 %, nach der Behandlung mit Natriumsulfid-
lösung 1,63 %, demnach enthält das Öl keinen freien
Schwefel. Ausbeute bei dieser Behandlung 45%, Rückstand
aus der Sulfidlösung 44 % als flüssiges überziehendes
Öl.

Mit Natriumsulfidlösung behandelt, S-Gehalt 1,50 %, Ausbeute 89%.

Mit doppelt normaler Salzsäure und anschließend mit doppelt normaler Natronlauge behandelt zur Entfernung der basischen und sauren Bestandteile. (mit Salzsäure tritt dabei starke Verharzung ein. Aus der sauren Lösung 0,2 % Pyridinbasen, aus der alkalischen 27% Phenole (S-Gehalt 1,56 %). Rückstand 75 % neutrales Öl (S-Gehalt 1,96 %).

Spezifisches Gewicht des Rohöls 0,988.

Destillationsanalyse nach Engler:

Siedebeginn 97°

110°	0,5 ccm	270°	18,0 ccm
120	1,5	280	20,0
140	2,0	290	24,0
160	2,5	300	33,0
180	3,5	310	34,0
190	4,0	320	43,0
200	5,0	330	45,0
		340	50,0
		350	64,0

Zersetzung

Schieferbenzin: S-Gehalt 2,02; 1,97 %, nach der Behandlung mit Na-
triumsulfid 1,63; 1,49 %, Jodzahl nach Uje 172,
nach Kaufmann 185, $n_D = 1,425$, $d = 0,755$, spez.
Refraktion 0,3996.

Destillationsanalyse nach Engler:

Siedebeginn 97°		Siedebeginn 135°		Siedebeginn 175°	
70°	5 ccm	105	45 ccm	140	78
80	15	110	49	145	80
85	22	115	55	150	81
90	26	120	59	155	85
95	35	125	65	160	85
100	39	130	69		

Zersetzung schwarzer Rückstand.

000207-B

Die Fraktionen aus der Destillationsanalyse wurden zusammengegeben und mit doppelt normaler Natronlauge angesäuert; Rückstand 91,0500g. Petroläther 0,1, aus der alkalischen Lösung 1,6 % schwer flüchtige Phenole.

So gereinigtes Benzol mit 95%igem Methanol im Verhältnis 3:1 drei mal extrahiert:

Rückstand (fast farblos)	Jodzahl (nach Wijs)	104	n_D^{20} 1,413
1. Extrakt		199	1,433
2. Extrakt		153	1,427
3. Extrakt		128	1,422

Der zweite Extrakt besaß eine Dichte von 0,766, daraus berechnet sich die spezifische Refraktion zu 0,3298. S-Gehalt dieses Extrakts 1,53 %.

Die spezifische Refraktion des vorliegenden Saisierbenzins läßt vermuten, daß das Benzol aus einem Gemisch von Paraffinen und Olefinen in der Hauptsache besteht.

Die spezifische Refraktion des vorliegenden Saisierbenzins läßt vermuten, daß das Benzol aus einem Gemisch von Paraffinen und Olefinen in der Hauptsache besteht.

0,00	0,00	0,00	0,00
0,01	0,01	0,01	0,01
0,02	0,02	0,02	0,02
0,03	0,03	0,03	0,03
0,04	0,04	0,04	0,04
0,05	0,05	0,05	0,05
0,06	0,06	0,06	0,06
0,07	0,07	0,07	0,07
0,08	0,08	0,08	0,08
0,09	0,09	0,09	0,09
0,10	0,10	0,10	0,10

EXTRAKTION

Die Extraktion wurde mit 95%igem Methanol im Verhältnis 3:1 durchgeführt.

0,00	0,00	0,00	0,00
0,01	0,01	0,01	0,01
0,02	0,02	0,02	0,02
0,03	0,03	0,03	0,03
0,04	0,04	0,04	0,04
0,05	0,05	0,05	0,05
0,06	0,06	0,06	0,06
0,07	0,07	0,07	0,07
0,08	0,08	0,08	0,08
0,09	0,09	0,09	0,09
0,10	0,10	0,10	0,10

Die Extraktion wurde mit 95%igem Methanol im Verhältnis 3:1 durchgeführt.

000208

Tübingen, den 5. August 1943.

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ, Ülschiefer". 1.IV. - 30.VI.1943.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmächtsauftragsnummer
4090 - 0044.

In Ergänzung der Versuche zur Entschwefelung wurde ein Rohöl nach dem Meier-Otto-Verfahren (S-Gehalt 3,11%) mit 2n-Natronlauge und 30%igem Wasserstoffperoxyd behandelt, in 2 Versuchen bei verschiedenen Konzentrationen wurde keine Änderung des Schwefelgehalts beobachtet (3,22; 3,10 %). Ein anderes Rohöl (3,31% S) wurde bei 350° über gebrannten Kalk geleitet, dabei wurden 62% Öl mit einem S-Gehalt von 3,38 % erhalten.

Bei Versuchen zur Reinigung mittels selektiver Extraktion wurden 2 Fraktionen eines Öles nach dem Meier-Otto-Verfahren vom Kp. 200-250°(I) und 250-300°(II), S-Gehalt 2,53 bzw. 2,81 %, angewandt. Für die selektive Extraktion erwiesen sich als brauchbar: für I Methanol, Anilin, schlechter Eisessig, da niedurch Dunkelfärbung eintritt. Bei Rohöl ist selektive Extraktion kaum möglich.

I und II wurden dreimal mit dem gleichen Volumen Methanol extrahiert und folgende Daten erhalten:

I Rückstand 2,11 %S, Extrakt 2,44 %S

II " 2,28 %S, " 3,37 %S

Eine Differenzierung im S-Gehalt ist deutlich, aber noch nicht weitgehend genug. Verwendet man frisch destillierte Fraktionen, so dunkeln die extrahierten Öle nicht mehr nach. Bei einem eingehenderen Versuch würden je 5 ccm I mit demselben Volumen Methanol ein-, zwei bzw. dreimal extrahiert. Ergebnis:

IA Rückstand 2,75 ccm S=2,66% J.Z. 104 ; Extrakt J.Z. 86

IB " 1,75 ccm S=2,49% J.Z. 102 ; " J.Z. 70

IC " 1,25 ccm S=2,03% J.Z. 82 ; " J.Z. 97

Zur Raffination mit konz. Schwefelsäure wurden 10 ccm I in kleinen Anteilen mit insgesamt 10 ccm konz. Schwefelsäure unter Schütteln versetzt. Rückstand 4,5 ccm, der sich beim Waschen mit Wasser stark emulgiert, die Emulsion lässt sich durch Natron-

lauge einigermaßen verhindern. Nach zweimaligem Waschen mit Natronlauge, Trocknen und Filtrieren wurden 3,5 ccm eines klaren hellgelben Öles erhalten, das kaum nachdunkelt (S=2,52%, J.Z. 8). Behandelt man 10 ccm IB analog, so blieben 6 ccm ungelöst, nach weiterem Reinigen wurden 4,5 ccm eines fast weissen, nicht mehr nachdunkelnden Öles erhalten (S=1,72%, J.Z. 7). Die Extraktion mit Schwefelsäure ist infolge der grossen Verluste nicht brauchbar, die bisherigen Versuche mit Lösungsmitteln ebenfalls noch nicht günstig bezüglich der Entschwefelung, sie werden jedoch fortgesetzt.

Es müsste zunächst über die Zusammensetzung und die Natur der Schwefelverbindungen Klarheit geschaffen werden an Hand eines Schieferbenzines, das aber noch nicht zur Verfügung steht. Ich bitte deshalb das Reichsamt bei der Deutschen Continental Öl AG, die mir die Lieferung des Benzines schon längst versprochen hat, in diesem Sinne vorstellig zu werden. Die Untersuchung des Öles und einer Benzinprobe aus dem Metzinger Schwelversuch mit estnischem Schiefer folgt anbei.

000210

Tübingen, den 30. Mai 1943.

Bericht

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Mischschiefer". 1.I. - 31.III.1943.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer
4090 - 8640 0044.

In Ergänzung der Versuche zur Chlorierung des Schieferöls wurde ein vollständig chloriertes Öl (20,5% Cl) mit siedender methylokoholischer Kalilauge behandelt. Bei dieser Behandlung entstanden viel ätherunlösliche asphaltähnliche Substanzen, das entstandene Öl war in seinem Chlorgehalt nur wenig verändert (21,9%). Die bei der Sättelbehandlung der chlorierten Öle erhaltenen Destillate geben eine sehr stark chlorhaltige Fraktion vom Kp. 96-140, die ihres Verhaltens nach wahrscheinlich aus Chlorocyclopentan, Chlor-methylcyclopentan und Chlorcyclohexan bestehen dürfte.

Bei dem Verfahren zur Entschwefelung mit wässriger Natriumsulfidlösung wurde nach geprüft, ob durch Steigerung der Reaktionstemperatur eine stärkere Entschwefelung möglich ist. Dies ist beim Kochen mit einer 20%igen oder 50%igen Lösung nicht der Fall.

Für die Versuche zur Entschwefelung in der Hitze wurde ein Ausgangsmaterial ein Öl nach dem Leier-Otto-Verfahren mit 3,11% S, dessen S-Gehalt nach der Behandlung mit Natriumsulfid auf 2,29% zurückging, im Konsistenz bei gew. Druck über eine Reihe von Kontaktsubstanzen geleitet und dabei folgende Ergebnisse erzielt:

Kontakt	Ausbeute	S-Gehalt	Jodzahl
Ausgangsöl	-	3,11%	82
Kupfersphäre 300°	52%	2,75%	
" 400°	55%	2,61%	
Siluminsphäre 300°	81%	2,80%	
" 400°	82%	2,79%	
Bauxit im H ₂ -Strom 400°	53%	2,00%	72
ders. " " " "	72%	2,36%	
" " " " "	78%	2,96%	

Kontakt	Ausheute S-Gehalt	Jodzahl	
Durch Glühen an der Luft regenerierter Bauxit im H ₂ -Strom, Cl doppelt so behandelt 400°	48%	2,95%	65
Bauxit im Luft-Strom 400°	50%	2,55%	70
ders. " " " "	63%	3,01%	
" " " " " "	-	-	
Durch Glühen an der Luft regenerierter Bauxit im H ₂ -Strom, Cl doppelt so behandelt 400°	28%	2,49%	50
Colithisches Eisenerz aus Aalen, H ₂ -Strom 400°	65%	2,10%	72
dasselbe im Luft-Strom 400°	53%	2,03%	78
Colithisches Eisenerz aus Geislingen, H ₂ -Strom 400°	54%	2,15%	73
dasselbe im Luft-Strom 400°	65%	3,11%	
Braunkohle im H ₂ -Strom 400°	50%	2,80%	
" " " " " " " " 400°	60%	3,04%	81
Rotisenstein, 50°	60%	5,42%	
Braunstein im Luft-Strom 500°	51%	2,51%	
Moss auf Kieselsäure H ₂ -Strom 350°	55%	2,91%	74
" " " " " " " " 250°	52%	2,82%	
Auf Porosität auf Kieselsäure H ₂ -Strom 400°	69%	2,71%	77
" " " " " " " " 250°	51%	3,14%	
dasselbe im Luft-Strom " 300°	61%	2,50%	
ders. Kontakt " " " "	57%	3,03%	

Aus diesen Versuchen geht hervor, dass eine Entschwefelung dieses Gases durch eine Behandlung mit Chemikalien bei höherer Temperatur wohl schwerlich möglich ist. Am besten wirksam sind Bauxit und colithisches Eisenerz, doch werden diese Kontakte rasch unwirksam. Der Umfang der Entschwefelung ist nicht grösser als durch Sulfidbehandlung, letztere vermag auch bei den mit Bauxit und colith. Eisenerz behandelten Gases den S-Gehalt nicht weiter zu drücken. Das Heston-Verfahren dürfte auf Grund dieser Versuche bei diesen Schiefergasen nicht brauchbar sein.

000212

Tübingen, den 15. Januar 1943.

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Ölschiefer". 1.X. - 31.XII.1942.

Kennwort: Forschung und Versuche, Wehrmachtsauftragsnummer
4090 - 0000.

Es wurde zunächst die Einwirkung von Chlor auf ein Schieferöl mit wenig freiem Schwefel (Meier-Otto-Verfahren, S-Gehalt 3,34%) weiter untersucht. Die Versuche, basische Gruppen durch Einwirkung von Ammoniak, Piperidin und Anilin auf das chlorierte Öl einzuführen und dadurch schäumende Stoffe zu erzeugen, hatten nicht den gewünschten Erfolg, es gelang jedoch dabei, das chlorierte Öl (Cl-Gehalt 34,0%) durch Einleiten von Ammoniak so zu stabilisieren, dass innerhalb langer Zeiten (1-2 Monate) keine HCl-Abspaltung bei gew. Temperatur. Der Cl-Gehalt ging dabei nur unwesentlich (auf 32,1%) zurück. Bei einem anderen Chlorierungsversuch wurden nach der Stabilisierung mit NH_3 folgende Werte gefunden: Cl 31,8%, S 2,0%, E 4,4%. Trotz der energischen Behandlung ist der Schwefelgehalt nicht einmal auf die Hälfte zurückgegangen. Diese erschöpfend chlorierten Öle stellen sehr dicke, zähe Öle von unangenehm, terpeninöligem Geruch dar.

Weitere Versuche, die schwefelhaltigen Substanzen durch Behandeln mit Metallsalzen zu entfernen, hatten ebenfalls nur einen teilweisen Erfolg. Durch Schütteln mit Kupferchlorür bzw. wasserfreiem Zinkchlorid bei gew. Temperatur und Filtrieren ging der Schwefelgehalt auf 2,55% bzw. 2,72% zurück.

Es wurde nun weiter versucht, die in dem Schieferöl vorhandenen Thiophene zu nitrieren, dann die gebildeten Nitroverbindungen zu reduzieren und die Aminothiophene mit Säure auszusütteln. Behandelt man das Öl mit 60%iger Salpetersäure, so tritt Erwärmung und Bildung nitroser Gase ein, hält man die Temperatur jedoch unter 10° durch Kühlung, so bildet sich unter teilweiser Verharzung ein Öl von S-Gehalt 3,09%, durch Behandeln mit Zinnchlorür und Salzsäure ging der S-Gehalt nur auf 2,61% zurück.

Ein Versuch, den Schwefel durch energische Einwirkung von Natrium und Alkohol in der Siedehitze abzuspalten, hatte nicht den erhofften Erfolg (S-Gehalt 3,03%).

Weitere Versuche wurden mit einem neuen Schieferöl nach dem Meier-Otto-Verfahren mit folgenden Kennzahlen ausgeführt: S-Gehalt 3,11%, nach der Behandlung mit Na_2S 2,23%, Jodzahl des gereinigten Öles 82. Bei der erschöpfenden Chlorierung und nachträglichen Behandlung mit NH_3 entstand ein Öl mit $\text{Cl} = 30,2\%$ und $\text{S} = 1,93\%$. Während das mit NH_3 stabilisierte Öl bei gew. Temperatur keinen Chlorwasserstoff mehr abspaltet, tritt eine solche Abspaltung ab ungefähr 80° ein und wird über 100° stürmisch. Erhitzt man weiter auf 360° und kühlt ab, so erhält man eine poröse verkohlte Masse. Es wurden nun Öle mit verschiedenem Chlorgehalt dargestellt und der Hitzebehandlung unterworfen, um ein möglichst dickes Öl bei möglichst geringer Verkohlungs bzw. Asphaltbildung zu erreichen. Das Ergebnis zeigt folgende Tabelle:

	An-gewandte Menge Chlor auf 100 g Öl		
	14 g	30 g	70 g
Ausbeute an Chlorierungsprodukt in %	98	91	96,5
Cl-Gehalt	5,5	8,4	21,1
Rückstand nach dem Erhitzen auf 300° in %	91 dünnes Öl	71 dickes Öl	75 zähe Masse
Ätherunlösliches in %	6	6	36
Ätherlösliches in %	85 dünnes Öl	65 dickes Öl	38 dünnes Öl
Cl-Gehalt des letzteren	5,0	2,8	7,1
Jodzahl	86	80	34

Die optimalen Bedingungen scheinen für diesen Zweck bei einem Gehalt von ungefähr 8-10% Cl zu liegen, die hitzebehandelten Öle riechen wieder schieferölanalich. Die erhaltenen Destillate sind stark halogenhaltig.

Ein Seesfelder Schieferöl der Ichthyolgesellschaft (S = 13,1%) wurde mit Na_2S in der Hitze behandelt, wobei eine wesentliche Geruchsverbesserung eintrat und der S-Gehalt auf 11,1% zurückging. Die gleiche Geruchsverbesserung wurde aber auch bei der Behandlung mit 20%iger Natronlauge bei $70-80^\circ$ erzielt (S = 12,4%). Die Ichthyolgesellschaft hat an dem Verfahren jedoch kein Interesse, da ihr die Geruchsverbesserung nicht genügt.

th

000214

Tübingen, den 11. Oktober 1942.

B e r i c h tzum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl auswürtt. Ölschiefer".

1.VII. - 30.IX. 1942.

Die im letzten Bericht erwähnte Behandlung der Schieferöle mit Hypochlorit führt nicht zur vollständigen Entfernung des Schwefels, gleichzeitig tritt umso mehr Halogen^{ein} ein, je mehr der Schwefelgehalt zurück geht. Da dies umso mehr der Fall ist, je neutraler die Hypochloritlösung ist, muss dafür die unterchlorige Säure bzw. Chlor verantwortlich gemacht werden. Durch Behandeln einer wässrigen Emulsion von Schieferöl (S = 3,35 %) mit Chlor bei gew. Temperatur entsteht unter starker Erwärmung ein dickes Öl, das bei gew. Temperatur ganz langsam, beim Erwärmen stürmisch Chlorwasserstoff abspaltet (S = 2,34; 2,06 %; Cl = 34,0 %). Die Chlorierung ohne Zusatz von Wasser^{führt} unter starker Verharzung zu einem ähnlichen Öl (S = 2,00 %; Cl = 32,6 %). Versuche, durch Behandeln dieser Öle mit Ammoniak, Piperidin oder Anilin basische Gruppen einzuführen, führte bis jetzt noch zu keinem Erfolg. Da die Jodzahl des (vom freien Schwefel befreiten) Öles HJZ 76 beträgt, tritt bei der Behandlung des Öles mit Chlor nicht nur Addition, sondern auch Substitution ein.

Versuche, durch Behandeln der Schieferöle mit Aluminiumchlorid, Zinkchlorid, Kupfer-I-chlorid oder einer wässrig-ammoniakalischen Lösung des letzteren den Schwefel zu entfernen, verliefen negativ. Mit konz. Schwefelsäure tritt starke Verharzung ein.

Das Verfahren zur Entfernung des elementaren Schwefels ist zum Patent angemeldet und wird z.Z. an dem Seefelder Schieferöl (Ichthyöl) auf seine Brauchbarkeit untersucht.

Thielacker

S-Gehalt 3,34%

1) Kupferessigsäure 100 g zpt. Naphthalenöl.
10 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ + 90 ccm H_2O in 10 g Wasser.
Mischen + 90 ccm H_2O in 75 ccm konz. Ammonium-
lösung.

1. Teil 100g Öl, 100 ccm Naphthalenöl.
 $\frac{1}{2}$ Mille geschl. Rinnen feststellen.
Nicht ganz leicht wenn der weisseige Stoff
braun.

2. Teil $\frac{1}{4}$ Mille geschl. Rinnen feststellen.
Dasselbe wenn der weisseige Stoff braun.

3. Teil $\frac{1}{2}$ Mille geschl. Rinnen feststellen.
Staub leichter wenn H_2O braun.

Überprüfungen: 1) mit H_2O 2) mit 7,5 ccm
konz. HCl + 100 ccm H_2O . Bei dem Mischen tritt
eine Dampfbildung ein. 3) mit H_2O 4) mit
 H_2O 5) mit H_2O .

Überbrücke: 81,7 g.

000215

000217

Prof. Dr. W. Theilacker

Tübingen, den 12. August 1942.
Waldhäuserstrasse 44.

An das

Reichsamt für Wirtschaftsausbau
Herrn Direktor Dr. A l t p e t e r

B e r l i n W 9

Saarlandstrasse 128.

Ihr Zeichen: Minöl P Dr. Alt/Schw.; Tgb.-Nr. 115532/42.

Betreff: Versuche zur Veredelung von Öl aus württ. Ölschiefer.

Auf Ihre Anregung hin habe ich die Brauchbarkeit einer ammoniakalischen Lösung von Eisenhydroxyd in Weinsäure zur Entschwefelung von Schieferöl untersucht. Da aus Ihrem Schreiben nicht klar hervorging, ob es sich um eine Lösung von Eisen-3- oder -2-hydroxyd handelt und beide Hydroxyde in Weinsäure löslich sind, habe ich mit einer Lösung von Eisenhydroxyd gearbeitet, da beim intensivem Verrühren dieser Lösung mit dem Schieferöl stets auch Eisen-3-hydroxyd gebildet wird. Die Ergebnisse sind folgende:

Angewandt wurde ein Schieferöl mit einem S-Gehalt von 3,35 %, davon durch Na_2S entfernbarer Schwefel 0,52 %; 100 g Öl wurden mit 100 ccm einer Lösung von 10 g Ferroammonsulfat, 10 g Weinsäure und 75 ccm konz. Ammoniak in 180 ccm Wasser ~~gewaschen~~ je eine halbe Stunde intensiv verrührt, dann mit Wasser, verd. Salzsäure und wieder mit Wasser gewaschen und getrocknet.

Behandlung bei gew. Temperatur, S-Gehalt 3,43 %, Behandlung bei 70-80°, S-Gehalt 3,20 %. Damit ist erwiesen, dass dieses Komplexsalz auf die im Schieferöl enthaltenen Schwefelverbindungen ohne Einfluss ist.

Heil Hitler!

Bericht

zum Forschungsauftrag "Versuche zur Veredelung von Öl aus
württ. Ülschiefer" - C 2 1 - 974 -

wurde
es zunächst die Entfernung des elementaren Schwefels
auf nassem Wege noch weiter untersucht, ausser Natriumäthylat
in alkoholischer und Natriumsulfid in wässriger Lösung ist
auch Natriumsulfit in wässriger Lösung wirksam. Die Ergebnisse
sind in folgender Tabelle zusammengestellt:

	M ₁		S ₁		S ₂		H ₁	
	%S	Diff.%S	%S	Diff.%S	%S	Diff.%S	%S	Diff.%S
Rohöl	4,16	-	3,35	-	3,03	-	2,65	-
Mit Na ₂ S bei 70-80°	2,26	1,90	2,83	0,52	2,58	0,45	2,59	0,06
" Na ₂ SO ₃ " "	2,47	1,69	3,14	0,21	2,84	0,19	2,51	0,14
Mit Na ₂ S und dann mit Na ₂ SO ₃	2,32	1,84	-	-	-	-	-	-
Mit Na ₂ S und dann mit Na-äthylat	2,31	1,85	-	-	-	-	-	-

M sind Schieferöle aus Metzinger Schiefer (Verf. Dr. Schweitzer)
S " " " Schömberger " (Meier-Otto-Verf.)
H " " " Holzheimer " (Verf. Dr. Schneiders)

Die Menge des entfernten Schwefels ist bei der Na-sulfidbe-
handlung etwas grösser als bei der Behandlung mit Na-sulfit
(Ausnahme H₁, doch liegen hier die Abweichungen innerhalb der
Messgenauigkeit, dieses Öl enthält praktisch keinen freien
Schwefel), im ersten Falle ist die Geruchsverbesserung günsti-
ger, da beträchtlich mehr übelriechende Bestandteile (bei Öl H₁
2,5% gegenüber 0,4%) entfernt werden. Die Wirkungsweise von
Na-äthylat, Na-sulfid und Na-sulfit ist praktisch dieselbe,
da sich durch kombinierte Behandlung der Schwefelgehalt nicht
weiter verringern lässt (Beispiel M₁).

Auf Ansuchen des württ. Oberbergamts wurde das Schie-
feröl H₁ nach Dr. Schneiders, Holzheim näher untersucht, siehe
Beilage.

Um den Schwefelgehalt noch weiter zu verringern, wur-
de die Einwirkung von Chlorkalk in wässriger Lösung nach E.G.
R. Ardagh, W.H. Bowman und A.S. Weatherburn, J. Soc. chem. Ind. 59,
27[1940], C. 1941. I. 646, auf das Öl S₁ (S = 3,35%) untersucht.

Schieferöl nach Dr.ing. Schneiders
Holzheim.

Das Rohöl ist in seinem Aussehen und Geruch ähnlich den Schieferölen aus anderen Verfahren, zum Unterschied davon ist es weniger viskos. Das rohe Öl enthält etwas Gesteinsstaub, es wurde für die weitere Untersuchung mit Calciumchlorid getrocknet und filtriert.

Schwefelbestimmungen:

Rohöl S = 2,65, 2,63, 2,75, 2,57, 2,64 %, Mittel 2,65 %.
Rohöl mit Na_2S -Lösung bei 70° behandelt: S = 2,60 %, danach enthält das Öl freien Schwefel höchstens in Spuren! Durch die Behandlung tritt eine wesentliche Geruchsverbesserung ein.

Destillation nach Engler:

Siedebeginn 125° .	ccm	S in %
1. Fraktion 125 - 150°	6	2,23
2. " 150 - 200°	24	2,60
3. " 200 - 250°	21	2,54
4. " 250 - 300°	21,5	2,24
5. " 300 - 350°	15,5	2,64
6. " 350 - 380°	7	2,59
Rückstand	5	1,92

zus. 100 Mittel 2,46

Im Gegensatz zu den Schieferölen nach Dr. Meier und Dr. Schweitzer, deren Siedebeginn erst bei ungefähr 200° liegt, enthält das vorliegende Öl beachtliche Mengen niedrigsiedender Bestandteile.

Charakterisierung der Fraktionen:

1. Frakt.: Dünfl., gelb, trüb; beim Stehen braun, Trübung setzt sich ab.
2. " : Dünfl., gelb, klar; beim Stehen rotbraun.
3. " : Dünfl., grüngelb, klar; beim Stehen rotbraun.
4. " : Dünfl., olivgrün, klar; beim Stehen etwas dunkler.
5. " : Etwas dickflüssiger, rotbraun, klar.
6. " : Dickflüssig, fluoresziert grün, gelbbraun; beim Stehen etwas dunkler.

Rückstand: schwarze, sprüde Masse.

Bei der Behandlung mit gesättigter Chlorkalklösung in Gegenwart von Natriumbicarbonat ging der Schwefelgehalt auf 3,07%, mit 5%iger Natriumhypochloritlösung auf 2,82% zurück. Bei der darauffolgenden Behandlung mit Natriumsulfid trat im letzteren Falle ein weiterer Rückgang auf 2,67% im S-Gehalt ein. Energiicher wirkt konzentriertere (12-13%ige Natriumhypochloritlösung, bei 2 Versuchen trat starke Erwärmung ein, der S-Gehalt ging auf 2,17 bzw. 1,87% zurück, dafür enthielten die so behandelten Öle aber 5,4 bzw. 11,7% Chlor. Es scheint auf diese Weise möglich zu sein, beträchtliche Mengen Chlor einzuführen, für die Entschwefelung kommt das Verfahren nicht in Frage. Die näheren Bedingungen dieser Reaktion sollen noch ermittelt werden.

Tübingen, den 30. Juni 1942.

000220

000221

Dr. Walter Theilacker.
Dozent für Chemie.

Tübingen, den 2. September 1940.
Chemisches Institut.

An das

Württembergische Bergamt

Stuttgart - S

Karlstrasse 5.

Ihr Schreiben: Nr. 521/40.

Sehr geehrter Herr Bergamt !

Auf Ihr Schreiben vom 19. August will ich Ihnen im folgenden die Resultate mitteilen, die mein Mitarbeiter Herr Dr. W. Schmid bei dem mir Ende April von Herrn Dr. Schweitzer überlassenen Metzinger Schieferöl gefungen hat. Diese Resultate sind mit TM bezeichnet, während die bei einem von Herrn Dr. F. W. Meier, Stuttgart, an einem Schömberger Schieferöl erhaltenen Ergebnisse mit TS bezeichnet sind. Zum Vergleich sind, soweit das möglich ist, die Daten aus dem Gutachten des Herrn Prof. Heinze, Berlin (im folgenden mit B bezeichnet) herangezogen.

Die Destillationsergebnisse sind:

000222

alles 07 mit ca. 10% für ...
 n. ...
 393.

Vakuumdestillation :

TM			TS <i>Py. Geruch</i>				
Fraktionen	% S	Gew. %	Fraktionen	% S	Gew. %		
1. Frakt. bis 100°/14mm	2,46	2,33	8,4	1. Frakt. bis 100°/12mm	3,78	3,86	9,7
2. Frakt. 100-130°/15mm	2,16	2,07	11,5	2. Frakt. 100-130°/12mm	3,28	3,13	10,1
3. Frakt. 130-160°/15mm	2,33	2,44	11,5	3. Frakt. 130-160°/12mm	3,39	3,29	13,2
4. Frakt. 160-190°/16mm	2,54	2,45	12,9	4. Fr. kt. 160-190°/12mm	3,00	2,87	10,8
5. Frakt. 190-220°/16mm	2,77	2,63	11,9	5. Frakt. 190-220°/12mm	3,04	2,93	12,3
6. Frakt. 220-250°/17mm	2,75	2,75	11,2	6. Frakt. 220-250°/12mm	2,70	2,78	12,0
7. Frakt. 250-280°/17mm	2,67	2,54	8,6	7. Frakt. 250-280°/12mm	2,66	2,69	9,7
8. Frakt. 280-310°/17mm	2,37	2,44	6,2	8. Frakt. 280-310°/12mm	2,41	2,38	6,1
9. Frakt. 310-340°/18mm	2,20	2,13	7,8	9. Frakt. 310-340°/12mm	2,24	2,11	10,8
Koks	2,67	2,81	5,3	Koks	1,50	1,49	2,9
Durchschn. ber.	2,45		95,3	Durchschn. ber.	2,91		97,6
Durchschn. gef. Mischpr.	2,44	2,52		Durchschn. gef. Mischpr.	2,77	2,91	
Rohprodukt	4,27	4,19		Rohprodukt	3,34	3,36	

Bei der Destillation ...
 TS: ...
 1. Frakt. ...
 2. Frakt. ...
 3. Frakt. ...
 4. Frakt. ...
 5. Frakt. ...
 6. Frakt. ...
 7. Frakt. ...
 8. Frakt. ...
 9. Frakt. ...
 Koks ...

TM:

Destillation bei gewöhnlichem Druck:

000223

TM

TS

Fraktionen	% S	Vol.%	Fraktionen	% S	Vol.%		
1. Frakt. bis 200°	2,53	2,63	3,0	1. Frakt. bis 200°	3,80	3,63	1,1
2. Frakt. 200-250°	2,83	2,64	12,1	2. Frakt. 200-250°	3,63	3,56	12,8
3. Frakt. 250-300°	2,81	2,96	20,8	3. Frakt. 250-300°	3,20	3,19	18,8
4. Frakt. 300-350°	2,75	2,91	19,7	4. Frakt. 300-350°	3,14	2,94	18,2
5. Frakt. 350-400°	2,56	2,60	25,3	5. Frakt. 350-400°	2,84	2,81	25,1
6. Frakt. 400-420°	2,18	2,13	10,8	6. Frakt. 400-417°	2,32	2,49	16,8
Durchschn. ber.	2,63	91,7		Durchschn. ber.	3,13	92,8	

Rohprodukt

4,27 4,19

Rohprodukt

3,34 3,36

1. Frakt.: dunkelgelb, dünnflüssig
 2. Frakt.: hellbraun, dünnflüssig
 3. Frakt.: dunkelbraun, dünnflüssig
 4. Frakt.: dunkelbraun, dünnflüssig
 5. Frakt.: dunkelbraun, dünnflüssig
 6. Frakt.: dunkelbraun, dünnflüssig

1. Frakt.: hellgelb, dünnflüssig
 2. Frakt.: hellbraun
 3. Frakt.: dunkelbraun
 4. Frakt.: dunkelbraun
 5. Frakt.: dunkelbraun

Starker Schwefelgehalt
 an der Spitze
 Primär-Platzierung
 schwarze Marke
 Mittelteil, enthält fast keine Schwefel.

Vergleich des Schwefelgehalts (Durchschnittswerte)

1. u. 2. Frakt. enthalten in einem kleinen Teil

	TM	TS	B
Rohprodukt	4,23	3,35	5,28
Benzin bis 200°	2,58	3,72	4,75
Dieselmotorenstoffdestill. 200-370° bez. 400°	2,76	3,16	3,68

Der Vergleich zeigt Folgendes:

Das Metzinger Öl, das wir untersucht haben, besitzt einen niedrigeren S-Gehalt als das von Prof. Heinze untersuchte, durch Destillation und zwar sowohl im Vakuum wie bei gew. Druck gehen in unserem Falle die S-Werte erheblich zurück (1,78% im Vakuum, 1,60% bei gew. Druck), einen Rückgang in der gleichen Größenordnung von 5,28% auf 3,78% (Mittelwert auf Grund der Gew.%) findet auch Prof. Heinze, nur liegt hier eben der Schwefelgehalt des Rohprodukts um 1% höher.

Destillation bei gewöhnlichem Druck:

000223

TM

TS

Fraktionen	% S	Vol.%	Fraktionen	% S	Vol.%
1. Frakt. bis 200°	2,53 2,63	3,0	1. Frakt. bis 200°	3,80 3,63	1,1
2. Frakt. 200-250°	2,83 2,64	12,1	2. Frakt. 200-250°	3,63 3,56	12,8
3. Frakt. 250-300°	2,81 2,96	20,8	3. Frakt. 250-300°	3,20 3,19	18,8
4. Frakt. 300-350°	2,75 2,91	19,7	4. Frakt. 300-350°	3,14 2,94	18,2
5. Frakt. 350-400°	2,56 2,60	25,3	5. Frakt. 350-400°	2,84 2,81	25,1
6. Frakt. 400-420°	2,18 2,13	10,8	6. Frakt. 400-417°	2,32 2,49	16,8
Durchschn. ber.	2,63	91,7	Durchschn. ber.	3,13	92,8

Rohprodukt

4,27 4,19

Rohprodukt

3,34 3,36

1. Frakt.: dunkelgelb, dünnflüssig
 2. Frakt.: hellbraun, dünnflüssig
 3. Frakt.: dunkelbraun, dünnflüssig
 4. Frakt.: dunkelbraunrot, dünnflüssig
 5. Frakt.:
 6. Frakt.:
 1. Frakt.: hellgelb, dünnflüssig
 2. Frakt.: hellbraun
 3. Frakt.: dunkelbraun
 4. Frakt.: dunkelbraunrot
 5. Frakt.:
 6. Frakt.:
 (Handwritten notes: "Starkes Rückbleiben an der Zucht", "Schwache Paraffinmenge", "Viel von Paraffin", "Kohlensäure, Kohlenwasserstoffe", "Viel von Paraffin", "Viel von Paraffin")

Vergleich des Schwefelgehalts (Durchschnittswerte)

	TM	TS	B
Rohprodukt	4,23	3,35	5,28
Benzin bis 200°	2,58	3,72	4,75
Dieselmotorenstoffdestill. 200-370° bez. 400°	2,76	3,16	3,68

Der Vergleich zeigt Folgendes:

Das Metzinger Öl, das wir untersucht haben, besitzt einen niedrigeren S-Gehalt als das von Prof. Heinze untersuchte, durch Destillation und zwar sowohl im Vakuum wie bei gew. Druck gehen in unserem Falle die S-Werte erheblich zurück (1,78% im Vakuum, 1,60% bei gew. Druck), einen Rückgang in der gleichen Größenordnung von 5,28% auf 3,78% (Mittelwert auf Grund der Gew.%) findet auch Prof. Heinze, nur liegt hier eben der Schwefelgehalt des Rohprodukts um 1% höher.

000224

Ganz anders verhält sich das Schömberger Öl, der S-Gehalt des Rohprodukts liegt wesentlich niedriger, der Rückgang des S-Gehalts durch Destillation ist jedoch viel geringer (0,44% im Vakuum, 0,22% bei gew. Druck).

Der Schwefel, der bei der Destillation verloren geht, wird in der Hauptsache als Schwefelwasserstoff abgespalten. Vermutlich liegen die Verhältnisse, dass 2 verschiedene Arten von Schwefelverbindungen im Schieferöl enthalten sind, labile, die beim Erhitzen Schwefelwasserstoff abspalten, und stabile, die beim Erhitzen unverändert bleiben. Der Schwefelgehalt des Rohprodukts kann nun unseres Erachtens einer Schwankung unterworfen sein, die einerseits durch den S-Gehalt des Schiefers, andererseits durch die verschiedenen Schmelbedingungen bedingt wird, das Verhältnis labile zu stabile S-Verbindungen wird aber wahrscheinlich nur von den Schmelbedingungen (in der Hauptsache von der Schmeltemperatur) abhängen. Eine Entscheidung darüber könnte nur die Ermittlung des Verhältnisses S-Gehalt des Rohöles zu S-Gehalt des dest. Öles bei Schmelölen, die unter verschiedenen Schmelbedingungen erhalten wurden, liefern.

Wie ich Ihnen bereits mitteilte, sind wir bereit, die S-Bestimmung bei den unter verschiedenen Bedingungen erhaltenen Schieferölen auszuführen. Da unser Institut jedoch erst am 16. September geöffnet wird, bitte ich Sie um eine Mitteilung, dass die Untersuchungen dringlich sind (verweisen Sie darin bitte auf Ihr Schreiben vom 26. Juli 1940), dann können wir voraussichtlich mit Hilfe Ihres Schreibens beim Institutsvorstand erreichen, dass wir schon nächsten Montag mit den Untersuchungen beginnen können.

Ich hoffe, dass Ihnen mit diesen Angaben gedient ist, bin aber zu einer weiteren Auskunft gerne bereit.

Heil Hitler!

Derselbe Rückgang im Schwefelgehalt, wie er durch Destillation hervorgerufen wird, kann auch durch Reinigen des Schieferöls nach H. Scheibler (B. 52, 1905 [1919]) erzielt werden (Gereinigtes Öl TM: 2,08% 1,94%, TS: 2,85% 2,68%). Den gleichen Erfolg hat vielstündiges Kochen des Schieferöls in Alkohol mit Na-Äthylat (TM: 2,37%, 2,43%).

31. Mai

An das
Württ. Bergamt,
Stuttgart-S.
Karlstr. 5.

000225

Auf das Schreiben des Württ. Bergamts vom 18. teile ich mit, daß ich auf Wunsch des Württ. Bergamts eine vorläufige Untersuchung der beim Schwelen des Schiefers anfallenden Ölemulsion ausgeführt habe. Die Emulsion trennt sich beim längeren Stehen in hohen Gefäßen (s. beiliegende Abbildung) in dunkelbraunes Öl, eine grünlich-gelb gefärbte wässrige Lösung und einen grauschwarzen Schlamm, der sich am Boden absetzt. Aus 9 Liter Ölemulsion erhielten wir auf diese Art und Weise 3,5 Ltr. Öl (die in der Figur angegebene Menge Öl ist nur ein Teil der Gesamtmenge, der Hauptanteil wurde schon vorher abgetrennt), 4 Ltr. wässrige Lösung und 1,5 Ltr. Schlamm. Es käme also meines Erachtens lediglich auf eine sorgfältige Teerescheidung an, um so die Gesamtmenge des Öls zu erfassen und die Ölemulsion zu vermeiden.

Das Öl selbst enthält sehr viel Schwefel (4,33; 4,31 %) und liegt nur wenig höher als der Schwefelgehalt des anderen Öls, das mir von Herrn Dr. Schweitzer überlassen wurde (4,27; 4,10%). Der Schwefelgehalt des mir von Herrn Dr. Meier überlassenen Öls liegt 1% niedriger. Allerdings wird der Schwefelgehalt beim Destillieren erheblich zurückgehen, denn bei der Destillation entweichen große Mengen von Schwefelwasserstoff, den wir bei einer vorläufigen Destillation durch Kühlung mit flüssiger Luft isolieren konnten. Schwefelwerte der Destillate liegen noch nicht vor. Ob der Schwefelwasserstoff als solcher oder vorliegt oder erst bei der Destillation abgespalten wird, ist noch nicht untersucht.

Die wässrige Lösung reagiert schwach sauer ($p_H = 5$), enthält Eisen, Pyridinbasen, aber keinen Sulfidschwefel. Da das Schwelwasser des Schiefers sonst alkalisch reagiert und viel Schwefelwasserstoff enthält, muß die Emulsion wahrscheinlich durch Stehen an der Luft schon beträchtlich verändert worden sein, Wir be-

absichtigen deshalb keine weitere Untersuchung.

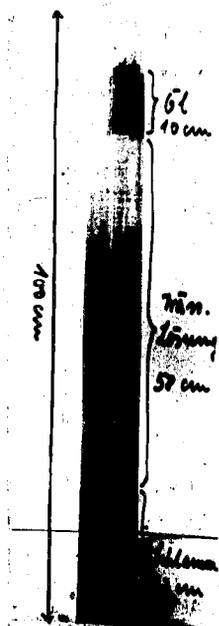
288000

Der Schlamm wird sich vermutlich aus Flugstaub zusammensetzen, der wahrscheinlich auch etwas Schwefeleisen enthalten dürfte, eine Untersuchung ist bisher noch nicht vorgenommen worden.

Ich unterbreite dem Württ. Bergamt diesen kurzen Bericht mit der Bitte, mir mitzuteilen, ob eine weitere Untersuchung der Emulsionsbestandteile noch von Interesse ist, nachdem eine Abtrennung des Öls aus der Emulsion möglich ist. Über die Untersuchung des eigentlichen Öls werde ich noch zu gegebener Zeit berichten.

Heil Hitler!

000226



000227

Zur Kenntnis des Öles aus württ. Ölschiefer .

von Walter Theilacker und Walter Schmid,
Chemisches Institut d. Univ. Tübingen .

Schieferöle, die durch Schwelung aus Ölschiefen verschiedener Herkunft erhalten werden, sind schon von verschiedenen Seiten untersucht worden¹⁾, manche von ihnen werden technisch verarbeitet, bei anderen behindert ein mehr oder weniger hoher Schwefelgehalt die technische Verwendung. Zu den letzteren gehört auch das Öl aus württ. Lias-Ölschiefer (Posidonienschiefer), das einen Schwefelgehalt von einigen Prozenten aufweist.

Da der Schwefelgehalt des Schieferöls ausschlaggebend für die technische Brauchbarkeit eines derartigen Oles ist, untersuchten wir zunächst die Abhängigkeit des S-Gehalts von der Verarbeitung durch Destillation, dann die Änderung des S-Gehalts durch Erhitzen allein bezw. durch Einwirkung chemischer Agentien und entwickelten zu diesem Zweck eine Methode zur Schwefelbestimmung in organischen Substanzen²⁾, die eine rasche und sichere Ermittlung des Schwefelgehalts erlaubt. Für die Untersuchungen standen uns Öle zur Verfügung, die einerseits nach dem Schwelverfahren von Dr. Schweitzer (Württ. Oberbergamt), ~~andererseits nach dem Verfahren des württ. Bauates für Technik (Dr. Meier-Grolman)~~ ^{aus dem} gewonnen wurden. Die Öle nach dem ~~ersten~~ ^{ersten} Verfahren waren aus Metzinger (M₁ und M₂) und Schömberger Schiefer (MS), das nach dem ~~zweiten~~ ^{zweiten} aus Schömberger Schiefer (S) dargestellt, alle Öle wurden vor der weiteren Verarbeitung über Chlorcalcium getrocknet und filtriert.

1) Siehe z. B. F. Ullmann, Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 10 S. 63 ff.; H. Scheibler, Angewandte Chemie, 39, 1397 (1926) und früher .

2) W. Theilacker und W. Schmid, Angew. Chem. 53, 255 (1940).

3) D.R. P. 618 725, Portlandzementwerk Johannhausen, v. Robert & Co. Kommanditgesellschaft

000228

2.

Mein-Otto-Verfahren

Öl aus Schömberger Schiefer, Verf. Baumt f. Technik (S).

Fraktionierte Vakuumdestillation:

	% S	Gew. %	spez. Gew.	Flammpunkte
1. Fraktion bis 100°/12 mm	3,78; 3,86	9,7	0,840	56°
2. " 100-130°/12 mm	3,28; 3,13	10,1	0,875	87°
3. " 130-160°/12 mm	3,39; 3,29	13,2	0,905	111°
4. " 160-190°/12 mm	3,00; 2,87	10,8	0,930	143°
5. " 190-220°/12 mm	3,04; 2,93	12,3	0,955	160°
6. " 220-250°/12 mm	2,70; 2,78	12,0	-	185°
7. " 250-280°/12 mm	2,66; 2,69	9,7	-	208°
8. " 280-310°/12 mm	2,41; 2,38	6,1	-	236°
9. " 310-340°/12 mm	2,24; 2,11	10,8	-	272°
Rückstand	1,50; 1,49	2,9	-	-
	zus.:	97,6		
Durchschnitt ber.	2,91			
Rohöl	3,34; 3,36			

Aussehen: Die 1. Fraktion ist hell grüngelb, wird an der Luft rasch dunkel, zuletzt dunkelrotbraun, die zweite Fraktion ist olivgrün, färbt sich an der Luft ebenfalls dunkelrotbraun, die übrigen Fraktionen sind dunkelrotbraun bis dunkelbraun gefärbt, von der 6. Fraktion ab tritt grüne Fluoreszenz auf.

Viskosität: Die ersten drei Fraktionen sind dünnflüssig, die nächsten werden immer viskoser, die sechste Fraktion ist dickflüssig mit einer geringen Kristallausscheidung, die 7. Fraktion ist sehr dickflüssig, z.T. auskristallisiert, die achte breiartig, die neunte salbenartig fest bei gew. Temperatur.

Fraktionierte Destillation bei gew. Druck:

	% S	Vol. Proz.
1. Fraktion bis 200°	3,80; 3,63	1,1
2. Fraktion 200-250°	3,63; 3,56	12,8
3. " 250-300°	3,20; 3,19	18,8
4. " 300-350°	3,14; 2,94	18,2
5. " 350-400°	2,84; 2,81	25,1
6. " 400-420°	2,32; 2,49	16,8
		zus. 92,8
Durchschnitt ber.	3,13	
Rohöl	3,34; 3,36	

Aussehen: 1. Fraktion hellgelb, 2. Fraktion hellbraun, 3. Fraktion braun, alle 3 Fraktionen färben sich beim Stehen an der Luft dunkelbraun, auch die übrigen Fraktionen besitzen diese Farbe. Von der 4. Fraktion ab tritt grüne Fluoreszenz auf. Die 1. und 2. Fraktion scheiden beim Stehen an der Luft eine geringe Menge Harz ab.

Viskosität: Die ersten 3. Fraktionen sind dünnflüssig, von der 4. Fraktion ab werden sie viskoser, die 6. Fraktion ist dickflüssig mit Kristallabscheidung.

Destillation: Öl solange destilliert, bis nichts mehr übergeht. S-Gehalt des Destillats: 2,58; 2,61 %.

Behandlung des Rohöls mit Natronkalk, Na- und NH_3 : 34 % Verlust, S-Gehalt des gereinigten Öls: 2,85; 2,68 %.

Behandlung des Rohöls mit Na_2S oder $(\text{NH}_4)_2\text{S}$: Rohöl mehrere Male mit wässriger Na_2S -Lösung ausgeschüttelt, dann mit Wasser gründlich gewaschen, mit CaCl_2 getrocknet und filtriert. S-Gehalt: 2,84; 2,87%.

100 g Rohöl werden mit 100 ccm 20%iger wässriger Natriumsulfid-lösung unter intensivem Rühren auf $70-80^\circ$ erwärmt und bei dieser Temperatur eine halbe Stunde belassen. Nach dem Abkühlen wird das Gemisch mit 100 ccm Wasser durchgeschüttelt und die in dünner Schicht braunrote, in dicker völlig undurchsichtige wässrige Lösung vom Öl im Scheidetrichter abgetrennt. Das Verfahren wird noch zweimal wiederholt, dann wird das Öl dreimal mit Wasser gewaschen, mit Chlorcalcium getrocknet und filtriert. Verlust 16 g. S-Gehalt: 2,86; 2,79%.

Öl aus Metzinger Schiefer, Verf. Dr. Schweitzer (M.).

Fraktionierte Vakuumdestillation:

	% S	ew. %
1. Fraktion bis $100^\circ/14$ mm	2,76; 2,33	8,4
2. " $100-130/15$ mm	2,16; 2,07	11,5
3. " $130-160^\circ/15$ mm	2,33; 2,44	11,5
4. " $160-190^\circ/16$ mm	2,54; 2,45	12,9
5. Fraktion $190-220^\circ/16$ mm	2,77; 2,63	11,9
6. " $220-250^\circ/17$ mm	2,75; 2,75	11,2
7. " $250-280^\circ/17$ mm	2,67; 2,54	8,6
8. " $280-310^\circ/17$ mm	2,37; 2,44	6,2
9. " $310-340^\circ/18$ mm	2,20; 2,13	7,8
Rückstand	2,67; 2,81	5,3
		zus. 95,3
Durchschnitt ber.	2,45	
Rohöl	4,27; 4,19	

43) H. Scheibler, B. 52, 1905 (1910).

Bei der Destillation tritt eine gewisse Zersetzung unter Nebelbildung ein, dies zeigt sich auch am Vakuum, das mit steigen der Temperatur schlechter wird. Bei dieser Zersetzung bildet sich in der Hauptsache Schwefelwasserstoff, der sich bei einer Kontrolldestillation durch Zwischenschaltung einer mit flüssiger Luft gekühlten Falle in fester Form abscheiden lässt.

Aussehen: und Viskosität: analog S.

Fraktionierte Destillation bei gew. Druck:

	% S	Vol. %
1. Fraktion bis 200°	2,53; 2,63	3,0
2. " 200-250°	2,83; 2,64	12,81
3. " 250-300°	2,81; 2,96	20,8
4. " 300-350°	2,75; 2,91	19,7
5. " 350-400°	2,56; 2,60	25,3
6. " 400-420°	2,18; 2,13	10,8
		zus. 91,7
Durchschnitt ber.	2,63	
Rohöl	4,27; 4,19	

Aussehen und Viskosität: analog S.

Destillation: Öl solange destilliert, bis nichts mehr übergeht.

S-Gehalt des Destillats: 2,69; 2,67%.

Rohöl bis 200° getoppt: S-Gehalt des Rückstands: 3,13; 3,13 %.

Erhitzen des Rohöls: Eine Probe des Rohöls wurde am Steigrohr auf 250° erhitzt. S-Gehalt nach $\frac{1}{2}$ -stündigem Erhitzen 3,10 %, nach 4-stündigem Erhitzen 3,01 %.

Behandlung des Rohöls mit verd. Salzsäure und verd. Natronlauge:

250 g getrocknetes und filtrierte Rohöl werden mit dem gleichen Volumen Äther vermischt, das Gemisch wird dreimal mit je 100 ccm 2 n. Salzsäure ausgeschüttelt, wobei ziemlich starke Verharzung eintritt. Man schüttelt die salzsäure Lösung mit Äther aus, verjagt den in der Lösung enthaltenen Äther durch einen Luftstrom, filtriert, macht stark alkalisch und schüttelt erneut mehrmals mit Äther aus. Aus den ätherischen Auszügen der alkalischen Lösung erhält man nach dem Trocknen mit Kaliumcarbonat durch Verjagen des Äthers 3 g (1,2 %) ziemlich dickflüssiges dunkelbraunes Öl, das stark nach Pyridinbasen riecht und im Vakuum nur zu einem kleinen Teil (0,6 g) unfraktioniert destilliert. S-Gehalt: 1,55 %.

000231

Eine Probe des mit verd. Salzsäure ausgezogenen Öl-Äther-Gemisches wird mit Wasser ~~ab~~geschüttelt, dann über Chlorcalcium getrocknet und durch Erhitzen vom Äther befreit. S-Gehalt: 4,28; 4,35 %.

Das Öl-Äther-Gemisch wird zweimal mit Wasser gewaschen, dann dreimal mit je 100 ccm 2/n. Natronlauge ausgeschüttelt. Man zieht die alkalische Lösung noch zweimal mit wenig Äther aus, verjagt den in der Lösung enthaltenen Äther durch einen Luftstrom, filtriert säuert an und schüttelt mehrmals mit Äther aus. Die ätherischen Auszüge aus der sauren Lösung werden mit Chlorcalcium getrocknet und verdampft, Rückstand 1,8 g (0,7%) dunkelbraunes Öl, das nach Phenolen riecht und uneinheitlich destilliert ($K_{p_{20}} 98^{\circ}$ bis über 160°). S-Gehalt: 2,17 %.

Öl-Äther-Gemisch von der alkalischen Extraktion mit Wasser gewaschen, mit Chlorcalcium getrocknet und durch Erhitzen vom Äther befreit. S-Gehalt: 4,32; 4,36 %.

Behandlung des Rohöls mit Natronkalk, Na und NH_3 ³⁾: 33 % Verlust, S-Gehalt des gereinigten Öls: 2,08; 1,94 %.

Behandlung des Rohöls mit Natriumäthylat:

100 g getrocknetes Öl werden mit 250 ccm Natriumäthylatlösung (16 g Na + 250 ccm Alkohol) 14 Stunden am Steigrohr zum Sieden erhitzt. Dann wird mit Äther aufgenommen, mit viel Wasser durchgeschüttelt, die ätherische Lösung noch einige Male mit verd. Natronlauge, dann mit Wasser, verd. Salzsäure und wieder mit Wasser ausgeschüttelt, mit Chlorcalcium getrocknet und verdampft. Rückstand: 84 g Öl, S-Gehalt 2,37; 2,43 %.

Behandlung des Rohöls mit Na_2S oder $(NH_4)_2S$: Rohöl mehrere Male mit $(NH_4)_2S$ -Lösung ausgeschüttelt, dann mit Wasser gewaschen, mit Chlorcalcium getrocknet und filtriert. S-Gehalt: 2,92; 2,97 %.

Nach wiederholter Behandlung beträgt der S-Gehalt 2,98 %.

Behandlung des Rohöls mit Kupferpulver: Rohöl ^{bei Zimmertemp.} in der Kette einige

Stunden mit Kupferbronze (Naturkupfer C) geschüttelt. S-Gehalt 4,13%

Behandlung mit wässriger Na_2S -Lösung in der Kette wie bei S, Verlust 16%.
S-Gehalt: 2,38; 2,17 %.

Öl aus Met-inger Schiefer, Verf. Dr. Schweitzer (M_2).

Rohöl: S-Gehalt 4,22; 4,29; 4,30 %.

Destillation: Öl solange destilliert, bis nichts mehr übergeht.

S-Gehalt des Destillats: 2,99; 3,06 %.

000232

Behandlung des Rohöls mit Na_2S oder $(\text{NH}_4)_2\text{S}$: Rohöl mehrere Male mit wässriger Na_2S -Lösung ausgeschüttelt, dann mit Wasser gewaschen, mit Chlorcalcium getrocknet und filtriert. S-Gehalt 2,41; 2,55%.
*Behandlung mit wässriger Na_2S -Lösung in der Hitze wie bei S, Verlust 18%.
 S-Gehalt: 2,46; 2,29%.*
 Öl aus Schömberger Schiefer, Verf. Dr. Schweitzer (MS).

Rohöl: S-Gehalt 5,63; 5,71%.

Destillation: Öl solange destilliert, bis nichts mehr übergeht.

S-Gehalt des Destillats: 3,24; 3,47%.

Behandlung des Rohöls mit Na_2S oder $(\text{NH}_4)_2\text{S}$: Rohöl mehrere Male mit wässriger $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Lösung ausgeschüttelt, dann mit Wasser gewaschen, mit Chlorcalcium getrocknet und filtriert. S-Gehalt 3,61; 3,24%.

Behandlung mit wässriger Na_2S -Lösung in der Hitze wie bei S, Verlust 17%. S-Gehalt: 3,04; 3,11%.
 Ergebnisse.

Der Schwefelgehalt der untersuchten Rohöle ist ziemlich hoch, er schwankt zwischen 3 und 6%. Vergleicht man den Einfluss des Ausgangsmaterials auf den Schwefelgehalt, so zeigt sich, dass bei dem gleichen Verfahren (M_1 , M_2 , MS) der Schömberger Schiefer ein schwefelreicheres Öl liefert, als der Metzinger, doch ist dieser Schluss insofern nicht sicher, als der Schwefelgehalt des Schiefers bei ein und demselben ~~Vorkommen~~ ^(Schömberg) einer erheblichen Schwankung unterworfen sein kann. Verschwelt man Schiefer aus dem selben Vorkommen nach den beiden Verfahren, so liefert das Verfahren von Dr. Schweitzer (MS) ein bedeutend schwefelreicheres Öl, als das ~~Verfahren des Gaule~~ ^{Müller-Bros} ~~ante für Technik~~ (S). Dieser Unterschied übersteigt bei den untersuchten Ölen die Schwankungen, die durch das Ausgangsmaterial hervorgerufen werden, er verwischt sich aber bei den destillierten Ölen, da bei der Destillation - sowohl im Vakuum als bei gew. Druck - der Schwefelgehalt zurückgeht und zwar bei M_1 , M_2 und MS stärker als bei S, wie aus nachstehender Tabelle hervorgeht. Man erhält so durch Destillation Öle, die sich in ihrem Schwefelgehalt ^{nicht} ~~auf~~ ^{mehr so stark} ~~noch wenig~~ unterscheiden. Bei der Fraktionierung der nach den verschiedenen Verfahren gewonnenen Öle (M_1 und S) unterscheiden sich im Schwefelgehalt die Anfangsfraktionen von M_1 und S am stärksten, je mehr die Siedepunkte ansteigen, desto geringer wird der Unterschied zwischen M_1 und S.

1. Vergleich des Metzingers Öls aus dem gleichen Schiefervorkommen, so liegt der Schwefelgehalt von S. S. Verfahren Dr. Schweitzer, nach der Destillation in der gleichen Größenordnung wie der von S. (Müller-Bros-Verfahren) vor der Destillation.

Rückgang des Schwefelgehalts bei verschiedener
Behandlung des Rohöls .

	M ₁		M ₂		MS		S ₁	
	% S	Δ	% S	Δ	% S	Δ	% S	Δ
Rohöl	4,23	-	4,27	-	5,67	-	3,35	-
Destillation	2,67	1,56	3,03	1,24	3,36	2,31	2,60	0,75
Cetopt bis 200°	3,13	1,10						
4 Std. am Steigrohr erhitzt	3,01	1,22						
Na-Athylat	2,40	1,83						
Natronkalk, Na+NH ₃	2,01	2,22					2,77	0,58
(NH ₄) ₂ S oder Na ₂ S <i>Handwritten: 2</i>	2,95	1,28	2,48	1,79	3,43	2,24	2,85	0,50
	2,47	1,39	2,38	1,89	3,28	2,39	2,88	0,32

Δ = Differenz zwischen dem S-Gehalt des Rohöls und des behandelten Öls.

Einen Rückgang im Schwefelgehalt von der gleichen Größenordnung wie bei der Destillation, bei der der Schwefel als Schwefelwasserstoff abgespalten wird, erleiden die Rohöle auch durch Toppen oder Erhitzen am Steigrohr, sowie bei der Einwirkung von Natriumäthylat oder Natronkalk, Natrium und Ammoniak. Es wurde deshalb zunächst vermutet, daß im Schieferöl zwei verschiedene Arten von Schwefelverbindungen vorliegen, labile, die beim Erhitzen Schwefelwasserstoff abspalten, und stabile, die beim Erhitzen unverändert bleiben. Da aber die bekannten Mercaptane, Thiophenole, Thioäther und Thiophenverbindungen beim Erhitzen keine Neigung zur Abspaltung von Schwefelwasserstoff zeigen, war die Annahme solcher labiler Schwefelverbindungen unwahrscheinlich und es lag viel eher der Verdacht nahe, daß die Rohöle elementaren Schwefel in feinh verteilter oder gelöster Form enthalten. Ist das Letztere der Fall, dann mußte sich dieser Schwefel durch geeignete Lösungsmittel entfernen lassen. Dies gelang auch tatsächlich durch Ausschütteln der Rohöle mit wässriger Ammonsulfid- oder Natriumsulfidlösung, *Handwritten: in der Rohöl, mit wässriger Ammoniumsulfid-Lösung bei 20-30°* die den elementaren Schwefel unter Polysulfidbildung aufnehmen. Die Schieferöle besitzen demnach einen Gehalt an elementarem Schwefel, der *Handwritten: dem Wasser-Lösungs-Verfahren durch Verfahren von D. Schmitz* bei M₁, M₂ und MS dagegen erheblich ist und auch das Verhalten der Schieferöle beim Erhitzen oder Destillieren verständlich macht. Der elementare Schwefel wirkt in diesem Falle als Dehydrierungsmittel, er geht in Schwefelwasserstoff über und

führt gleichzeitig zur Bildung ungesättigter oder aromatischer Verbindungen.

Während sich so der elementare Schwefel im Schieferöl auf einfache Weise entfernen läßt, ist der chemisch gebundene Schwefel sehr fest, wahrscheinlich in Form von Thiophenverbindungen verankert. Seine Entfernung durch einfache chemische Mittel ist bisher nicht gelungen und dürfte nur durch katalytische Hydrierung in befriedigender Weise lösbar sein.

Für die Gewährung eines Forschungsstipendiums ist Dr. W. Schmid der Deutschen Forschungsgemeinschaft zu Dank verpflichtet.

(Die mit wässriger Ammonsulfid- bzw. Natriumsulfidlösung behandelten Öle sind in ihrer Farbe gegenüber den schwarzbraunen Rohölen kaum aufgehellt, dagegen ist durch die Behandlung eine wesentliche Geruchsverbesserung eingetreten. Auffallenderweise sind von den so behandelten Ölen S und MS viskoser und in dünner Schicht etwas dunkler gefärbt als M_1 und M_2 , danach scheint die Beschaffenheit des Öles in dieser Hinsicht mehr von dem Schiefervorkommen als von dem ^{Schwefel} Verfahren abhängig zu sein.)

000234

No bag assigned.

Originals returned to CIOS Document Section.

Target 30/Opportunity

Drs. Ludwig Schmitt

000235

Julius Schmitt

Heinrich Schmitt

Foamed Coal (Schaumkohle).

Statements and Reports.

COMBINED INTELLIGENCE OBJECTIVES SUB-COMMITTEE
c/o G-2 DIVISION
SUPREME HEADQUARTERS
ALLIED EXPEDITIONARY FORCE (REAR)

INDEX OF CIOS SPECIAL DOCUMENTS

CIOS Target No. 30 / Opportunity Date July 9, 1945
Name of Field Team Leader S. S. Shum
Agency Represented TIC, US Embassy, London
Address 40 Barbican Square Tel. _____
ACCURATE DESCRIPTION OF DOCUMENTS

- 1 file of letters and technical reports relating to the process of manufacturing foamed coal, a special form of industrial fuel, and to the formation of porous mixtures with solid materials. The file obtained from T Force Hdqs., Barchegaden, was from Dr. Heinrich Schmitt Werke, K.F., Barchegaden, and contains no operational or other military intelligence information. In order to complete the team report to CIOS promptly, the file will be carried by the team leader, with the approval of 3rd Army Hdqs. Document Section, to London and turned in to CIOS Document Section.

000236

DISTRIBUTION.

- 2 - Place in special bag with documents.
- 2 - Forward to G-2 Document Section, SHAEF, through Army Group G-2.
- 1 - Leave with or forward to relevant Army Group Documents Centre (or appropriate Naval or Air Officer).
- 1 - Deliver to CIOS Secretariat, SHAEF (Rear).
- 1 - Retain for Field Team Leader.

Remember to number this Index to correspond with sack number as well as target number.

STATEMENT BY DRS. LUDWIG AND JULIUS SCHMITT.

Taken at the PENSION GOHLSTEIN, BERCHTESGADEN,
BAVARIA, 8th July 1945.

The following is an abbreviated translation of a statement prepared by Drs. Ludwig and Julius Schmitt in answer to specific questions concerning the firm of Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G. and its technical activities.

At 10 o'clock on the morning of the 7th July 1945 there appeared a scientific commission of four American and English officers who required information about problems and inventions of this firm and especially about foamed coal. The required information was imparted by Director Julius Schmitt and Professor Doctor Ludwig Schmitt, and special reference was made to the comprehensive sixteen page report of the 6th June 1945 which was taken to London by air by Lt.-Cols. Griffin and Peer of the Intelligence Corps and to the visit of Capt. Stratford and Dr. Porter on the 12th June 1945.

Further, the artificial resin typewriter and samples of artificial resin wood and foamed coal were demonstrated.....

(1) Complete description of the best method of producing foamed coal from various kinds of coal.

(a) For the production of foamed coal all kinds of coal from the youngest brown coal to the oldest bituminous coal are suitable. Among the less suitable are varieties of coal that are porous, for example, coke and young porous brown coals because with these the physico-chemical processes described in (2) take place less readily and a considerably higher percentage of the most expensive additive the artificial resin is necessary.

It is clear that the yield and the useful effect are better the higher the calorific value.

The coal must, in the first place, be delivered with a particle size of 0.5 to 2.5 mm. Therefore, waste coal and duff which have been accumulating in spoil-tips for many decades at coal mines are particularly suitable provided that they are not usable for briquetting or for special processes of furnace firing.

The supplies of this waste coal, especially in Germany, and presumably also in England, are very large and will suffice for a long time to come for the production of foamed coal without the need for miners to win coal from the pit. The production of foamed coal therefore requires no production of coal but is merely a problem of transporting the hitherto unusable and therefore cheap supplies already available. In order, therefore, to economise in transport, one would combine places for the production of foamed coal with the places where the waste coal is stored.

(b) The coal is separated in sizes from 0.5 to 2.5 mm. on a vibratory screen. The larger pieces over 2.5 mm. are returned to disintegrators for further size reduction. The quite fine coal under 0.5 mm. can be used for the production of dense non-porous briquettes

(c) The sieved and dry coal is now introduced ^{dry} into mixing machines, for example, concrete mixers with chemicals

in powdered form.

The kind of these chemical additives depends on the analysis of the variety of coal and the purpose for which the foamed coal is to be used.

It is not, therefore, possible to prescribe in advance exactly the kind and quantity of the additives, but these must be determined by chemists from case to case and will also depend on what can be provided quickly and cheaply at the production sites.

Up to now experiments have been made with Ostrau coal (a young bituminous coal from Bohemia), Kladno brown coal (Sudetenland), bituminous coal coke and coke breeze from a variety of mixed coals from the gas works at Heidenau, near Dresden, Saxony.

(i) For the production of producer gas from fixed producers and motor cars, about 1% of calcium salts, for example CaCO_3 , and 1% of iron oxide Fe_2O_3 are added.

(ii) For the production of foamed coal for rapid combustion the substances used in gunpowder were added, for example, potassium nitrate KNO_3 about 1½% and powdered sulphur 1-3% were added. If the foamed coal is to be used for producer gas vehicles this latter additive must be suppressed as the sulphur damages the motor. The addition of oxygen carriers, for example, potassium perchlorate or pyrolusite MnO_2 or Mn_3O_4 had to be dispensed with because these substances were no longer purchasable in Germany.

(iii) When foamed coal was used for the synthetic production of coal derivatives (methane, petrol, formaldehyde, etc.) the catalysts were added in pulverized form and thus evenly distributed throughout the bulk of the coal so that the reaction goes on everywhere in the interior of the coal so that a considerable simplification and cheapening of the plant are effected. Negotiations were initiated with the Lurgi-Wärme Firm in Frankfurt for practical large scale experiments and measurements but it was not possible to get so far owing to events towards the end of the war and transport difficulties.

(d) After the sieved coal has been mixed dry the admixture of resin takes place. Phenol and cresol resins were used, for example, Neoresit of the Nowack AG in Bautzen, Saxony, and resins of Albert & Co. in Biebrich near Wiesbaden, etc. Artificial resins that harden at temperatures up to 2000 are suitable. The quantity of the added resin depends on the variety of coal and its particle size and amounts to 4 to 10%. The smaller the particle the more resin is necessary. The harder and less porous the coal particle the less resin is necessary. Water soluble resins are more suitable than alcohol soluble resins. The resin is added until a sticky feeling mass results and the coal particles are wetted and shiny.

(e) The mixed material is then filled into moulds. For the production of foamed coal for producer gas briquetting machines for ovoid briquettes will in future be chosen. In the laboratory experiments rectangular cake tins were used with a rim 3 - 4 cm. high. The mixture was filled in and pressed somewhat with a ~~knife~~ piece of iron; it was then cut into pieces 46 mm. broad with a knife. The mixed material was pressed out so that it completely filled the mould and the

coal particles were in mutual contact.

(f) The mould filled with the coal under a slight pressure was then introduced into the drying oven. Electrical drying ovens that can be maintained at a definite temperature are suitable. The temperature is kept at 160 - 200° according to the kind of resin. The duration of the drying process depends on the size of the body to be heated and on the quantity of the resin. In the above described laboratory experiments the duration of drying was 1½ to 2 hours and with a block 40 cm. thick about 6 hours.

(g) After drying the mould is allowed to cool and the block of foam coal is taken out.

(h) This coherent block of foamed coal will withstand the shocks of transportation and can be despatched from the production site to the consumer.

(2) Short description of the development of the process including the description of the methods that were unsuccessful.

During the drying process in the production of foamed coal the following sequence of events occurs. As soon as the coal, as filled into the mould, reaches 100° the evaporation of water starts, both the water in the coal particles and that in the resin. In this way the body is internally loosened and the formation of pores and capillaries, so far not present, is favoured. At about 120 to 140° the resin begins to foam and to become liquid. In consequence of the physical effect of molecular forces on the surface of the coal particles (adhesion, cohesion, capillary effects, osmotic pressure, etc.) the resin flows to the points of contact of the coal particles.

At 160 to 200° the resin is irreversibly hardened and forms a solid framework so that the foamed coal is coherent and can be transported from place to place. When a combustion process or other operation is carried out up to 1250° the resin is carbonised and forms a solid carbon framework in which the coal particles and the additives are embedded. The additives, like the resin, form in each temperature region a new lattice in consequence of molecular surface forces and when combustion of the carbon is complete a coherent lattice of mineral matter remains; this only collapses when all the solid carbon has been removed as gaseous compounds. In this way the carbon contents of the coal is completely utilised and at the same time slagging is avoided.

The production of foamed coal is unsuccessful if the following mistakes are made:-

- (a) If too much resin is used.
- (b) If instead of resin another substance that does not properly harden irreversibly is used, for example water-glass, cerinol (a quick-hardening binder for cement) sulphite liquor, oils, etc.
- (c) When a substance is chosen that hardens before the water is evaporated.
- (d) If chemicals are admixed that decompose the above hardening material.
- (e) If the coal is tamped and pressed too hard into the mould.
- (f) If too little of the chemical additives is admixed.

(3) Details of the increase in the surface of the coal and the reactivity and on the formation of the briquette.

artificially The smaller the particle size of the coal the greater is the total surface and the greater is the quantity of the coal (bulk density). The porosity, however, gets smaller and the permeability is considerably increased. This shortcoming can be ameliorated by producing hollow spaces, capillaries, and laminae spaces in addition to those already present, according to the patent of Dr. Heinrich Schmitt. During the production of the foamed coal mass fine wires, tubes, etc., are introduced and are drawn out after the hardening, or substances are introduced in a tubular form so that they will decompose to give gaseous productions during the heating up to the combustion temperature so freeing the capillaries. The experiments on the most favourable particle size and the most favourable shape of the capillaries and laminae spaces were in full swing towards the end of the war. In any case the inventor, by a favourable choice of these factors, succeeded in regulating and controlling the time of combustion. A difficulty arose in the ignition of foamed coal especially when the older bituminous coals (anthracite, etc.) were used. A patent was therefore developed for the production of a special ignitable foamed coal by our collaborator Dr. Ing. Keppel within the framework of Dr. Heinrich Schmitt's patents. A foamed coal was produced from a coal with a low ignition temperature, for example, low temperature coke from brown coal to which oxygen carriers were added. This coal can be lit with a match or a glowing electric wire or sparks so that the foam coal proper is quickly raised to incandescence.

The first practical experiments with foamed coal for running vehicular producers were started in Heidenau, near Dresden. Foamed coal was used instead of brown briquettes in three experimental runs each of more than one hour carried out by Dr. Ludwig Schmitt with the production manager of the Zeuch gas producer company at Heidenau. In these it was qualitatively established -

(1) that the producer gas given by foamed coal is particularly good,

(2) that foamed coal unlike wood and brown coal gave the required increased quantity of producer gas when the load was increased in steep courses in the hilly country as soon as an increased air supply was admitted,

(3) the foam coal used remains coherent until all the coal is burnt and leaves little ash behind,

(4) the lorry engines with a large stroke and a low r.p.m. are specially suitable as the producer gas ignites more sluggishly than petrol vapour,

(5) that a disadvantage was the higher combustion temperature 1250 instead of 950° for which the Zeuch producer was not built.

The practical experiments and quantitative measurements are now to be carried out in Berchtesgaden. In particular, efficiency comparisons between foamed coal, petrol, brown coal and wood will be carried out under similar conditions and the adaptations necessary to the numerous vehicular producers available will be investigated. The results are to be worked out in practice in collaboration with the Fiat works in Heilbronn with the idea of alleviating transport difficulties in Germany.

Practical experiments on the rapid combustion of foamed coal were made at the Avia aircraft works (a Skoda concern) in Gbel, near Prague. During the first experiment the body burnt on the surface. This, however, was too small to produce the requisite thrust. In the second experiment the surface was considerably increased by artificial laminar spaces and was evenly ignited internally by means of igniter-coal. Even this experiment in a blast tunnel with a velocity of 20 m. per second did not give the thrust necessary for starting the aircraft; this ~~is~~ only reached if about 3 kilogrammes per second of coal can be burnt. In consequence of the evacuation required of, and carried out by, us to upper Bavaria / further documentary results were not handed to us.

A third experimental body was produced in Prague but in consequence of the evacuation could not be tested. Its dimensions were taken by Capt. Stratford and Dr. Porter in Berchtesgaden and it was photographed several times on June 11th. This body was to be finished in Ainring for blast tunnel tests. In case this experiment should not suffice Dr. Heinrich Schmitt had the idea of burning producer gas instead of spirit in a TL apparatus of the Junkers works in Prague without adaptation, the producer gas to be produced in special simple gas producers.

Hitherto no special experiments had been carried out by us on the making of briquettes in the briquetting machine. We do not know to what extent our brother, Dr. Heinrich Schmitt, has entered into negotiations with producing firms or has made proposals for the production of foamed coal on a large scale.

(4) Numbers of patent applications.

(a) The first application for a patent for producing foamed coal and other porous bodies from poured material was the submission of a report of the 3rd November 1944 and the submission of large and small samples of coherent foamed coal blocks to the Third Working Group meeting of the Geilenberg staff on the 3rd to the 5th October [this should probably be November - R.A.A.T.] at Kiefersfelden. On this occasion Dr. Heinrich Schmitt established his ~~XXXXXXXXXX~~ depositions as "all rights reserved according to Reich Patent Law instead of the announcement of the priority of applications already made".

The report was dispatched under the heading "Geheime Reichssache" [top secret] to all members of the Geilenberg Working Group staff.

(b) Directly after this there followed the patent application: process for the production of coherent porous bodies and foamed bodies from poured material. The detailed patent draft of the 3rd November with the above report as an appendix was handed in by Dr. L. Schmitt personally in the Reich Patent Office in Berlin Gitschinerstr. 97 on November 18th under the reference number S c H 1 3 0 1 1 0 IVc/39b.

(c) On the 17th and 24th November Dr. Heinrich Schmitt submitted explanations and a supplement to the report to the Geilenberg Working Group staff.

(d) On the 26th December 1944 there followed a further complimentary patent application "Process for the production of capillary bodies from poured material and reactive mixtures" registered at the Reich Patent Office on the 28th December under the reference number S C H 1 3 0 2 7 9 IVc/39b. Copies of these patent applications will probably be found in the cases and documents that have been placed in safe keeping by the American Military Government in Berchtesgaden.

- (5) A short indication of the information given in (1) and (2) and not included in patent applications.

All the information given under questions (1) to (3) are already contained in the report referred to in (4) and are therefore to be regarded as Reich patents under the Reich Patent Laws hitherto valid.

The undersigned hereby declare that to the best of their knowledge and conscience the information given in answer to questions (1) to (5) and the technical explanations and descriptions are correct and complete as far as they are known.

As Director Julius Schmitt is only a confidential clerk and merchant and as Dr. Ludwig Schmitt has only been a scientific collaborator in the firm since September 1944 as a mathematician and physicist they cannot be thoroughly initiated into all the details especially those of a chemical nature.

Whether and to what extent our brother, Dr. Heinrich Schmitt, has developed further details, problems and their solutions to the above questions without having recorded them in writing, we do not know as our brother has been without communication with us since the 4th of May 1945.

Signed JULIUS SCHMITT

DR. L. SCHMITT.

STATEMENT BY DRS. LUDWIG AND JULIUS SCHMITT.

Taken at the PENSION GOHLSTEIN, BERCHTESGADEN,
BAVARIA, 8th July 1945.

A brief special report on the production of driving bands for sub-calibre shell and tubes from wood with the method of shaping and pressing them.

(1) Material.

(a) Wood veneer as a raw material was made from beech, 0.3 to 0.5 mm. thick, this being as free as possible from fractures and knots.

(b) Resin. A water soluble resin is the most advantageous. Neorisit resin of the firm of Nowack A.G. Bautzen, is particularly suitable. Alcoholic resins can also be used.

(2) Preparation of material.

The veneers cut into the breadths to be used were soaked in 20 to 25% solution of the solid resin, the resin, when necessary, being previously diluted with an appropriate quantity of water. In the examples hitherto made three parts of resin were mixed with two parts of water, but this mixture depends on the resin being used and on its viscosity. The veneers are then dried to a point at which they can be worked by wrapping. The weight of the crude wrapped material corresponds to the finished weight of the pressing plus 10 to 15% of an additive which has to be determined previously by experimental pressings.

(3) The pressed ~~xxxxxxxxxxxx~~.

The pressed ~~xxxxxxxxxxxx~~ is heated to 140 - 145° by electrical heating elements and is kept at a constant temperature by means of a thermostat. Before the unfinished wrapping is introduced into the press the highly polished surfaces of the press must be thoroughly waxed.

(4) The pressing of the driving band.

The prepared unfinished wrapping having a weight of about 1.3 kg. with an internal diameter of 90 mm. and a length of 240 mm. is pre-heated in a drying oven at a temperature of 100° for an hour so that during the pressing heat flow shall take place more rapidly.

After this preheating the unfinished wrapping is brought onto a mould that takes the shape of the sub-calibre shell. The lateral conical faces of the mould are movably connected with the inner mould which is hydraulically actuated. These faces close by a movement of the inner mould whereby conversely the upper ram of the mould is brought down to the conical faces quickly. After pressing for one minute the upper ram is raised to admit air and the covering cone and the free cone of the lateral faces is well cleaned. Then only is the mould finally closed. During the pressing process great care has to be taken that an even temperature prevails in the inner mould in order to avoid the formation of bubbles in the inner surface of the driving band. Further, the satisfactory removal of the pressed article from this inner mould is by this means favoured.

Pressure. The pressure amounts to 200 to 250 kg. per square centimetre of the cross section of the pressed article.

Time of Pressing. The time of pressing depends on the greatest thickness of the wall of the pressed article and amounts to 1 minute per mm. of the thickness of the wall. Accordingly, the driving band in this instance is pressed for 20 minutes.

After this time the mould is opened and the pressed article is drawn off the inner mould. After this all the lateral faces and inner mould and the upper ram must be cleaned most carefully.

(5) The pressing of the tube.

Unlike the driving band, the unfinished wrapping of the tube does not need to be preheated for its wall thickness amounts to only 6 mm. and is, moreover, uniform.

In the prepared wrapping with an internal diameter of 90 mm. and with a weight of about 1.2 to 1.3 gm. per cc. two wedge shaped steel cores are inserted. These must previously be warmed exactly like the mould itself to 140 to 150°. In this case too, during the pressing the temperature must be accurately controlled. The wedge shape of the internal core must be chosen so as to be quickly and easily removed from the finished pressed article. The inner mould and the unfinished wrapping are laid in the bed of the press while lateral guides ensure the central positioning of the article to be pressed.

Thereupon the upper ram is brought down and after 6 minutes the pressed tube is ready. After the wedge shaped faces of the internal mould are removed they and the upper and lower parts of the mould must be thoroughly cleaned. The pressure and time for pressing are given according to the principles already quoted for the driving bands.

The pressing process carried out in practice for the above-mentioned shape has been covered by a series of patent applications during the years 1942 to 1944 by Dr. Heinrich Schmitt, the documents and copies relating to the details of these patent applications, as far as they could be brought along during the evacuation from Königstein via Prague to Berchtesgaden, have been placed in safe custody by the Military Government.

DECLARATION.

The undersigned hereby declare that to the best of their knowledge and conscience the information given in answer to questions (1) to (5) and the technical explanations and descriptions are correct and complete as far as they are known.

As Director Julius Schmitt is only a confidential clerk and merchant and as Dr. Ludwig Schmitt has only been a scientific collaborator in the firm since September 1944 and a mathematician and physicist they cannot be thoroughly initiated into all the details especially those of a chemical nature.

Whether and to what extent our brother, Dr. Heinrich Schmitt, has developed further details, problems and their solutions, to the above questions without having recorded them in writing, we do not know as our brother has been without communication with us since the 4th May 1945.

Signed JULIUS SCHMITT
Dr. L. SCHMITT.

STATEMENT BY DR. HEINRICH SCHMITT.

Taken at the SEVENTH ARMY INTERROGATION CENTRE,
AUGSBURG, BAVARIA, 10th July 1945.

The following is a somewhat abbreviated translation of a written statement made by Dr. Schmitt in answer to specific questions concerning himself, his firm and his scientific work.

(1) Personal Details.

Heinrich Schmitt Ph.D., born 22nd October, 1902 at Frankenthal, Rhenisch Palatinate.

Studied at the Universities of Freiburg, Vienna, and Frankfurt, in Mathematical and Physical Sciences, with Physical Chemistry as chief subject and organic and inorganic chemistry and mineralogy as subsidiary subjects.

Activities.

After concluding studies in 1929, training and commercial activity in firms with my brother Julius at Wiesbaden with assumption of my own patented scientific work, since 1929 especially on the subject of Phenolic-base synthetic resins, concluding with the founding of my own firm Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

(2) Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

Registered in 1939 in the Trade Register of Frankfurt-on-Main with a capital of 1,610,000 RM. Sole manager Dr. Heinrich Schmitt with a share capital of 810,000. Other shareholders are (a) Handels- u. Verkehrsbank A.G., Hamburg, share capital 250,000 RM., with a claimed capital of 700,000 RM. approximately, (b) Dr. Dinar v. Kamecke, share capital 500,000 RM., (c) Dr. Erich Kussmann, solicitor, share capital 500,000 RM., since retired.

Objects of business.

Production of typewriters from synthetic resins according to processes and designs patented by Dr. H. Schmitt with an unrestricted territory for manufacture within the framework of the company's organization. The company has claim only to the production rights. The further arrangements for manufacture have to be carried on by the subsidiary company, Dr. Heinrich Schmitt G.m.b.H. which exercises its rights over production by a separate licence. The share capital of the G.m.b.H. is 50,000 RM. of which the private company holds 50%.

Work of the private company.

Until March 1944 the construction of typewriters from synthetic resins and the arrangements for their serial production were developed and in July 1944 the first articles came off the production lines at the Mers works at Rödelheim, near Frankfurt. Owing to bomb damage on the 20th-24th March the manufacturing equipment and the offices and dwellings were burnt out and made unusable. Simultaneously, with the organization of these manufactures development work was going on within the scope of my firm on pressed materials with artificial resin, in particular artificial resin and pressed wood with tests on moulding under pressure mechanical strength insulating properties, etc.

In order to make the carrying out of it possible during the war, the development work was explained to the Director General for special problems in chemical production as unpaid research and development work. In order that the work could be carried out practically - to ensure the flow of raw materials and of work - the Director General for Special Problems in Chemical Production undertook assignments of raw materials including machine parts and presses with Wehrmacht order numbers of their own and parallel numbers for the German Air Force and the German Supreme Command.

After the loss of our own workshops further work was carried out on development at a friendly firm in Mainz until a new workshop was placed at our disposal for a new problem at Königstein, near Dresden, by the artificial resin pressed materials firm of Kurt Kirchbach. I removed with my family to Königstein and there developed "foamed coal" on my own initiative prompted by a problem in artificial resin pressed wood.

After I had reported on the first result of using foamed coal for gas producers my development work was taken up by General Kamaler and accelerated in order to achieve the highest priority in March 1945.

As the workshops in Königstein, near Dresden, had meanwhile, in April 1945, to be given up, my firm was ordered to evacuate to the region of Salzburg, in upper Bavaria. At the same time, in order to overcome the difficulties that arose, three specialists were allotted to the firm.

Even before new opportunities for work could be found I was brought here via Salzburg on the 5th May together with the three gentlemen mentioned from Berchtesgaden whither we had gone as the accommodation arranged for us in Reichenhall had been destroyed.

Various lines of development work were going on since the beginning of 1944 in collaboration with the Skoda works in Prague and among these the problem of driving bands for sub-calibre shell was put to me. In order to maintain collaboration, various engineers were ordered from the Skoda works to the place to which my firm was evacuated and for this reason Dr. Ing. Sille is likewise in this camp.

(3) Driving bands for sub-calibre shell.

The problem of driving bands for sub-calibre shell dates from a French patent of the 1914-1918 War, and is therefore not used. It concerns firing shells from a gun of greater calibre and there are several ways of achieving this using metal driving bands. At the end of 1943 I was induced by Dr. Ing. Morhard of the Skoda works to investigate this problem with the artificial resin pressed wood developed by me.

After workshop tests had shown that the pressed wood could show the requisite strength, I applied for a patent in the spring of 1944 on the principle of a new solution. This provided that the greater part of the space between the shell and the barrel of the gun could be filled by a jacket to fit and made of pressed wood whereby this jacket by merely being fixed on the surface and by virtue of its internal elasticity could transfer the thrust and the shock to the shell and would disintegrate into minute particles after it left the barrel. In this way the danger to the gun crews of splinters from the metal examples hitherto used is removed.

After this method of solving the problem had been announced through the Skoda works to the Heereswaffenamt my firm was provided with the problem in a specific form, viz. to fire 88 mm. H.E. shells from a 105 mm. howitzer.

After the first samples had been made in Königstein the first firing tests with dummy shot took place on the artillery ranges at Hillersleben, near Magdeburg. After the initial difficulties had been overcome the latest possible tests carried out in 1945 showed that the method was fundamentally practicable but they could not be concluded. I was told verbally that a range of 16 km. was achieved but no documents were made acceptable to me.

(4) Formed coal.

At the beginning of October 1944, I was ordered to Prague to the Skoda works for the discussion of problems on artificial resins with other experts.

There I had allotted to me by the agent for the General Kommissar for Emergency Measures (Gellenberg) "the problem of fixing shapes made of coal which were to be delivered to me into tubes of artificial resin pressed wood".

As I have already mentioned, on account of this problem fresh facilities were made available for my firm at Königstein. The purpose of my work was not made known to me.

Investigator's Note. Dr. Schmitt while being interrogated on his statement said that the purpose of this work was for the operation of producers on vehicles. When asked how he knew this, if he had not been told, he said he could see it for himself.

As after the moulds had been prepared the promised coal shapes were not delivered and I could therefore do no further work on my problem, I occupied myself on my own initiative with introducing fine grained coal refuse into the pressed wood tubes. In the course of these experiments I found a new briquetting process.

By means of the phenolic resins customary in commerce, I was able to produce coal shapes having a specific gravity of 0.4 to 1.2, of any desired form, using the principle of surface tension and forces of adhesion, with and without pressure.

According to the particle size the porosity and the kind of coal and by the catalytic action of additives that promote or depress combustibility the velocity with which bodies of this kind burnt was controlled.

In this way a solution was found for the utilisation of coal in vehicle producers. The production of producer gas could be better adapted to the fluctuating load so that considerably improved results were achieved in road trials carried out at Heidensau, near Dresden, with a "Zeuch" producer vehicle. Owing to the higher temperature that occurred, however, the lining of the generator was burnt out. This difficulty should be removed by the use of a more suitable material. At this stage of the work an interruption occurred due to the necessary evacuation. Meanwhile, combustion tests and measurements were carried out at the Skoda works in Prague.

General Kasmal, who posed the problem, also pressed for the use of producer gas from formed coal as a starter for aircraft, as theoretically it should be possible to substitute solid for liquid fuels in the aero-engine as in the vehicular motor. An apparatus placed at my disposal by the firm of Junkers in Prague for experimental purposes was still packed up on a lorry in Berchtesgaden at the time of my departure.

The patent application for formed coal for use in operating

producers was made at the beginning of December 1944.

The undersigned, Dr. Heinrich Schmitt, hereby declares that the report corresponds to, and summarizes, the facts as far as it is possible for him to supply them from memory without documents and without essential items of information.

I have never practised any activity outside of my firm of a military, political or technical character.

Signed Dr. Heinrich Schmitt.

Augsburg.

10th July 1945.

000248

DR. HEINRICH SCHMITT-WERKE K.G.

Frankfurt a. Main, Steinweg 9

Verwaltung Berchtesgaden

Haus Göhlstein, Koch Sternfeldstr.9

000249

Berchtesgaden, den 8.7.45

Schmitt

A k t e n n o t i z .

Am 7.7.45 vormittags gegen 10.00 Uhr erschien eine wissenschaftliche Kommission von 4 amerikanischen und englischen Offizieren, die über die bei der Firma bearbeiteten Probleme und Erfindungen Auskunft verlangten, besonders über die Schaumkohle. Von Direktor Julius Schmitt und Prof. Dr. Ludwig Schmitt wurden die gewünschten Auskünfte erteilt und dabei besonders auf den 16 Seiten umfassenden Bericht vom 6.6.45 an Lt. Col. Griffin und Peer vom Intelligence-Corps, der mit Flugzeug nach London gebracht wurde und an die weiteren Besuche durch Capt. Stratford und Dr. Porter am 12.6.45 hingewiesen.

Ausserdem wurde die Kunststoff-Schreibmaschine, Probestücke aus Kunstharzpressholz und Schaumkohle vorgezeigt. Zum Schluss wurde die schriftliche Beantwortung der folgenden Fragen bis 8.7.45 10.00 Uhr vereinbart-

I. Technische Ergänzungen zu dem Bericht über Schaumkohle

- Frage 1 Vollkommene Beschreibung der besten Weise der Herstellung der Schaumkohle aus den verschiedenen Kohlenarten.
- Frage 2 Kurze Beschreibung der Entwicklung des Prozesses einschliesslich der Beschreibung der Methoden, welche nicht zum Ziele geführt haben.
- Frage 3 Einzelheiten über die Zunahme der Oberfläche der Kohle, die Reaktionsgeschwindigkeit und über das Formen der Briketts.
- Frage 4 Nummern der Patentanmeldungen.
- Frage 5 Kurze Anweisung der Auskünfte die in Frage 1 und 2 gegeben und nicht in den Patenten eingeschlossen sind.
- Frage 6 Eine unterzeichnete Bescheinigung, dass diese vorhergehenden Beschreibungen richtig und vollständig sind, soweit wir sie wissen.

- II Kurzer Sonderbericht über die Herstellung von Treibmanteln und Rohren aus Holz und über die Art des Formens und Pressens derselben
Diese geforderten Berichte wurden am 8.7.45 11³⁰ Uhr der Kommission übergeben.

Schmitt

Technische Ergänzungen

zu dem

Bericht über Schaumkohle.
=====

Zu Frage 1: Vollkommene Beschreibung der besten Weise der Herstellung der Schaumkohle aus den verschiedenen Kohlenarten.

- A) Zur Herstellung der Schaumkohle eignen sich alle Arten von Kohlen, von der jüngsten Braunkohle bis zur ältesten Steinkohle. Weniger geeignet sind die bereits porösen Kohlearten, also z.B. Koks und junge poröse Braunkohle, weil bei ihnen die in Frage 2 beschriebenen physikalisch-chemischen Vorgänge schwieriger vor sich gehen und von dem teuersten Zusatzmittel, dem Kunstharz, ein wesentlich höherer Prozentsatz notwendig ist.

Es ist klar, je höher der Heizwert ist, desto besser ist die Ausbeute und der Nutzeffekt.

Die Kohle muss zunächst in einer Korngrösse von 0.5 - 2.5 mm angeliefert werden. Deshalb eignet sich besonders gut die Abfallkohle - Kohlegrus-, der seit Jahrzehnten vor den Kohlebergwerken auf Halden geschüttet wird, soweit er nicht für Briketts und für besondere Heizöfen verbraucht wird.

Die Vorräte an Abfallkohle sind besonders in Deutschland und wohl auch in England sehr gross und reichen für lange Zeit zur Herstellung von Schaumkohle aus, ohne dass durch die Bergleute die Kohle aus den Gruben neu gefördert werden braucht. Die Herstellung der Schaumkohle erfordert deshalb keine Förderung der Kohle aus den Bergwerken, sondern ist lediglich ein Problem des Abtransportes von bisher unbenutzbaren und deshalb billigen Vorräten. Man vereinfacht deshalb, um Transportrauma zu sparen, die Produktionsstätten der Schaumkohle am besten mit den Lagerstätten der Abfallkohle.

- B) Durch Rüttelsiebe wird die Kohle in Korngrössen von 0.5 - 2.5 mm ausgesiebt. Die grösseren Stücke über 2.5 mm kommen nochmals in Brechmaschinen zur Zerkleinerung, Die ganz feine Kohle unter 0.5 mm kann zur Herstellung von dichter, unporöser Presskohle verwendet werden.
- C) Das gesiebte und trockene Kohlegut wird jetzt in Mischgefässen

DR. HEINRICH SCHMITT-WERKE K.G.

Fortsetzung zu Frage 1

(z.B. Betonmischmaschinen) trocken mit Chemikalien in Pulverform gemischt.

Die Art dieser chemischen Zuschläge richtet sich

nach der Analyse der Kohlesorte und

nach dem Zweck, dem die Schaumkohle dienen soll.

Deshalb kann man im Voraus über die Art und Menge der Zusätze keine genauen Angaben und Rezepte geben. Das muss von den Chemikern von Fall zu Fall bestimmt werden und richtet sich auch danach, was man an der Produktionsstätte rasch und billig beschaffen kann.

Bisher wurden die Versuche mit Ostrauer Kohle (junge Steinkohle aus Ostrau, Tscheschei), Kladnoer Braunkohle (aus Kladno, Sudetenland,) Steinkohlekoks und mit Abfallkoks gemischter Kohlearten aus dem Gaswerk Heidenau bei Dresden (Sachsen) gemacht.

1. Zur Erzeugung von Generatorgas für Generatoren (feste Anlagen und Motor-Cars) wurden ungefähr 1 % Calciumsalze (z.B. CaCO_3) und 1 % Eisenoxyd (Fe_2O_3) beigemischt.
 2. Bei Herstellung von Schaumkohle für Rapidverbrennung wurden ausserdem die bei Schwarzpulver benutzten Stoffe Kalisalpeter KNO_3 (ca. 1 1/2 %) und Schwefel pulverisiert (1 - 3%) beigefügt. Dieser Zusatz muss bei Verwendung der Schaumkohle für Generatorgas unterbleiben, da der Schwefel dem Motor schadet. Der Zusatz von Sauerstoffträgern z.B. Kaliumperchlorat oder Braunstein (MnO_2 oder Mn_2O_4) musste unterbleiben, da diese Stoffe in Deutschland zuletzt nicht mehr käuflich waren.
 3. Bei Verwendung der Schaumkohle für synthetische Herstellung von Kohlederivaten (Methan, Benzin, Formaldehyd usw.) werden die Katalysatoren pulverisiert beigemischt und damit gleichmässig in ganzen Kohlekörper verteilt, sodass die Reaktion überall im Innern der Schaumkohle vor sich geht und damit eine sehr erhebliche Vereinfachung und Verbilligung der Apparatur bewirkt wird. Verhandlungen mit der Firma Iurgi-Wärme in Frankfurt/Main waren eingeleitet, zu praktischen Grossversuchen und Messungen war es aber infolge der Ereignisse gegen Kriegsende und der Verkehrsschwierigkeiten nicht mehr gekommen.
- D) Nach der Trockenmischung des gesiebten Kohlegutes kommt die Mischung mit Harz. Verwendet wurden Phenol- und Cresolharze z.B. Marke Neoresit der Nowack AG in Bautzen (Sachsen), Harze der Firma Albert in Biebrich bei Wiesbaden usw. Es eignen sich alle

DR. HEINRICH SCHMITT-WERKE K.G.

000252

Fortsetzung zu Frage 1

Kunststoffharze, die bei Temperaturen bis zu 200° aushärten. Die Menge des zugesetzten Harzes richtet sich nach der Kohlen-sorte und nach der Korngrösse und beträgt 4 - 10 %. Je kleiner das Korn, umso mehr Harz ist notwendig. Je härter und unporöser das Kohlekorn ist, desto weniger Harz ist notwendig. Wasserlösliche Harze eignen sich besser wie alkohollösliche Harze. Man fügt solange Harz hinzu, bis ein sich klebrig anführender Brei entsteht und die Kohlekörner befeuchtet sind und glänzend aussehen.

- E. Als dann kommt das Mischgut in die Formen. Bei Herstellung der Schaumkohle für Generatorgas wird man in Zukunft Erikkettiermaschinen für Eierformbriketts wählen. Bei den Versuchen im Laboratorium wurden rechteckige Kuchenbleche genommen mit ca. 3 - 4 cm hohem Rand. Der Kohlebrei wurde eingefüllt, mit einem Eisenstück angedrückt und mit einem Messer in Stücke von 4 - 6 cm Breite geschnitten. Das Mischgut wird soweit angedrückt, dass es die Form vollständig ausfüllt und die Kohlekörner sich gegenseitig berühren.
- F. Die mit der Kohle unter leichtem Druck gefüllte Form kommt als dann in den Trockenofen. Besonders geeignet sind elektrische Trockenöfen, die auf bestimmter Temperaturstufe gehalten werden können. Die Temperatur wird je nach der Harzsorte auf 150 bis 200° gehalten. Die Zeitdauer richtet sich nach der Grösse des Heizkörpers und nach der Menge des Harzes. Bei den vorher beschriebenen Laboratoriumsversuchen war die Dauer der Trocknung 1 1/2 - 2 Stunden, bei einem 40 cm dicken Kohlekörper ca. 6 Stunden.
- G. Nach der Trocknung lässt man die Form erkalten und hebt die Schaumkohlekörper ab.
- H. Dieser standfeste Schaumkohlekörper ist jetzt transportfähig und kann von der Produktionsstätte zum Verbraucher transportiert werden.

Zu Frage 2: Kurze Beschreibung der Entwicklung des Prozesses einschliesslich der Beschreibung der Methoden, welche nicht zum Ziel geführt haben.

Bei dem Trockenprozess bei Herstellung der Schaumkohle geht folgendes vor sich: Sobald das in die Form gefüllte Kohlegut die Temperatur von 100° erreicht, beginnt die Verdampfung des Wassers, sowohl des Wassers in den Kohlekörnern, als auch des Wassers in dem Harz. Dadurch wird der Körper im Innern gelockert, die Bildung von Poren und Kapillarröhren, soweit noch nicht vorhanden, begünstigt. Bei ca. 120 bis 140° beginnt das Harz aufzuschäumen und flüssig zu werden. Infolge der physikalischen Wirkung der molekularen Kräfte an der Oberfläche der Kohlekörner (Adhäsion, Kohäsion, Kapillarröhrenwirkung, osmotischer Druck usw.) fliesst das Harz an die Berührungspunkte der Kohlekörner.

Bei 160 bis 200° erhärtet das Harz irreversibel und bildet ein festes Gerüst, sodass die Schaumkohle zum Transport von der Produktionsstätte zum Ort des Verbrauchers standfest ist. Bei Einleitung des Verbrennungs- oder Verarbeitungsprozesses bis 1250° und steigender Temperatur verkohlt das Harz und bildet ein festes Kohlengerüst, in welches die Kohlekörner und Zuschläge eingebettet sind. Die Zuschläge bewirken, dass ähnlich wie beim Harz infolge der molekularen Oberflächenkräfte für jede Temperaturstufe ein neues Gitter sich bildet und bei der restlosen Verbrennung des Kohlestoffs ein standfestes Aschegitter bleibt. Es fällt erst zusammen, wenn aller fester Kohlenstoff in gasförmigen Verbindungen entwichen ist. Dadurch ist eine restlose Ausnutzung des Kohlenstoffgehaltes der Kohle möglich und gleichzeitig eine Verschlackung verhütet. Die Herstellung der Schaumkohle missglückt, wenn man folgende Fehler macht:

- a) wenn man zuviel Harz nimmt, b) wenn man statt Harz einen anderen Stoff wählt, der nicht richtig irreversibel aushärtet z.B. Wasserglas, Cerinol (Schnellhärtbindemittel für Zement) Sulfitablauge, Öle usw. c) Wenn man einen Stoff wählt, der härtet ehe das Wasser verdampft ist, d) wenn man Chemikalien zumischt, die obige Härtmittel zersetzen, e) wenn man das Kohlegut in der Form zu stark stampft und presst, f) wenn man zuviel oder zu wenig chemische Zuschläge beimischt.

Handwritten signature

Zu Frage 3 Einzelheiten über die Zunahme der Oberfläche der Kohle und die Reaktionsfähigkeit und über das Formen der Briketts.

Je kleiner die Korngrösse der Kohle, desto grösser wird die Gesamtoberfläche und desto grösser wird die Kohlenmenge (Schüttgewicht). Die Porosität wird aber geringer und der Durchströmungswiderstand erheblich grösser. Diesem Ueberstand und Missverhältnis kann man abhelfen, in dem man nach dem Patentverfahren von Dr. Heinrich Schmitt neben den bei Herstellung der Schaumkohle infolge der Oberflächenkräfte sowieso entstehenden Hohlräumen und Kapillarröhren künstlich Kapillarröhren und Laminarröhren schafft. Man zieht bei Herstellung des Schaumkohlekörpers entweder feine Drähte, Röhren usw. ein, die nach dem Aushärten herausgezogen werden, oder man fügt in Röhrenform Stoffe ein, die während des Anheizens auf Verbrennungstemperatur sich gasförmig zersetzen und die Kapillarröhren freigeben. Die Versuche über die günstigste Korngrösse und die günstigste Form der Kapillar- und Laminarröhren je nach dem Verwendungszweck waren bei Kriegsende im vollen Gange. Jedenfalls ist es dem Erfinder durch günstige Wahl dieser Faktoren gelungen, die Zeit der Verbrennung zu regulieren und zu steuern. Schwierigkeiten machte das Problem der Zündung der Schaumkohle besonders bei Verwendung von älteren Steinkohlen (Anthrazit usw) mit hohem Entflammungspunkt. Es wurde deshalb von einem unserer Mitarbeiter Dr. Ing. Kappel im Rahmen der Patente von Dr. Heinrich Schmitt eine besondere Zündschaumkohle entwickelt. Es wurde eine Schaumkohle hergestellt, bei welcher eine Kohle mit niederem Entflammungspunkt (z.B. Braunkohlenschwelkoks) gewählt wurde und welcher besondere Sauerstoffträger beigemischt wurden. Diese Kohle kann mit dem Streichholz oder mit elektrischem Glühdraht oder Funken gezündet werden sodass der eigentliche Schaumkohlekörper rasch in Glut versetzt wird.

Die ersten praktischen Versuche mit Schaumkohle zum Betrieb von Generatorkraftfahrzeugen wurden in Heidenau bei Dresden begonnen. Bei 3 Versuchsfahrten von je über eine (Stunde, die Dr. Ludwig Schmitt mit dem Betriebsleiter der Zeuch-Generatoren-Fabrik in Heidenau (Ing. Urban) ausführte, wurde anstelle von Braunkohlenbriketts Schaumkohle verwendet. Es wurde dabei qualitativ festgestellt:

1) Das von der Schaumkohle gelieferte Generatorgas ist besonders gut.

Fortsetzung zu Frage 3

2. Bei erhöhter Beanspruchung auf steilen Versuchsstrecken in bergigem Gelände liefert die Schaumkohle -im Gegensatz zu Holz und Braunkohle- sofort bei erhöhter Frischluftzuführung auch die benötigte grössere Menge Generatorgas. Die Leistung mit Schaumkohle war nahezu gleichwertig der Leistung mit Benzin.
3. Die verwendete Schaumkohle bleibt standfest bis alle Kohle verbrannt ist, verschlackt ist und lässt wenig Asche zurück.
4. Besonders geeignet sind Kraftfahrzeuge mit grossem Hubraum und geringer Tourenzahl, da das Generatorgas träger zündet, als Benzindämpfe.
5. Nachteilig war die höhere Verbrennungstemperatur (1250 statt 950°) für welche die benutzten Zsch-Generatoren nicht gebaut waren und die inzwischen gelöste Zündung der Kohle.

Die praktischen Versuche und quantitativen Messungen werden nunmehr in Berchtesgaden fortgesetzt. Es werden vor allem Leistungsvergleiche zwischen Schaumkohle, Benzin, Braunkohle und Holz unter gleichen Bedingungen gemacht und geprüft, welche Umänderungen an den zahlreich vorhandenen Generator-Fahrzeugen gemacht werden müssen, um sie mit Schaumkohle zu betreiben. Die Ergebnisse sollen in Zusammenarbeit mit den Fiat-Werken in Heilbronn in die Praxis umgesetzt werden, um die Verkehrsschwierigkeiten in Deutschland zu beheben.

Praktische Versuche über Rapidverbrennung der Schaumkohle wurden bei den Avia-Flugzeugwerken (Skoda-Konzern) in Gbel bei Prag gemacht. Beim ersten Versuch brannte der Körper an der Oberfläche ab. Diese war aber zu klein, um den erwarteten Schub zu erzeugen. Bei 2. Versuch wurde die Oberfläche durch künstliche Laminarröhren bedeutend vergrössert und durch Zündkohle gleichmässig im Innern in Glut versetzt. Auch dieser Versuch lieferte im Windkanal bei 20 m per Sek. Geschwindigkeit noch nicht den zum Antrieb von Flugzeugen notwendigen Schub, der erst erreicht wird, wenn man in der Sek. ca. 3 kg Kohle verbrennen kann. Schriftliche Messungsergebnisse wurden uns nicht mehr ausgehändigt infolge der uns befohlenen und durchgeführten Verlagerung nach Oberbayern.

Ein dritter Versuchskörper wurde in Prag noch hergestellt, konnte jedoch infolge der Verlagerung nicht mehr abgebrannt werden. Er wurde in Berchtesgaden von Capt. Stratford und Dr. Porter vermessen und mehrmals am 11.6.43 fotografiert. Dieser Körper sollte in ein Ring fertiggestellt und am Windkanal abgebrannt werden. Falls

Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

000256

Fortsetzung zu Frage 3

Falls auch dieser Versuch noch nicht genügen sollte, hatte Dr. Heinrich Schmitt den Plan zu versuchen, in einem von den Junkers-Werken in Prag überlassenen TL-Gerät ohne Umänderung statt Benzin Generatorgas zu verbrennen, das in besonderen einfachen Generatoranlagen erzeugt werden sollte.

Ueber das Formen der Briketts in Brikettiermaschinen wurden von uns bisher keine Versuche gemacht. Inwieweit unser Bruder Dr. Heinrich Schmitt darüber Verhandlungen mit Herstellerfirmen geführt hat oder Vorschläge für die Fabrikation der Schaumkohle im Grossen hat, ist uns hier nicht bekannt.

H.S.M.

Zu Frage 4 Nummern der Patentanmeldungen

000257

1. Erster Patentanspruch auf Verfahren zur Herstellung von Schaumkohle und anderen porigen Körpern aus Schüttgut durch Uebergabe eines Berichtes vom 3. ~~Oktober~~^{November} 1944 und Uebergabe von grossen und kleinen Proben von standfesten Schaumkohlekörpern zu der 3. Arbeitstagung des Arbeitsstabes Geilenberg vom 3. - 5. Oktober 44 in Kiefersfelden. Dr. Heinrich Schmitt hat dabei seine Ausführungen als grundsätzliche und schriftlich festgelegt "Schutzrechte und Schutzbegehren bleiben nach Reichspatentgesetz - anstelle bereits durchgeführter Anmeldungen mit Priorität dieser Bekanntgabe vorbehalten." Der Bericht wurde als "Geheime Reichssache" an alle Mitglieder des Arbeitsstabes verschickt.
2. Unmittelbar darauf erfolgte die Patentanmeldung "Verfahren zur Erzeugung von standfesten porösen Körpern, Schaumkörpern aus Schüttgut". Die ausführliche Patentschrift vom 3. ~~Oktober~~^{November} 1944 mit dem obigen Bericht vom 3. ~~Oktober~~^{November} 1944 als Beilage wurde von Dr. L. Schmitt persönlich beim Reichspatentamt in Berlin Gitschinerstr. 97 am 18. 11. 44 abgegeben und unter der Nr. S c H 1 3 0 1 1 0 IVc/39b eingetragen
3. Am 17. und 24. November reichte Dr. Heinrich Schmitt Erläuterungen und einen Nachtrag zum Bericht an Arbeitsstab Geilenberg ein.
4. Am 25. 12. 44 erfolgte eine weitere ergänzende Patentanmeldung: "Verfahren zur Erzeugung von Kapillarkörpern aus Schüttgut und Reaktionsgemischen", am 28. 12. 44 beim Reichspatentamt unter dem Aktenzeichen S c H 1 3 0 2 7 9 IVc/39b eingetragen
Abschriften dieser Patentschriften befinden sich wahrscheinlich in den Gepäckstücken und Schriftstücken, welche von der amerikanischen Militärregierung in Berchtesgaden sichergestellt sind.

Zu Frage 5 Kurze Anweisung der Auskünfte, die in 1) und 2) gegeben, die nicht in den Patenten eingeschlossen sind.

Alle unter Frage 1 - 3 gegebenen Auskünfte sind in den unter Frage 4 aufgeführten Berichten und Patentanmeldungen bereits enthalten und nach den bisher gültigen Reichspatentgesetzen damit als Reichspatente zu werten.

Berchtesgaden, 8. Juli 1945

Frankfurt a/M. Steinweg 9
Verwaltungssitz Berchtesgaden

Schmitt

Kurzer Sonderbericht
über die Herstellung von
Treibmänteln und Rohren
aus Holz und Art des Formens und Pressens derselben.

1. Material

A/ Holzfournier

Als Rohmaterial wurde Rotbuchen-Schäl-fournier 0.3 bis 0.5mm stark gewählt, wobei dasselbe möglichst bruch- und astfrei anzuliefern ist.

B/ Harzart

Vorteilhaft ist wasserlösliches Harz zu verwenden. Das Neorisitharz der Firma Nowach A.G. Bautzen hat sich besonders bewährt. Auch alkoholische Harze können in Anwendung gebracht werden.

2. Materialaufbereitung

Die auf Verwendungsbreite geschnittenen Fourniere werden mit 20 bis 25% Harzfestgehalt durchtränkt, wobei das Harz, wenn erforderlich, mit einer entsprechenden Wassermenge vorher verdünnt wird. Bei den durchgeführten Pressungen wurden 3 Teile Harz mit 2 Teilen Wasser gemengt, jedoch hängt diese Mischung von der jeweiligen Harzart, d.H. von deren Dickflüssigkeit ab. Die getränkten Fourniere sind soweit zu trocknen, dass dieselben noch gut vorgewickelt werden können. Das Gewicht des Rohwickels entspricht dem Fertiggewicht des Pressteiles, plus 10 bis 15% Zuschlag, welcher vorher durch Versuchspressungen zu ermitteln ist.

3. Pressform

Die Pressform wird auf 140 bis 145 Grad durch elektrische Heizkörper aufgeheizt und mittels eingeschalteter Thermostaten auf gleichmässige Temperatur gehalten. Vor dem Einlegen des Rohwickels sind die hochglanzpolierten Pressflächen der Pressform gut einzuwachsen.

4. Pressen des Treibspiegels

Der vorbereitete Rohwickel im Gewicht von ca. 1.3 kg mit einem Innendurchmesser von 90 mm und einer Länge von 240 mm wird in einem Trockenofen unter einer Temperatur von 100 Grad eine Stunde lang vorgewärmt, damit beim Verpressen ein schneller Wärmefluss eintritt.

Nach dieser Vorwärmung wird der Rohwickel auf einem balligen Innendorn der Pressform, welcher der Form des Unterkalibergeschosses entspricht,

aufgesetzt. Mit diesem Innendorn, der hydraulisch betätigt wird, sind die seitlichen Konusbacken der Form beweglich verbunden. Sie schliessen dieselben bei Abwärtsbewegung des Innendornes, wobei wechselweise unter Voreilung der Konusbacken auch der Oberstempel der Form zugefahren wird. Nach einer Minute Presszeit wird der Oberstempel zur Entlüftung hochgefahren und dessen Abdeckkonus und der freistehende Konus der seitlichen Backen gut gesäubert. Erst dann wird die Form endgültig geschlossen.

Während des Pressvorganges ist besonders auf die gleichmässige Temperatur des Innendornes zu achten, um Blasenbildungen auf der Innenfläche des Treibmantels zu vermeiden. Auch das gute Ablösen des Presssteiles von dem balligen Dorn wird hiedurch besonders begünstigt.

Pressdruck

Der Pressdruck beträgt 200 bis 250 kg pro cm^2 der Querschnittspressfläche des Presslings.

Presszeit

Die Presszeit richtet sich nach der dicksten Wandstärke des Presslings und beträgt pro mm Wandstärke 1 Minute. Die Presszeit des Treibspiegels beträgt hiernach 20 Minuten.

Nach dieser Zeit wird die Form geöffnet, der Pressling auf dem Innendorn abgezogen. Hiernach sind alle Seitenbacken, der Innendorn, sowie der Oberstempel peinlichst zu reinigen.

5. Pressen des Rohres

Im Gegensatz zum Treibspiegel braucht der Rohwickel des Rohres nicht vorgewärmt zu werden, da dessen Wandstärke nur 6 mm und ausserdem auch gleichmässig ist.

In dem aufbereiteten Wickel mit einem Innendurchmesser von 90 mm und im Gewicht von ca. 1.200 bis 1.300 gr. werden zwei keilförmige Stahlkerne eingesetzt. Dieselben sind vorher genau wie die Pressform selbst auf 140 bis 150 Grad zu erwärmen. Auch hier ist während des Pressens die Temperatur genau zu kontrollieren. Für den Innendorn ist die Keilform zum schnellen und leichten Loslösen desselben vom fertigen Pressstück gewählt. Innendorn und Rohwickel werden in den Untersatz der Pressform eingelegt, wobei seitliche Führungsansätze die zentrische Lage des Pressgutes gewährleisten.

Hiernach wird der Oberstempel zugefahren und nach 6 Minuten ist das Pressrohr fertiggestellt. Nach dem Lösen der Keilbacken des Innendornes ist dasselbe wie auch Ober- und Unterteil der Form gründlich zu reinigen. Pressdruck und Presszeit sind nach den bereits beim Treibspiegel angeführten Richtlinien gegeben.

Diese bei obigen Formstücken praktisch durchgeführten Pressverfahren sind durch eine Reihe von Patentanmeldungen von Dr. Heinrich Schmitt aus den Jahren 1942/44 verfahrensmässig geschützt. Die Akten und Abschriften über die Einzelheiten dieser Patentanmeldungen sind, soweit sie bei der Verlagerung von Königstein über Prag nach Berchtesgaden mit hierhergenommen sind, durch die Militärverwaltung sichergestellt worden.

Handwritten signature/initials

Schmitt

Zu Frage 6

Eine unterzeichnete Bescheinigung, dass diese vorhergehenden Beschreibungen richtig und vollständig sind, soweit wir sie wissen.

B e s c h e i n i g u n g

Die Unterzeichneten erklären hiermit nach bestem Wissen und Gewissen, dass die in Frage 1 - 5 gegebenen Auskünfte, technischen Erläuterungen und Beschreibungen richtig und vollständig sind, soweit sie ihnen bekannt sind.

Da Direktor Julius Schmitt nur Prokurist und Aufsichtsratsmitglied und Prof. Dr. Ludwig Schmitt als Mathematiker und Physiker in die Firma erst seit September 1944 als wissenschaftlicher Mitarbeiter eingetreten ist, können sie nicht alle Einzelheiten besonders solche chemischer Art, eingeweiht sein.

Ob und Inwieweit unser Bruder Dr. Heinrich Schmitt als Physiko-Chemiker noch weitere Einzelheiten, Problemstellungen und Lösungen zu den obigen Fragen entwickelt, aber noch nicht schriftlich festgelegt hat, können wir hier nicht wissen, da unser Bruder seit 4.5.45 ohne Verbindung mit uns ist.

Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

Prof. Julius Schmitt i.V. d. H. Schmitt

Herrnrich Schmitt

Angsburg, den 10.7.45.

000262

Nachstehend folgt die Beantwortung der mit dem Ansuchen an die kgl. k. Notwendung vorgelegten Fragen:

1) Personalien

Dr. phil. nat. Heinrich Schmitt, Chemiker,
geb. 22.10.02 in Frankenthal/Rheinpfalz,
Sohn des Lehrers Julius Schmitt

Schulbildung: Abitur der Oberrealschule
Friedrichshafen a/Rh.

Studium: Universitäten: Freiburg/Baden, Wien
und Frankfurt a/M.
Studienfächer: Chemie, Physik, Mineralogie,
Botanik, Zoologie, Mikrobiologie.

Promotion Dr. phil. nat. in Frankfurt am
Main Fach Physikalisches Chemie
Nebenfächer organische u. anorganische Chemie,
Mineralogie.

Tätigkeit: Nach Beendigung des Studiums 1929
verschiedene Ausbildung und kaufmännische Tätigkeit
in Firmen mit meinem Bruder Julius in Wiesbaden
und Aufnahmese selbständiger patentwirtschafflicher
Arbeiten. Seit 1936 speziell auf dem Gebiet Kunst-
stoffe auf Phenolbasis und ausschließlich Gründung
der eigenen Firma Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

2) Dr. Heinrich Schmitt-Werke K.G.

Eintragung 1939 im Handelsregister Frankfurt a/M.

Gründer: Gesellschaftskapital 1.000.000 RM

Komplementär und alleiniger Betriebsführer

Dr. Heinrich Schmitt, Einlage RM 800.000.-

Kommanditisten 1) Handels- u. Kassenbank AG
Hamburg.

Kommanditisteinlage RM 250.000.-
In Anspruch genommen
Kredit ca. RM 700.000.-

2) Volmar v. Karsseke, Stuckenthiere
(Pommern) Einlage RM 500.000.-

3) Rechtsanwalt Dr. Fritz Karsmann
als Juristiar und Vertreter der Firma
v. Karsseke. Einlage RM 50.000.-
ist im Gründungsjahr nicht aus-
gegeben.

Zweck der Gesellschaft:

Herstellung von Kunststoffwerkstoffen nach

Verfahren und Herstellungsverfahren von Dr. H. Selmann mit unbestimmten Fristen berechtigt für alle im Rahmen der Gesellschaft zurechthaltend erachteten Fabrikationsgebiete.

Die Gesellschaft hat an den Patenten von Dr. Selmann nur Anspruch auf das alleinige Herstellungsrecht. Der Vertrieb der Fabrikate der Gesellschaft hat durch die Tochtergesellschaft:

Dr. Heinrich Selmann G. m. b. H.

zu erfolgen, die ihrerseits durch separaten Lizenzvertrag die Vertriebsrechte erwirbt.

G. m. b. H. Kapital RM 50.000.-, wobei die Kommanditgesellschaft mit 50% beteiligt ist.

Arbeiten der Kommanditgesellschaft:

Bis zum März 1944 wurde die Konstruktion der Kunststoffströmungsanlage und die Einrichtung für deren Serienherstellung entwickelt und im Juli 1944 sollte die erste Serie anlaufen in Werksgemeinschaft mit dem Messerwerk Frankfurt a. M. - Rödelheim.

Durch Bombenschäden vom 20.-24.3.44. ist die Fabrikationseinrichtung in Rödelheim, das Büro Fm. Heinsberg 9 und die Wohnung Werkstr. 104 ausgebrannt bzw. unbrauchbar geworden.

Gleichzeitig mit dem Aufbau dieser Fabrikation liefen von mir im Rahmen meiner Firma Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet von Kunststoffharzen, -stoffen, insbesondere von Kunststoffpreßholz mit Prüfungen auf Formstabilität, mechanische Festigkeiten, Isolierverhalten u. d. v.

Die Entwicklungsarbeiten waren, nach der Durchführung auch während des Krieges zu ermöglichen, durch den Generalbevollmächtigten für Sonderfragen der chemischen Erzeugung als unbedingter Forschungs- und Entwicklungsauftrag erklärt worden. Zur praktischen Durchführung (Sicherung der Rohstoffe und Arbeiten) wurden durch den Generalbevollmächtigten für Sonderfragen der chemischen Erzeugung Rohstoffzuteilungen (auch für Materialbeschaffungen, Personal) mit dessen eigenen Vertriebsauftragsnummern und parallelen Nummern des RLM und G. K. H. vorgenommen.

Nach Verlust der eigenen Arbeitsstätte wurden mich
 selbigen Arbeitskräften die Entwicklungsarbeiten
 bei einer befreundeten Firma in Mainz weiter-
 geführt, bis für eine neue Aufgabe Oktober 1944
 bei dem Kunstharzpresswerk Kurt Kirchbark
 in Königstein a. d. Elbe (bei Dresden) eine neue
 Arbeitsstätte zur Verfügung gestellt wurde. Ich über-
 siedelte mit meiner Familie dann von Wiesbaden
 nach Bad Schandau bei Königstein, Hotel Erholung, etc.
 In Königstein habe ich dann anlässlich einer
 Aufgabe für Kunstharzpresshölzer diesen Auftrag die
 "Schraumbolze" entwickelt.

Nach Vorliegen der ersten Ergebnisse mit
 Schraumbolze für Generatorantrieb wurden
 meine Entwicklungsarbeiten durch General
 Dr Ing. Kammler aufgegriffen und eine beschleunigte
 Weiterführung bis zur möglichen Einrätafähigkeit
 angeordnet. Dies war im März 1945.

Da die Arbeitsstätte in Königstein bei Dresden
 im April 1945 im Winter auch wieder aufgegeben
 werden musste, wurde meiner Firma die Verlagerung
 in den Raum Oberbayern - Salzburg befohlen.
 Um die hierbei aufzutretenden Schwierigkeiten zu
 überbrücken wurden meiner Firma gleichzeitig
 3 Fachkräfte zugewiesen.

Noch ehe neue Arbeitsmöglichkeiten gefun-
 den waren, wurde ich mit den 3 erwähnten Herren
 in Berchtesgaden, wohin wir wegen Verhörung
 der vorgesehene Unterkunft im Reichshall
 verweisen worden waren, am 5. Mai über Salzburg
 nach hier gebracht.

Verschiedene Entwicklungsarbeiten laufen seit
 Anfang 1944 in Zusammenarbeit mit den Skoda-
 Werken in Prag, durch welche mir u. a. die Proble-
 mstellung "Freidrygel" gegeben wurde.

Zur Aufrechterhaltung der Zusammenarbeit
 wurden verschiedene Ingenieure von Skoda mit
 meiner Firma zum Verlagerungsort beordert.
 Aus diesem Grunde befindet sich Herr Dr Ing Lütke
 ebenfalls hier im Lager.

3) Sachgebiet "Freibspiegel".

Das Problem Freibspiegel datiert aus einem französischen Patent des Krieges 1914/18. und ist daher nicht neu. Es handelt sich darum. unterkalibrige Geschosse (d. h. Leichter) aus einem weichen Rohr zu verschieben, es existieren hierfür die verschiedensten Ausführungen aus Metall.

Zur 1943 wurde ich durch die Phodawerke, Herren Dr. Ing. W. H. H. H. H., angefragt das Problem mit vom mir entwickeltem Kunststoffpressholz zu untersuchen.

Nachdem Werkstoffprüfungen ergeben hatten, dass Pressholz die geforderten Festigkeiten aufweisen kann, erfolgte im Frühjahr 1944 durch mich eine Patentanmeldung auf prinzipiell neuer Lösung.

Dieselbe sieht vor, dass ein größerer Teil des Zwischenraumes zwischen Geschoss und Rohr durch einen spanenden Mantel aus Pressholz ausgefüllt wird, wobei dieser Mantel allein durch Oberflächenhaftung und innere Elastizität den Schub und Druck auf das Geschoss überträgt und sich nach Verlassen des Rohres in kleinste Teilchen zerlegt. Damit hätte die Gefährdung der eigenen Truppe durch Splittwirkung der bisherigen Metallausführungen beseitigt werden können.

Nach Meldung dieser Lösungmöglichkeit durch die Phodawerke an das Heereswaffenamt wurde meiner Firma von dort ein Auftragsauftrag erteilt und zwar für 10,5 / 8,8 Sprenggranate, d. h. für Kaliber 8,8 mm aus der Haubitze 10,5 cm.

Nach Fertigstellung der ersten Muster im Königstein fanden auf dem Schießplatz Hillersleben bei Magdeburg Schießversuche mit blinden Geschossen statt. Nach Beseitigung anfänglicher Schwierigkeiten haben die letztmöglichen Schießversuche März 1945 grundsätzlich eine Durchführbarkeit ergeben, konnten jedoch nicht mehr abgeschlossen werden, als erreichte Schießweite wurde nur 1600 m gemessen, ohne dass mir sonst welche Unterlagen zugänglich gemacht wurden.

4) Sachgebiet "Schwammkohle"

Anfang Oktober 1944 wurde ich zur Klärung einer Kunststoffaufgabe mit anderen Sachverständigen in den Kodawerken nach Prag bestellt.

Obit wurde mir durch einen Beauftragten des Generalkommissars für die Sofortmaßnahmen (Jülichberg) der Auftrag erteilt "Kohleformstücke, welche mir geliefert werden sollten, in Kunststoffpresslötvöhren einzubringen".

Wie bereits erwähnt, wurde anläßlich dieser Aufgabe meiner Firma eine neue Arbeitsmöglichkeit in Königstein a. d. Elbe zur Verfügung gestellt. Im Zweck meiner Arbeit wurde mir nicht bekannt gegeben.

Da nach Fertigstellung der Pressform die verprochenen Kohlekörper nicht geliefert wurden und ich daher an meinem Auftrag nicht weiter arbeiten konnte, bemühte ich mich selbst aus eigenem Antrieb mit der Einbringung von feinkörnigem Schluff aus Kohlen in die Presslötvöhren.

Bei diesen Versuchen fand ich eine neues Bricketierungsverfahren.

Mittels handelsüblichen Phenolkunstharzen konnte ich auf dem Prinzip von Oberflächenspannung und Adhäsionskräften mit und ohne Druck durch Aushärten beliebig geformte Kohlekörper mit spezifischem Gewicht von 0,4 - 1,2 herstellen.

Je nach Korngröße, Porosität und Kohleart und durch katalytische Wirkung verbrennungsfördernder in verbrennungshindernder Durchläge konnte die Abbrandgeschwindigkeit derartigen Körper gesteigert werden.

Damit erschien eine Lösung für die Verwendung von Kohle in Fahrzeuggeneratoren gegeben.

Die Erzeugung von Generatorgas konnte den wechselnden Belastungen besser angepasst werden, sodass die in einem "Deutsch-Generator"-Fahrzeug in Heidenau gemachte Fahrprüfung wesentlich verbesserte Ergebnisse erbrachte. Infolge der

dabei aufgetretenen höheren Temperatur ist jedoch der Einsatz von des Generators durchgebrannt. Ein besser geeignetes Material sollte hierfür Abhilfe schaffen. Bei diesem Stand der Arbeiten trat eine Unterbrechung infolge der notwendigen Betriebsverlagerung ein. Zwischen durch wurden abbrandvermeidende und Umlenkungen bei den Modalkosten in Prag durchgeführt.

Der Auftraggeber, General, Dr. Ing. Kammeler, regte an mittels der Schamkholale die Verwendung von Generatorgas auch als Flugantriebsmittel zu untersuchen, da Theoretisch ein mögliches Ersatz von flüssigen durch feste Brennstoffe wie im Fahrzeugmotor analog auch im Flugmotor nahe liegt. Ein mir von Fa. Junker, Prag für solche Versuchszwecke zur Verfügung gestelltes Gerät befand sich bei meinem Fortgang noch versandt auf einem Fahrzeug in Berchtesgaden.

Die Patentanmeldung für Schamkholale, deren Herstellung und Anwendung im Generatorantrieb erfolgte Anfang Dezember 1944.

Der Untersuchen der Heirich Schmitt, Betriebsführer der Dr. Heirich Schmitt Werke K.G. Frankfurt am Main erklärt hiermit, dass der von ihm am 10.7.45 verlangte Bericht über:

- 1) Personalien
- 2) Aufbau im Aufgabenbereich der Dr. Heirich Schmitt Werke K.G.
- 3) Sachgebiet „Treibspiegel“
- 4) Sachgebiet „Schamkholale“

den Tatsachen entspricht und zusammenfassend, soweit ohne Unterlagen aus dem Gedächtnis möglich, die wesentlichsten Angaben umfasst.

Jegliche Tätigkeit außerhalb meines Firmens, weder militärischer, politischer noch technischer Art, habe ich nicht ausgeübt.

Ausdruck, den 10.7.45.

Herrmann

Gebinnungsversuch (Mitt. d. Teflon)

Schnitt

Luftverbrauch: $14 \text{ m}^3/\text{s}$

Abgasmenge: $1200 \text{ kg} \text{ Lygin} / \text{sd}$ (= 2 to Teflon?)

Abgasdrucktemperatur: 500°C

Druck am der Düse: $300 - 400 \text{ mm Hg}$

Gasmenge: 600 kg

Ölmenge: 800 kg

Gasanalyse: $\text{CO} : 0,3\%$

$\text{CO}_2 : 14\%$

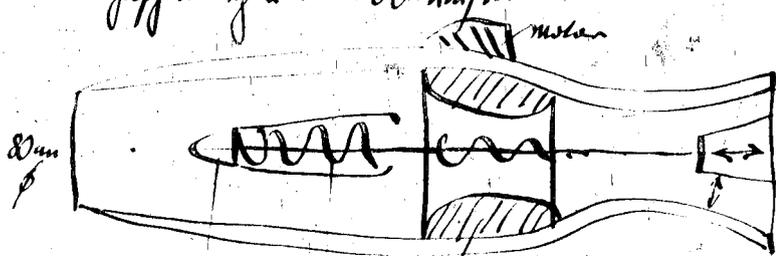
$\text{O}_2 : 18\%$

$\text{H}_2 = 0$

000268

Lebensdauer: 60 Min

Luftgeschwindigkeit: 760 km/Std



1 PS Wasser

Molten Lygin

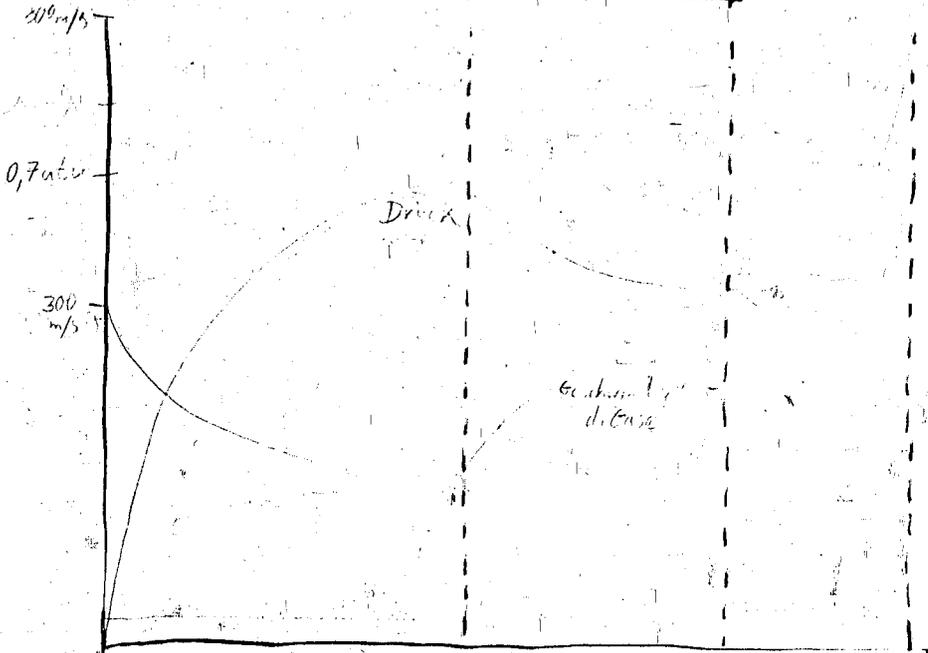
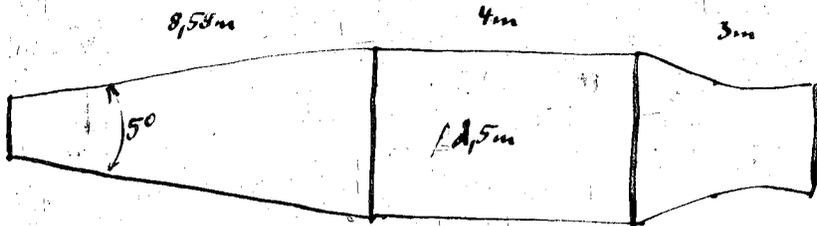
$c = 300 \text{ cm}$

Supplung 1/2 Brand (5.3.45.)

000269

Lesin - Prof:

$L = 12,89 \text{ m}$



Dijel: 16,4 to

PS: 67 000

Elektricitet: 5,7%

guffaridighet: 1100 km/h.

000270

Schnitt

Abbrennversuche an der Pendelvorrichtung.

vom 5. 1. 45.

1. Probe

100 g Ostrau mittel und 8 % Lepa und 25 % Wasser

Die Probe wurde nur an der Luft getrocknet.

Eingestellte Sauerstoffmenge: 1 Atm.

Ohne Reaktionskraft, gleichmässiger Abbrand, Düse auf 19 mm ausgebrannt.

2. Probe

100 g Ostrau mittel und % Lepa und % Wasser

Eingestellte Sauerstoffmenge: 2 Atm.

Brennzeit: 1 Min. 53 Sec.

Es wurde ohne Feder abgebrannt.

In den ersten 20 Sec. waren 2,6 mm Ausschlag

dann 0,15 mm Ausschlag.

Düse auf 20 mm ausgebrannt

000271

Schmitt

A k t e n v e r m e r k
 über Abbrennversuche am 10.3.1945.

Zur Prüfung kamen die von Dr. Kappel gefertigten Pulvermischungen, die im Gemisch mit Kohle /Körnung 1 - 1,5 mm/ in Hartgeweberöhre zu Kohleschaumkörpern eingebunden wurden. Folgende 4 Mischungen wurden hergestellt:

- 1./ Zündmischung Dr. Kappel, grobe Körnung, Zusatz 10 % von Kohlegewicht.
- 2./ Zündmischung Dr. Kappel, feine Körnung, Zusatz 10 % von Kohlegewicht.
- 3./ Zündmischung Dr. Kappel, grobe Körnung, Zusatz 20 % von Kohlegewicht.
- 4./ Zündmischung Dr. Kappel, feine Körnung, Zusatz 20 % von Kohlegewicht.

Die Körper wurden aufgebaut mit Sulfitablauge als Bindemittel.

Bei den Brennversuchen zeigt es sich, dass die Kohlen mit diesen Zusätzen ebenso nur mit Sauerstoff zu zünden sind wie Kohlekörper ohne Zusätze. Bei der weiteren Verbrennung mit Luft wurden Strömungsgeschwindigkeiten von

2,1 l/sec. bei 20 % Grobkörnung
 1,1 l/sec. bei 20 % Feinkörnung
 0,8 l/sec. bei 10 % Grob- und Feinkörnung

angewandt. Die Glut wurde aber nach etwa 2 Min. Versuchsdauer ausgeblasen, wonach nur ein geringer Teil der Kohle verbrannt war. Die Feinzündmischung erhöhte den Druck vor der Probe um fast 100 % /Verstopfung der Poren/.

Versuchsweise wurde ausserdem 1 Kohleschaumkörper abgebrannt, der 106 Kapillaren von 2 mm \varnothing enthielt. Er wurde an der Eintrittsseite des Luftstromes mit Hilfe einer nachglühenden Zündmasse gezündet und mit 4,75 l/sec. Luftdurchsatz verbrannt. Der Druck vor der Probe betrug nur 25 mm w. S. Dicht über der Probe ist dabei eine etwa 5 cm hohe CO-Flamme zu beobachten, die sekundär mit einer mindestens 2 m hohen CO₂-Flamme weiter brennt. Nach 5 Minuten Brenndauer hatte sich ein Loch gebildet, trotzdem ging aber die gute Verbrennung weiter, da bereits der ganze Körper in Glut gerate war und das Asch- und Kohlegitter stehen blieb. Nach 15 Minuten war die Kohle praktisch ausgebrannt, der Versuch wurde dann abgebrochen.

Frag, den 10. März 1945.

A. Gantz

000272

A k t e n v e r m e r k
über Abbrennversuche am 10.3.1945.

Zur Prüfung kamen die von Dr. Kappel gefertigten Pulvermischungen, die im Gemisch mit Kohle /Körnung 1 - 1,5 mm/ in Hartgeweberohre zu Kohleschaumkörpern eingebunden wurden. Folgende 4 Mischungen wurden hergestellt:

- 1./ Zündmischung Dr. Kappel, grobe Körnung, Zusatz 10 % von Kohlegewicht.
- 2./ Zündmischung Dr. Kappel, feine Körnung, Zusatz 10 % von Kohlegewicht.
- 3./ Zündmischung Dr. Kappel, grobe Körnung, Zusatz 20 % von Kohlegewicht.
- 4./ Zündmischung Dr. Kappel, feine Körnung, Zusatz 20 % von Kohlegewicht.

Die Körper wurden aufgebaut mit Sulfitablauge als Bindemittel.

Bei den Brennversuchen zeigt es sich, dass die Kohlen mit diesen Zusätzen ebenso nur mit Sauerstoff zu zünden sind wie Kohlekörper ohne Zusätze. Bei der weiteren Verbrennung mit Luft wurden Strömungsgeschwindigkeiten von

0,1 l/sec. bei 20 % Grobkörnung
1,1 l/sec. bei 20 % Feinkörnung
0,8 l/sec. bei 10 % Grob- und Feinkörnung

angewandt. Die Glut wurde aber nach etwa 2Min.Versuchsdauer ausgeblasen, wonach nur ein geringer Teil der Kohle verbrannt war. Die Feinzündmischung erhöhte den Druck vor der Probe um fast 100 % /Verstopfung der Poren/.

Versuchsweise wurde ausserdem 1 Kohleschaumkörper abgebrannt, der 108 Kapillaren von 2 mm \varnothing enthielt. Er wurde an der Eintrittsseite des Luftstromes mit Hilfe einer nachglühenden Zündmasse gezündet und mit 4,75 l/sec. Luftdurchsatz verbrannt. Der Druck vor der Probe betrug nur 25 mm B. Dicht über der Probe ist dabei eine etwa 5cm hohe CO-Flamme zu beobachten, die sekundär mit einer mindestens 2 m hohen CO₂-Flamme weiter brennt. Nach 5 Minuten Brenndauer hatte sich ein Loch gebildet, trotzdem ging aber die gute Verbrennung weiter, da bereits der ganze Körper in Glut gerate war und das Asch- und Kohlegitter stehen blieb. Nach 15 Minuten war die Kohle praktisch ausgebrannt, der Versuch wurde dann abgebrochen.

Prag, den 10. März 1945.

M. Gantke

A k t e n v e r m e r k
=====

Untersuchung der Harzproben von Herrn Dr. Rose / Mainz
=====

Zu den Versuchen wurden grobe Ostrau Kohle und grobe Kladno Kohle verwendet. Folgende Versuche wurden im einzelnen durchgeführt:

Vers.Nr.	Kohle	Harz I	Harz II	Druckfestigkeit
1	O 100	10		2000 g / cm ²
2	" "	7		2000 g / cm ² trotzdem kein Zusammenhalt
3	" "	5		950 " " wie 2
4	" "		10	1000 " " wie 2
5	" "		7	800 " " wie 2
6	" "		5	fällt sofort zusammen
7	Kl 100	15		1100
8	" "	10		800 " " wie 2
9	" "	5		600 " "
10	" "	7		fällt sofort zusammen
11	" "		15	1100
12	" "		10	1100 " " wie 2
13	" "		5	1100 " "
14	" "		8	fällt sofort zusammen

Von der ersten Harzprobe / Nr. 1 / sind bei der Ostrau Kohle zur Herstellung eines festen Körpers mindestens 10 % Harzlösung erforderlich, bei der Kladno Kohle 15 %! Von der zweiten Harzprobe / Nr. 2 / sind bei der Ostrau Kohle 10 % und bei der Kladno Kohle 15 % Harzlösung notwendig.

Versuche, den Harzgehalt heruntersetzen durch Verdünnen der Harzlösungen mit Wasser, waren negativ, da kein Zusammenhalt erzielt werden konnte

A. G. vormals
SKODAWERKE
in Pilsen
Betriebs-Oberdirektion
Maschinenfabrik
IN PRAG.

179

000274

D. Jansch
GEHEIME REICHSSACHE !

B e r i c h t

zur

3. Arbeitstagung des Arbeitsstabes Geilenberg
am 3. November 1944 in Kiefersfelden

vorgelegt durch Dr. Heinrich Schmitt, Frankfurt/Main

Auftrag vom 12. Oktober 1944:

Einhüllung von Kohleformstücken in Kunstharzpreßholz.

A. Vorbemerkung:

Nach neuen Verfahren des Berichters können praktisch beliebige Formkörper aus Kunstharzpreßholz hergestellt werden, bei welchen im Gegensatz zu dem bisher bekannten spanabhebenden Herausarbeiten aus Plattenmaterial, der Formgebung folgend gleichbleibende Güteeigenschaften erhalten werden können.

Unter anderem lassen sich so auch nach verschiedenen Verfahren Hohlkörper, Röhren, Umhüllungen usw. sowohl durch Außendruck der Pressen und Preßformen, wie durch hydraulischen-, Dampf- oder durch Gas-Innendruck erzeugen.

Für die geeignete Anwendung dieser Verfahren ist die Druckfestigkeit und Beschaffenheit des einzuhüllenden Körpers bestimmend.

Voruntersuchungen vor der Erteilung des Auftrages für den Arbeitsstab Geilenberg hatten ergeben, daß gerade Kunstharzpreßholz für die Einhüllung von Brandsätzen und für die Erzeugung und Führung von abbrennbaren und abbrennenden Gasen infolge seiner schlechten Wärmeleitfähigkeit und geringen Porosität besonders geeignet erscheint. Diese Untersuchungen hatten zu einer Patentanmeldung mit besonderem Hinweis auf Raketenantrieb geführt. Durch die schlechte Wärmeleitfähigkeit und Dichte tritt zunächst nur eine oberflächliche Verkohlung ein, welche als Schutzschicht zeitlich eine Beseitigung der Umhüllung erst nach dem Abbrennen des Brandsatzes bewirkt. Die Standfestigkeit der Preßholzumhüllung selbst nach vollständiger Verkohlung ist durch die erfolgte Verdichtung durch das Gitter der inkrustierenden Bestandteile des Holzes mit der Harzkohle immer noch größer als diejenige der jeweils zur Verbrennung besonders günstig aufbereiteten Brandsätze (Vergleiche die Anwendbarkeit verdichteter Kohle für elektrische Flammenbogen).

B. Aufgabenstellung vom 12.10.1944:

Es erscheint daher möglich für die vorliegende Aufgabe unerwünschte Randzonenreaktionen durch Umhüllung von Kohleformstücken mit Kunstharzpreßholz zu beseitigen.

Die Frage der Haftfestigkeit der Umhüllung auf den Kohleformstücken ist dann jedoch bereits wieder eine Frage der Druckfestigkeit derselben, da von der möglichen Verdichtung des Preßholzes (höchste Verdichtung bei etwa 300 kg/cm²) die eintretende Verkohlung und Brennbarkeit abhängt.

Es ist daher zu prüfen, ob die Preßholzumhüllung unmittelbar auf die Kohleformstücke aufgepreßt werden kann, oder ob zuerst ein geeigneter Vorpresseling erzeugt werden muß, welcher dann auf die Kohleformstücke aufgebracht werden soll, bzw. in welchen dieselben hafterhaft eingbracht werden.

Nach den vorliegenden Verfahren und Methoden dürfte jedoch grundsätzlich diese Frage keine ernsthaften Schwierigkeiten bereiten.

C. Voraussetzungen:

Die Frage der Herstellung der mit Preßholz zu umhüllenden Kohleformstücken selbst scheint jedoch noch nicht endgültig geklärt zu sein. Als Forderung wurde dem Bericht angegeben, daß das spezifische Gewicht des Formstückes das Schüttgewicht der jeweiligen Körnung möglichst nicht übersteigen soll.

Für die preßtechnische Umhüllung heißt dies aber praktisch, daß die Druckfestigkeit lediglich von der Standfestigkeit des erzeugten porösen Gitters abhängt, welche aber kaum ausreichen dürfte, um auf dieses Gitter - ohne dasselbe zu verdichten - einen Mantel von Preßholz mit mindestens 125 kg/cm^2 aufzupressen.

Eine Absicherung des Preßdruckes erscheint daher in jedem Falle erforderlich und wurde deshalb auch bei der erstellten Preßform vorweg bereits berücksichtigt.

D. Gesamtproblem:

Die sich widersprechende Aufgabenstellung - einen porösen, spezifisch leichteren aufgeschlossenen Kohlekörper mit einem spezifisch verdichteten, unporösen brandsicheren Mantel aus Preßholz zu umpressen, führte in kombinierter Anwendung der Verfahren des Berichtes zu folgenden vereinfachten Verfahren, nach welchem gleichzeitig unter Anwendung von Druck und Wärme sowohl der poröse Kohlekörper, wie die verdichtete Umhüllung durch die gleichen Maßnahmen unter Umständen sogar in einem Arbeitsgang hergestellt werden können.

Die Erzeugung des porösen, standfesten Kohlekörpers wird durch Ausnutzung des Dampfdruckes des Wasser- und Lösungsmittelgehaltes der Kohle und der Bindemittel, durch Anwendung von Außentemperatur und Gegendruck bewirkt.

Gegebenenfalls wird der Gas- bzw. Dampfdruck durch geeignete Zusätze und Maßnahmen erhöht.

Der erzeugte Innendruck wird zur Verdichtung der Umhüllung mitausgenutzt.

Durch geeignetes Abblasen des Innendruckes wird eine Gewichtsverminderung über den Gewichtsprozentzusatz des Bindemittels hinaus ermöglicht, sodaß das spezifische Gewicht des aufgeschlossenen Kohlekörpers auf - wenn nicht unter - das Schüttgewicht gebracht werden kann.

E. Praktische Durchführung:

1. Die Kohle wird mit einem (möglichst wenig härtbarem, wasserlöslichem) Kunstharz (etwa bis zu 4 - 10 % des Lösungsgewichtes) oberflächlich benetzt und oder mit wasserbindenden, trocknenden

Zusätzen gemengt.

2. Diese Kohle wird in einem vorbereiteten Wickel aus mit wasserlöslichem Kunstharz getränkten Furnieren Druck und Wärme ausgesetzt.

3. Zur Beseitigung schädlicher Nebenwirkungen durch den Wasser- und Lösungsmittelgehalt der vorbereiteten Kohlefüllung wird die Innenschicht des Furnierwickels mit nicht gegen Wasser und Beimischungen empfindlichen Kunstharz aufbereitet oder anderweitig dagegen abgesichert.

4. Zur Steigerung der Wirkungsweise wird zwischen Kohlekörper und Preßholzwickel eine Schicht verdichteter Kohle beiderseits haftfest aufgebracht bzw. erzeugt.

5. Während bzw. vor dem Pressen wird das Kohlegut in der Preßform gasdicht unter Verschluss gebracht und solange gehalten, bis die Preßholzverdichtung und die Gitterbildung des Kohlegutes eingetreten bzw. gesichert ist.

6. Der entstehende Innendruck wird vor Öffnen der Form bzw. Herausnahme des Preßgutes abgeblasen.

F. Eintretende Wirkungen:

1a) Durch die auf ca 140 - 150° eintretende Erwärmung mit geringem Außendruck tritt eine Verdampfung eines Teiles des natürlichen Wassergehaltes der Kohle und der Lösungsmittel und Zusätze des Kunstharzes bzw. der Bindemittel ein.

Dieser Vorgang bewirkt ein Aufschäumen des Harzes und einen Fluß desselben an die engsten Stellen der Berührungspunkte der Kohlekörner (Kapillarwirkung - Adhäsion - Kohäsion).

Der Restwassergehalt der Kohle und die innere Dampfspannung in den Körnern verhindern ein Eindringen des Harzes in die Kohlekörner. Durch Aushärten des Harzes wird ein standfestes poröses Gitter erzeugt. Durch Austreiben eines größeren Anteiles des Wassergehaltes der Kohle über den Gewichtszusatz des festen Bindemittels wird das Schüttgewicht wieder erreicht, wenn nicht unterschritten.

Die Aushärtung des Harzes wird durch die Anwesenheit des überhitzten Wasserdampfes nicht beeinträchtigt. Die Porosität wird durch den gleichmäßigen Dampfdruck innerhalb des Gitters einheitlich gewährleistet.

Anstelle von nicht wasserlöslichem, härtbarem Kunstharz kann auch beispielsweise ein unter Wasseraufnahme oder Wasserabgabe sich bildendes härtendes Materialgitter Anwendung finden. Auch jedes andere gleichermaßen bei Anwesenheit von Feuchtigkeit gitterbildende oder bindende Material wie Zement, Gips, Kalk, makromolekulare Stoffe (Gelaté) (chemisch oder physikalisch Haupt- und Netzenvalenzen bindende Materialien) kann hierbei entsprechend eingesetzt werden.

2a) Dadurch, daß das poröse Material durch äußeren Druck jeweils bis zur Gitterbildung unter Verschluss gebracht und gehalten wird,

wird einerseits eine unerwünschte Verdichtung vermieden, andererseits durch den erzeugten Innendruck eine zusätzliche Verdichtung der Umhüllung bewirkt. Technisch notwendige Zwischenstufen auch zum haftfesten Materialübergang können berücksichtigt werden.

3a) Einer schädlichen Nebenwirkung insbesondere des überhitzten Wasserdampfes auf den mit wasserlöslichem Harz vorbereiteten Furnierwickel kann durch Zonenbildung bei der Herstellung und Aufbringung dieses Wickels (z.B. auf der Innenseite mit wasserunlöslichem Harz) entgegengewirkt werden. Andererseits ist die Verwendung von wasserlöslichem Harz für die Herstellung von unporösem Preßholz mit einfachen technischen Mitteln kaum zu umgehen. Nach den osmotischen Gesetzen-Kapillarreaktionen-Diffusion-Dissoziation ist wegen des Wassergehaltes der Furniere und des sich bei der Kondensation des Harzes bildenden Wassers die Erzeugung einwandfreien Preßholzes unter Vermeidung komplizierter Trans- und Klimatisierungsanlagen mit wasserlöslichem Harz vorzunehmen. Von der Herabminderung der Porosität des Preßholzes ist aber die Standfestigkeit bei Glut und die Brennbarkeit, bzw. die Tiefe der Oberflächenwirkung abhängig.

Zur Steigerung der Wirkungsweise kann erforderlichenfalls durch geeignete Zusätze und Maßnahmen die Zonenbildung zwischen porös aufbereitetem Einschluß und unporöser Umhüllung gesteigert werden.

Genau so wie beispielsweise Eisen am besten durch Stahl, Stahl wieder am besten durch besser vergüteten Stahl bearbeitet wird, wird die beste Lösung des anstehenden Problems dahin ausgelegt, daß nicht durch Verschiedenheit des Reaktionsgutes, sondern durch selbst geringfügige, prozentual differenzierte - sei es im Ausgangsmaterial vorliegende oder durch zeitlichen Reaktionsablauf sich bildende - Unterschiede der beste Wirkungsgrad erreicht werden dürfte.

Zusätzliche Erfordernisse, wie Transportsicherheit, Schutz gegen Witterungseinflüsse usw. können dabei weiters erfüllt werden.

G. Herstellung von Schaumkohle:

Die Aufgabenstellung ist ein standfestes Gitter aus Kohle (Steinkohle, Braunkohle usw.) oder deren Aufbereitungsprodukten zu erzeugen mit einem spezifischen Gewicht, welches dem jeweiligen Schüttgewicht der zugehörigen Korngröße etwa entspricht und dieses nach Möglichkeit unterschreitet.

1.) Verfahren unter Ausnutzung des unter Wärme und Gegendruck entstehenden Dampf- und Gasdruckes des Feuchtigkeitsgehaltes der Kohle und des Lösungsmittelgehaltes des Bindemittels, bei gleichzeitiger Aushärtung bzw. Trocknung des Bindemittels.

Durch Verlust des Wassergehaltes (und flüchtiger Bestandteile) der Kohle über das Trockengewicht des Bindemittels kann ein spezifisch leichteres Gut erhalten werden, als dem Schüttgewicht des Ausgangsmaterials entspricht. (Siehe gleichzeitige Umhüllung mit einem Preßholzmantel).

000278

End of the "Schmitt"

- 5 -

2.) Verfahren unter Ausnutzung des bei Wärmeeinwirkung sich bildenden Wasserdampfes und Dampfdruckes.

Das jeweilig gewünschte Schüttgut wird mit einem irreversibel aushärtenden (organischen, kohlestoffhaltigen) Bindemittel oberflächlich einheitlich benetzt. Das benetzte Gut wird in eine Form eingeschüttet, die dem gewünschten Schaumkörper entspricht. Durch Schütteln wird eine gleichmäßige Verteilung erreicht.

Das Schüttgut wird in der Form zunächst bis zur Aushärtung oder Trocknung (unter Luftabschluß oder Luftzufuhr, je nach erforderlichen Reaktionsvorgängen) des Bindemittels, dann bis über dessen Schmelzpunkt, gegebenenfalls bis zur beginnenden Verkohlung des Bindemittels erwärmt.

Der sich bildende Wasserdampf und der entstehende Dampf- bzw. Gasdruck und das Fließen des Bindemittels bewirken dessen Anreicherung an den Berührungspunkten des Schüttgutes. Ein standfestes Gitter geringen spezifischen Gewichtes ist das Ergebnis.

3.) Verfahren mit wasserbindenden, wasserentziehenden und austrocknenden, härtwerdenden Bindemitteln. Allein entscheidend ist hierbei die Frage der Anreicherung des Bindemittels an den Berührungspunkten des Schüttgutes und der Bindekraft bei Hitze.

Anwendung finden hierbei anorganische Substanzen, welche Wasser mit Haupt- und Nebervalenzen binden können, wie Zement, Silikate, Oxyde (gebrannter Kalk z.B.), Gips, Schwerspat usw.

Da derartige Substanzen beim Verbrennungsvorgang leicht die Haftfestigkeit mit der Kohle wieder einbüßen, weil sie selbst am Verbrennungsvorgang nicht beteiligt sind und andere Wärmeigenschaften besitzen und durch Schmelzen nicht eine Sinterung oder Anreicherung der Kohle an den Berührungspunkten bewirken können (ohne die Porosität des Gesamtgutes und dessen Standfestigkeit zu beeinträchtigen) muß durch besondere Maßnahmen verhindert werden, daß die Hitzeeinwirkung und Verbrennung gerade an den dünnsten Berührungsstellen des Schüttgutes beginnt und dadurch ein Zerfall des Gitters vorzeitig wieder eintritt.

Über die bereits erzielten Zwischenergebnisse soll bei nächster Gelegenheit, sobald die Versuche abgeschlossen sind, weiter berichtet werden.

Die vorstehenden Ausführungen sind wegen der Kürze der zur Verfügung stehenden Zeit als grundsätzliche anzusehen.

Schutzrechte und Schutzbegehren bleiben nach Reichspatentgesetz - anstelle bereits durchgeführter Anmeldungen - mit Priorität dieser Bekanntgabe vorbehalten.

Muster von Schaumkohlekörpern nach vorstehenden Ausführungen mit einem spezifischen Gewicht von 0,56 - 0,72 werden vorgelegt.

Kiefersfelden, den 3. November 1944

gez. Dr. Heinrich Schmitt
Physiko-Chemiker

Bag 2813 a

Target 30 / Opportunity

J. G. Lead Tetra Ethyl Plant,

Nachterstedt - Frose.

Contract with the German Reich;

Map of Plant;

Correspondence.

000279



000280

Geheim!

V e r t r a g .

Zwischen dem Deutschen Reich, vertreten durch
den Reichsminister der Luftfahrt,
und
der I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

§ 1.

Vertragsgegenstand.

Die Firma errichtet in Nachterstedt-Prose eine Anlage zur Herstellung von Bleitetraäthyl in dem aus den beigefügten Plänen (Anlage 1) und dem anliegenden Kostenanschlag (Anlage 2) ersichtlichen Umfang.

Das Reich steht dafür ein, dass der Firma zur Durchführung des Baues von der Luftfahrtkontor G.m.b.H., Berlin-Schöneberg, Am Park 12, ein Kredit in Höhe der Baukosten bis zum Höchstbetrage von RM. 9,5 Millionen (i. W. neunmillionenfünfhunderttausend Reichsmark) eingeräumt wird. Eine Überschreitung der geprüften und anerkannten Anschlagsumme bis zu 6% gilt als genehmigt. Weitere Überschreitungen bedürfen der vorherigen Zustimmung des Reichsministers der Luftfahrt.

Der Luftfahrtkontor G.m.b.H. bleibt vorbehalten, die Rückzahlung des Darlehens durch Eintragung von Grundpfandrechten sowie Sicherungsübereignungen von Maschinen, Vorätzen und anderen Gegenständen zu sichern.

Das Darlehen ist nach den bei der Luftfahrtkontor G.m.b.H. üblichen Sätzen angemessen zu verzinsen.

Zur Abgeltung der entstehenden Generalunkosten (technische und kaufmännische Bearbeitung sowie allgemeine Überwachung der Ausführung der Anlagen) gewährt das Reich der Firma eine einmalige Entschädigung in Höhe von 3,8% der Baukosten.

§ 2.

Durchführung des Baues.

Auf Grund des Kostenanschlages werden die Lieferungen

und Leistungen ausgeschrieben. Die Ermittlung des annehmbarsten Gebotes und die Zuschlagerteilung erfolgt im Einvernehmen mit dem Technischen Amt des Reichsluftfahrtministeriums. Für die Lieferungen und Leistungen sind ins einzelne aufgegliederte Selbstkostenrechnungen vorzulegen.

Die Auszahlungen der Darlehensbeträge auf den von der Luftfahrtkontor G.m.b.H. eingeräumten Kredit erfolgen vorbehaltlich der Anerkennung der Endabrechnungen jeweils in dem Umfang, in dem die Firma für die Neuanlage Zahlungen zu leisten hat. Zu diesem Zweck reicht die Firma monatlich ins einzelne aufgegliederte Anforderungsschreiben an die Wirtschaftsabteilung des Reichsluftfahrtministeriums zur Nachprüfung des Geldbedarfs ein.

§ 3.

Berechnung der Baukosten.

Die Prüfung der Baukosten erfolgt nach der Verordnung über die Preisermittlung auf Grund der Selbstkosten bei Leistungen für öffentliche Auftraggeber vom 15.11.1938 - RGBl. I S. 1623.

Den in der Reichshaushaltsordnung § 45 c Abs. II genannten Stellen bleibt das Recht der Prüfung und Einsichtnahme in die Bücher vorbehalten.

§ 4.

Beteiligung des Reichsministers
der Luftfahrt beim Bau.

Der Reichsminister der Luftfahrt hat das Recht, sich jederzeit über den Stand der Arbeiten und die Befolgung der vereinbarten Pläne sowie nach Fertigstellung und Inbetriebnahme über den jeweiligen Zustand der Anlage durch Besichtigung des Werkes zu unterrichten. Hierbei erteilt die Firma die erforderlichen Auskünfte.

Während der Durchführung des Baues bleibt die Firma in ständiger Fühlungnahme mit dem Technischen Amt des Reichsluftfahrtministeriums und verständigt dieses jeweils über den Fortgang des Baues.

Änderungen in der Art des Bauvorhabens hat die Firma auf Verlangen vorzunehmen. Bei entstehenden Mehrkosten wird der durch die Luftfahrtkontor G.m.b.H. zu gewährende Kredit entsprechend erhöht.

§ 5.

Pflichten der Firma nach
Fertigstellung des Baues.

Nach Fertigstellung der Anlage ist diese auf Verlangen des Reichsministers der Luftfahrt in Betrieb zu nehmen und zu halten.

Lieferungen erfolgen an das Reichsluftfahrtministerium sowie die von ihm bestimmten anderen Stellen und auf sein Verlangen bezw. mit seiner Genehmigung an Dritte.

Die Preisermittlung für sämtliche Lieferungen erfolgt nach der Verordnung über die Preisermittlung auf Grund der Selbstkosten bei Leistungen für öffentliche Auftraggeber vom 15. November 1938 - RGBl. I S. 1623 -.

Bei Stilllegung des Werkes werden, wenn der Reichsminister der Luftfahrt dessen Vorhaltung verlangt, der Firma die nachgewiesenen notwendigen Vorhaltungskosten, andernfalls die Stilllegungskosten erstattet.

§ 6.

Zurückzahlung des Darlehens.

Das Darlehen ist ratenweise in Höhe der jeweiligen, durch die Wirtschaftsabteilung des RLM festgestellten Abschreibungsbeträge an die Luftfahrtkontor G.m.b.H. zurückzuzahlen.

Die Firma hat das Recht, darüberhinausgehende Rückzahlungen zur Tilgung des Darlehens zu leisten.

§ 7.

Rechtsnachfolge.

Die Firma ist berechtigt, diesen Vertrag im Einvernehmen mit dem Reichsminister der Luftfahrt durch die Ethyl G.m.b.H. ausführen zu lassen. Die Führung und Unterhaltung des Betriebes verbleibt in jedem Falle bei der I.C. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

Die Ausführung des Vertrages durch die Ethyl G.m.b.H. sowie sonstige Änderungen der Betriebsführung und Betriebsverhältnisse sind dem Reichsminister der Luftfahrt vorher anzuzeigen.

§ 8.

Produktionskapazität und Veräusserung
des Werkes.

Eine Veränderung der Produktionskapazität und die Veräusserung des Werkes bedürfen der Genehmigung des Reichsministers der Luftfahrt.

§ 9.

Geheimhaltung.

Die Firma wird diesen Vertrag und alle damit zusammenhängenden Schrift- und Aktenstücke streng geheim halten und nur denjenigen Personen bekanntgeben, die für die Bearbeitung und Durchführung des Vertrages unmittelbar oder mittelbar herangezogen werden müssen. Diese Personen sind zu strengster Geheimhaltung zu verpflichten. Der Reichsminister der Luftfahrt behält sich die Bestimmung des Umfanges dieses Personenkreises sowie die Prüfung der Zuverlässigkeit vor.

§ 10.

Schiedsgericht.

Streitigkeiten, die sich aus diesem Vertrage oder seiner Durchführung ergeben, sind von einem Schiedsgericht zu entscheiden. Dieses wird nach der als Anlage 3 beigefügten Schiedsgerichtsvereinbarung gebildet.

§ 11.

Stempelkosten und Ausfertigung
des Vertrages.

Kosten und Urkundensteuer aus diesem Vertrage trägt die Firma.

Der Vertrag ist in zwei Ausfertigungen vollzogen, von denen jeder Vertragsteil eine erhält.

Berlin, den

Der Reichsminister der Luftfahrt
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe:

Ludwigshafen a. Rh. den

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft:
gez. v. Krierlem gez. Müller-Cunradi

000284

Schiedsvertrag.

1) Streitigkeiten aus dem Vertrag sind durch ein Schiedsgericht zu entscheiden, wenn nicht der Reichsminister der Luftfahrt Entscheidung durch die ordentlichen Gerichte verlangt. Dieses Verlangen kann jedoch nur gestellt werden, solange das Schiedsgericht noch nicht gebildet ist.

2) Das Schiedsgericht besteht aus einem Obmann und zwei Beisitzern. Der Obmann muss die Befähigung zum Richteramt besitzen; er wird vom Kammergerichtspräsidenten ernannt. Jede Partei ernennt einen Beisitzer. Auch die etwaige ersatzweise Ernennung eines Beisitzers gemäss ZPO § 1031 erfolgt durch den Kammergerichtspräsidenten; an Stelle der dort genannten einwöchigen Frist tritt eine zweiwöchige Frist.

3) Das Schiedsgericht ist an die Anträge der Parteien gebunden. Es hat nach dem geltenden Recht zu entscheiden. Die Kostenentscheidung ist nach § 91 ff ZPO zu treffen; jedoch trägt jede Partei die Kosten ihrer Vertretung durch Bevollmächtigte selbst. Die Festsetzung des Streitwertes erfolgt ausschließlich durch die Parteien. Zuständiges Gericht für die Vornahme richterlicher Handlungen im Sinne des § 1036 ZPO ist das Landgericht Berlin.

4) Die Ernennung der Schiedsrichter darf erst erfolgen, nachdem über den Wert des Streitgegenstandes und die Höhe der Schiedsrichtergebühren zwischen den Parteien Einigung erzielt ist. Zum Schiedsrichter kann nicht ernannt werden, wer mit dem Inhalt dieser Einigung nicht einverstanden ist.

Beim Ersuchen um Ernennung des Obmannes sind dem Kammergerichtspräsidenten der Schiedsvertrag und der Inhalt der Einigung der Parteien nach Abs.1 mitzuteilen.

5) Dieser Schiedsvertrag tritt für den einzelnen Streitfall ausser Kraft, wenn die Einigung nach Nr.4 nicht binnen sechs Wochen zustande kommt. Diese Frist beginnt mit dem Zeitpunkt, in dem die eine Partei der anderen erstmals bestimmte Vorschläge über den Wert des Streitgegenstandes und

die Höhe der Schiedsrichtergebühren mit der Aufforderung gemacht hat, sich bei Vermeidung der Rechtsfolge des Ausserkrafttretens des Schiedsvertrages binnen sechs Wochen zu erklären.

6) Jede Partei ist auf Anfordern des Schiedsgerichts verpflichtet, die Hälfte der voraussichtlich entstehenden Schiedsgerichtskosten an die Schiedsrichter vorschussweise zu zahlen. Kommt eine Partei dem Anfordern binnen einer vom Schiedsgericht gesetzten Frist nicht nach, so entscheidet das Schiedsgericht durch Schiedsspruch vorab über diese Verpflichtung.

Berlin, den

Ludwigshafen, den 20. 11. 1939

Der Reichsminister der Luftfahrt
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe:

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
gez. v. Knierrern gez. Müller-Cunradi

4.1.1944.

V e r m e r k

Das Schreiben des RLM vom 11.12.43, welches uns hinsichtlich der noch nicht abbeschriebenen Investitionskosten der Bleitetraäthyl-Anlage Nachterstedt-Frose dieselbe Sicherheit bietet, wie wir sie in der Regel auf Grund des bekannten Typs unserer Lieferverträge, z. B. für SS-Öl-Anlagen erhalten, bedeutet an sich keine volle Bestätigung unserer Forderung mit Schreiben vom 22.11.43 an die Bank der Deutschen Luftfahrt. Wir hatten gebeten, dass die vertragemässigen Tilgungs- und Verzinsungsbeträge des Luftfahrtbankkredites als Stilllegungskosten im Sinne des § 5 des Vertrages vom 24.8.1939 behandelt werden. Dies hätte entsprechend dem früheren Zustande bedeutet, dass ohne Rücksicht auf den Grund der Stilllegung, das RLM uns die Tilgungs- und Zinsbeträge hätte erstatten müssen. Nach dem Bestätigungsschreiben des RLM vom 11.12.43 bekommen wir Abschreibungs- und Zinsbeträge nur dann erstattet, wenn das RLM die Abnahme der Produkte aus Frose einstellt. Erfolgt die Stilllegung aus anderen Gründen wie z.B. Stromausfall, höhere Gewalt, so erklärt sich das RLM allerdings bereit, wegen der Erstattung der uns dadurch entstehenden Unkosten in ähnlichem Sinne zu verhandeln. Trifft die I.G. an der Stilllegung ein Verschulden, so entfällt jeglicher Erstattungsanspruch. Die angedeuteten Abweichungen gegenüber unseren Forderungen wurden gemeinsam mit Herrn Dr. Müller-Cunradi und Herrn Dr. Krekeler I besprochen, wobei allseits der Ansicht Ausdruck verliehen wurde, dass man sich mit dem Angebot des RLM begnügen soll, um die Angelegenheit endgültig zum Abschluss zu bringen, da es praktisch verhältnismässig nur geringe Abweichungen aufweist, wie z.B. die Forderung für schuldhaftes Verhalten selbst aufkommen zu müssen, als nicht unberechtigt angesehen werden muss. Ein nochmaliges Aufgreifen der angeführten Punkte würde aller Voraussicht nach zu recht erheblichen Schwierigkeiten mit dem RLM führen, die sich auf unsere gesamten Lieferverträge auf dem Öl-Bleitetraäthylgebiet nachteilig auswirken könnten, insbesondere da die Überreichung eines neuen Vertragsentwurfes von Seiten des RLM mit erheblichen Abweichungen von unseren bisherigen Verhandlungen gezeigt hat, dass man hinsichtlich der Lösung unserer Lieferverträge noch zu keiner endgültigen Einigung gekommen ist.

Rechtsabteilung

gez. Dilthey

✓ Herrn Dr. v. Knieriem
 " Dir. Dr. Müller-Cunradi
 " Dr. Krekeler I
 " Kretschmann, Stika, Berlin.

Sheet No. 1

Genehmung

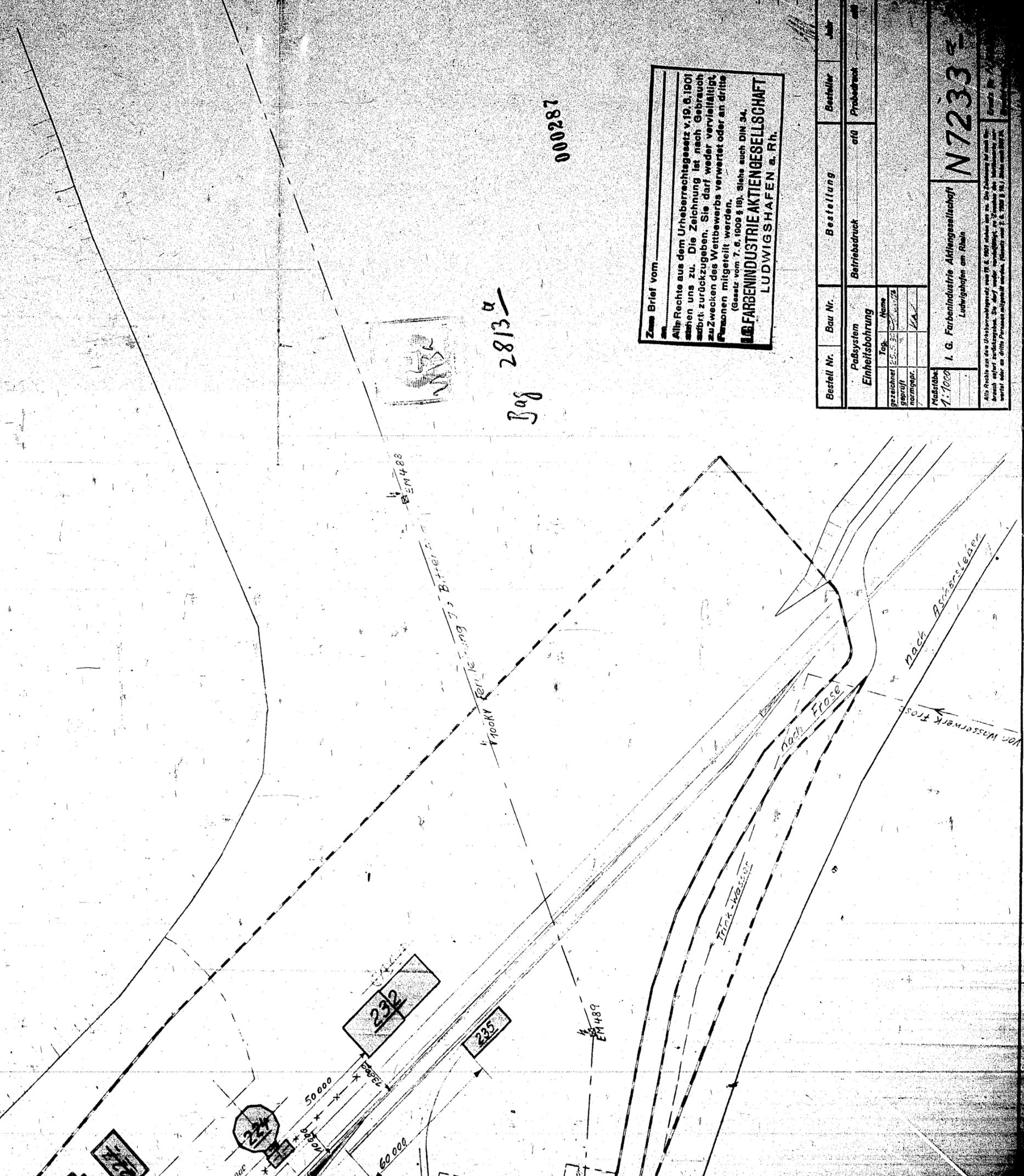
Dampfleitungen
Gasleitungen
Druckluftleitungen
Fabrik- u. Trinkwasseretz

H 2065-2
H 2066-2
H 2067-2
H 2068-2

000287

Anlage 1

NORDEN



Bog 2813

000287

Zum Brief vom
Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz v. 19. 6. 1901
sind uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch
zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt
noch zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet oder an dritte
Personen mitgeteilt werden.
(Gesetz vom 7. 6. 1909 § 19). Siehe auch DIN 34.
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
LUDWIGSHAFEN a. Rh.

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	Art	Probendruck
gezeichnet	Tag.	Name		
geprüft				
normgepr.				
Maßstab	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein			
1:1000	N7233			

Alle Rechte an der Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach dem Gebrauch zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt noch zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1909 § 19). Siehe auch DIN 34.

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Abrechnungsstelle Sparte I

000289

XX

An die
Bank der Deutschen Luftfahrt A.G.

Berlin 02
Korderstr. 7

Ellerthel-
Hrdarpsdorf/Hag

Ho/Glt 14. 7. 1944

Investitionskredit Nachterstedt/Proso
Blitetraethyl-Anlage Proso

Die Ihnen mit unserem beiden Schreiben von 22. 3. und
19. 6. 44 angezeigten Tilgungsraten gegen obiges Darlehen
sind in der bisherigen Höhe von je

RM 200.000,--

überwiesen worden. Nachdem die Tilgungsrate inzwischen
gemäß Ihrem Schreiben von 26. 9. 43 mit Wirkung ab
31. 3. 44 auf

RM 240.000,--

erhöht worden ist, lassen wir Ihnen durch unsere Zentral-
Plananzverwaltung, Berlin NW 7, für die am 31. 3. und
30. 6. 44 fällig gewordenen Raten die Differenz von
ausmachen

RM 80.000,--

auf Ihr Konto bei der Deutschen Landesbank A.G., Berlin,
nachüberweisen.

b.w.

7

Damit erledigt sich Ihr an unsere Zentralfinanzverwaltung gerichteter diesbezüglicher Hinweis, für den wir Ihnen bestens danken.

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AGT GESSELLSCHAFT

gez. ppa. Kretschmann gez. Gatzka

D/I.G.Zefi, Finanz-Sekretariat, Bln.NW 7,
Herrn Dir.Dr.Müller-Gunradi, Lu, (a.o.n.v.)
I.G.Fabrikbuchhaltung, Lu,
RLM, Abtl.LF III Bln.W 8.

000290

000291

XXXXXXXXXXXX

Bo 28139

ALBANY
NEW YORK

.....

Der Reichsminister der Luftfahrt
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe
GL/F 3

Az.66 p.18 (GL/F 3 II B)

On der Antwort bitte vorstehendes Geschäftszeichen,
Datum und kurzen Inhalt angeben.

An die
I.G. Farbenindustrie AG.
Stickstoffabteilung,
Ludwigshafen a.Rhein

Bez.: Bleitetraäthyl-Anlage Nachterstedt-Prose.

Bezug: Meine Schreiben GL/F 3 Az.66 p 18 (GL/F 3 II C)
vom 6.12.1943 und 24.2.1944.

Unter Bezugnahme auf meine Schreiben vom 6.12.1943
und 24.2.1944 bitte ich erneut um Mitteilung, wann die In-
vestitionen für die Bleitetraäthyl-Anlage Nachterstedt-Prose
abgeschlossen sind. Ich darf nunmehr mit umgehender Beantwor-
tung rechnen.

Im Auftrag
gez. von D u n g e r n

F.d.R.



Wentling
St. Helferin

NR. 4433

24 APR 44

Erl.

Anschrift: (19) Dessau, Postfach 500
Tel. Dessau 4186, Hausapp. 108

BEIEMIS, den 20.4.1944

Leipziger Straße 7

Tel.-Adr.: Reichsluft Berlin

Fernsprecher: Ortsverkehr: 22069, 21241, 120047

Fernverkehr: 218011

Hausapparat: _____

000294

XXXXXXXXXXXX
Abrechnungsstelle Sparte I

XXXXXXX

XXXXXXXXXX
XXXXXXXXXX
Arnsdorf/Rsgl
26:

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

An die
Bank der Deutschen Luftfahrt A.G.

Berlin C 2
Werderstr. 7

(8) Zillerthal-
Erdmannsdorf/Rsgl
XXXXXXXXXXXX

Arnsdorf/Rsgb.265 No/Glt 22. 3. 1944

Inv.Kredit Nachterstedt-Frose
Bleitetraethyl-Anlage Frose

Wir haben heute unsere Zentralfinanzverwaltung beauftragt
Ihnen auf Ihr Konto bei der Deutschen Länderbank A.G.,
Berlin N W 7,

RM 200.000,-- (Wert 31. 3. 1944)

(Reichsmark zweihunderttausend)

zu überweisen, die wir als Amortisationszahlung per
1. Vj. 1944 gegen das von Ihnen für die Errichtung der
Bleitetraethyl-Anlage gewährte Darlehn zu verwenden
bitten.

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
gez. ppa. Kreischmann gez. ppa. Gatzka

D. (i. d. n. v.)
... ..

Ba 28.12

000295

XXXXXXXXXXXXX
Abrechnungsstelle Sparte I

XXXXXX

XXXXXXXXXX
XXXXXXXXXX

Arnsdorf/R
26

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

An den

Herrn Reichsminister der Luftfahrt
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe

Berlin W 8
Leipziger Str. 7

Zillerthal-
(8) Erdmannsdorf/1
XXXXXXXXXXXXX

Arnsdorf/Rsgb.265 No/Glt 22. 3. 1944

Inv.Kredit Nachterstedt-Frose
Vertrag zwischen dem Deutschen Reich und der
I.G.Farbenindustrie A.G. v.20.6./24.8.1939

Bleitetraaethyl-Anlage Frose LF 3 Az 66 P 18/1698

Unter Bezugnahme auf den mitfolgenden Durchschlag unsere
heutigen Schreibens an die Bank der Deutschen Luftfahrt
A.G., Berlin O 2, Werderstr. 7, bitten wir, davon Kennt-
nis zu nehmen, dass wir die I.G.Zentralfinanzverwaltung,
Berlin N W 7, heute beauftragt haben, den Betrag von

RM 200.000,--

als von uns für das 1. Vj. 1944 verrechneten Tilgungs-
betrag gegen das von uns bisher nach vorstehendem Vertrag
Gewährte Darlehn zu überweisen.

Heil Hitler!

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Leipzig, den 22. März 1944 994.ppa. G. G. G.

Anlage

Der Reichsminister der Luftfahrt
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe

GL/F 3
Az. 66 p 18 (GL/F 3 II C)

(In der Antwort bitte vorstehendes Geschäftszeichen,
Datum und kurzen Inhalt angeben)

Berlin W 8, den 24. Febr. 1944
Leipziger Straße 7
Tel.-Adr.: Reichsluft Berlin
Fernsprecher: Ortsverkehr: 52 00 24, 21 82 41, 12 00 47
Fernverkehr: 21 80 11
Hausapparat:

11/28134

Herrn Dr. Dr. Müller-Cunicki

An die
I.G. Farbenindustrie AG.
Stickstoffabteilung
Ludwigshafen a.Rh.
=====

Gen. V. Beckler
Verf. d. H. Müller

Betr.: Bleitetraaethyl-Anlage Nachterstedt-Frose.

Mit Schreiben GL/F 3 Az. 66 p 18 (GL/F 3 II C) vom
6.12.1943 hatte ich um Mitteilung gebeten, wann die Investi-
tionen für die Bleitetraaethyl-Anlage Nachterstedt-Frose ab-
geschlossen sind. Für baldige Beantwortung meines Schreibens
wäre ich dankbar.

Im Auftrag
gez. Helwig

F.d.R.

W. Riey
Stabsheiferin

000296



№ 22110
29 FEB 4
Erl.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

000297

B-2813

22.11.43.

Dr. arl/vp 100/8

Dr. / Dr.

4. Januar 1944.

Investitionskredit Nachterstedt-Frosse

In Nachgang zu unserem Schreiben vom 22.11.43 teilen wir Ihnen mit, dass wir inzwischen hinsichtlich der Risikoabdeckung die mit Ihrem Kredit finanzierte Anlage Nachterstedt-Frosse von Seiten des Herrn Reichsministers der Luftfahrt eine befriedigende Regelung erhalten haben, sodass wir Ihnen gegenüber nunmehr das Kreditschreiben vom 25.9.43 bestätigen können. Wir übersenden Ihnen daher in der Anlage den uns Ihre lassenen Durchschlag mit unserem Bestätigungsvermerk versehen zu Ihrer gefl. Bedienung.

Anlage

Heil Hitler!

Bank der Deutschen Luftfahrt
Aktiengesellschaft

Berlin 32
Werderstr. 7.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
LUDWIGSHAFEN A. RH.
gez. Brendel
Herrn Dr. Krekele, I, Op.
Herrn Kretschmann, Stickstoffwerk Bln.
Zefi, Berlin
R.M., Berlin
Herrn Dr. Müller-Cunradi

Durchschlag

000298

171

Larman

Bag 2813 2

000299

End of Bag 2813 9

Bag 3998

000300

Target 30/Opportunity

Deutsche Vacuum "Ol" A. G.

Oslebshausen Refinery, Bremen

1. Statement of Company to Military Government
2. Flow sheets and data from Oslebshausen Plant.
3. Navy lube oil specifications.
4. Underground plants: Description of code names and four flow sheets.

Deutsche Vacuum Oel
Aktiengesellschaft

3948 - 1
Bremen, May 5th 1945.

THE MILITARY GOVERNMENT,

000301

B R E M E N

Attention : Colonel

22/23 Contrescarpe.

H. Anderson

Bremen Refinery

Socony-Vacuum Oil Company, Inc., New-York, (N.Y.)

Gentlemen,

Following your request of May 3rd 1945 we are submitting herewith the desired information subdivided as follows :

Page 1 : General Data
" 2 - 4 : Description of Plant
" 6 : Production Data
" 8 - 8a: Stocks on hand (incl. intake-material for plant)
" 10 - 13: Survey of Damages and necessary repairs.

With regard to the latter survey it should be understood that the estimated periods of time required for repair-work are based on the assumption that both materials and labor are made available.

The situation in connection with re-starting operation of the plant may be briefly summarized as follows :

The restarting of work in the Refining and De-waxing units (which would be tantamount to supplies of finished products becoming available) is solely a problem of procuring ammonia and propane. The intake-material in hand for these units would cover a period of at least 2 months, which time should be sufficient to carry through the necessary repairs to the distilling units, and to procure supplies of crude oil from previous sources (Hannover and Hamburg district).

We are at your disposal for any further information.

Deutsche Vacuum Oel Aktiengesellschaft

000302

SUMMARY
of
PLANT INVESTMENTS

(based on book values)

	<u>Reichsmark</u>
Distilling shell stills	1.025.664.55
Distilling pipe still & Vacuum pipe still	2.670.468.42
Wax distillate pressing	237.275.24
Lubricating oil treating	305.103.55
Contact filtering	256.874.33
Naphta treating	12.415.--
Naphta rectification	1.016.09
Compounding	244.260.32
Package preparation	11.752.91
Filling and shipping	265.973.15
Duosol solvent treating unit	1.991.162.65
Benzol Acetone dewaxing unit	1.473.763.63
Harbor	85.576.04
Crane and bulk head	352.074.65
Locomotive	21.954.--
Railway switch	55.299.52
General Depts.	3.558.167.45
	<hr/>
Total :	12.568.771.50
Real Estate :	1.565.122.68
Stocks on Hand :	5.000.000.--
Stores on hand :	500.000.--
	<hr/>
Grand Total :	19.633.894.18
	<hr style="border-top: 1px dashed black;"/>

000303

General Data

Address : Deutsche Vacuum Oel Aktiengesellschaft,
Werk Bremen-Oslebshausen,
Huettenstrasse 100.

Telephone : 80821

Head Quarters : Deutsche Vacuum Oel Aktiengesellschaft, Hamburg.
at Hamburg-Aumuehle, Alte Hege 2.

President : Max H. E n g e l .
Vice-President : Dr. H.C. G o e t z .

Share Capital : Owned 100 % by Socony-Vacuum.

Works-Superintendent : Mr. Hans-Detlef Rueschmann, Engineer.
Representative of Co's President : Mr. Herbert H. Harms.

Date of Erection on Plant : 1910
size of Factory site : 307.000 m²
Total Property Value : abt. 20.000.000.- Reichsmark =
abt. \$ 5.000.000.--

- Transport Facilities :
- 1.) Water Connection with River Weser thro' lock; (Oil-Harbor as part of "Industrie-Hafen")
 - 2.) Direct Railroad connection with State Railroad main line. Shunting facilities in plant.
 - 3.) Coal Bunker Station at Water front.

Labor situation as on
4/15/1945 :

Workers	330
Employees	<u>48</u>
Total :	<u>378</u>
of which :	6 German, female
	302 " , male
	70 Foreigners, male

Throughput capacity : 120.000 Tons equivalent to
(yearly) abt. 840.000 barrels (per year)
Crude oil

000304

DESCRIPTION
of
P L A N T

(See attached SituationsPlan)

1) Distilling units

- a) 4 Distilling shell stills, capacity : 35.000 liters ea.
- b) Ath. Pipe Still, built in 1930 by Forster Wheeler Comp., U.S.A., enlarged in 1940 by Borsig Werke, Berlin.
Capacity : 400 Tons/day at 35 % Vaporization.
- c) Vacuum Pipe Still, erected by : Gute-Hoffnungshuette, Oberhausen (Ruhr district) in 1939.
Capacity : 140 Tons/day.

2) Refining units

- a) Acid refining plant, built in 1910, enlarged 1917 ,
7 Agitators , Capacity : 60 tons/day
- b) Solvent refining plant , built by Max B. Miller, of New-York (N.Y.) in 1936; enlarged in 1942.
Capacity : 180 Tons/day
- c) Benzol-Acetone De-waxing Plant ; built in 1936 by The Lummus Company, New-York, N.Y. , enlarged in 1942,
Capacity : 85 Tons/day
- d) Hot-contact plant, built in 1916, enlarged in 1939,
Capacity : 85 Tons/day

3) General Units

- a) Compounding plant and barrel filling station, built 1916,
Capacity : 350 barrels/day
- b) barrel washing station , built in 1944, capacity : 200 barrels/day

c) Tank-Farm. Number of tanks : 249

Total capacity: 180.000 cbm

./. destroyed : 80.000 "

Present Capacity :
100.000 cbm

d) Power station

1) Boiler-house built in 1939 by Babcock-Wilcox

3 boilers; of 16 Tons capacity each normal load,
maximum load 20 Tons at 40 atm.

1 boiler in operation

1 boiler partly removed (safety measure to provide
for possible air raid damages)

1 boiler put out of operation (no longer required
after production had come to standstill)

abt.

Steam production in normal use : 31 Tons/hour

Coal consumption " " " : abt. 100 Tons/day

steam used for :

Distillation	=	10,6 Tons
solvent Refing	=	4,8 "
Benz.-Acet. "	=	7,9 "
Hot contact pl.	=	1,3 "
Compounding "	=	0,9 "
Cooling water pl.	=	0,3 "
Heating (Tanks	=	2,3 "
Tank waggon		
fillg. system	=	2,2 "
Heating (buildings)	=	0,7 "
		<u>31,0 Tons</u>

2) Electric Power Plant built in 1939 by A.E.G.

2 counter steam turbines; capacity : 1.600 KW each

1 turbine in operation ; 1 turbine removed.

Normal current production = 1033 KW

Current consumption balance :

Distillation	=	99 KW
Solvent refig.	=	350 "
Dewaxg. plant	=	132 "
Hot contact pl.	=	26 "
boiler house	=	89 "
compoundg. pl.	=	10 "
cooling waterpl.	=	221 "
barrel fillg.pl.	=	5 "
Work shop	=	9 "
Compressed air	=	29 "
Transportation	=	51 "
Lighting	=	12 "

1.033 KW

- 3) Complete processing plant for boiler water
built by "Permutit" A.G. in 1939
- e) Cooling water station built in 1936, enlarged 1942
- Capacity : 3 Centrifugal pumps of 350 cbm/hour each
2 " " " " 500 " " "
- at 4,5 atm pressure

Cooling water consumption :

Distillation	=	260	cbm/hour
Solv.Refg.	=	450	" "
Dewaxing Pl.	=	350	" "
Hot contact	=	20	" "
power stat.	=	50	" "

1130 cbm/hour

- f) Works Railroad Tracks & Equipment

Total length : 3,700 km

1 steam locomotive 150 HP , 1 Diesel locomotive 70 HP.
abt. 250 company-owned tank cars.

- g) work's harbor

length = 200 m ; width = 65 m ; depth = 8,50 m
length of loading pier = 180 m in all
accessible for tankers up to 10.000 BRT.

- h) Workshop for Metal-workers

length = 42 m ; width 16 m ; one-story building,
erected in 1938; with complete sets of machinery,
tools and instruments for boiler makers, pipe fitters,
welders, plumbers, electricians etc. working in plant.

000307

BREMEN - REFINERY

of

Deutsche Vacuum Oel Aktiengesellschaft, Hamburg

an affiliated Company to

SOGONY-VACUUM OIL COMPANY, INC. of NEW YORK, (N.Y.)

PAGE 5

000308

PRODUCTION - DATA.

000309

Breakdown of Yields

based on normal operation throughput of 10.000 Tons/month

1/3 Reitbrook Crude, 2/3 Nienhagen Crude

	<u>%</u>	<u>Ts/month</u>
1. Gasoline	5	500
2. Kerosene	10	1000
3. Gasoil	11	1100
4. Spindeloil	12	1200
5. Machine Oil		
Raffinate	5	500
6. Paraffine Gatch	2	200
(De-waxing residuum not de-oiled)		
7. Petrolatum	3	300
8. Light		
Processing Oil	0,8	80
9. Automative		
Engine Oil	1,2	120
10. Aviation		
Engine Oil	9,2	920
11. Medium		
Processing Oil	0,6	60
12. Machine Oil	3,3	330
13. Paraffine		
Gatch	0,4	40
14. Cylinder Oil	6,6	660
15. Extract-		
Asphalt	24,8	2480
16. Loss	5,1	510
	<u>100 %</u>	<u>10.000 Tons</u>

000310

INVENTORY
of
STOCKS ON HAND.

&

REVIEW
of

STOCKS OF INTAKE - MATERIALS

for

DISTILLING & REFINING UNITS

Deutsche Vacuum Oel
Aktiengesellschaft

BREMEN, April 30th 1945.

Statement

of

---- Stocks on hand as on April 21st 1945 ----

<u>PRODUCTS</u>	<u>QUANTITY (TONS)</u> in tanks	<u>QUANTITY</u> (in barrels of 200 Ltrs. each)
1) Crude oil	1.888	---
2) White products		---
a) Gasoline	---	---
b) Kerosene	48	19
c) Gasoil	42	14
3) Spindle oils	500	139
4) Machine oils		
a) Destillates	842	67
b) Raffinates	1.357	75
(unfinished as to flash and pour point and viscosity)		
5) Motor oils		
a) Destillates	944	--
b) Raffinates (see 4b)	1.077	--
c) finished raffinates	75	445
6) Paraffine Gatch (De-waxing residuum not de-oiled)	1.008	37
7) Cylinder oils (high grade)	193	62
8) Axle oils	255	--
9) Dark oils	187	156
10) Fuel oils	303	--
11) Asphalt	4.474	--
12) Topped crude	12.523	18
(crude oil after topping off white products and spindle oil)		
TOTAL:	25.716 Tons	1.032 Barrels
Auxiliary products for manufacturing (e.g. fat oils, naphtene acids, etc.)		209 Barrels
Various experimental oils		15 "

R E V I E W
of
STOCKS OF INTAKE - MATERIALS
for
DISTILLING & REFINING UNITS.

000312

<u>UNIT</u>	<u>STOCKS ON HAND</u>	<u>LASTING FOR</u>	<u>REMARKS</u>
atm. Pipe-still	1.200 Tons Crude Oil	2 days	Bottom residue in tank (sludge) not usable
Vacuum-Pipestill	1.000 Tons half-finished product	8 days	-- --
Solvent re-fining plant	12.000 Topped Crude (Tons)	70 days	-- --
De-waxing plant	240 Tons raffinate not de-waxed	3 days	Further raffinate to be drawn from Solvent Refg. plant in ordinary course of operation

Note : Stocks of Coal : 500 Tons.

These would last for 5 days of normal operation of plant.
If present emergency practice if burning fuel oil (about 80 Tons/day) with coal bottom fire is continued, the coal supply on hand will last for 40 days.

000313

SURVEY
of
PRESENT DAMAGES CAUSED BY AIR-RAIDS
and of
NECESSARY REPAIRS.

000314

1) Shell Still Distillation

destroyed or damaged : 25 %; completely out of work.

Damaged units : 2 stills, running house (total loss),
pipe lines, stack.

Materials required : Bricks, fire-proof bricks, cement,
pipes, fittings.

Labor required : 4 brick-layers,
6 metal workers,
20 helps

Estimated time
required : 4 weeks

2) Atmosph. Pipe still

destroyed or damaged : 30 %

damaged units: running house (total loss)
length: 20,76 m, width 7,76 m, hight 6,05 m
instruments, pumps, working tanks, pipes,
separator, stack.

Materials required : Bricks, cement, iron construction,
corrugated iron roof, windows, doors.
Fittings, valves for steam and oil,
screws and packings, instruments.

Labor required : 4 brick layers
35 metal workers
50 helps

Estimated time
required : 6 weeks

3) Vacuum pipe still

destroyed or damaged : 40 %

damaged units : oil heater, running pipe-lines, pumps,
instruments, running tanks, stack.

Materials required : Bricks, fire-proof bricks, cement, iron-
construction, corrugated iron, pipes,
fittings, instruments.

Labor required : 4 specialists for fire proof brick laying
4 brick layers
10 metal workers
20 helps

Estimated time reqd. : 8 weeks

000315

4) Solvent treating plant

undamaged, mechanically in full working order.

For re-starting operation the following measures have to be carried through :

- a) re-installation of propane compressor
- b) to secure a supply of 140 Tons of propane, source of supply hitherto : Brabag, Boehlen (Saxony) ; Wintershall A.G., Luetzkendorf ; Gewerkschaft Elwerath, Haenigsen (Hannover district). From the latter source supplies would appear to be obtainable with less difficulties as compared with the two first-named sources
- c) to put cooling water station in order (see item 7) of this survey (
- d) to put waste water plant in order (see item 8 of this survey)

5) Benzol-Acetone De-waxing plant

undamaged, mechanically in full working order.

Measures for re-starting operations :

- a) re-installation of ammonia-compressor
- b) to secure a supply of 8 Tons of ammonia. Previous source of supply : local dealer. It is to be feared that ammonia will not be readily obtainable.
- c) to put cooling water station in order.
- d) to put waste water plant in order.

6) Power Station

Boiler House and Electric power station in full working order and in operation

7) Cooling water plant

destroyed or damaged : 20 %
 damaged units : building, foundations, pipe-lines
 Materials required : bricks, cement, gravel, iron, wood, pipes.
 Labor required : 4 brick layers, 2 metal workers, 20 helps.

2 undamaged centrifugal pumps to be re-installed.
 Estimated time required : 2 - 3 weeks.)

000316

8) Separators and Waste Water System

destroyed or damaged : 15 %
 damaged units : Separators, pipe lines, waste water line from separator to harbor and from waste water pool to River Weser.
 Materials required : Cement, gravel, iron, pipes.
 Labor required : 2 brick-layers, 2 metal-workers, 6 helps.

9) WORK
Work's Harbor

destroyed or damaged : 10 %
 damaged units : Pier, crane-track with foundation, electric conduit to crane,
 Materials required : Cement, gravel, wood, iron, rails, cables
 Labor required : 10 masons, 4 metal workers, 15 helps.
 Estimated time required : 8 weeks.

10) Distribution System for Steam, Water, Air and Oil

destroyed or damaged : 15 %
 Materials required : pipes, fittings, packings, screws.
 Labor required : 15 metal workers, 20 helps.
 Estimated time required : 4 weeks.

11) General Clearing-up Jobs

(Clearing ways & thoroughfares, filling up bomb craters, ~~xxxxxx~~ repairs to fences etc.)
 Labor required : 50 helps
 Estimated time required : 3 weeks

12) Workshop for Metal Workers

destroyed or damaged : 80% , building only;
partly re-erected (40%)

Materials required : wood for roofing, all other
material available

Labor required : 5 masons, 2 carpenters, 2 build-
ingsmiths, 10 helps.

Estimated time required : 4 weeks .

000318

SUMMARY
of
LABOR REQUIRED

- 4 Special brick layers for fire-proof work.
- 46 Building craftsmen as e.g. masons, carpenters, locksmiths, concrete specialists.
- 76 Metal Workers of various descriptions
- 201 Helps

327 Men in all

000319

 Analysendaten

Komponente 7	Synthese Oel SS 906	Rot Ring gemischt	Rot Ring Bremen
Spez. Gew. 15°	889	855	895
Fl. Pkt.	225	225	260
Br. Pkt.	258		300
Stockpunkt	-17		-17
Visc. E 20	40	340	116
Visc. E 50	7.4	45	18.1
Visc. E 100	1.86	5.9	3.0
Visc. Polhöhe	1.95	1.70	1.85
V.I.	93	108	101
Richtungskonst. M	3.58	3.0	3.22
N.Z.	0.03	0	0.03
V.Z.	0.14	0.24	0.18
Conradson Test	0.25	0.20	0.25
Brechungsindex	1.492		1.493
Indiana Test 100 St.	2 = 40 mgr. Asphalt		
Visc. Engler 100	1.9 = 3		

000320

 Analysendaten

Komponente 7	Synthese Oel SS 906	Rot Ring gemischt	Rot Ring Bremen
Spez.Gew. 15°	889	855	895
Fl.Pkt.	225	225	260
Br. Pkt.	258		300
Stockpunkt	-17		-17
Visc. E 20	40	340	116
Visc. E 50	7.4	45	18.1
Visc. E 100	1.86	5.9	3.0
Visc. Polhöhe	1.95	1.70	1.85
V.I.	93	108	101
Richtungskonst.M	3.58	3.0	3.22
N.Z.	0.03	0	0.03
V.Z.	0.14	0.24	0.18
Conradson Test	0.25	0.20	0.25
Brechungsindex	1.492		1.493
Indiana Test 100 St.	2 = 40 mgr. Asphalt		
Visc. Engler 100	1.9 = 3		

Rohoel

000321

	Reitbrook	Nienhagener Mischung	Oberger
Spez.Gew. 15°	930	895	850
Fl.Pkt.Abel	+ 5	0	unter 0
Viscosität Säbold 100	590	167	50
N.Z.	0.28	0.18	0.08
Hartasphalt	1.26	0.1	0.06
Paraffin	1.5	4.3	4.0
Conradson Test	6.9	3.9	1.58
Schwefel	2.48	0.54	0.32

~~3997-1~~

Rohoel

000322

	Reitbrook	Nienhagener Mischung	Oberger
Spez.Gew. 15°	930	895	850
Fl.Pkt.Abel	+ 5	0	unter 0
Viscosität Sapold 100	590	167	50
N.Z.	0.28	0.18	0.08
Hartasphalt	1.26	0.1	0.06
Paraffin	1.5	4.3	4.0
Conradson Test	6.9	3.9	1.58
Schwefel	2.48	0.54	0.32

3508-1

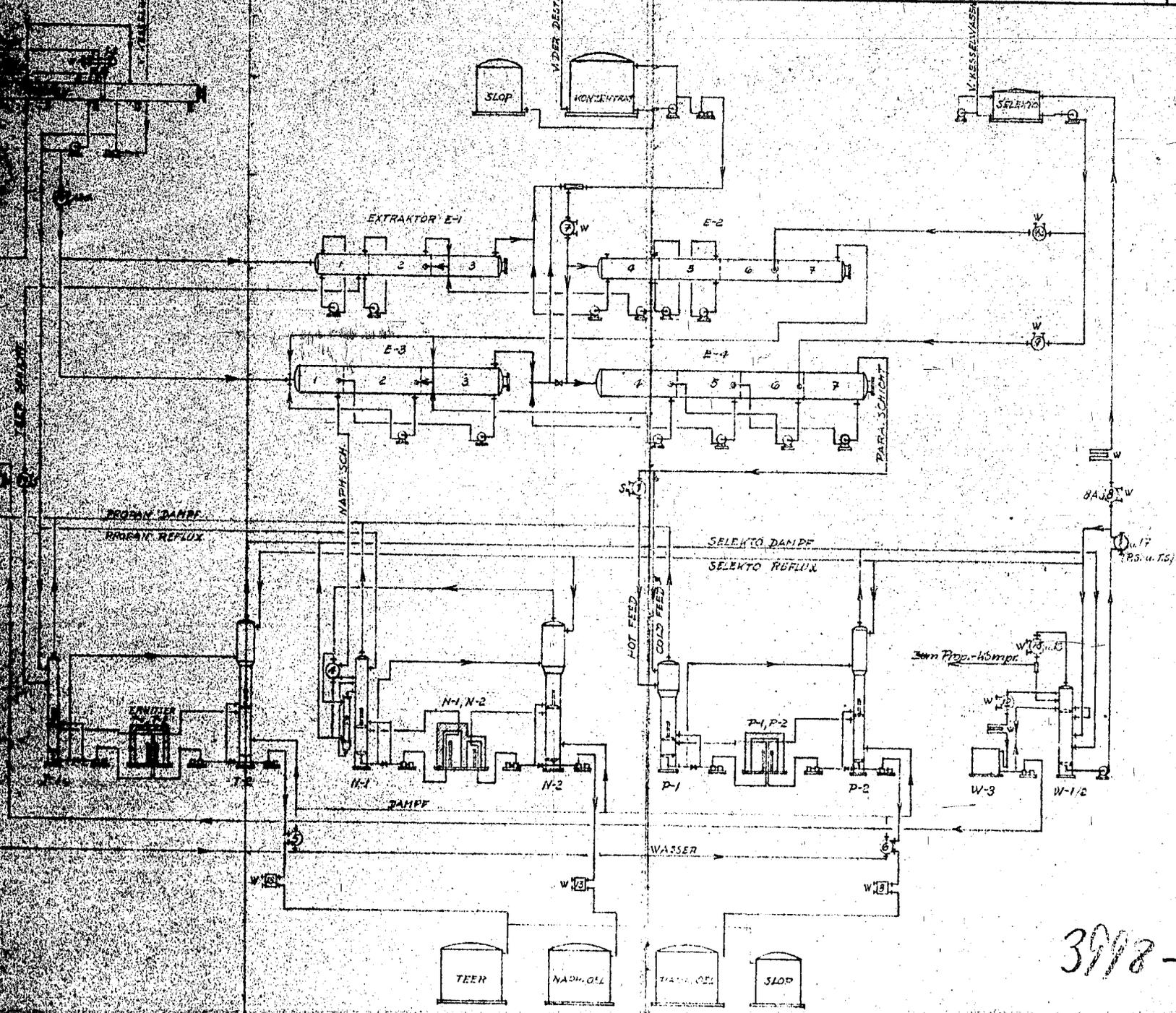
000323

3998 - 2

1146

Laufbild der erweiterten D.S.-Anlage
 - schematisch -
 der DEUTSCHEN VACUUM OEL A.G. HAMBURG, WERK BREMEN Br. 16. II 40 Pte.

000324

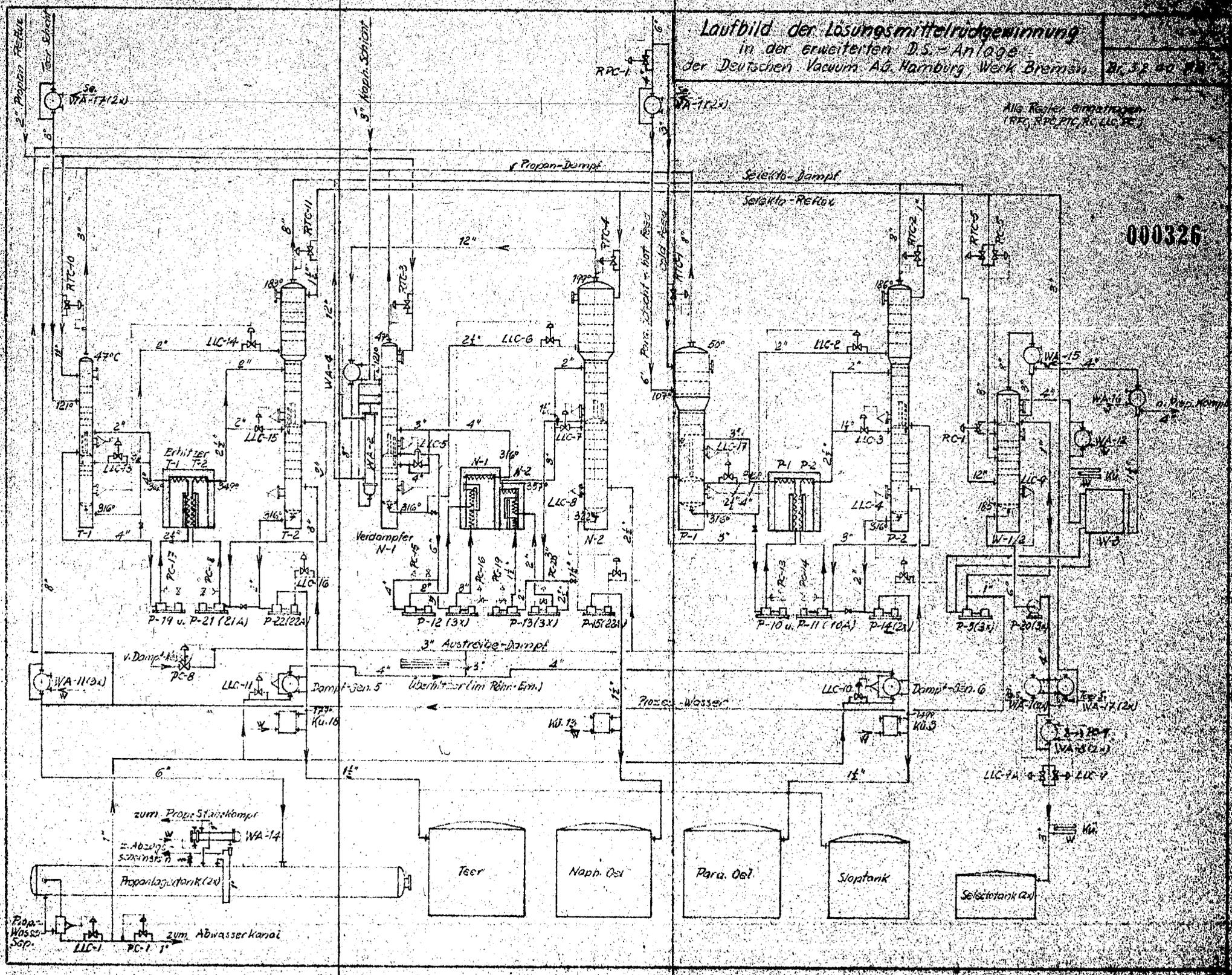


3998-2

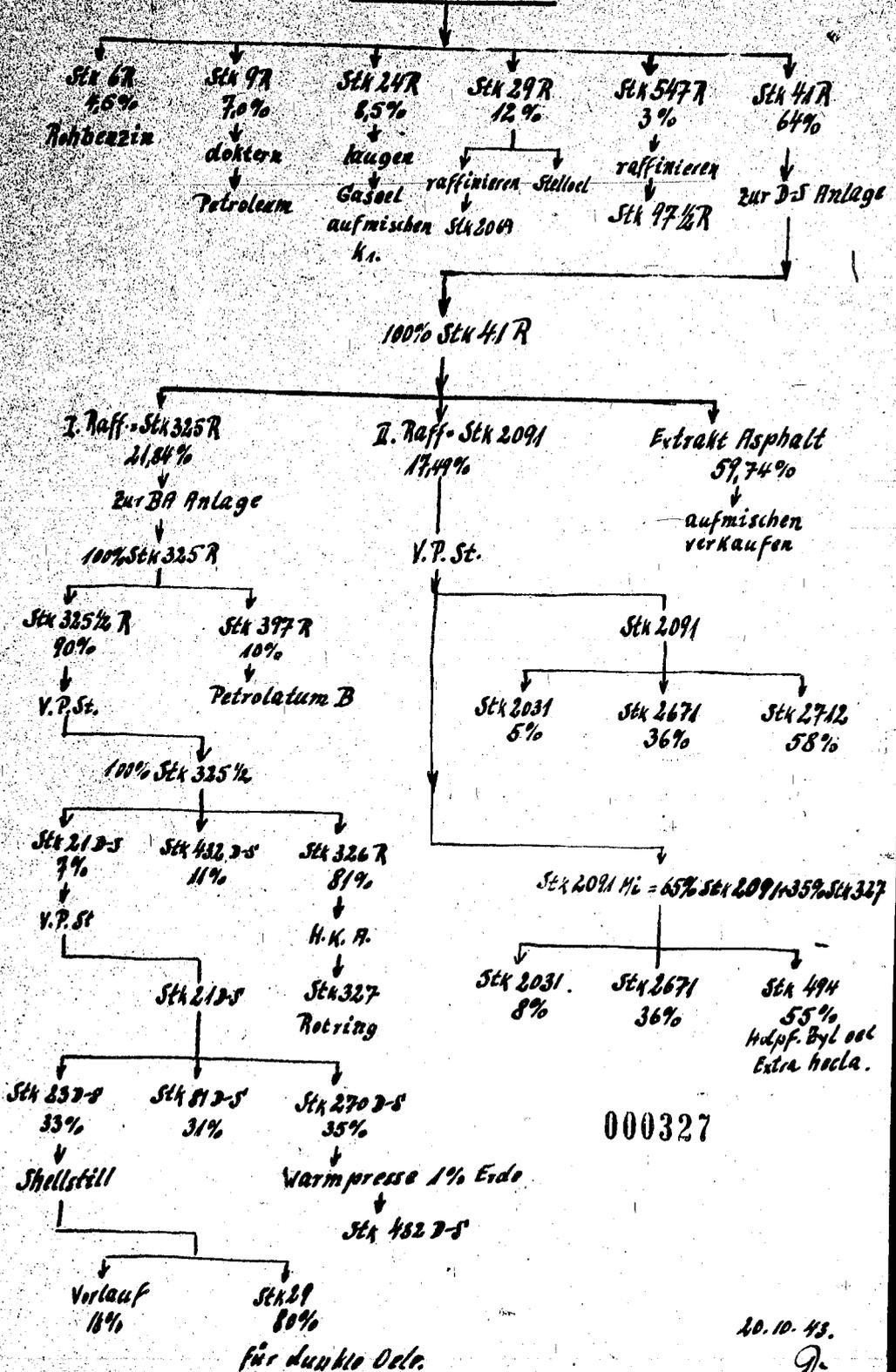
Laufbild der Lösungsmittelrückgewinnung
 in der erweiterten D.S.-Anlage
 der Deutschen Vacuum AG. Hamburg, Werk Bremen, Nr. 32 00 00

Alle Teiler sind in
 (RFE, RFD, RFG, RGA, RGC)

000326



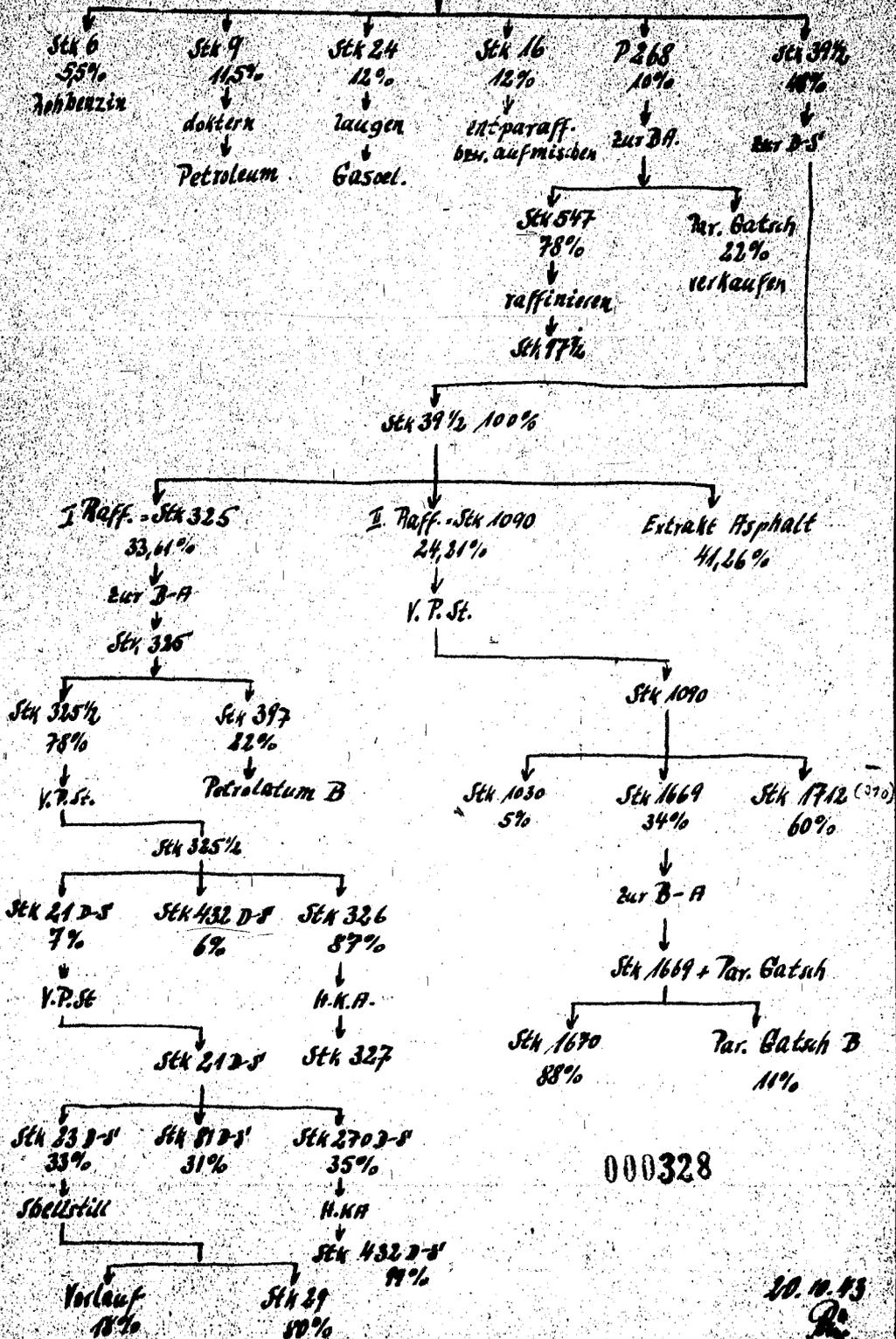
Verarbeitung von Reitbrook Rohoel 100%



000327

10.10.43.
D.

Verarbeitung von Nienhagener Rohöl-Mischung



000328

20. 11. 53
R.

DEUTSCHE VACUUM OEL AKTIENGESELLSCHAFT HAMBURG

Täglicher Laboratoriums-Bericht.

Bremen

den 20.8.43.

Oelsorte	Stock Nr.	Spez. Gew. °C	Flamm-punkt	Brenn-punkt	Stock-punkt	Sayb. Sek.			Engler Grade			Wasser %	Farbe	N.Z. V.Z.	Conr. Test	% S	Bemerkung.	
						100	130	210	20	50	100							
Pipe Still : Nhg. Misch. / Stock 39 1/2																		
Rohr	1	717				E.T!	12	36	71	95	98%							Benzin-Dest.
	2	806	62	64	51	Abel E.T.	34	71	92	98%		wh	0,05		0,012			Petrol-Dest.
	3	852	118	128	-13	E.T.	1	25	78	96	98%	fw	0,06		0,17			Gasöl
	4	883	162	192	+12				3,17			0,5	0,15		Par.		0,25	Spindel-Dest.
	5	901	196	238	+25	185			3,80			3	0,57		7,60		0,40	Paraffin-Dest.
Rückstand		961	276	315				410		11,43		80	0,58		9,30		0,60	H.A. Rückstand
												S	0,15		5,23		0,99	0,43
000329																		

3998-3

Nur für den Dienstgebrauch!
000332
Zusammenstellung
der
Maschinenschmieröle

696 8.39 Kriegsmarinewerk Wilhelmshaven Druckerei V 1644,389

Einheitliche Bezeichnungen der Schmierstoffe,
die ab 1. 12. 40 anzuwenden sind.

000332^B

Gruppe	* Z d M und Sorten- Nr.	Ausführliche Bezeichnung	Bezeichnung für die Maschinen- betriebsbuchführg.
		<u>Ö l e</u>	
Mot Öl (I)	1	Motorenöl I, gewöhnlich	Mot Öl 1
	2	Motorenöl II, zähflüssig	Mot Öl 2
	3	Motorenöl III, stark zähflüssig	Mot Öl 3
	4	Motorenöl IV, extra stark zähflüssig	Mot Öl 4
	6	HL-Motorenöl 16,5 für Großdiesel (Aero W, C Y 5)	Mot Öl 6
	7	Triebwerköl 8,5 für Großdiesel (Luftverdichter, Heißdampf-Kolb-Masch)	Mot Öl 7
	Mot Zyl Öl (II)	8	Motorenzylinderöl 12,5 für Großdiesel (Zylinder und Triebwerk)
Zyl Öl (III)	10	Dampfzylinderöl I (Satttdampf)	Zyl Öl 10
	10a	Dampfzylinderöl II (Heißdampf)	Zyl Öl 10a
Masch Öl (IV)	11	Dampfmaschinenöl (früher Maschinenschmieröl I)	Masch Öl 11
Turb Öl (V)	14	Turbinenöl I (unm. gekuppelte Turbinen, Satttdampf)	Turb Öl 14
	15	Turbinenöl II (Getriebe, Heiß- u Sattdpf)	Turb Öl 15
Sonderöl (VI)	5	Einheitsöl 6,5 für <u>Getriebeturbinen und Motoren</u>	Sonderöl 5 (Turb u Mot Öl)
	9	Regel-, Druck-, Uhrenöl	Sonderöl 9 (Regel-, Druck- Uhrenöl)
	13	Kühlmaschinenöl (Kälteöl)	Sonderöl 13 (Kühlmaschinenöl)
	16	E-Isolieröl f Transformatoren u Schalter	Sonderöl 16
	17	Korrosionsschutzöl	Sonderöl 17 (Korrosionsschutzöl)
	18	Feinmechaniköl (F.M Öl)(Wanduhröl 11)	Sonderöl 18
		<u>F e t t e</u>	
Fette (VII)	20	Staufferfett	Fett 20
	21	Wälzlagerfett, hart, (früher Calypsol)	Fett 21
	22	Wälzlagerfett, weich	Fett 22
	23	Haftfett (Seile und Zahnräder)	Fett 23
	24	Graphitfett	Fett 24
	25	Vaseline	Fett 25
	26	Sehrohrfett (Stopfbuchse)	Fett 26

* Z d M = Zusammenstellung der Maschinenschmieröle Ausgabe 1940

(Sie kann von den Druckschriftenverwaltungen angefordert werden)

~~Handwritten signature~~
1939

Zusammenstellung

000333

der an Bord der Schiffe und Motorboote
zur Verwendung gelangenden

Maschinenschmieröle



Vermerk:

Bei Anforderung durch die Kommandos ist außer der Bezeichnung
die Verwendungsstelle und Warennummer des Deles anzugeben.
Die Warennummern bei der Werft und dem Arsenal sind gleich.

000334

Inhaltsverzeichnis

	Seite	<u>Renntfarbe</u>
1. Schmieröl für Diesel- und Ottomotoren, gewöhnlich	1—4	
2. Schmieröl für Dieselmotoren, zähflüssig	5—8	
3. Schmieröl für Dieselmotoren, stark zähflüssig	9—12	
4. Schmieröl für Dieselmotoren, extra stark zähflüssig	13—16	
	17—20	
6. Schmieröl für Großdieselmotoren, Sonderöl für S-Boote, D.B.-Motore, Mobilöl-Aero W, Shell C V 5	21—22	
7. Triebwerköl für Großdieselmotoren, Luftverd. und Heißdampf- Kolbenmaschinen	23—26	grün
8. Schmieröl für Großdieselmotoren (Zylinder)	27—30	blau
9. Regelöl	31—32	
10. Schmieröl für Dampfzylinder (Sattdampf)	33—34	schwarz
10a. Schmieröl für Dampfzylinder (Heißdampf)	33—34	violett
11. Schmieröl, gemischt, für Maschinen (früher Maschinenschmieröl I)	35—36	braun
12. Schmieröl für Maschinen, Mineralöl (früher Maschinenöl II)	39—40	
14. Schmieröl für unmittelbar gekuppelte Turbinen (Sattdampf)	41—44	gelb
15. Schmieröl für Getriebeturbinen (Heißdampf) und Sattdampf)	45—48	rot
16. Isolieröl für Transformatoren und Schalter	49—50	
	51—52	

000335

Prüfvorschriften der Kriegsmarine

Spezifisches Gewicht	nach Din DNM. 3653
Flammpunkt	nach Din DNM. 3661
Brennpunkt	nach Din DNM. 3661 (sinngemäß)
* Flammpunkt n. Zentisch	nach besonderer Vorschrift, Seite VI
* Brennpunkt n. Zentisch	nach besonderer Vorschrift, Seite VI
* Selbstzündungspunkt	nach besonderer Vorschrift, Seite VI
* Kennzündwert	nach besonderer Vorschrift, Seite VI
Stoßpunkt (Kältebeständigkeit)	nach Richtlinien, Verlag Stahl Eisen, Düsseldorf, 8. Auflage, Seite 108
Zähigkeit (Viskosität)	nach Din DNM. 3655
Neutralisationszahl	nach Din DNM. 3658
Freie Mineralsäure	nach Din DNM. 3658
Wassergehalt	nach Din DNM. 3656
* Verdampfbarkeit in dünner Schicht	nach besonderer Vorschrift, Seite VII
Hartasphalt	nach Din DNM. 3660
Weichasphalt	nach Holde, 7. Auflage, Seite 168
Hartasphalt nach Alterung	nach besonderer Vorschrift, Seite VII
* Alterung nach Zentisch	nach besonderer Vorschrift, Seite VII
* Verfärbung nach Conradson	nach Din DNM. 3796 — Entwurf I —
* Verfärbung nach Zentisch (R 500)	nach besonderer Vorschrift, Seite VII
Nischegehalt	nach Din DNM. 3657
Harz	nach Storch Morawki, Holde, 7. Auflage, Seite 330
Verseifungszahl	nach Din DNM. 3659
Schwefel	nach Holde, 7. Auflage, Seite 103—104
Emulgierbarkeit mit See- u. dest. Wasser	nach Richtlinien, Verlag Stahl Eisen, Düsseldorf, 8. Auflage, Seite 105, unter Beachtung der besonderen Vorschrift, Seite VII
Verteerungszahl	nach Holde, 7. Auflage, Seite 366, 269
Teerzahl	nach Holde, 7. Auflage, Seite 268—269
Durchschlagsefestigkeit	nach VDE. 00370/1936 „Vorschriften für Schalter- und Transformatorenöle“

Die mit * bezeichneten Daten fallen gem. DNM fort.

Prüfvorschriften der Kriegsmarine

1. Bestimmung des Flammpunktes n. J.¹⁾

In die Eingabekammer des Zündwertprüfers wird die genormte Thermometerhülse mit einem der für B.M.-Flammpunktprüfer vorgesehenen Thermometer gegeben. Die Quecksilberkugel des Thermometers soll vollständig von einem Del mit hochliegendem Flammpunkt umgeben sein. Der Abstand zwischen Quecksilberkugel und dem Boden der Hülse soll 3 mm betragen. Die Flammen des Dreiflamm Brenners sollen die Größe einer kleinen Erbse aufweisen. Nach Anwärmung des Ziegels auf die für das zu untersuchende Del vorgeschriebene Temperatur wird ein bis zur unteren Marke mit dem Del angefüllter Flammpunktbecher aus V2A-Stahl in eine der Seitenkammern gegeben. Nach Ablauf einer Minute wird der Dreiflamm Brenner von 20 zu 20 Sekunden jeweilig für die Dauer von 2 Sekunden der Oberfläche genähert. Erfolgt nach insgesamt 3 Minuten noch kein Aufflammen, so liegt der Flammpunkt oberhalb der eingestellten Temperatur und das Del entspricht den Anforderungen. Sollte es erforderlich sein, den genauen Flammpunkt des Deles zu bestimmen, so ist wie folgt zu verfahren:

Man füllt mehrere Becher bis zur unteren Marke mit dem Del, wobei man darauf achtet, daß die Becherwandung oberhalb dieser Ringmarke nicht benetzt wird. Man regelt den Temperaturanstieg auf 3° Cels. in der Minute für die ganze Dauer des Versuches und setzt bei der niedrigsten Temperatur, die nach den Bedingungen zulässig ist, einen der Becher in die linke Seitenkammer. Eine Minute nach der Eingabe beginnt man in gleicher Weise wie oben mit dem Annähern der Zündflamme, setzt nach 1½ Minuten Verlauf einen 2. Becher in die rechte Seitenkammer und so fort, bis der Flammpunkt erreicht ist. Jeder der Becher bleibt insgesamt 3 Minuten in der Zündkammer. Die Zündkammern sind vor Eingabe der Becher mit den vorgesehenen zylindrischen Zwischenstücken zu beschicken, damit die Delbecher mit der Oberfläche des Zündziegels abschneiden. Auf Verwendungsvollständig-reiner Becher ist zu achten.

2. Bestimmung des Brennpunktes n. J.

Zur Bestimmung des Brennpunktes wird der Becher bis zur oberen Ringmarke mit dem zu untersuchenden Del gefüllt und der Temperaturanstieg mit 3° Cels. in der Minute — ohne Becherwechsel so lange fortgesetzt, bis der Brennpunkt eingetreten ist.

3. Bestimmung des Selbstzündungspunktes

Bei der Bestimmung des Selbstzündungspunktes werden 300 Sauerstoffblasen/Min. dem Ziegel zugeführt und zunächst ein Temperaturanstieg von 10°/Min. eingeregelt. Nach erfolgter Zündung läßt man die Temperatur bis zum Ausbleiben der Zündungen abfallen und bestimmt dann den Selbstzündungspunkt bei einem Temperaturanstieg von 3°/Min. (Toleranz ± 3°).

4. Bestimmung des Kennzündwertes

Nach Ermittlung des Selbstzündungspunktes (tu) bestimmt man die im Frühzündungsgebiet des Versuches zur Herbeiführung einer Selbstzündung erforderliche geringste Anzahl Sauerstoffblasen den oberen Zündwert (Z₀). Dieser wird in gleicher Weise wie der Selbstzündungspunkt bei einem Temperaturanstieg von 3°/Min. ermittelt, wobei die Stoffeingabe von 10 zu 10² erfolgt. Der Kennzündwert ergibt sich dann nach der Formel:

$$Z_k = \frac{t_0 - t_u}{t_u + 1}$$

¹⁾ Bei den Untersuchungen im Zündwertprüfer ist außer den hier niedergelegten Verfahrens-Vorschriften die allgemeine Bedienungs-Vorschrift zu beachten.

000336

5. Verdampfbarkeit in dünner Schicht

Bei der Bestimmung von R 500 (siehe unten (Sd. Nr. 8) wird gleichzeitig die Verdampfungs-dauer in dünner Schicht ermittelt. Die entstehenden reichlichen Deldämpfe werden in den ersten 20 Sekunden nach der Eingabe durch anhaltendes Blasen von der Dfenoberfläche abgeleitet, um ihre Entzündung zu verhindern. Von der 20. Sekunde an gibt man in Abständen von 5 zu 5 Sekunden mit dem Gebläse einen schwachen Luftstoß auf den Ziegelrand und beobachtet, ob noch Dämpfe abstreichen. Ist das z. B. nach 55 Sekunden noch der Fall, nach 60 Sekunden aber nicht mehr, so ist v = 60.

6. Hartasphalt nach Alterung

Ein Becherglas von 50 cem Din Denog 1 wird mit 20 cem des Versuches gefüllt und in einem Delbad in einem Trockenschrank gebracht, der auf der jeweilig vorgeschriebenen Temperatur (Toleranz ± 5° Cels.) gehalten wird. Danach wird der Hartasphalt nach Din DVM 3660 bestimmt.

7. Alterung n. J.

In ein Siebglas von 11,3 mm innerem Ø, 13,0 mm äußerem Ø und 150 mm Höhe wird 1 cm³ des zu untersuchenden Deles gegeben und das Glas unter Einrücken einer Stoppuhr in die Eingabekammer des auf 250° erhitzten Zündwertprüfers gestellt. Nach Ablauf einer Minute wird ein Sauerstoffstrom von 300 Blasen/Min. für die Dauer von 15 Minuten durch das Del geleitet. Dann gibt man mit dem als Pipette verwendbaren Sauerstoffeuleitungsrohr 12 Tropfen des heißen Deles in einen tarierten V2A-Stahlbecher.

Nach Abkühlung der restlichen Delmenge im Siebglas wird dieses bis zur oberen Kennmarke mit Normalbenzin (Stahlbaum) aufgefüllt, eine Minute lang kräftig geschüttelt und 15 Minuten lang der Ruhe überlassen. Nach Ablauf dieser Zeit wird die Höhe der durch Normalbenzin ausfällbaren Stoffe in mm angegeben. 1 Teilstrich = 1 mm. Vermerkt wird gleichfalls Art und Farbe der Ausfällungen; z. B. grobkörnig, hellbraun oder feinkörnig, schwarz.

Mit der in den Stahlbecher gegebenen Menge wird zur Bestimmung von R 500 A die Verkotung im Zündwertprüfer durchgeführt (siehe Verkotung n. J. (Sd. Nr. 8).

8. Rotsbestimmung n. J. (R 500)

0,2 g des Versuches werden in einem tarierten V2A-Stahlbecher bis zum Verschwinden der Dämpfe, mindestens jedoch für die Dauer von 2 Minuten im Zündwertprüfer einer Temperatur von 500° ausgesetzt. Der Verkotungsrückstand wird in Prozenten der Einwaage angegeben.

9. Emulgierbarkeit mit See- und dest. Wasser (zusätzliche Vorschrift zu Richtlinien)

In den Dampfentwicklungsfolben darf nur einwandfreies, destilliertes Wasser gegeben werden, das mit Silbernitratlösung keine Chloridreaktion gibt (auch keine Opaleszenz) und gegen Lackmus neutral reagiert. Wenn der Dampfentwicklungsfolben frisch gefüllt worden ist oder wenn er längere Zeit gefüllt gestanden hat, muß das Wasser durch 10 Minuten lange kräftige Dampfentwicklung entgast werden, bevor die nächste Emulgierbarkeitsprobe angesetzt wird.

Neue Dampfentwicklungsfolben, Dampfeuleitungsrohre und Zylinder müssen vor Gebrauch gründlich ausgedampft werden.

1. Schmieröl für Diesel- und Ottomotoren

gewöhnlich

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	0,910 bis 0,940
Flammpunkt (D.V.M.):	> 200° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 175° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< -5° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 6—6,5 °E = (45,2—49,0 cSt), bei 20° und 100° Cels. (in °E und cSt) ist anzugeben
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	< 0,05 %
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Contrabon):	< 0,5 %
* Verkokung n. F.:	< 0,1 %
Aschegehalt:	< 0,02 %

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Ausscheidungen zeigen.

Nach der Alterung nach F.* dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

1. Schmieröl für Diesel- und Ottomotoren

gewöhnlich

Warennummern: Verzollt 231 020, unverzollt 231 021

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
1	Fischereischutzboot „Elbe“ bei Raumtemperaturen unter +5° C, für den Hilfskompressor bei Raum- temperaturen unter +12° C	1	„Schleswig-Holstein“	1	MWM (kompl. Diesel) 100 PSe M 24 S im Winter 60 PSe M 19 S im Winter 60 PSe M 15 S im Winter 10-40 PSe BR im Winter 10-40 PSe Colo BR im Winter
2	Fischereischutzboot „Weser“ bei Raumtemperaturen unter +5° C, für den Hilfskompressor bei Raum- temperaturen unter +12° C	2	„Schlesien“	2	Deutz (kompl. Diesel) 60 PSe SZMS 117 im Winter 40 PSe SZMS 117 im Winter 60 u. 75 PSe SZM 6 M 317 im Winter
3	Räumbootbegleitschiff „Zieten“ MWM mit Kompressor 420 PSe S 6 V 35/35 dauernd, Krupp 420 PSe GB dauernd	3	„Emden“	3	Nörting (kompl. Diesel) 10-40 PSe SN im Winter
		4	Fischereischutzboot „Elbe“ bei Raumtemperaturen unter +5° C	4	Junters (kompl. Diesel) 8-20 PSe SR 60 u. 65 im Winter
		5	Fischereischutzboot „Weser“ bei Raumtemperaturen unter +5° C		
		6	Räumbootbegleitschiff „Zieten“ (MWM BR 318 3 Colo BR)		

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
					Alle in der Liste nicht erwähnten Benzinmotoren bis zu n = 800 und die älteren Boots-Dieselmotoren mit Kompressor dauernd

— 4 —

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c

2. Schmieröl für Dieselmotoren

zähflüssig

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

- Spez. Gewicht bei 20° Cels.: 0,910 bis 0,940
- Flammpunkt (D.M.): $\geq 200^\circ$ Cels.
- * Flammpunkt n. J.: $\geq 175^\circ$ Cels.
- * Selbstzündungspunkt: $\geq 265^\circ$ Cels.
- * Kennzündwert: ≤ 3
- Stoßpunkt: $< -5^\circ$ Cels.
- Zähigkeit (Viskosität): bei 50° Cels. 9—11,5 °E (68,4—88,3 cSt),
bei 20° und 100° Cels. (in °E und cSt) ist anzugeben
- Neutralisationszahl: $< 0,14$
- Wassergehalt: $< 0,05\%$
- * Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. J.: > 60 s
- * Verkokung (n. Conradson): $< 0,5\%$
- * Verkokung n. J.: $< 0,1\%$
- Aschegehalt: $< 0,02\%$

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Ausscheidungen zeigen. Nach der Alterung nach J.*) dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

2. Schmieröl für Dieselmotoren

zähflüssig

Warennummern: Verzollt 231 030, unverzollt 231 031

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
1	Fischereifischzugboot „Elbe“ bei Raumtemperaturen über + 5° C für den Hilfskompressor über + 12° C	1	„Möwe“-Klasse	1	MWM (kompel. Diesel) 100 PzE B 6 B 16/22 im Winter 60 PzE B 6 B 11/18 im Winter 60 u. 75 PzE B 6 B 12/18 im Winter
		2	„Wolf“-Klasse	2	MWM (kompel. Diesel) 100 PzE M 24 S im Sommer 60 PzE M 19 S im Sommer 10-40 PzE BR im Sommer 10-40 PzE Colo BR im Sommer
2	Fischereifischzugboot „Weser“ bei Raumtemperaturen über + 5° C für den Hilfskompressor über + 12° C	3	Fischereifischzugboot „Elbe“ bei Raumtemperaturen über + 5° C	3	Denz (kompel. Diesel) 60 PzE SZMS 117 im Sommer 40 PzE SZMS 117 im Sommer 60 u. 75 PzE SA 6 M 317 im Sommer
		4	Fischereifischzugboot „Weser“ bei Raumtemperaturen über + 5° C	4	Junkers (kompel. Diesel) 8-20 PzE SA 60 u. 65 im Sommer
		5	Torpedoboote „G 7-11“, „I 190 und 196“ Dieselgeneratoren der nachstehenden Funkstellen bei einer Durchschnitts- temperatur bis 25° C	5	Körting (kompel. Diesel) 40 PzE SA im Sommer
			MND Swinemünde MWM BR 218 C 9 PZ 750/Min. MWM BR 118 B 44 PZ 890/Min. MWM BR 118 B 44 PZ 900/Min.	6	MWM SZ 115 S für 3 1-8
			MND Warnemünde MWM BR 118 D 30 PZ 750/Min.		
			MND Pillau ESM 0.3 M 34-113 PZ 500/Min. MWM BR 218 C 9 PZ 750/Min.		
			MND Vist		
			MND Cuxhaven (Nordholz) MWM SZ 115 B 50 PZ 1500/Min.		

000340

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
			MND Wilhelmshaven MWM SZ 19 S 83 PZ 830/Min. MWM BR 18 PZ 750/Min. MWM BR 318 D 38 PZ 900/Min.		
			MND Vorkum MWM BR 118 B 40 PZ 800/Min. MWM BR 118 B 44 PZ 900/Min.		
			MND Kriegsmarinewerft Kiel		
			MWM Type 5 B 30 Strenger „Köln“		
			MWM Type NS 127 S Strenger „Emden“		
			Linien Schiff „Schleswig-Holstein“ falls gewöhnliches Motorenöl zu dünnflüssig		

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c

3. Schmieröl für Dieselmotoren

klar zähflüssig

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

- Spez. Gewicht bei 20° Cels.: 0,910 bis 0,940
- Flammpunkt (DM.): $\geq 200^\circ$ Cels.
- * Flammpunkt u. F.: $\geq 175^\circ$ Cels.
- * Selbstzündungspunkt: $\geq 265^\circ$ Cels.
- * Kennzündwert: ≤ 3
- Stoßpunkt: $< -5^\circ$ Cels.
- Zähigkeit (Viskosität): bei 50° Cels. 12—14 °E = (91,1—106 cSt),
bei 20° und 100° Cels. (in °E und cSt) ist anzugeben
- Neutralisationszahl: $< 0,14$
- Wassergehalt: $< 0,05\%$
- * Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.: > 60 s
- * Verfotung (n. Conradson): $< 0,5\%$
- * Verfotung n. F.: $< 0,1\%$
- Aschengehalt: $< 0,02\%$

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Ausfäulungen zeigen.

Nach der Alterung nach F.*) dürfen durch Normalbenzin keine Ausfäulungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

3. Schmieröl für Dieselmotoren

stark zähflüssig

Warennummern: Bezölft 231 040, unbezölft 231 041

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
			<p>Diesलगeneratoren mit einer Um- drehungszahl über 800/Min. der nach- stehenden Funkstellen bei einer Durch- schnittstemperatur über 25° C</p> <p>MND Swinemünde MWM BR 118 B 44 PS 890/Min. MWM BR 118 B 44 PS 900/Min.</p> <p>MND Warnemünde</p> <p>MND Pillau</p> <p>MND Ligt</p> <p>MND Cuxhaven (Nordholz) MWM ES 115 B 50 PS 1500/Min.</p> <p>MND Wilhelmshaven MWM ES 19 S 83 PS 880/Min.</p> <p>MND Borkum MWM BR 118 B 40 PS 800/Min. MWM BR 118 B 44 PS 900/Min.</p> <p>MND Kiel</p>		
					<p>MN (kompl. Diesel)</p> <p>100 PSe B 6 B 16/22 im Sommer 60 PSe B 6 B 11/18 im Sommer 60 u. 75 PSe B 6 B 12/18 im Sommer</p>

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c

3. Schmieröl für Dieselmotoren

stark zähflüssig

Warennummern: Verzollt 231 040, unverzollt 231 041

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr. Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr. Bootsmotoren c
		Dieselgeneratoren mit einer Umdrehungszahl über 800/Min. der nachstehenden Funktionellen bei einer Durchschnittstemperatur über 25° C	MAN (kompl. Diesel) 100 PSe B 6 B 16/22 im Sommer 60 PSe B 6 B 11/18 im Sommer 60 u. 75 PSe B 6 B 12/18 im Sommer
		MAN Swinemünde MAN BN 118 B 44 PS 890/Min. MAN BN 118 B 44 PS 900/Min.	
		MAN Warnemünde	
		MAN Pillau	
		MAN Vist	
		MAN Cuxhaven (Nordholz) MAN ES 115 B 50 PS 1500/Min.	
		MAN Wilhelmshaven MAN ES 19 S 83 PS 830/Min.	
		MAN Vorkum MAN BN 118 B 40 PS 800/Min. MAN BN 118 B 44 PS 900/Min.	
		MAN Kiel	

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr. Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr. Bootsmotoren c

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c

000343

4. Schmieröl für Dieselmotoren

extra stark zähflüssig

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

- Spez. Gewicht bei 20° Cels.: 0,910 bis 0,940
- Flammpunkt (DM.): > 200° Cels.
- * Flammpunkt n. J.: ≥ 175° Cels.
- * Selbstzündungspunkt: ≥ 265° Cels.
- * Kennzündwert: < 3
- Stoßpunkt: < -5° Cels.
- Zähigkeit (Viskosität): bei 50° Cels. 15—18°E = (114—137 cSt),
bei 20° und 100° Cels. (in °E und cSt) ist anzugeben
- Neutralisationszahl: < 0,14
- Wassergehalt: < 0,05%
- * Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. J.: > 60 s
- * Verkokung (n. Contrabon): < 0,05%
- * Verkokung n. J.: < 0,1%
- Aschegehalt: < 0,02%

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Ausscheidungen zeigen.

Nach der Alterung nach J.*) dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

4. Schmieröl für Dieselmotoren

extra stark zähflüssig

Warennummern: Verzollt 231 050, unverzollt 231 051

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
				1	MWM (kompl. Diesel) 10-40 PSe 2N bei großer Wärme
				2	Maybach Admiralsboote 150 PSe G 04 dauernd
				3	

*5. Admiral (Gefährtbild)
für Motor an ... (Voll 7 und 15)*

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
					<i>71 41 12 für ...</i>

000344

Verwendungsstellen

Pfd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Pfd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Pfd. Nr.	Bootsmotoren c

000345

Verwendungsstellen

Pfd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Pfd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Pfd. Nr.	Bootsmotoren c

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c

D. B. Motore

6. Schmieröl für Großdieselmotoren, Sonderöl für Schnellboote

Mobilöl-Mero M, Shell C M 5

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	0,885 bis 0,920
Flammpunkt (D.M.):	> 240° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 200° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< - 20° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 15,5—17,5 °E = (118—133° cSt), bei 20° und 100° Cels. (in °E und cSt) ist anzugeben
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	höchstens Spuren
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	< 0,5 %
* Verkokung n. F.:	< 0,1 %
Nichgehalt:	höchstens Spuren

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Ausscheidungen zeigen. Nach der Alterung nach F.* dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (i. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

6. Schmieröl für Großdieselmotoren, Sonderöl für Schnellboote

Mobilöl-Mero B, Shell C 2)

Warennummern: Verzollt 231 120, unverzollt 231 121

Verwendungsstellen

Efd. Nr.	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Efd. Nr.	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bootsmotoren c
				1	S 10—13 Daimler-Benz Type BDF 6 einschl. Hilfsmotoren
				2	3 1—8 Sticht-Bendegetriebe
				3	Maybach 375 Bz. S 05 auf „R 2“
				4	Schnellboote 10—13 18—25 30—32 (D.B. Motore Type 501—502)

000347

7. Triebwerköl für Großdieselmotoren -Luftverdichter und Heißdampfkolbenmaschinen

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	etwa 0,900
Flammpunkt (D.M.):	> 200° Cels.
* Flammpunkt n. J.:	> 175° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	≤ 3
Stoßpunkt:	< -10° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 20° Cels. etwa 60 °E = (45,6 cSt), bei 50° Cels. 7,5—9,5 °E = (56,7—72 cSt), bei 80° Cels. etwa 2,7 °E = (18,5 cSt). bei 100° Cels. etwa 2,0 °E = (11,8 cSt). Für abweichende Betriebsbedingungen bei Luftverdichtern können Sonderöle angefordert werden.
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	höchstens Spuren
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. J.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	ist anzugeben
* Verkokung n. J.:	< 0,1 %
Aschengehalt:	höchstens Spuren

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 155° Cels. ± 5° Toleranz) nur 0,01 % in Normalbenzin unlösliche Bestandteile zeigen.

Nach der Alterung nach J.*) dürfen durch Normalbenzin keine Auscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (s. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.¹⁾

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

¹⁾ Im Angebot ist der Ursprungsort des Rohöles anzugeben. Als rein deutsches Erzeugnis angebotene Öle müssen aus deutschen Rohölen in Deutschland ohne jeden Zusatz ausländischer Roh- oder Fertigöle hergestellt sein.

7. Triebwerköl für Großdieselmotoren - Luftverdichter und Heißdampfkolbenmaschinen

Verzollt:

Verwendungsstellen

Ufd. Nr.	Bezeichnung	Schiffsantriebsdieselmotoren a	Ufd. Nr.	Bezeichnung	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Ufd. Nr.	Bezeichnung	Bootsmotoren c
1	Panzerschiff „Deutschland“		1		Panzerschiff „Admiral Graf Spee“	1		U-Boote
2	Panzerschiff „Admiral Scheer“		2		Kreuzer „Leipzig“	2		
3	Panzerschiff „Admiral Graf Spee“		3		Kreuzer „Königsberg“ 1x MWM NS 30 S 2x MWM 5 30	3		
4	Kreuzer „Münberg“		4		Kreuzer „Starkruhe“ 1x MWM 5 30 2x MWM NS 30 S	4		
5	Kreuzer „Leipzig“		5		Kreuzer „Stör“ 1x MWM 5 30 2x MWM NS 30 S	5		
6	U-Boots-Begleitschiff „Saar“		6		Kreuzer „Münberg“ 5 30	6		U-Boote
7	Troßschiff „Altmarr“							

Ufd. Nr.	Bezeichnung	Schiffsantriebsdieselmotoren a	Ufd. Nr.	Bezeichnung	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Ufd. Nr.	Bezeichnung	Bootsmotoren c
7	Schnellbootbegleitschiff „Fingtau“		7		Artillerieschulschiff „Drummer“	7		
8	Artillerieschulschiff „Bremse“		8		Schnellbootbegleitschiff „Fingtau“	8		
9	Vermessungsschiff „Meteor“		9		Vermessungsschiff „Meteor“	9		
10	„Gorch Fock“ im Mittelmeer U 3		10		„Gorch Fock“ im Mittelmeer U 3	10		„Zorelle“ 1368 Deut. ZD 6 M 517
11	„Albert Leo Schlageter“ im Mittelmeer U 3		11		Artillerieschulschiff „Bremse“	11		Motorboote „Admiral Hipper“
12	Behälterfahrzeug „Otter“		12		„Brommy“	12		S-Boote 9, 14, 15, 16, 17
13	„Rhein“		13		Versuchsschiff „Orkan“ 3 B 18 8	13		Neue M-Boote
14	„Lanting“ Schichau-Sulzer Type 4 T S 29		14		Gleitboote F 1 bis 10	14		Luftverdichter Torpedoluftpumpen neuer Bauart
			15		„Gneisenau“			
15	„Brommy“ MWM NS 43 S.		16		„Scharnhorst“			
			17		Zerstörer 3 1 bis 4			
			18		Zerstörer 3 5 bis 8			
			19		Zerstörer 3 9 bis 13			
			20		Zerstörer 3 14 bis 16			
			21		Zerstörer 3 17 bis 22			
			22		Schwerer Kreuzer „Admiral Hipper“			

Efd. Nr.	Bezeichnung	Schiffsantriebsdieselmotoren a	Efd. Nr.	Bezeichnung	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Efd. Nr.	Bezeichnung	Bootsmotoren c

000349

8. Schmieröl für Großdieselmotoren (Zylinder)

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	etwa 0,900
Flammpunkt (DBM.):	≥ 200° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 175° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	≤ 3
Stoßpunkt:	< - 5° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 20° Cels. etwa 90 °E = (68,4 cSt), bei 50° Cels. 11,5—12,5 °E = (87,3—95 cSt), bei 80° Cels. etwa 3,2 °E = (22,8 cSt), bei 100 ° Cels. 2,1 °E = (12,8 cSt)
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	höchstens Spuren
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	ist anzugeben
* Verkokung n. F.:	< 0,1 %
Aschengehalt:	höchstens Spuren

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 155° Cels. ± 5° Toleranz nur 0,01 % in Normalbenzin unlösliche Bestandteile zeigen.

Nach der Alterung nach J.*) dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.¹⁾

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

fen
zur
940

¹⁾ Im Angebot ist der Ursprungsort des Rohöles anzugeben. Als rein deutsches Erzeugnis angebotene Öle müssen aus deutschen Rohölen in Deutschland ohne jeden Zusatz ausländischer Roh- oder Fertigöle hergestellt sein.

Verwendungsstellen

Pfd. Nr.	Besetzung	Schiffsantriebs- und Marschdieselmotoren a	Pfd. Nr.	Besetzung	Antriebsdieselmotoren für Dynamomaschinen b	Pfd. Nr.	Besetzung	c

000351

9. Regelöl

Technische Bedingungen

Das Del soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, in Normalbenzin unlöslichem Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Es darf mit Seewasser und destilliertem Wasser nicht emulgieren.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	etwa 0,900
Flammpunkt (D.M.):	> 190° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 170° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	≤ 3
Stoßpunkt:	< - 70° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 20° Cels. 13 °E bei 50° Cels. 3 °E bei 80° Cels. 1,63 °E bei 100° Cels. 1,37 °E
Neutralisationszahl:	< 0,028
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	< 0,5 %
* Verkokung n. F.:	< 0,1 %
Nickelgehalt:	< 0,01 %
Teerzahl	< 0,2 %

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

9. Regelöl

Warennummern: Verzollt 231 000, unverzollt 231 001

Efd. Nr.	Verwendungsstellen
1	Regelanlagen auf allen Schiffen und Booten

10. Schmieröl für Zylinder, Satttdampf 10a. Schmieröl für Zylinder, Heißdampf

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	nicht über 0,950
Flammpunkt (D.M.):	> 285° Cels. f. Satttdampf, > 325° Cels. f. Heißdampf
* Flammpunkt n. F.:	> 265° Cels. f. Satttdampf, > 300° Cels. f. Heißdampf
* Selbstzündungspunkt:	≥ 265° Cels.
* Kennzündwert:	≤ 5 f. Satttdampf, < 3 f. Heißdampf
Stoßpunkt:	< +5° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 100° Cels. nicht unter 4,5 °E (33,4 cSt) für Satttdampf, bei 100° Cels. nicht unter 6,1 °E (45,9 cSt) für Heißdampf
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	—
* Verkokung n. F.:	0 f. Satttdampf, < 2,0 f. Heißdampf
Aschegehalt:	< 0,05 %

Der im Normalbenzin unlösliche Asphalt (Hartasphalt) darf 0,05 %, die in Alkoholäther unlöslichen Asphaltstoffe (Weichasphalt) dürfen 1,5 % nicht übersteigen.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzufenden.

10. Schmieröl für Zylinder, Satttdampf
10a. Schmieröl für Zylinder, Heißdampf

Warennummern: Verzollt 235 000, unverzollt 235 001

Efd. Nr.	Verwendungsstellen
1	Sämtliche Dampfzylinder aller Haupt- und Hilfsdampfmaschinen
2	Zum Abschmieren reibender Teile an den Geschützen

11. Schmieröl für Maschinen, gemischt

(früher Maschinenschmieröl I)

Technische Bedingungen

Das Öl soll eine Mischung von reinstem Mineralöl-Raffinat mit % vollkommen reinem, eingedicktem Nüßöl sein, dessen Verseifungszahl angegeben ist. Das Gemisch soll frei von asphaltartigen Stoffen, Alkalien, Mineralsäuren, Wasser und mechanischen Verunreinigungen sein. Das Öl soll vollkommen klar und im 15 mm-Reagenzglas durchscheinend sein.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	nicht über 0,935
Flammpunkt (DM.):	> 180° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 160° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< - 10° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 6—7 °E (45,2—52,9 cSt), bei 20°, 50° und 80° Cels. ist angegeben
Neutralisationszahl:	< 2,8
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	—
* Verkokung n. F.:	—
Aschengehalt:	< 0,05 %

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

11. Schmieröl für Maschinen, gemischt

Warennummern: Bezölft 234 010, unbezölft 234 011

Efd. Nr.	Verwendungsstellen
1	Sämtliche Lager der Haupt- und Hilfsdampfmaschinen, " "
	Schlesien Schl.-Holstein Paderborn Komet Hlig T 158 Prummer C. Steinbrink Z-Boote M-Boote

000354

12. Schmieröl für Maschinen, Mineralöl

(früher Maschinenschmieröl II)

Lagerschmieröl für Fahrzeuge und normale Lager aller Art

Technische Bedingungen

Das Del soll ein gut raffiniertes Mineralöl sein, frei von Mineralölsäuren, Harzen, Fetten, Teerölen, forrobierendem Schwefel, Asphalt und mechanischen Verunreinigungen. Es soll sich in Benzin klar und ohne Rückstände lösen. Das Del soll vollkommen klar und im 15 mm-Reagenzglas durchscheinend sein.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	0,935
Flammpunkt (DM.):	≥ 180° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	> 160° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< -10° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 5—7 °E = (37,4—52,9 cSt)
Neutralisationszahl:	< 0,14
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	> 60 s
* Verfokung (n. Conradson):	< 0,5 %
* Verfokung n. F.:	< 0,1 %
Aschegehalt:	< 0,05 %

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzusenden.

12. Schmieröl für Maschinen, Mineralöl

Lagerschmieröl für Fahrzeuge und normale Lager aller Art

Warennummern: Verzollt 234 000, unverzollt 234 001

Vfd. Nr.	Verwendungsstellen
1	Sämtliche Transmissionslager und normale Lager aller Art in den Werkstätten
2	Alle Lager der Haupt- und Hilfsdampfmaschinen der Werftfahrzeuge, mit Ausnahme der schwerer belasteten Lager auf dem großen Schwimmkran, Deldampfer „Bröjen“, Schlepp- und Pumpendampfer „Boreas“
3	Zum Einfetten blanker Geschützteile an Bord der Schiffe und in den Geschützlagertürmen

14. Schmieröl für unmittelbar gekuppelte Turbinen

(Sattdampf)

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein reines Mineralölraffinat sein, frei von asphalthaltigen Stoffen, Mineral-säuren, Alkalien, Wasser, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel und mechanischen Verunreinigungen. Es soll vollkommen klar und im 15 mm-Reagenzglas durchscheinend sein und darf mit Kondenswasser nicht emulgieren. Bilden sich während des Gebrauches des Oeles in der Turbine so starke Emulsionen oder Rückstände, daß die Betriebsfähigkeit der Turbine beeinträchtigt wird, so kann das Öl gegen Weiterstatung an die Lieferfirmen zurückgegeben werden.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	nicht über 0,930 bei 20° für unmittelbar gekuppelte, etwa 0,900 bei 20° für Getriebeturbinen
Flammpunkt (D.M.):	> 190° Cels.
* Flammpunkt n. J.:	> 165° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< -5° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 2,5—4°E (16,7—23,4 cSt)
Neutralisationszahl:	nicht über 0,14
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. J.:	> 60 s
* Verkokung (n. Conradson):	ist anzugeben
* Verkokung n. J.:	0
Aschegehalt:	< 0,01 %

Das Öl darf nach der Alterung (50stündiges Erhitzen bei 110°) keinerlei Auscheidungen und keinen in Normalbenzin unlöslichen Asphalt zeigen.

Nach der Alterung nach J.* dürfen durch Normalbenzin keine Auscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen. Das Herkunftsland ist im Angebot zu nennen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzufenden.

14. Schmieröl für unmittelbar gekuppelte Turbinen
(Sattdampf)

Warennummern:

Verwendungsstellen

Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen	Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen
1		Kreuzer „Emden“	16		Torpedoboot „Stouder“
2		Kreuzer „Königsberg“	17		Torpedoboot „Falk“
3		Kreuzer „Karlsruhe“	18		Untersuchungsgetriebe der A-Boote
4		Kreuzer „Leipzig“	19		Torpedoboot („I 185“)
5		Kreuzer „Stöln“	20		Fernlenkboot „Blitz“
6		Torpedoboot „Wolf“	21		Torpedoboot „I 190“
7		Torpedoboot „Itis“	22		Torpedoboot „I 196“
8		Torpedoboot „Tiger“	23		Torpedoboot „G 7“
9		Torpedoboot „Jaguar“	24		Torpedoboot „G 8“
10		Torpedoboot „Luchs“	25		Torpedoboot „G 10“
11		Torpedoboot „Leopard“	26		Torpedoboot „G 11“
12		Torpedoboot „Möwe“	27		Torpedoboot „I 23“
13		Torpedoboot „Seeadler“	28		Linien Schiff „Schleswig-Holstein“
14		Torpedoboot „Greif“	29		Linien Schiff „Schlesien“
15	1	Torpedoboot „Albatros“	30		Torpedoboot „I 151“
					Torpedoboot „I 185“
					Fernlenkboot „Blitz“

Verwendungsstellen Nr. 1—17 und 27—35 zu Seite 46

Getriebe-Turbolüfter

Verwendungsstellen

Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen	Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen
31		Torpedoboot „I 190“			
32		Torpedoboot „G 7“			
33		Torpedoboot „G 8“			
34		Torpedoboot „G 10“			
35		Torpedoboot „G 11“			

Getriebe-Turbolüfter

1 Sämtliche Turbodynamos, außer denen auf den Kreuzern „Emden“, „Königsberg“, „Leipzig“, „Stöln“, „Karlsruhe“, „Nürnberg“ und den Torpedobooten der „Möwe“- und „Wolf“-Klasse. Diese erhalten für die Turbodynamos das gleiche Öl wie für die Hauptturbinen.

Verwendungsstellen

Lfd. Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen	Lfd. Nr.	Bezeichnung	Sattdampfturbinen

000357

15. Schmieröl für Getriebeturbinen

(Heißdampf) und Sattdampf)

Technische Bedingungen

Das Öl soll ein reines Mineralölraffinat sein, frei von asphalthaltigen Stoffen, Mineral- säuren, Alkalien, Wasser, Harzen, Fetten, Teerölen, korrodierendem Schwefel und mechanischen Verunreinigungen. Es soll vollkommen klar und in 15 mm Reagenzglas durchscheinend sein und darf mit Kondenswasser nicht emulgieren. Bilden sich während des Gebrauches des Oeles in der Turbine so starke Emulsionen oder Rückstände, daß die Betriebsfähigkeit der Turbine beeinträchtigt wird, so kann das Öl gegen Wertersatzung an die Lieferfirma zurückgegeben werden.

Spez. Gewicht bei 20° Cels.:	etwa 0,900
Flammpunkt (D.M.):	≥ 190° Cels.
* Flammpunkt n. F.:	≥ 165° Cels.
* Selbstzündungspunkt:	> 265° Cels.
* Kennzündwert:	< 3
Stoßpunkt:	< -5° Cels.
Zähigkeit (Viskosität):	bei 50° Cels. 5—6,5 °E (37,4—49,0 cSt), bei 20° und 100° Cels. ist anzugeben
Neutralisationszahl:	0,14
Wassergehalt:	0
* Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. F.:	60 s
* Verkokung (n. Conradson):	ist anzugeben
* Verkokung n. F.:	0
Aschegehalt:	< 0,01 %

Der in Normalbenzin unlösliche Asphalt darf nach der Alterung (144ständiges Erhitzen bei 155° Cels. — Toleranz ± 5° Cels.) 0,1 % nicht überschreiten (siehe Prüfvorschrift Seite VII, lfd. Nr. 6).

Nach der Alterung nach F.* dürfen durch Normalbenzin keine Ausscheidungen hervorgerufen werden. R 500 A (f. S. VII) darf 2% nicht überschreiten.

Dem Angebot ist eine vollständige Analyse hinsichtlich der in vorstehenden technischen Bedingungen geforderten Eigenschaften beizufügen, sonst kann eine Zulassung zur Lieferung nicht erfolgen. Das Herkunftsland ist im Angebot zu nennen.

Mit dem Angebot ist ferner eine für die etwaige Lieferung verbindliche Probe von einem Liter kosten- und postgeldfrei einzufenden.

Verwendungsstellen

Zfd. Nr.	Bezeichnung	Heißdampf-Hochdruck-Getriebeturbinen	Zfd. Nr.	Bezeichnung	Heißdampf-Hochdruck-Getriebeturbinen

000359

16. Isolieröl für Transformatoren und Schalter

Technische Bedingungen

Das Öl soll den zur Zeit gültigen neuesten Bestimmungen des V.D.E. entsprechen und frei von Hartasphalt und Wasser sein.

- Spez. Gewicht bei 20° Cels.: 0,920 (normal)
0,895 (wenn sich bei Verwendung des Oeles die Temperaturen unter ± 0° abkühlen können)
- Flammpunkt (D.M.): ≥ 145° Cels.
- * Flammpunkt n. J.: ≥ 145° Cels.
- * Selbstzündungspunkt: > 265° Cels.
- * Kennzündwert: < 5
- Zähigkeit (Viskosität): bei 20° nicht über 8 °E (60,5 cSt),
bei +5° nicht über 25 °E (190 cSt),
bei 0° nicht über 35 °E (266 cSt),
bei -5° nicht über 50 °E (380 cSt)
- Neutralisationszahl: < 0,05
- Wassergehalt: 0
- Mineralsäuren: fehlen
- * Verfärbung n. J.: 0
- * Verdampfbarkeit i. dünn. Schicht n. J.: ist anzugeben
- Asphagehalt: nicht über 0,01 %
- Verhalten gegen konzentr. Schwefelsäure: Volumenzunahme nicht über 8 %

Durchschlagfestigkeit: Von den ersten 6 aufeinanderfolgenden Durchschlägen darf das Mittel des zweiten bis sechsten Einzelwertes nicht unter 125 kV/cm liegen.

085360

16. Isolieröl für Transformatoren und Schalter

Warennummern: Bezahlt 230 548, unbezahlt

Fdb. Nr.	Verwendungsstellen
1	Delgekühlte Transformatoren und Schalter der G-Landanlagen

End of 39/8 - 3

3998-4

000361

000362

Dachs

Unter Dachs zu verstehen sind im wesentlichen unterirdische Schmierölanlagen, die als Kohprodukt Kohrückstände der bestehenden Werke bzw. aus den Klein-Destillations-(Ofen) erhalten. Lediglich der Dachs 2 und 3 haben auch unterirdische Top-Destillationen. Es handelt sich in allen Fällen um Selektivverfahren der Anlagen mit neuesten Entparaffinierungsverfahren.

Taube

Taube war der Deckname für Crack-Anlagen. Interessant ist Taube 2, wo die umgebaute Carburol-Anlage von Hützkendorf in Anwendung auf Top-Rückstände zur Aufstellung gebracht ist. Die Abgase der Crack-Anlage wurden in der Synthol-Anlage (Deckname Lachs) auf höhere Alkohole verarbeitet.

Schwalbe

Die Schwalben sind unterirdische Pyrier-Anlagen, die aber aus Raumersparnisgründen nicht auf Kohlebasis sondern nur basis von Steinkohlenteer und Inosolperheit auf Braunkohlenteer arbeiten sollten.

Fuckuck

In der Anlage Fuckuck sind vereinigt 3 Anlagenteile:

- a) Dehydratierung
- b) Alkylat
- c) katalytische Crackanlage.

Die Bohrtunng war nur so vorgesehen, daß die Crackgase wie auch die Abgase der DeD-Anlage in der Alkylat-Anlage auf Flugbenzin verarbeitet wurden. Dieses Verfahren befand sich erst im Versuchsstadium, da insbesondere über die Ergebnisse der katalytischen Crackung nur wenig Material vorlag.

Polch

Die Polchanlagen stellen Entkreosotierungs-Anlagen für Mittelöle aus der Braunkohlenteerverarbeitung dar. Durch diese Entkreosotierung sollten diese Mittelöle, die sonst im Original-Zustand bei der Pyrierung bzw. als Heizöl zum Einsatz kamen, auf Dieselskraftstoff verarbeitet werden. Notfalls war auch die Möglichkeit gegeben, etwa nicht unterzubringende Mittelöle der Pyrierung auf diesem Wege auf Dieselskraftstoff zu verarbeiten. Im wesentlichen wurde als Extraktionsmittel Phenolsolvan verwendet. Nur in einem Falle wurde das altbekannte Verfahren mit Natronlauge angewendet.

000362

Dachs

Unter Dachs zu verstehen sind im wesentlichen unterirdische Schmier-
ölanlagen, die als Rohprodukt Roprückstände der bestehenden Werke
bzw. aus den Klein-Destillationen (Öfen) erhalten. Lediglich der
Dachs 2 und 3 haben auch unterirdische Top-Destillationen. Es handelt
sich in allen Fällen um Selektiverarbeiten der Anlagen mit neuzeit-
lichsten Entparaffinierungsverfahren.

Taube

Taube war der Deckname für Crack-Anlagen. Interessant ist Taube 2,
wo die umgebaute Carburol-Anlage von Lützkendorf in Anwendung auf
Top-Rückstände zur Aufstellung gekommen ist. Die Abgase der Crack-
Anlage wurden in der Synthol-Anlage (Deckname Lachs) auf höhere
Alkohole verarbeitet.

Schwalbe

Die Schwalben sind unterirdische Hydrier-Anlagen, die aber aus Raum-
ersparnisgründen nicht auf Kohlebasis sondern auf Basis von Stein-
kohlenteer und insbesondere auf Braunkohlenteer arbeiten sollten.

Fuckuck

In der Anlage Fuckuck sind vereinigt 3 Anlageteile:

- a) Dehydrierung
- b) Alkylat
- c) katalytische Kraftanlage.

Die Schaltung war nun so vorgesehen, daß die Crackgase wie auch die
Abgase der BCD-Anlage in der Alkylat-Anlage auf Flugbenzin verarbei-
tet wurden. Dieses Verfahren befand sich erst im Versuchsstadium,
da insbesondere über die Ergebnisse der katalytischen Cracking nur
wenig Material vorlag.

Molch

Die Molchanlagen stellen Entkreosotierungs-Anlagen für Mittelöle
aus der Braunkohlenteerverarbeitung dar. Durch diese Entkreosotierung
sollten diese Mittelöle, die sonst im Original-Zustand bei der Hydrie-
rung bzw. als Heizöl zum Einsatz kamen, auf Dieselkraftstoff verarbei-
tet werden. Notfalls war auch die Möglichkeit gegeben, etwa nicht
unterzubringende Mittelöle der Hydrierung auf diesem Wege auf Diesel-
kraftstoff zu verarbeiten. Im wesentlichen wurde als Extraktionsmittel
Phenolsolvan verwendet. Nur in einem Falle wurde das altbekannte Ver-
fahren mit Natronlauge angewendet.

000363

Karpfen

Hier handelt es sich um kleine Synthese-Anlagen, die bei Gasanstalten erstellt wurden. Leistung etwa 300 -- 500 to pro Monat und Anlage
Das Verfahren ist die Fischer-Tropsch-Synthese.

Jakob

Anlagen Jakob sind behelfsmässige Crack-Anlagen nach dem System Hoffmann. Es handelt sich hier um eine Neukonstruktion, deren praktische Bewährung noch aussteht. Über geringfügige Bauarbeiten ist der Gesamtplan nicht hinausgekommen.

Rabe

Anlage Rabe ist über die Planung nicht hinausgekommen und stellt eine Gewinnungsanlage für Bleitriäthyl dar.

Iltis

Iltis ist eine Feinstdestillations-Anlage, die von der Ruhrchemie ausgelagert wurde. Die Kolonnen haben eine mittlere Höhe von etwa 30 - 40 m und sind mit zahlreichen Böden etwa 60 - 80 und darüber ausgestattet. Durch diese Zerlegung in zahlreiche Einzelfractionen und Auswahl der klopffesten Anteile war es möglich, Flugbenzinqualitäten selbst vom Typus des C₃ herzustellen. Besonders eignete sich hierzu das ungarische Tenzin.

Biber = Lignol = Furfurol

Müste

Müste-Anlagen sind Schieferschmel-Anlagen. Es handelt sich hier um einfachste Schmelanlagen zur Schmelung des besonders württembergischen Posidonienschiefers, eines sehr harten, wenig bituminöse Anteile enthaltenen Materials.

Krebs

Anlage ist nicht gebaut worden.

000364

Klein-Scholven

Geplant war Klein-Scholven 1 - 3. Diese Anlagen sollten aus Teilen des Hydrierwerks Scholven erstellt werden, und zwar dergestalt, daß Klein-Scholven 1 nur eine Gasphase, ~~Klein~~ Klein-Scholven 2 eine Sumpffphase erhalten sollte. Bei Klein-Scholven 3 war noch unbestimmt ob entweder Gas- oder Sumpffphase oder beides zum Aufbau kommen sollte. Mittlere Leistung jeder Anlage etwa 3 - 4.000 to je Monat.

Lack

Keine besondere Mineralöl-Anlage.

Untergrund
Plant

1 →
belus 8

000365

Sheet 1 to 12

Nr.	Pumpen-Bez.	Pp-Art.	Fabrikat	Fördergut	M
1	Crack-Destillat - Ppe.	Plunger-Pp.	W. u. M.	Crack-Destillat.	
2a	Wälz - Ppe	Kreisel-Pp.	W. S.	Polymerisat.	
2b	"	"	"	"	
2c	" Reserve für Ppe 2a u. 2b	"	"	"	
3	Polymerisat - Ppe.	Plunger-Ppe	W. u. M.	"	
3a	Spülpumpe Reserve für Ppe 1 u. 3	"	"	C. Dest. Polym. Spülöl	
4	Zentrif.-Beschickungs-Ppe.	"	"	Polymerisat	
5	Fertig Polym. Wälz - Ppe	Kreisel-Pp.	W. S.	"	
5a	" " " "	"	"	"	
5b	Förd Pp. App. A	Reserve für Ppe 5 u. 5a	"	"	
6	Sludge Ppe.	Plunger-Pp.	W. u. M.	Sludge + Kalkmilch	
7	Pressen-Beschickungs-Ppe.	"	"	"	
8	AlCl ₃ -Paste - Ppe	"	"	Paste aus Polym. + AlCl ₃	
9	Kalk-Paste - Ppe.	"	"	Paste aus Polym. + Kalk + Erde	

2 →

000366

(Sheet above missing)

Menge m ³ /h	Druck kg/cm ²	Temp. °C	Standort.
5	5	20	Pumpenhaus
70	3	40-120	'
70	3	40-120	'
180	4	40-120	'
5	5	40-120	'
5	5	40-120	'
5	5	40-120	'
70	3	30	'
70	3	30	'
70	3	30	'
5	5	30-90	'
5	5	30-90	'
5	5	30	Stützgerüst
5	5	30	Pumpenhaus

Nr.	Bezeichnung
1	Agitator
2	Vorwärmer
3	Kühler
4	Absorber
5	Spül
6	Zwischen
7	Sludge
8	Kalk
9	Kalkmilch
10	Sludge
11	Heiß
12	Klär
13	Kalk-P
14	Misch
15	Lager

000367

3 →

Zeichnung	Stck	Standort	Inhalt	Abmessung	Bemerk.
zur 1 u 2	2	Stützgerüst I	Polymerisat	2,3 m ² x 4 m lg 18,8 m ³	
Wärmer 1 u 2	2	Vor Stützgerüst II	Crack-Dest	10 m ²	
Wärmer 1 u 2	2	Vor Stützgerüst II	Polymerisat	37 m ²	Umschalt
Wasser-Behälter	1	Hinter Pumpenhaus	Crack-Dest	1 m ² x 1,8 m lg 1,4 m ³	
Wasser-Behälter	1	Hinter Pumpenhaus	Spül O.	2 m ² x 1,5 m lg 47 m ³	
Wasser-Behälter	1	Im Pumpenhaus	Polymerisat	9,65 x 2,6 x 2,0 m 978 m ³	
Wasser-Behälter 1 u 2	2	Im Pumpenhaus	Sludge	9,8 m ² x 2,0 m lg 39 m ³	Behälter
Wasser-Behälter 1 u 2	2	Im Lagerschuppen	Kalk	9,0 m ² x 2,0 m lg 36 m ³	
Wasser-Behälter	1	Hinter Pumpenhaus	Kalkmilch	10 m ² x 1,6 m lg 16 m ³	Rührwanne
Wasser-Behälter 1 u 2	2	Hinter Pumpenhaus	Sludge Kalkmilch	10 m ² x 2,0 m lg 80 m ³	Rührwanne Behälter
Wasser-Behälter 1 u 2	1	Im Stützgerüst I	Polymerisat	0,6 m ² x 0,7 m lg 0,2 m ³	
Wasser-Behälter	1	Hinter Pumpenhaus	Wasser	3 m ² x 1,1 m lg 3,5 m ³	Behälter
Wasser-Behälter	1	Im Pumpenhaus	Polymerisat	1,5 m ² x 2,8 m lg 4,2 m ³	Rührwanne
Wasser-Behälter 1 u 2	2	Hinter Pumpenhaus	Kalk-Erde Polymerisat	1,8 m ² x 3,0 m lg 8,5 m ³	Rührwanne
Wasser-Behälter 1 u 2	2	Vor Pumpenhaus	Kalk-Erde Polymerisat	2,2 m ² x 6 m lg 19 m ³	Kesselwanne

