

BAG No. 3896

HANNOVER

23. DESULFURIZATION
& MISCELLANEOUS
REFINING PROBLEMS

Helmstedt
~~KXXXX~~

22.1.45

BAG

3896

HANNOV. R

An den
Reichsamt für Wirtschaftswesen

Berlin W 8
Seerstrandstraße 128

20.12.44

Chemiestab
Rd/Sa

Dr. Do/Bo

Forschungsauftrag -1771-

Für die geplante Übertragung des Forschungsauftrages mit dem Thema

"Versuche zur einfachen Aufarbeitung von Rohölen zur Verbesserung der gegenwärtigen Lage auf dem Gebiet der Treibstoffversorgung"

danke ich verbindlichst.

Bisher habe ich dazu noch keine genaue Dringlichkeitsstufe erhalten.

Ich beabsichtige, das Erdöl oder Teile daraus mit Ameisensäure zu behandeln, um seine Eigenschaften so zu verbessern, daß es als Treibstoff direkt benutzt werden kann. Die Ameisensäure hat die Eigenschaft, Asphaltstoffe, Naphthensäure und andere natürlichen Begleitstoffe leichter zu lösen als die Kohlenwasserstoffe selbst.

Diese Feststellung habe ich zur Grundlage von Patentanmeldungen gemacht.

Zur Erläuterung sei noch folgendes dargelegt:

Es wurde gefunden, daß man Altöle mit Ameisensäure von dem Gehalt an Asphalt und Oxydationsprodukten, wie z.B. freien Säuren, restlos befreien kann. Auch war es möglich, Naphthensäuren von Neutralölen quantitativ abzutrennen. Nun sind bekanntlich die Asphalte und Harzstoffe sowie die Naphthensäuren die Stoffe, welche die Eigenschaften von Treib- und Schmierstoffen verschlechtern. Die ersteren fördern eine Koksbildung in den Verbrennungsmaschinen, während die Naphthensäuren den Ölen korrosive Eigenschaften erteilen. Wenn man daher Rohöle direkt als Dieselmotortreibstoff verwenden will, so ist es nötig, wenn einmal die übrigen motorischen Eigenschaften zunächst unberücksichtigt bleiben sollen, die Asphaltstoffe zu entfernen. Wenn im gleichen Arbeitsgang die Naphthensäuren unverändert entfernt, und damit einer weiteren Verwendung (Seifen, Emulgatoren usw.) zugeführt werden können, so ist dieses, wenn auch vielleicht kein unbedingt notwendiger, so doch ein durchaus vorteilhafter Effekt.

Es wurde weiter in Vorversuchen gefunden, daß Ameisensäure aromatische

sehe Kohlenwasserstoffe zu einem gewissen Grade zu lösen vermag, und da dieselben Träger schlechter Lösungs-eigenschaften sind, ergeben sich verheißungsvolle Aussichten hinsichtlich der Löslichkeit der durch Ameisensäure-Behandlung erhaltenen Produkte.

Um eine Verbesserung der Löslichkeit konnte ich z.B. an einer Kohlenwasserstofffraktion erreichen, wobei die Gesamtlöslichkeit auf den doppelten Wert stieg. Hierbei gelang es gleichzeitig die Phenole aus dem Kohlenstoff abzutrennen. Ebenso wurden von mir Schmierölfraktionen mit Ameisensäure raffiniert, um zu untersuchen, wie weit sich die Raffination mit Schwefelsäure, die bekanntlich gerade die Träger wertvoller Schmiereigenschaften angreift, durch eine Behandlung mit Ameisensäure ersetzt. Außerdem würde das Auftreten des unangenehmen "Schwefelwasserstoff" in Fortfall geraten, da die Ameisensäure stets durch Destillation zurückgewonnen werden kann.

Um die gemachten Beobachtungen und Untersuchungen auf eine noch breitere Basis stellen zu können und einer praktischen Verwertung zuzuführen, beantrage ich seinerzeit den oben angeführten Forschungsauftrag.

Die Übersendung des Berichtes über die Nachweisreaktion von Kohlenwasserstoffen mit tertiärem C-Atom an das Reichsamt war mir von der vorgesetzten Dienststelle zugesagt worden. Ich habe deswegen nachgefragt, möglicherweise ist die Post verloren gegangen.

Die Arbeiten über die Entfernung von Kohlenwasserstoffen mit tertiärem C-Atom aus Gemischen mit Hilfe von Chlorsulfonsäureester und Aluminiumbromid und Versuche zur Auffindung von Isomerisierungs-Katalysatoren mit Hilfe der Nachweisreaktion wurden zu Gunsten von Arbeiten höherer Dringlichkeitsstufe zurückgestellt.

Nochmals besten Dank und

Heil Hitler!

(Doz. Dr. Dornow)

Arbeitsbericht vom 12.3.45
(Fortsetzung)

2) Aufarbeitung eines Marine-Altöls.

Zu diesem Forschungsauftrag gab ich eine Lösung der Aufgabe am 4.1.45 auf Grund meiner Patentanmeldung vom 27.11.44. "Verfahren zur Aufarbeitung gebrauchter Schmiermittel und unreiner Fette." in einem Bericht mit Herrn Dr. Schünemann.

Wehrmarchtsauftragnummer:

SS 7006-4609/44

3) Entschwefelung von Schieferöl.

Zu diesem Forschungsauftrag habe ich auf Grund meiner Patentanmeldung vom 28.11.44. "Verfahren zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe von ihren Begleitstoffen und Umsetzungsprodukten" eine Lösung gefunden:

Während die Raffination des zu untersuchenden Schieferöles (S: 4,6 %; $d_{20} = 0,934$; Asphaltgehalt: 0,16 %; Cetanzahl ber.: 33) mit Ameisensäure allein im Perforator in einer Ausbeute von 61 % ein Öl mit den Analysenwerten: $d_{20} = 0,905$; Asphaltgehalt: 0,00 %, Cetanzahl ber.: 42, und einem S-gehalt von 3,8 % ergab (bei längerer Behandlung in einer Ausbeute von 52 % mit dem Schwefelwert 2,9 %) war es möglich, bei der Extraktion des Schieferöles mit Ameisensäure im Gemisch mit einem cyclischen Äther, wie Dioxan, oder Paraldehyd den Schwefelgehalt bis auf 0,5 % herabzudrücken. Die Erniedrigung des Schwefelgehaltes geht hierbei allerdings stark auf Kosten der Ausbeute und Güte des Stockpunktes.

Reichsinstitut für Erdölforschung
der Technischen Hochschule Hannover

BAG Target
Hannover, den 13.12.1944

Schwefelentfernung 3896

HANNOVER

Sonderkursbericht

Geheim

zum Forschungsauftrag: "Entwicklung eines möglichst einfachen Verfahrens, welches den bei 4 - 5 % liegenden Schwefelgehalt des aus Württembergischen Ölschiefer gewonnenen Heizöles möglichst weitgehend erniedrigt".

Wehrmacht-Auftrags-Nr.: SS 7006-4609/44

Vorgang: OKM vom 22.11.1944, FEP I E b 3582/44 g v. 26.10.1944

Es wird zur Zeit die Verteilung des Schwefels auf die verschiedenen Fraktionen und die Bindungsart, in der er vorliegt, untersucht, um die Möglichkeiten seiner Entfernung beurteilen zu können. Auf Grund unserer mit Flußsäure gewonnenen Erfahrungen wird gleichzeitig eine Raffination mit konzentrierter Fluorwasserstoffsäure durchgeführt.

Sachbearbeiter: Desent Dr. D e r n o w
Dipl.-Ing. G e t t s c h a l l

BAG 1a r
3896 HANNOV - R

Bei einer Ausbeute von ca. 50 % z.B. ist der Schwefelgehalt nach dem Ausschütteln mit Ameisensäure + Dioxan (Mischverhältnis 1:1, Ep. 112-113°) noch 1,6 %, der Stockpunkt +8°. (Stockpunkt des Ausgangsöles: -9°). Das raffinierte Öle wäre wegen des hohen Stockpunktes noch zu entparaffinieren.

Es wäre wünschenswert zu erfahren, auf welchen %-gehalt der Schwefel im äußersten zulässigen Grenzfall zu senken ist

Auch diese meine Versuche sollen im einzelnen in einem gesonderten Bericht mit Herrn Dr. Schünemann ausführlicher erläutert werden, wenn noch weitere Untersuchungen vorliegen.

Schönemann