

I. G. Ludwigshafen
Patent-Abteilung

Ihre Nachricht vom

Unsere Zeichen

Tag

25.10.1938.

Ihre Nachricht vom 5. September d.J. ist noch
nicht beantwortet worden. Ihren Brief vom 5. ds. Mts. bis
heute habe ich nicht erhalten. Ich möchte schreiben, der Krieg sei
noch nicht beendet, und Sie können nicht wissen, wie lange er
noch dauern wird. Aus dem Sie ersehen, wie
schwierig es ist, eine Entscheidung zu treffen. Die Schwierigkeit besteht darin,
die richtigen Entscheidungen zu treffen, die
den Interessen der Beteiligten entsprechen, und
die auch den Wünschen der Öffentlichkeit entsprechen. Es ist
unmöglich, eine Entscheidung zu treffen, die allen
Interessen entspricht. Es ist nur möglich, eine
Entscheidung zu treffen, die den Interessen der
Beteiligten entspricht, und die auch den Wünschen
der Öffentlichkeit entspricht. Es ist nur möglich,
eine Entscheidung zu treffen, die den Interessen
der Beteiligten entspricht, und die auch den
Wünschen der Öffentlichkeit entspricht.

26.10.1938.H/F.

Frankfurt a.M.

Frankfurt a.M.

Sie sehen, dass wir Ihr Schreiben vom 9. September d.J. beantwortet haben. Obwohl wir Ihnen auch heute keinen Bescheid erteilen können, möchten wir doch keine Unklarheiten entstehen lassen.

Wir sind der Ansicht, dass Sie den Einspruch erwarten, den wir und unsere Lizenznehmer gegen Ihr Vorgehen in der Mandschurei erhoben haben, da wir Sie nie im Voraus darüber informiert haben, dass wir in Ihrem Vorgehen eine Verletzung unserer Patentrechte erblicken und Ihre Auslegung unserer Patente als unberechtigt betrachten.

Es ist uns andererseits nicht erklärlich, wenn Sie nicht schon bei den wiederholten Verhandlungen stets ^{ge}schlichter gewesen wären, da wir Ihnen ein Gebot ^{ge}macht haben, das nach unserer Kenntnis der Sachlage sehr entgegenkommend war. Es ist nicht einmal der Erörterung wert gehalten

zu werden, weil für das freundschaftliche Verhältnis zwischen beiden Firmen stets im Auge haben, haben wir uns bemüht, zu einem Ausgleich mit Ihnen zu kommen.

In Japan und in der Mandschurei hat aber leider eine Fälschung geschaffen, ehe eine Einigung erzielt war.

Wir würden gerne von Ihnen hören, auf welche Weise es

Es ist nicht möglich, das unerfreuliche Hindernis in
den persönlichen freundschaftlichen Beziehungen aus dem Weg
zu räumen, ohne dass dabei allerdings unsere Patente einfach als
nicht bestehend oder nicht hinderlich angenommen werden.

Fr. Dr. Hering
17. Feb. 1937

I. G. Farbenindustrie Akt. Ges.,
Verk. Chem. Abt. L,
Herrn Prokurist Ludwigs,
Frankfurt/Main.

Ø Büro Sparte I
Hochdruckversuche

Patentabt. H/F.

17. Februar 1937.

Einigung mit der Hias auf dem Hydriergebiet.

Wir nehmen an, dass Ihnen die früheren Versuche, die Hias gegen eine Abfindung auf dem Hydriergebiet zu desinteressieren, bekannt sind. Unsere Versuche haben zu keinem Ergebnis geführt, weil die Forderungen der Hias und unser Angebot zu weit auseinanderlagen. Wir sind auch heute nicht bereit, unser Angebot zu erhöhen, halten es vielmehr für zu reichlich bemessen.

Vor einigen Wochen hat Herr Dr. Walter von der Hias mit Herrn Dr. Holdermann die Frage einer Einigungsmöglichkeit wieder aufgegriffen und behauptet, dass ^{die} früheren Verhandlungen nicht zum Ziel geführt hätten, weil die Herren der I. G. sich nicht schlüssig werden konnten. Dies trifft nicht zu, da wir uns sehr wohl schlüssig waren, nicht über unser Angebot hinauszugehen. Bisher hat Herr Direktor Horstmann bei seinen Verhandlungen mit der Hias über Lösungsmittel auch diese Frage kurz berührt, um sie möglichst unauffällig zu erörtern. Herr Dr. Walter erwähnt nun, dass in allernächster Zeit eine Aussprache allgemeiner Natur zwischen unseren und seinen Herren stattfinden werde. Wir nehmen an, dass es sich wieder um eine Lösung-

Durchschlag

Abt. I. Herrn Prof. Ludwig. Pfm.

H/V.

17.2.

2

mittelaussprache handelt und fragen daher an, ob Sie Gelegenheit nehmen können, bei der Hing zu sondieren, ob sie heute mehr als früher geneigt ist, unser damaliges Angebot anzunehmen, wobei sie einfließen lassen könnten, dass Sie nicht wüssten, ob man den damaligen Betrag heute noch anlegen wolle, zumal an der Bereinigung der Angelegenheit, wie die Hing wüsste, auch die ausländischen Partner der I.G. beteiligt seien.

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Herrn H. Braun

Durchschlag

Patentabteilung Lu

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hg/Lu 558

12.1936. Wch.

Hiag / Kohlehydrierung.

Von Direktionsbüro Sparte I ging uns Ihr Schreiben vom 16. ds. Mts. mit anliegendem Brief von Herrn Dr. Walter, Frankfurt/M., vom 8.12.36 und eine Stellungnahme des Büro's Sparte I vom 24.12.36, zu. Wir möchten hierzu bemerken, dass wir es nach wie vor für zweckmäßig hielten, wenn wir zu einem Übereinkommen mit der Hiag gelangen könnten. Nach Möglichkeit sollte man die Summe von 150 000 Mark noch herabdrücken, da das I.H.E.C. im Ausland durch die Bekämpfung der Patente und der Tätigkeit des Herrn Dr. Breslauer von der Hydro-Nitro Kosten entstanden sind. Wir würden vorschlagen, sich bei der Standard Oil Co. und der I.H.E.C. nochmals zu vergewissern, dass sie zur Zahlung von 75 000 Mark bereit sind und dann versuchen, zu einer Einigung mit der HIAG zu kommen. Inzwischen empfehlen wir, die guten Beziehungen zur HIAG, wie sie in dem Schreiben vom 8.12. zum Ausdruck kommen, aufrecht zu erhalten.-

gez. Höring,

" Pier.

P-S: Wir bitten, uns die Schreiben in dieser Angelegenheit zur Mitunterschrift zuzuschicken.

g: Dir. Büro, Sparte I.

620

Über Herrn Dir. Dr. Pier
an Herrn Dir. Dr. Holdermann.

37/12

H/P.

16.12.36

BSpI. Dr. Jo/I.

24. Dezember 1936.

Hiag / Kohlehydrierung.

Zu Ihrem Schreiben vom 16.d.M. bemerken wir folgendes:
An dem Standpunkt der Standard Oil, die früher für USA nur geringes Interesse an den Varga-Patenten zeigte, und der IHEC, die wenig Interesse hatte, weil die Rechte für das British Empire schon an die Gas Light vergeben sind, dürfte sich nichts geändert haben. Außerdem vertritt neuerdings nach Angaben von Herrn Dr. Breslauer von der Hydro Nitro, Genf, diese Gesellschaft das Varga-Verfahren und beabsichtigt dieses in Italien einzuführen. Nach Pressemeldungen baut sie auch eine Anlage in Österreich. Eine Beteiligung der Standard Oil und der IHEC an einer Zahlung an die Hiag dürfte daher wohl jetzt sehr zweifelhaft sein.

Wir sind aber der Ansicht, daß für Deutschland nach wie vor ein Interesse an einer Einigung mit der Hiag besteht, jedoch erscheint uns unter den oben geschilderten Verhältnissen eine Summe von RM 150 000.- schon als sehr reichlich bemessen. Wir möchten daher vorschlagen, bei erneuten Verhandlungen mit der Hiag zu versuchen, eine Einigung auf einer niedrigeren Basis zu erzielen.

Büro Sparte I.

Anlage anbei zurück.

M. Schmidt
Geleitsch

Patentabteilung
H/P.

Abtschrift.

16. Dezember 1936.

Rh.

An Büro der Sparte I.

Überseende wir Ihnen ein Schreiben des Herrn
Dr. [Name] Frankfurt, vom 8. d. M. mit der Bitte um Äußerung,
ob [Name] eine [Name] mit Hinsicht auf deren Kohlehydrierungs-
[Name] noch Interesse haben. Unser früherer Vorschlag
[Name] [Name] [Name] bestand darin, daß sie
[Name] [Name] von RM 150.000.-- (wovon die Standard Oil
[Name] [Name] wollten) auf dem Gebiet desinteressie-
[Name] [Name] [Name] sie für viel zu gering, wes-
[Name] [Name] [Name].

gez. Holdermann

St. [Name] [Name]

December 1954

THE

the 1990s, the number of people in the world who are under 15 years of age is expected to increase by 1.5 billion, from 1.1 billion in 1990 to 2.6 billion in 2010. The number of people aged 65 and over is expected to increase by 1 billion, from 350 million in 1990 to 1.4 billion in 2010. The number of people aged 15-64 is expected to increase by 1.5 billion, from 2.5 billion in 1990 to 4.0 billion in 2010. The number of people aged 65 and over is expected to increase by 1 billion, from 350 million in 1990 to 1.4 billion in 2010. The number of people aged 15-64 is expected to increase by 1.5 billion, from 2.5 billion in 1990 to 4.0 billion in 2010.

... von Ihren Berliner An-
... zurückgekehrt sind. Hoffent-
... von Ihnen erfahren
... Kenntnisse sind
... es sich um größere Firmen

Es ist mir in diesem Briefe besonders zu sprechen
~~über die Beziehungen zwischen unseren~~
 beiden persönlichen Absprache habe ich näm-
 lich darauf hingew-
 isen, dass es vorteilhaft wäre, wenn jetzt
 eine Einigung oder zumindest weit-
 gehende Verständigung werden könnte. Herr Direktor
 hat sich für ein gemeinsames Zusammen-
gehen als rechtlich, sondern auch in
 wirtschaftlicher Hinsicht halte. Er erwähnt in
 seinen Verhandlungen insofern nicht zum
 Nachteil der IG sich nicht schlüssig werden

Wie Sie sehen, ist also unsere Firma prinzipiell durch-
aus verhandlungsbereit und ich werde gern noch weiteres unterneh-
men, um unsererseits alles das zu tun, was zu erfolgreichen Ab-
schlüssen führen kann.

Ich möchte ich aber auch Sie, sehr geehrter Herr
bitte, alle möglichen Vorbereitungen zu treffen, damit
die Verhandlungen möglichst erfolgreich verlaufen. Es
ist mir sehr wichtig, daß in allernächster Zeit eine Aussprache
zwischen Ihren und unseren Herren stattfindet.
Ich bin sicher, daß Ihre Herren von der Wichtigkeit
dieser Verhandlungen überzeugt werden, so zweifle ich nicht daran,
daß die Wünsche baldiger Verwirklichung entgegen-

Ich bitte Sie herzlich um Ihre freundliche

Ihr ergebener

Herr Hans Walter

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESellschaft LUDWIGSHAFEN A. RH.

^{Patent-Abteilung}
Antrag auf einen Bescheid über die Rechte an der Erfindung mit Hsag-Verein vom 26.9.33

Patentlage auf dem Hydriergebiet.

Entsprechend der Absprache mit Herrn Dr. C. Müller, Opatowitz, lenkte ich die Sprache auf das Hydriergebiet und fragte, ob seitens der Hsag heute größere Geneigtheit bestehe, uns ihren Patentbesitz uns unter den damals erörterten Bedingungen zu übertragen. Dr. Fischer erwiderte, daß auf diesem Gebiet bei der Hsag nicht mit der eigentlichen Zielrichtung der Hydrierung auf Bensen, sondern auch mit allgemeinen Erwägungen über die Erweiterungsmöglichkeit des Firmenbereichs weiter gearbeitet wird, und daß neuerdings gewisse Erkenntnisse gefunden worden seien, die zur Hoffnung berechtigten, man werde zu günstigen Resultaten kommen. Infolgedessen bestehe nach wie vor nicht die Meinung, das Gebiet gegen die Bezahlung einer im Verhältnis zu den Umkosten so außerordentlich geringen Summe, wie sie von der I.G. geboten worden sei, aufzugeben, wobei er nur daran erinnere, daß, da damals ja auch schon bei einem Versuch der Formulierung außerordentliche Schwierigkeiten gemacht habe, das Gebiet, welches die I.G. für sich behalten wolle, von dem, welches man der Hsag lassen wolle, abgrenzen.

Ich deutete an, daß wir verschiedene Gründe hätten, anzunehmen, daß die Aussicht auf selbständige Verwertung der Patente uns gering erscheine, und daß Professor Varga wohl kaum Veranlassung habe, heute sehr viel früher zu glauben, er sei von unseren Patenten unabhängig, worauf ich auf das Patenturteil in England hinwies. Der von Herrn Dr. Fischer hierzu nochmals zugezogene Sachbearbeiter hielt dem entgegen, das Patenturteil in England, wo ja erfahrungsgemäß Patententscheidungen nicht die gleiche Bedeutung zukomme wie solchen in Deutschland oder USA, stelle nach seiner Auffassung einen typischen Fehlentscheid aus chauvinistischen Erwägungen dar. Im übrigen sei einer deutschen Anmeldung derselben Erfindung, nämlich Varga v. 24 008, gegen den Einspruch der I.G. und des Professors Seidenschneider die Erteilung zuerkannt worden, und zwar unter ausdrücklichen Hinweis darauf, daß man sich mit dieser Entscheidung gegen diejenige des englischen Patentamts stelle.

Alles in allem war Herr Dr. Fischer, da Herr Dr. Reks gerade eben nach Amerika abgereist ist, nicht in der Lage, zu dem Problem Stellung zu nehmen, und behielt sich auf meine Bitte vor, nach Rückkehr und Rücksprache mit Dr. Reks auf die Angelegenheit zurückzukommen.

.....

Durchschlag

Herrn Dr. R. K. Müller

Herrn Dr. R. K. Müller

Abt. 2

2. April 1935

6. Apr. 1935

Besprechung mit den Herren Dr. Hoka und Dr. Fischer von
Hias-Verein am 2. April 1935 betr. V a r g a - Patente.

Anlässlich anderer Verhandlungsgegenstände kam der Unter-
zeichnete im Sinne des von Herrn Direktor Dr. Holdermann gegebenen
Anregung auch auf die nach unserer Ansicht veränderte Situation
der Varga-Patente, deren Stärke durch inzwischen ergangene Ent-
scheidungen gelitten haben, zu sprechen.

Herr Hoka, mit dem die Sache ziemlich ausführlich be-
sprochen wurde, kommt zu der Auffassung, dass in bezug auf den
Wert der Patente nichts von irgendwelcher Bedeutung erfolgt sei,
so dass auch heute das seitherzeitige Angebot der I.G. für die
Hias ohne Interesse ist. Er erklärt in diesem, Herr Dr. Holdermann
habe ihm vor einigen Wochen einmal gesagt, die I.G. könne wohl
sich für ein solches Angebot kaum mehr gutrecht erhalten.

Vertraulich sagte mir Herr Dr. Hoka noch unter vier Augen,
es werde für die Patent-Abteilung der I.G. wohl von Interesse sein,
dass kurzzeit in Ungarn eine Nichtigkeitsklage gegen das wichtige
Kolyeden-Patent auf dem Gebiete der Hydrierung angemeldet werde.
Die Hias habe damit nichts zu tun, während sie allerdings in
Deutschland an von Bestrafungen zur Nichtigerklärung des
betreffenden deutschen Patents mitbeteiligt sei.

Durchschlag

Betr.: VARCA-Patente.

Über die im Besitz der Hiag bzw. Deutschen Gold- und Silberscheidanstalt befindlichen Vargapatente fand die letzte Verhandlung mit der Hiag am 19.7.1934 statt. Auf unser Angebot von M 150 000.- (für Deutschland und Ausland außer British Empire) erklärte die Hiag nicht eingehen zu können. M 150-200 000.- seien auch für Deutschland allein zu wenig; von anderer Seite seien schon 1-1,5 Mill.M geboten worden, die sie nur mit Rücksicht auf die I.G. ausgeschlagen hätten. Auch nach Ablehnung unseres Angebotes wolle die Hiag eine Schädigung unserer Interesse nach Möglichkeit vermeiden.

Inzwischen hat sich die Lage, soweit die Molybdän- und Wolframkontakte in Frage kommen, in Deutschland für die Hiag dadurch verschlechtert, daß uns die Molybdänpatente für Kohle und Teer endgültig in 2. Instanz erteilt worden sind, wodurch also die Abhängigkeit des Vargaverfahrens von unseren Patente festgestellt ist. Soweit Eisen, Kobalt und Nickel zusammen mit Schwefel als Katalysator wirken sollen, wird voraussichtlich ebenfalls die Abhängigkeit von uns festgestellt werden durch ein Patent für die Sulfidpatente, von denen eines (für Teer) in 1. Instanz erteilt ist, während bezügl. der beiden anderen (für Kohle und Öl) das Verfahren einstweilen ausgesetzt ist.

Die erste Varga-Anmeldung (Mo + S, W + S) ist kürzlich in erster Instanz ein Patent erteilt worden, aber unter Beschränkung auf Optimalmengen an Schwefelzusatz (vgl. Anlage 1). Gegen diese Erteilung müßten wir bis etwa Mitte Dezember Beschwerde

erhalten, was zunächst ohne nähere Begründung geschehen könnte, bis Mitte Februar wäre dann die Beschwerdebegründung fällig.

Die sehr wesentliche Stärkung ihrer Verhandlungsstellung kann die Hias AG durch einen Urteilsbeschluss wohl nicht sehen, weil das Arbeiten in der Nähe des optimalen Schwefelzusatzes offenbar frei ist.

Die Erwähnung der Lage bedeutet aber für uns, daß es sich um einen Versuchsmangel hat, daß in gewissen Fällen der Schwefelzusatz praktisch nicht zu umgehen ist, wobei übrigens die Kurve der Abhängigkeit der Wirkung von der Zusatzmenge den Charakter einer Sättigungskurve zu haben scheint, d.h. der bei einer bestimmten Schwefelkonzentration erreichte Optimalwert bleibt bei weiteren Schwefelzusätzen praktisch unverändert erhalten.

(Anlage 3).

Die Vorteile des Schwefelzusatzes zeigen sich nicht nur bei Kohlen- und Feerhydrierung, sondern nach neuen Versuchen der Standard auch bei der Alkylierung mit Molybdänsulfidkontakten, besonders natürlich bei der Verarbeitung schwefelarmer Öle. (Anlage 3)

Es erscheint nach dem Vorstehenden zweckmäßig, die Verhandlungen mit der Hias wieder anzuknüpfen, wozu der gegenwärtige Zeitpunkt, da nun eine teilweise Klärung der Patentlage eingetreten ist, besonders geeignet sein dürfte.

ANLAGE I.

W. 24 008 IVa/12b (1). (Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vorm. Roessler, Frankfurt a.M.).

Verfahren zur Druckhydrierung von Brennstoffen und ihren
Verwandlungsprodukten durch Behandeln mit Wasserstoff bei hohem
Druck und hohen Temperaturen in Gegenwart von Schwefelwasserstoff
und Anwendung von schwefelhaltigen Molybdän- und/oder Wolframkata-
lysatoren und unter Änderung der Schwefelgehaltes des Reaktions-
gemisches, dadurch gekennzeichnet, daß man im Vorversuch die größ-
te Wirkungssteigerung in Bezug auf die Ausbeute an einem der Haupt-
reaktionsprodukte lediglich durch Veränderung der Schwefelkonzen-
tration innerhalb der Grenzen von 1-6% ermittelt und danach mit
dieser Weise ausfindig gemachten Schwefelwasserstoffkonzen-
tration in bekannter Weise hydriert.

630

Zur Frage der Schwefelzugabe bei der Druck-
hydrierung.

1) Schwefel:

a) Bei MoS_2 -Kontakten ist bei den meisten Erdölmittelölen (Schwefelgehalt 0,15 - 0,40%) Schwefelzugabe nötig.

Bei schlechteren Kontakten ist die Verbesserung durch die S-Zugabe größer, als bei von vornherein aktiveren Kontakten (vgl. Anl. 1):

Vergleich mit 2 amerikanischen Molybdänsulfiden).

mit zunehmender S-Menge (bis zu 4% untersucht) steigert sich der

S-Effekt. Während bei schlechten Kontakten die Erhöhung des Schwefel-

zusatzes von 2% auf 4% S die Leistung noch relativ stark verbessert,

bringt bei besserem Kontakt die Erhöhung von 2 auf 4% S nicht mehr

(vgl. Anl. 2).

Bei koksartigen Produkten wie Braun- u. Steinkohlen-Mittel ist

schon bei MoS_2 immer Schwefelzugabe notwendig.

Bei MoS_2 ist bei Erdölmittelölen im allgemeinen kein Schwefelzusatz

nötig. Bei Mittelölen mit weniger als 0,1% S (z.B. S-Mittelöl aus

Calvin Cracking Tar, Schwefelgehalt ca. 0,06%) bringt jedoch Schwe-

felzusatz eine Leistungsverbesserung.

Bei Braunkohlen-Mittelölen ist S-Zusatz nur notwendig, wenn sie aus

S-Braunkohlen stammen.

Bei Steinkohlen-Mittelölen ist im allgemeinen immer S-Zusatz nötig.

Es empfiehlt sich, bei steigender S-Menge vor (vgl. Anl. 3 mit Kurve)

zu beobachten, dass bei einer Steigerung der S-Menge über 1%

2) Sumpphase:

Bei Spaltung in Sumpphase hat sich bisher bei Erdöl und Teer Schwefelzugabe nicht als notwendig erwiesen. Neuerdings wurden jedoch bei S-armen Kohlen durch vorherige Behandlung mit H_2S oder durch Tränken mit Ammonsulfid (in Mengen, die unter die Varga-Patente fallen) eine starke Steigerung der Verflüssigungsleistung und des Asphaltabbaues erzielt. Man kann auch die Neutralisation der Kohle mit Schwefelsäure als von Varga abhängig ansehen.

Möglicherweise ist auch das bisher in der Sumpphase wenig geeignete Wolframsulfid durch Schwefelzugabe zu hoher Aktivität zu bringen.-

Summ

Versuche mit Molybdänsulfidkontakten
der Standard.

Zur Untersuchung gelangten 2 Sendungen der Standard
vom 28.6.34 mit 300 gr (Versuch 1)
vom 11.9.34 mit 10 kg (Versuch 2),
sowie ein in Lu hergestellter Molybdänsulfidkontakt (Versuch 3).

Die Versuche wurden durchgeführt mit Elwerather Gasöl,
dem verschiedene Schwefelkonzentrationen (CS_2) zugesetzt waren. Die Ver-
suchsbedingungen waren bei allen Versuchen bis auf die Temperatur die
gleichen:

Druck.....200 at

Gerader Durchgang

Temperatur.....414-423°C

Durchsatz.....1,5 kg/Ltr, Kat/Std.

kg Cl_2 : cbm Gas.....1:4

Versuchsdauer.....4-5 Wochen.

In den anhängenden Kurven ist der Versuchsverlauf
hinsichtlich der Benzinleistung in Abhängigkeit von der Betriebszeit
und CS_2 -Konzentration aufgezeichnet.

Beim Versuch 1 (300 gr-Sendung) wurde in 120 Betriebs-
stunden zunächst eine konstante Benzinleistung von 1,03 bei 2% CS_2 -
Zusatz erzielt. Da jedoch beim Versuch 2 (10 kg-Sendung) und 3 die Lei-
stung niedriger lag, wurde in diesen Öfen die Temperatur bald auf 423°C
erhöht, ohne dass aber die Leistung des ersten Ofens erreicht wurde.
Der Einfluss der Erniedrigung der Schwefelzusätze macht sich bei allen
3 Versuchen deutlich bemerkbar, indem sich die Benzinleistung sprunghaft
von 1,00 auf 0,85 und 0,60 verringert bei 1%, bzw. 0,5% und 0% CS_2 . Es
zeigt sich, dass bei den schlechteren Kontakten der Einfluss des Schwe-

sehr bedeutend grösser ist. Ohne Schwefelzusatz ist ein Abklingen nicht festzustellen,¹⁾ sodass es wahrscheinlich ist, dass die Endwerte mit 0,60 bei dem besseren bzw. 0,35 Benzingleistung bei den anderen beiden Kontakten erreicht sind.

Die jeweiligen konstanten Versuchsergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle wiedergegeben:

	Versuch 1 (300 gr-Send.)	Versuch 2 (10 kg-Sendung)	Versuch 3 Herstellung Lu	Versuch 2a (10 kg-Sendung geschwefelt)
	413°	423°	423°	423°
Benz.-Leistg.	1,05	0,80	0,88	0,80
1,5"	1,00	0,65	-	-
2,5"	0,90-0,80	-	-	-
3,5"	0,60	< 0,35	0,35	-

In dieser Tabelle ist zum Vergleich noch ein Versuch durchgeführt, bei dem der Kontakt mit H₂S geschwefelt wurde, da sich jedoch kein Unterschied gegenüber dem ungeschwefelten Kontakt zeigte, wurde der Versuch bald abgebrochen.

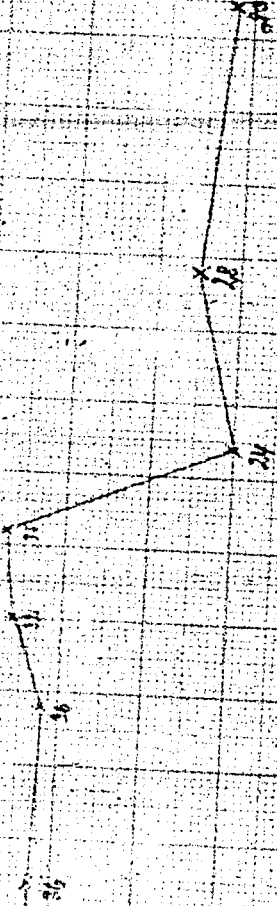
Zusammenfassung:

- Die Mellydänsulfidkontakte der Standard geben sehr verschiedene Leistungen.
- Es besteht eine grosse Abhängigkeit der Leistung von der zu- oder abgenommene Schwefelmenge.

Der Versuch von Versuch 2, der frühzeitig abgebrochen wurde.

Handwritten notes in the left margin, possibly describing the data or the process being plotted.

Handwritten label 'pH-Wert' (pH value) with an arrow pointing towards the plotted data.



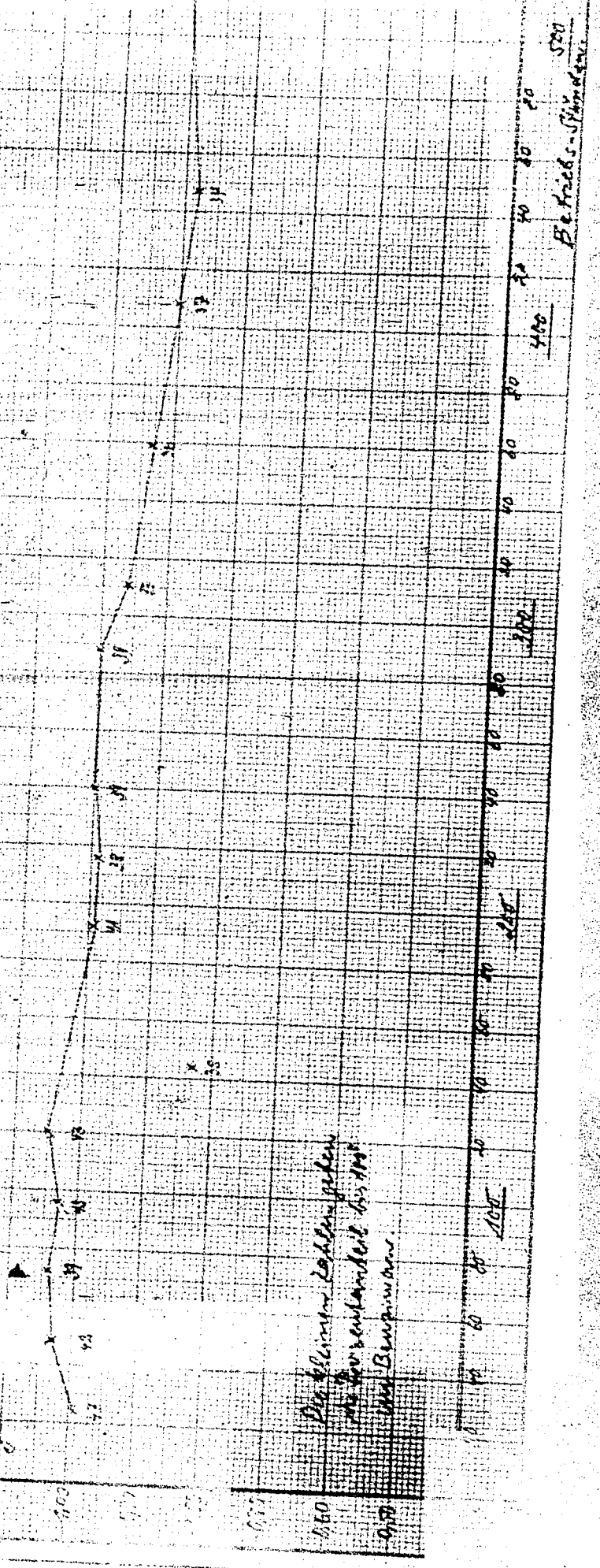
1.5% 6.5

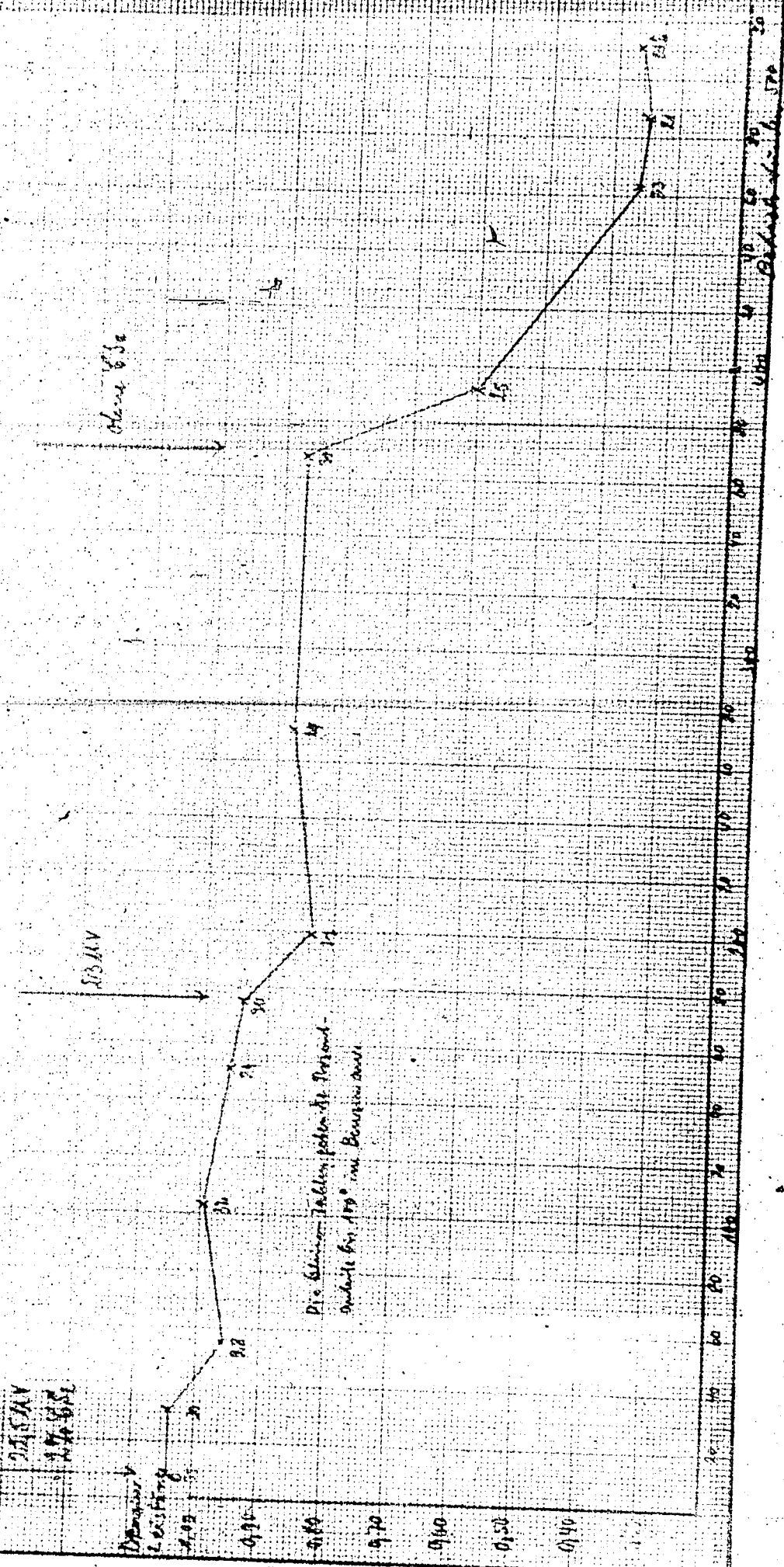
1.0% 6.5

9.5% 8.5

Bemerkung
Lernstunde

Die Klimata der letzten
Jahre sind sehr
unregelmäßig.
Die Temperatur





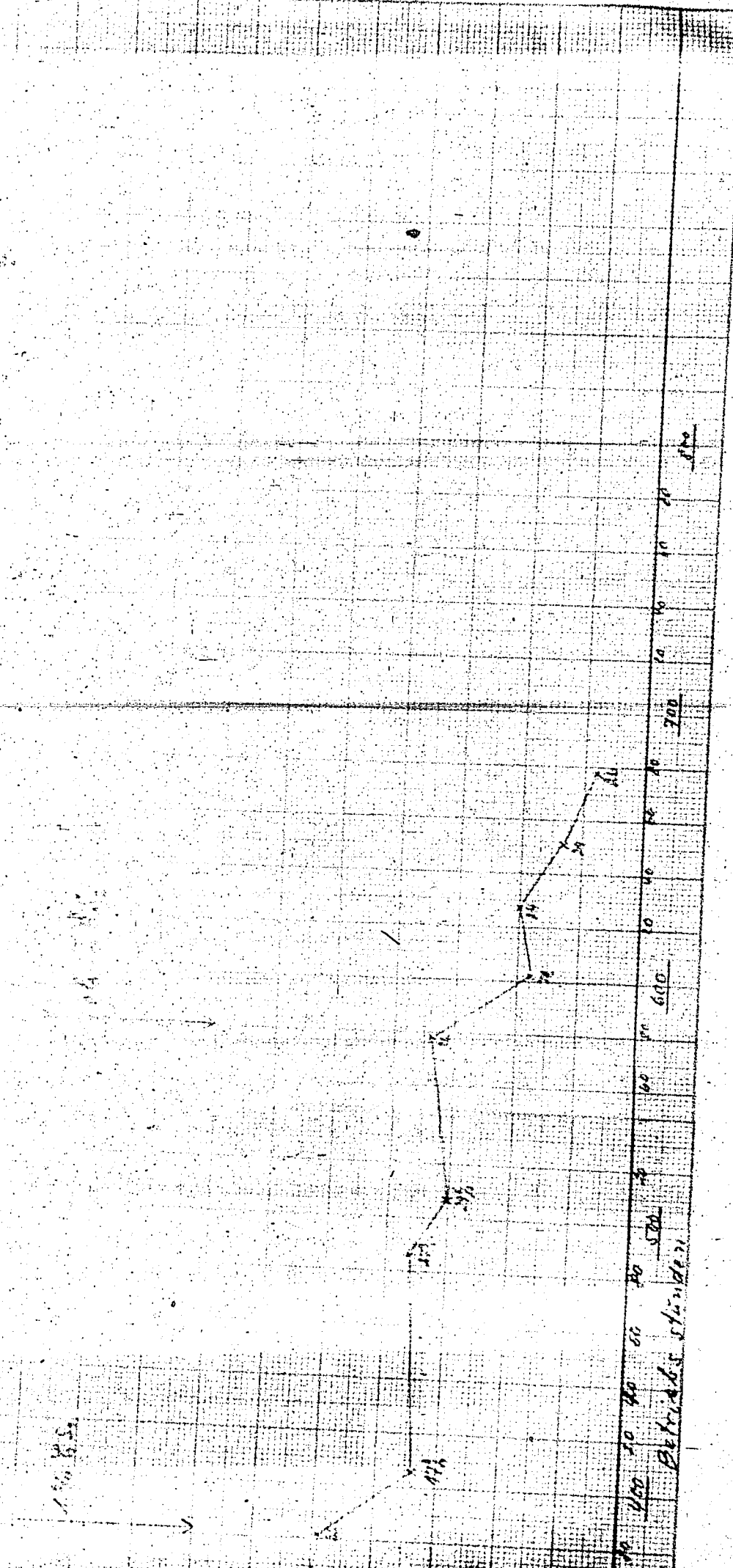
Die Leistungsfähigkeit des Motors
 ist bei 115 V im Nennstrom

115 V

1.35 A

Nennleistung
 1.35 A

Die Leistungsfähigkeit des Motors
 ist bei 115 V im Nennstrom



1. 10. 1934

Beiträge 5. 10. 1934

Bohrer
Luft

990
980
970
960
950
940

Die Bohrer-Punkte, die
als Punkt auf der Linie
am Bohr-Plan

20 40 60 80 100 120 140 160 180 200 220 240 260 280 300 320 340 360 380 400 420 440 460 480 500 520 540 560 580 600 620 640 660 680 700 720 740 760 780 800 820 840 860 880 900 920 940 960 980 1000

Bohrer-Punkte

Zurück an
Vorzimmer Dr. Pler

(Anl. 2)

13.11.1934. Wch.

versetzt mit Molybdänsulfid mit steigenden
S-Zusätzen.

10.000 g. Öl.

Blasather Gasöl

Druck: 100 at

Fluss: 1,5 kg Ltr. Ret/Std.

1. schlechter Kontakt:

Temp. 425°C.

	1% S	2% S	4% S
Reduktion	40%	50%	60%
Weg:	0,60	0,75	0,90
Fluss:	29	32	34

2. besserer Kontakt:

Temp. 415°C.

	2% S	4% S
Reduktion	60%	64%
Weg:	0,89	0,92
Fluss:	50	52

640

13.11.1934. Weh.

Verfahren mit steigenden S-Mengen bei WS₂

(Mittelöl aus Steinkohlehydrierung)

Mittelöl aus Bentleykohle (S-Gehalt 0,085%)

50 ccn-Ofen.

100 g St

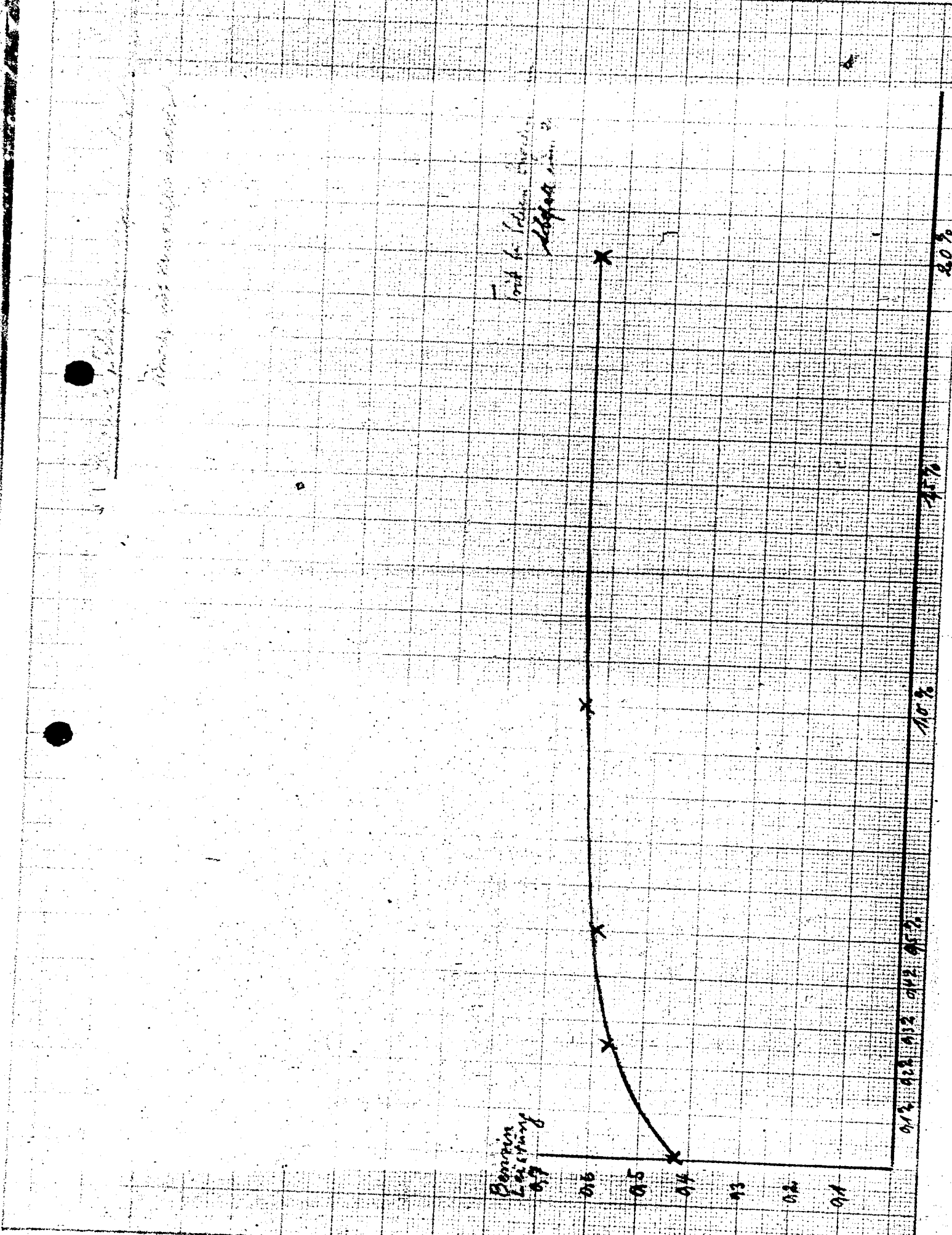
425°

1,2 kg/ltr. Ket./Std.

	0	0,25	0,5	1	2
35		47	49	54	55
0,43		0,57	0,60	0,64	0,65

Die Kurve zeigt die Benzinleistungen in Abhängigkeit von der Schwefelmenge aufgetragen.

Heuer



10 S zum Prüfen

12.11.1934.

Versuche mit S-Zusatz in Baton Rouge.

(Nach Wochenbericht B.R. v. 14.9. - 19.10.1934.)

1) Hydrierung mit MoS_2 (R.508B) im 6 Ltr.Ofen.Mittl.Ofentemp. 390°C ($= 733^\circ\text{F}$) 2,2 Vol./Vol.D₂Satz,
gerader Durchga-ng.Ausgangsmaterial: Baton Rouge Gasöl No.3, spez.Gew.C,840, A.P.66°,
L.P.327°, 0,3% S.

CS_2 -Zusatz %	0	1	2	4	1,5
entsprechend % S	0	0,85	1,7	3,4	1,3
Vol.% Bi/Lins.ritzung	49	61	71	70	66
Bi/Lins., kg/Ltr./Std.	0,77	0,97	1,12	1,11	1,05
Bi/Lins. spez.Gew.:	0,808	0,805	0,802	0,801	0,803
Anilinpunkt:	82	82	83	84	83

Ergebnis: Schwefelzusatz bringt erhöhte Spaltung und Hydrierung.Ein Zusatz von mehr als 1,7% S ($= 2\% \text{CS}_2$) bringt hier keine weitere
Verbesserung.2) Hydrierung von Diisobutylene mit MoS_2

Durchsatz: 1,6 Ltr./Ltr./Std.

CS_2 -Zusatz %	0	1
Mittl.Ofentemp. $^\circ\text{C}$	293	289
Bi/Lins., kg/Ltr./Std.	0,11	0,15
Bi/Lins. spez.Gew.	0,712	0,698
Mittl.Ofentemp. $^\circ\text{C}$	75	78
Anilinpunkt:	8	

Ergebnis: Zusatz von 1% CS_2 erhöht die Hydrierung und Spal-
tung.--

G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Pat. K. K. K. K. K.

"Schneider, Morseb. 23. Juli 1934. H/P.

2. Vorstmann, rtt.

Projektilen
Hochdruckversuche
Juristische Abt.

besprechung mit der Hieg am 19.7.34.

Sehr geehrte Herren: Hr. Dr. Fischer

Dir. Br. Roka

Dir. Foretman

Dr. Goldermann

11154

200

(Herr Dr. Müller war verreist, eine Verschiebung aber nicht möglich, da Fischer und Roka im Begriff waren, seinen längeren Sommerurlaub anzutreten.)

Wir betonen auseinander, dass die Verzögerung unserer Antwort in keiner Weise auf Absicht beruhte (wie die HiaG annehmen hatte), sondern durch Schwierigkeiten, die durch die Verhandlungen mit unseren ausländischen Partnern bedingt waren. Außerdem hatten wir auch experimentell gearbeitet, um den Wert der Yurgapatente zu untersuchen. Die HiaG erklärte, dass auch unsere Arbeiten erfolgreich fortgesetzt habe. Wir bemerkten jedoch, dass bei uns und unseren Vertragspartnern geltend gemacht worden sei, dass die Yurgapatente von zweifelhaften Wert seien und wahrscheinlich überhaupt nicht benötigt würden, und dass das besonders wichtige Gebiet des ganzen British Empire von der Abmachung ausgeschlossen sei. Bei Würdigung aller Umstände setzen wir auf einen Betrag von 150.000.— Mark zu kommen.

Sie hat erklärt, dass dieser Antrag der Größenordnung nach derartig sei, dass ein Handeln keinen Zweck habe;

24. Juli 1934

1-800-368-5201, 24/7

Durchschlag

auch eine Erhöhung z. B. auf 200.000.-- Mark würde ohne jedes Interesse sein. Das Gebiet, das von der Definition umfasst werde, sei derartig gross, dass sie ihre Gehirne nicht für den Betrag der angegebenen Kleinheit lahmlegen könnten. Auch für Deutschland allein komme ein derartiger Betrag nicht in Frage. Sie hätten schon 1 bis 1 1/2 Mill. Mark für die Erlassung des Verfahrens geboten bekommen; diese Angebote seien offen gegen die I. G. gerichtet gewesen und sie hätten sie aus diesem Grund abgelehnt. Sie hätten auch jetzt Anfragen aus Frankreich und Deutschland. Sie verwiesen auch wieder auf die Anfrage der deutschen Regierung (Muhlert), auf die sie zurückkommen müssten. In den nächsten 4 Wochen werde allerdings ihrerseits nichts geschehen. Dr. Roka meinte, wenn wir die Entschädigung auf den geringen Betrag beschränken, würde eine Beeinträchtigung unserer Interessen bei einer Verwertung ihrerseits von uns auch nicht als unfreundliche Handlung betrachtet werden können. Wir verwiesen darauf, dass es sich um eine Verletzung auf unserem ureigenen Gebiet handle, die uns natürlich unerwünscht sei. Die angebotene Summe sei auch nicht mit der Höhe des Schadens identisch, sondern bedeute lediglich, inwieweit es der Hiag überhaupt gelinge, ihre Verfahren zu verwerten. Sie sei mit einer Versicherungsprämie vergleichbar.

Unser Angebot ist also für die Hiag ohne Interesse. Sie ist aber noch wie vor bereit, das freundschaftliche Verhältnis fortzusetzen, und will auch die Verwertung nicht mit dem Ziel einer Schädigung der I. G.-Interessen vornehmen. Einen Vorschlag, uns von ernsthaften Verhandlungen mit anderen vor dem Abschluss Kenntnis zu geben, hält die Hiag für sehr schwer durch-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Patent-Abteilung

- 3 -

...wird, will ihm aber erwagen. Wir bemerken noch, dass
durch die Verhandlungen mit unseren Vertragspartnern geklärt
wurde, dass wir uns nötigenfalls für Deutschland allein ent-
scheiden könnten und dass das Interesse unserer Partner
für das Ausland sehr gering sei. Weitere Verzögerungen un-
sererseits seien nach dieser Klärung nicht zu erwarten.

gez. Heilmann

Durchschlag

R.I. Co. Worcester
 L. H. Lincoln
 297. O'Connell
 477. Henry
 3/p. Donahoe

2/11 - 1/11
 2/11 - 1/11
 2/11 - 1/11
 2/11 - 1/11
 2/11 - 1/11

Mr. Carlson
 Mr. Fisher
 Mr. Carlisle
 Mr. Beck
 Mr. Piser
 Mr. Holdermann
 Mr. G. Mueller
 Mr. G. G.

Der Sachverständige verlas das Telegramm von Mr. Howard, das besagte, dass Mr. Howard das Faiga-Verfahren als ein solches ansehe und soweit Molybdän benutzt wird, dass es sich nur um eine Molybdänwirkung handle. Der Sachverständige fürchtet er nicht, weil die Interessen der Beteiligten geschützt seien. Die sachlichen Gründe der Sache nicht für richtig, jedoch wollte sie als solche zur Entscheidung zu Grunde legen. Sein eigenes Interesse sei es weniger, über die Haag-Patente zu entscheiden, sondern nicht auf sie angewiesen sei. Der Sachverständige erwähnte das bedeutendste Land, das British Petroleum ausschlossen sei. Er könne daher mit dem besten Interesse, dass er sich stark beteiligen könne. Dem Sachverständigen sei es auch an der Kaufsumme später beteiligen, wenn die Kohlenhydratierung benutzt werde.

hätten wir ja abgelehnt. Sie seien bereit, die
ganz zurückzunehmen, 50.000,- bis 75.000,-
Sie würden es gerne sehen, wenn wir hierfür noch etwas
könnten. Er fragte, wie viel wir zu geben bereit wären, und
wurde ihm darauf unser Plan, 100.000,- ganz deutlich, worauf
er meinte, hierzu stünden die von ihm angebotenen 75.000,-
nicht im Verhältnis. Sie seien jedenfalls ein gewisses
Maximum. Bei Annahme des Vorschlags müssten wir durchsetzen,
dass die Zahlung durch B.A.F.G. und Rheinisch erfolgen müsse.
Es ist auch nicht abgeneigt, eine laufende Abgabe zu leisten,
falls die Patente benutzt werden.

zu Helldorn

Absohrift.

Telegramm aus L o n d o n .

Aufgenommen 20.6.1934,
19¹⁵ Uhr.

Anilinfabrik Ludwigshafenrhein.

For Knieriem. Please advise Carl Muller and inter-
ested parties after full discussion. Hiag patents with IHP IHP
and SIG are unable state now what contribution if any they are
prepared make towards settlement stop new data submitted by
her necessitates my submitting matter fully to Howard by letter
parties can give no reply until I hear from him stop also IHP
withdraws proposal made 12 June Oppau by Hahn and myself that
IHP would be prepared contribute between Reichsmark 50 000 to
75 000 towards settlement stop deeply regret unable make definite
proposal now owing circumstances it is impossible

Carlisle

Mr. C. Muller,
Mr. Ringer,

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Patent-Abteilung

Patentabt. Lu.

13. Juni 1934. H/F.

Ø H. Dir. Dr. Gaus
" " " Krauch
" " " Schneider, Merseb.
" " " Horstmann, Frft.
Projektbüro
Hochdruckversuche

Besprechung am 12.6.34.

Juristische Abteilung
W.M.

Betr.: Hiag.

Anwesend: Mr. Carlisle
Dr. Peck
Dr. Hahn
Dir. Dr. Pier
Dr. C. Müller
Dr. Simon
Dr. Ringer
Dir. Dr. Holdermann.

Frl. Dr. Höring

J. H. Müller

Dr. Hahn erläuterte den Standpunkt der IHP dahin, dass sie den Hiag-Patenten nur eine ganz geringe Bedeutung beimessen. Die Hauptpatente sind auf mindestens 1% Schwefel beschränkt und nach seiner Ansicht komme man mit Mengen bis zu 1% praktisch aus. Die Patente für die Aufrechterhaltung des Schwefelgehalts im Kreislauf enthielten zwar zum Teil keine zahlenmässige Beschränkung, seien aber praktisch ebenfalls mit dieser Beschränkung auszulegen. Das Arbeiten mit bis 0,3% H_2S sei im Hinblick auf unsere älteren Patente unbedingt frei, ausserdem könne man den Schwefel vollständig auswaschen und in das Reaktionsgefäss bis zu 1% Schwefel neu zufügen. Dazu komme, dass die Patente höchstens für den europäischen Kontinent in Frage kämen und hi
von komme praktisch ^{nur} Ungarn, Italien und Frankreich in Betracht. Jedoch sei höchstens Frankreich wichtig. Ausserdem müssten wir auch einiges Vertrauen in unsere eigenen Patente haben.

Es bleibe lediglich die Aktivität der IHP.

14. Juni 1934

Durchgelaufen

ein gewisser, nach seiner Ansicht aber kleiner Nuisance value und dessen Ausnützung sei eine Erpressung. Dafür gäben sie nicht viel; 50 000.- bis 75 000.- Mark sei das Höchste. Sie hätten das Gefühl, dass die Gold- und Silber-Scheideanstalt der Angelegenheit überdrüssig sei, und dass man billiger wegkommen könne. Wenn es nicht anders möglich sei, überliessen sie uns, für Deutschland allein abzuschliessen. Es würde aber eine unerfreuliche Rückwirkung auf das Ausland ausüben, wenn wir für Deutschland sehr viel Geld bezahlen. Es sei auch zu berücksichtigen, dass die Gas Light sich an die I.C.I. wegen einer Lizenz gewandt habe und die Lage für die I.C.I. geschwächt würde, wenn wir den Wert des Hiag-Verfahrens mit einer grossen Summe bemessen würden.

Mr. Carlisle führte aus den schon in Heidelberg dargelegten Gründen aus, dass die S.I.G. für Amerika kein Interesse an einer Abfindung der Hiag habe. Von anderen Ländern käme vielleicht Japan in Frage, doch sei dies sehr zweifelhaft und auf jeden Fall ein schlechtes Geschäft. Die Lage würde aber von ihm sehr genau verfolgt. In Frankreich bestehe zwischen Schneider und Kuhlmann ein gewisser Wettbewerb, mit der I.H.P. in Verbindung zu treten.

Herr Dr. Pier machte verschiedene Gesichtspunkte geltend, die den Wert der Varga-Patente doch etwas höher erscheinen liessen. Es sei zweifellos, dass der Zusatz von Schwefel die Wirksamkeit gewisser Katalysatoren stark erhöhe. Wir hätten zwar die Sulfide als Katalysatoren gefunden und den Umstand, dass man den Schwefel nicht zu entfernen brauche, nicht aber die Erkenntnis, dass es Sulfide sind.

oher Sauerstoff ausgeschaltet sein oder durch Zusatz von Schwefel unschädlich gemacht werden muss. Wir hätten zwar den stabilsten Katalysator im Wolframsulfid gefunden; dieser erfordere keinen Schwefelgehalt über 1%, höchstens bei wasserreichen oder phenolreichen Ausgangsstoffen. Bei diesen könne man nicht sagen, ob wir mit 1% durchkommen. Unser Ziel sei gerade umgekehrt gewesen, den Schwefelgehalt niedrig zu halten und mit möglichst billigem Apparatematerial arbeiten zu können. Gerade die Standard wisse aber, wie wichtig es sei, das Wolfram durch andere Kontakte zu ersetzen, da man bei Wolfram von China abhängt und die Preise hoch sind. Ausserdem sei die Herstellung des Wolframkontaktes teuer. Wenn es gelinge, das Wolfram durch billige Kontakte, z.B. Eisensulfid, zu ersetzen, müsse man höchst wahrscheinlich die Schwefelkonzentration erhöhen. Schon bei Molybdän sei dies erforderlich. Wir hätten bereits Anhaltspunkte, dass das Wolfram ersetzbar sei, denn ein Mischkristall mit 62% Mo und 38% Fe komme fast an Wolfram heran. In diesem Falle brauche man aber mehr Schwefel, vermutlich über 1%. Alles dies gelte für die Gasphase, da man in der Sumpphase mit Schwefelzusatz nur bei reinen Ölen arbeiten könne.

Herr Dr. Müller verweist weiter darauf, dass von den Maschinen- und Apparatebau-Fabriken eine Gefahr drohe, da diese in der Hydrierung ihr zukünftiges Geschäft sähen und jedes Verfahren aufnehmen würden, das sie bekommen könnten.

Herr Dr. Hahn wendet dagegen ein, dass ein Interesse sehr beschränkt sein müsse, wenn er ohne die grossen Erfahrungen unserer Gruppe arbeiten wolle. Die bisherige Erfahrung

Durchschlag

habe auch gezeigt, dass keine grössere Gesellschaft die Iheo
übergangen habe. Die Lizenzforderungen seien im Gegensatz zu
einer Vermutung von Herrn Dr. Pier sehr mässig und betrügen
ungefähr 4% des Benzinwertes. Wenn erst die Anlage in England
laufe, werde um so mehr Anreiz bestehen, dass sich Interesse-
ten an die I.H.P. wenden.

Auf einen Einwand von Herrn Dr. Pier, dass die Lizen-
nehmer durch den Zwang zum Vertrieb durch die Öl-Gesellschaft
abgeschreckt werden könnten, bemerkt sowohl Herr Dr. Hahn wie
Mr. Carlisle, dass im Gegenteil die Lizenznehmer die Benutzung
der bestehenden Betriebsorganisationen als einen Vorteil be-
trachten würden, und solchen Lizenznehmern (Öl-Gesellschaften
die eine Betriebsorganisation besässen, würde kein Zwang auf-
erlegt, die Produkte durch die Gesellschaften der Lizenz-
geber zu vertreiben.

Herr Dr. Holdermann macht noch darauf aufmerksam,
dass die Patente wahrscheinlich so ausgelegt würden, dass
die untere Grenze auch Zusätze unter 1% mit umfasse, evtl.
z.B. auch 0,8%.

Herr Dr. Hahn gab zum Schluss zu, dass die Bespre-
chung gewisse neue Gesichtspunkte gebracht habe, und hielt
es für erforderlich, die Sachlage nochmals zu Hause zu
besprechen. Er will uns jedoch spätestens am 20. ds. Mts. Ant-
wort geben, da wir erklären, der Hiag nach wiederholten
Vertröstungen endlich antworten zu müssen. Mr. Carlisle will
sich, wenn die Hiag eine Entscheidung getroffen hat, mit
New York in Verbindung setzen, sodass eine Verzögerung nicht
eintritt.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESellschaft LUDWIGSHAFEN A. RH.
Patent-Abteilung

Auf eine Frage von Mr. Carlisle, wie hoch wir zu gehen bereit seien und ob wir 200 000.- Mark zu geben bereit seien, da wir $\frac{1}{3}$ von 600 000.- Mark zu übernehmen erklärt hätten, wurde unsererseits bemerkt, dass wir uns noch nicht schlüssig geworden seien, es aber möglich sei, dass wir so hoch gehen würden.

Wir haben also zunächst bis zum 20. ds. Mts. Antwort unserer Partner abzuwarten.

Rez. Holdermann

Durchschlag

Patentabt. Ia.

22. Mai 1934 H/F.

Nein Dr. Pier
Frl. W. Hering

Besprechung in Heidelberg

am 12.5.34.

Ø H. Dir. Dr. Gaus
" " " Krauch
" " " Schneider, Merseburg
" " " Horstmann, Frit.

Anwesend die Herren: Mr. Carlisle
Dr. Peck
Direktor Dr. Pier
Dr. C. Müller
Assessor Duden
Dr. Ringer
Dr. Holdermann.

Projektbüro
Hochdruckversuche
Juristische Abteilung
F.M.

Über die Erörterungen betr. Propanverfahren und dergleichen wird Herr Dr. Ringer berichten.

Betr. Hilag bemerkten wir, dass die Hilag auf Antwort dränge, da angeblich andere Interessenten vorhanden seien, jedoch habe sich die Ihco trotz wiederholter Zusagen noch nicht geäußert. Mr. Carlisle bemerkt, dass er über diese Angelegenheit gelegentlich seiner Anwesenheit im Haag mit den dortigen Herren gesprochen habe. Die Ansicht der I.H.P. decke sich mit derjenigen der St. C. in wesentlichen. Sie seien der Ansicht dass die Varga-Patente für die Hydrierung von Ölen praktisch nicht benötigt würden. Sie legen die Varga-Patente offenbar so aus, dass diese bestenfalls nur den absichtlichen Zusatz von Schwefel oder Schwefelwasserstoff schützen, was mit unserer Auffassung übereinstimmt. Sie meinen aber, dass die meisten Öle von Natur aus genügend Schwefel enthalten, um keinen besonderen Zusatz zu benötigen.

24. Mai 1934

750-524-234

Durchschlag

Anders² liege die Sachlage für Kohle, ^{bei} der ein Zusatz von Schwefel Vorteile haben könne. Die Hydrierung von Kohle spiele aber in Amerika keine Rolle und im Gebiet der I.H.F. zur Zeit auch nur für die I.C.I. Wie wir mitgeteilt hätten, scheide aber England aus, weil hierfür die Rechte der Hiag bereits an die Gas Light vergeben seien und mit dieser ein gesondertes Abkommen getroffen werden müsste. Im übrigen habe sich die Gas Light bereits wegen eines Lizenzabkommens an die I.C.I. gewandt, womit sie sich allerdings bezüglich der Abhängigkeit wohl nicht festgelegt habe. Immerhin zeige ihr Schritt, dass sie sich nicht frei fühle. Bezüglich anderer Länder sei die Kohlehydrierung noch zu unsicher, um hierfür grosse Aufwendungen zu machen. Auf unseren Einwand, dass weniger der direkte Wert der Varga-Patente, sondern der Nuisance value uns bei der Prüfung der Angelegenheit leite, bemerkten sie, dass die St.O. davon ausgehe, dass praktisch alle Öl-Gesellschaften Hydrolizenznehmer und daher bereits gebunden seien. Ähnliches macht die I.H.F. bezüglich Öl in ihrem Gebiet geltend, da sie sich kaum denken kann, wer ausser der Bataafschen und der St.O. Öl verarbeiten soll. Dazu komme noch, dass die Hiag keine Erfahrungen zu bieten habe. Wenn sie sich an einer Abfindung beteiligte, könne also nur eine nominelle Entschädigung in ganz unbedeutender Höhe, sei es einige 100 bis 1000 Dollars, in Frage kommen. Der von uns vorgeschlagene Anteil von $\frac{2}{3}$ von 600 000.— Mark sei jedenfalls gänzlich ausgeschlossen. Unsererseits wurde bemerkt, dass die Bedeutung des Varga-Verfahrens bei der Ölhydrierung vielleicht doch unterschätzt würde, da man von einer Nutzlosigkeit des Schwefelzusatzes doch nicht so allgemein

Durchschlag

sprechen könne. Wenn er auch bei schwefelreichen Ölen und Wolfrankontakten nicht erforderlich sei, so, sei er dies doch bei schwefelarmen Ölen sowie bei Molybdän- und namentlich bei Eisensulfidkatalysatoren. Ausserdem sei ein Schwefelzusatz in allen Fällen auch da, wo er nicht erforderlich sei, ziemlich sicher vorteilhaft. Wir fragten direkt, ob es der St.C. und I.H.P. gleichgültig sei, wenn wir uns nur bezüglich Deutschland mit der Hiag einigten, sodass sie das Risiko laufen würden, dass die Hiag evtl. mit Outsidern in Verbindung trete. Mr. Carlisle bestätigte dies zunächst, frag aber dann weiterhin, ob evtl. eine Änderung des Beteiligungsverhältnisses an den vorerwähnten 600 000.— Mark in Betracht komme, ferner, ob vielleicht der Weg gangbar sei, dass wir die Hiag für die ganze Welt (ausser England) abfinden und dass sie uns dann pro rata entschädigen, wenn in Amerika oder einem Land der I.H.P. eine Kohlelizenz erteilt werde. Sie seien evtl. auch bereit, eine kleine Entschädigung voranzuleisten und den Rest bei Erteilung einer Kohlelizenz. Wir bemerkten, dass es uns nicht sympathisch sei, für diese Länder das ganze Risiko auf uns zu nehmen, und erwähnten ferner, dass die Summe nicht in voller Höhe gleich bezahlt werden müsse, sondern etwa nur zur Hälfte und der Rest in Raten. Wir fragten, ob die Partner evtl. ein Interesse daran hätten, eine jährliche Rate zu zahlen, um auf die Erwerbung des Hiag-Verfahrens eine Option zu erlangen. Mr. Carlisle bemerkte jedoch, ein Betrag von z.B. 10 000.— Dollars hätte für sie kein Interesse, da dies eine Menge Geld sei.

Mr. Carlisle will bei einer demnächstigen nochmaligen Anwesenheit in Hiag besprechen, zu welcher Leistung sie evtl. bereit waren.

Durchschlag Dir. Dr. ...

4.7.1932 Hg/Py.

Telefonat Dir.Holdermann - Dr.Pier am 4.7.32.

Dr.Pier gibt Herrn Dir.Holdermann nach Besprechungsbericht
Bescheid über sein heutiges Gespräch mit Herrn Tillmann.

Dir.Holdermann weist darauf hin, dass in Frankreich noch die
Bergiuspatente existieren.

Über Barmag hat Patentabteilung nichts mehr gehört (seit
Brief Jacobson 12.5.32).-- Angelegenheit H i a g ruht z.Zt. nach
Angabe von Dr.Holdermann. Stickstoffabteilung will kein Geld
aufwenden, I.H.R.C. steht es frei, selbst mit Hiag zu verhandeln.

4.7.1932 2 Hg/Py.

Telefonat Dr.C.Müller - Dr.Pier vom 4.7.1932.

Nach Angabe von Dr.Müller ist wegen der Hiag an Frankfurt geschrieben, dass wir uns über die Patentlage verständigen, aber keine erheblichen Opfer bringen wollen. Die Patentabteilung sagte Herrn Dr. Krauch, dass die Patentlage so ist, dass wir keinen unmittelbaren Schaden darin erblicken könnten, wenn die Hiag einige Patente hat, da sie von uns abhängig ist. Deshalb besteht nach Ansicht von Herrn Dr. Krauch unsererseits kein Interesse, in der Sache grosse Opfer zu bringen. Unsere Opfer kämen nur der St.I.G. zu gute. Eventuelle Opfer müsste daher die St.I.G., nicht aber die I.G. bringen. Dr. Krauch steht auf dem Standpunkt, dass wir nicht zu viel für die I.H.E.C. unternehmen sollten.

Betr. Frankreich.

Mit Bamag lässt sich etwas machen, sobald wir uns an Caro wenden. Aber dann tritt die Frage auf, was die I.G. dafür zahlen will. Tillmann kann ruhig mit Dr. Siebert sprechen; es würde sich empfehlen, nur zusammen mit Dir. Holdermann mit Herrn Tillmann zu sprechen.

Abschrift.

Kopenhagen, den 12. Mai 1932.

Herrn Dr. Piel

Herrn Dr. C. KRAUCH,

P. A. I. G. FARBEINDUSTRIE A. G.,

LUDWIGSHAFEN A/Rhein.

Sehr geehrter Herr Dr. Krauch,

Ich bitte Sie um Entschuldigung, dass ich Ihnen
nicht sofort geantwortet habe für Ihr freundliches Schreiben vom
10. Mai, aus welchem ich ersah, dass die Banag anscheinend
ein Teil des Hydriergebietes ist. Sie hat also mit verschiede-
nen Gruppen in Frankreich Berührung und versucht an-
zunehmen, wie auch in Amerika Schritte zu unternehmen.

Ich habe mir also bereits vorhin gesagt, dass Uhde im Begriff steht
zu reisen und ich habe Herrn Howard sowie auch
Yonck auf das Ziel seiner Reise aufmerksam ge-
bracht. Ich hoffe, dass Maßnahmen zu treffen, dass die
Verhandlungen mit Uhde ein-
geleitet werden können.

Ich darf ich Ihre Meinung entnehmen, dass
die Banag Ihre volle Aufmerksamkeit verdient und
dass sie sich in Verhandlung steht mit der Gold- und
Silberanstalt über den Hiag-Prozess. Inzwischen scheinen
die Verhandlungen seitens Banag in Frankreich mir doch für unse-
rer wirtschaftlichen Interessen sehr störend, speziell mit Bezug
auf die Verhandlungen welche Herr Howard und ich vergangenen Mo-
nats in Paris mit Herrn Paul Weiss geführt haben und ich möchte

12. 5. 1932

660

deswegen nochmals die Frage an Sie richten, ob die Bamag im grossen Ganzen nicht viel grössere Interessen an der I.G. hat, weswegen sie es unterlassen könnte sich auf dem Hydriergebiet zu bewegen, und speziell jetzt in Frankreich störend zu wirken.

Die Bamag als grosse Maschinen- und Apparatenfabrik, hat sicherlich die I.G. sowohl als S.O.C. - und Bataafsche Gruppe als bedeutende Abnehmer ihrer Fabrikate in der Zukunft zu berücksichtigen und wenn Sie auch dieser Ansicht sind, so möchte ich Ihnen nochmals in Erwägung geben ob die I.G. nicht aus diesem Grunde mit der Bamag in dem Sinne sprechen könnte, dass die Bamag ihre Aktivität auf dem Hydriergebiet Ihrer und unseren Gesellschaften überlässt.

Bezugnehmend auf den letzten Passus Ihres Briefes in welchem Sie referieren an die Notiz der Bergwerkszeitung, bezüglich Rhenania-D.A.F.G.-Deurag, so glaube ich dass ich nach Kenntnissnahme des Inhaltes an dieselbe nichts besonders hinzufügen könnte.

Ich würde mich freuen Ihre Rückausserung seiner Zeit zu erfahren und verbleibe mit freundlichem Gruss

Ihr sehr ergebener

gez: Jacobson.

D.an die Herren:

Dr.Gaus

" v.Knieriem

" Holdermann

" Schneider, Leuna.

Abdruck.

22. April 1932.

H. J a c o b s o n

Is-Gravenhage

Carel van Rylandtlaan 30

Herr Jacobson

An unsere Besprechung im Haag am 12. April über das
Bilag auf dem Hydriergebiet bezugnehmend teile ich
ich von einer der Bilag befreundeten Seite fol-
gende Erläuterungen mit:

Die Bilag ist in letzter Zeit öfters von französi-
schen Ingenieuren beauftragt worden, ob sie nicht in der Lage sei, ein
einzigartiges Hydrisverfahren einzurichten.
Die Bilag hat diese Anfragen von Schneider-Creuzot und
Lurgi (Frankreich) in Verbindung, die ein Verfah-
ren unabhängig sei. Sie arbeite
in Konstanz Versuchsanlagen
zur Vorführung bereit halten
sich in nächster Zeit diese Anlagen

Die Bilag hat auch Kenntnis dieses Ver-
fahrens und Silberscheideanstalt, der Be-
trieb wird schon begonnen. Die Patent-Abteilung
der Bilag-Patente von den unsrigen abhängig
(und nicht im Gange.)

Die Bilag in Verbindung mit Unde
(Gehis-Verfahren), welcher ein Verfahren zu be-
reiten, das ebenfalls im wesentlichen von dem I.G.-
Verfahren ist vor einiger Zeit der I.G.
angeboten worden. Es handelt sich um Hy-

dris-Verfahren, und zwar soll dieser
Gegenwart des zu hydrisierenden Stoffes durch Ein-
wirkung auf Eisen erzeugt werden. Wir sind zur
Überzeugung, dass die Patente für die I.G. ohne Interes-
se sind. Auch Unde hat ein Patent in dieser Richtung angemeldet.
Für die Bilag ist es, dass Unde beabsichtige, auch mit
der Bilag über diese Patente zu verhandeln.

Ich werde die Bilag-Angelegenheit selbstverständlich
und Ihnen gegebenenfalls berichten.
In den letzten Tagen las ich eine Notiz in der Berg-
zeitschrift, nach der sich Rheinania und D.A.F. an der Deurag
betätigen. Ich darf Sie vielleicht bitten, mir, wenn es
möglich ist, etwas Näheres darüber mitzuteilen.

Freundlichen Grüßen bin ich

Ihr sehr ergebener

gez: Krauch.

Rechts- und Wirtschafts-Verhandlung Nr. 94 vom 22. April 1932.

Verkauf der Standard Oil und Shell an der Deurag.

Hannover, 21. April (Drahtber.). Die von der Rhenania-
Erdölwerke Hannover und der Deutsch-Amerikanischen
Petroleum-Gesellschaft Hamburg, erworbenen Kuxe der Gewerkschaft
Erdölraffinerie (Deurag), Liesterg, sind den beiden
Gesellschaften von der Gewerkschaft Elwerath, an der bekanntlich
die Rhenania A.-G. beteiligt ist, und die über 2/3 der Kuxe
besitzen, abgetreten worden. Die Gewerkschaft Deutsche Erdölraffi-
nerie hat auch die Schaffung einer eigenen Organisation zum
Zweck, die von ihr erzeugt, hergestellt und in Zukunft herzu-
stellen Mineralölprodukte verpackt und Vertriebsverträge
mit den Mineralölgesellschaften G.m.b.H., Berlin, sowie auch mit den
anderen Mineralölgesellschaften abgeschlossen. Im Zusammen-
hang mit der Deurag sind zweckmäßig befunden worden, der Rhenania-
Erdölwerke Beteiligung (insgesamt etwa 1/3) an der Deurag einzu-
bringen, um durch diese Vertriebsfirmen, die durch bedeutende
eigene Refineriebetriebe Interesse an der deutschen Erd-
ölgewinnung haben, an dem wirtschaftlichen Ergebnis
teilhaben zu lassen. Die Rohöllieferungsverträge sowie die
Vertriebsinteressen der Gewerkschaft Elwerath und der
Gewerkschaft Elwerath (Insaussag) werden durch die Kapitalbe-
teiligung der beiden Vertriebsfirmen an der Deurag in keiner
Weise berührt.

Gen. Weber-Andrae

Grüneburgplatz
Frankfurt a.M. 17. März 1932.

Herrn

Direktor Dr. Holdermann

Ludwigshafen a. Rh.

Vorstellungen über Verfahren der Hiag auf dem Gebiet
der Kohlehydrierung.

Sehr geehrter Herr Dr. Holdermann!

Ihre fell. Zeilen vom 16. d. M. habe ich erhalten und habe
sich veranlasst, dass die Bedingungen, die die Hiag für ihren
Vertrag auf das Hydriergeliet stellt, in ihrer Bedeutung für
das Unternehmen geprüft werden.

Ich behalte mir vor, wenn dies geschehen ist, so rasch
als möglich auf die Angelegenheit zurückzukommen und zeichne in-

mit besten Grüßen

Gen. Weber-Andrae.

16.3.32.

16.3.32.

besprochene Tätigkeit der
in der letzten Bekämpfung unser
... hat zu einer Ausdrucksweise zwischen
... geführt, an der auch Herr
... teilgenommen haben.
... die Nachrichten, die wir
... erhielten. Wir
... die offizielle
... darauf in ein und
... auf andere

über Methanol, das z. Bt.
... wird, auf einen längeren
... über die Cjan-
... auf dem
... Wunsch auf
... getragen ist.
... auf der Hydrie-
... vermeiden, und wir fra-
... mit der Scheide-
... bietet sich
... Prüfung mit Herrn

INTERTABE LUNG
Gez. H. H. H. H.

Staatliche Gold- und Silber-Scheideanstalt
Verwaltungsrat

Direktor
Herr Dr. Busemann

Frankfurt a/M, 22. Febr. 1932.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen/Rhein

Sehr geehrter Herr Dr. Busemann,

Ich erhielt Ihren Brief vom 19. Februar und habe gegen Ihre
Anforderungen nichts einzuwenden. Ich wollte mit meinem Brief
von 18. Juni lediglich unsere Auffassung über die gegenseitigen
Verhältnisse klarlegen, aber durchaus keine neue Polemik
eröffnen, da ich mich ja um die Beseitigung der alten eifrigst
bemüht habe.

Hochachtungsvoll
Herr Dr. Busemann

Das Schreiben, das auch
Herr Dr. Busemann vorlag, befindet
sich bei mir.

...Aktiengesellschaft

...Herrn Dr. ... Buschmann

...Scheidungsanstalt

...Herrn Dr. ... (Linn)

...107.

Jur. Abt. ...

19. Februar 1932.

...Gesundheit unseres Herrn Dr. Gaus bestätigen wir in
...Anhang Ihres in ihn gerichteten Schreibens
...Notizen, die die Herrn Dr. Gaus im wesentlichen
...auf gleichen Tage mündlich zur Kenntnis gebracht
...Wir halten es nicht für wünschenswert, eine schriftliche
...zu knüpfen, möchten jedoch den Eindruck ver-
...nicht widersprochen und deren
...haben. Ihnen schon bei der
...die Sachlage nach unserer Ansicht im vor-
...andere ist, weil wir einen Patentschutz
...Fallen nicht der Fall war und dass
...Patentschutz hinwegsetzen, ihn sogar, soweit er

Mit vorzüglicher Hochachtung
F. S. FARBEN-INDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
v. Ingenieur- u. Ges. Holdermann

I.O. Patent-Abtlg. Lu.

Verkaufs-Abtlg. L
Frankfurt/M.

Abteilung:

Frl. Dr. Höring

0.

Ammoniaklaborat.
Stickstoffabtlg.

Abgeschickten an:
Herrn Dr. Pler
Dr. O. Müller

S-Sp. Ihre Nachr. v. 13.6.32. H-Mu.

den 17. 22. 1932.

Esien / Hydrierung kohlenstoffhaltiger Produkte.

Vir danken Ihnen für Ihre Notiz und teilen Ihnen mit, dass die
entsprechende Angelegenheit mit dem Hing-Vereinbar u.V. nichts zu tun hat.

Patent-Abtlg. Lu
Gen: Helderemann.

23. Feb. 1932 * 1 82

23. 86611

I.G. Frankfurt
Verkauf Chemikalien.

Bestell-Nr.

Frl. Dr. Höring

D'schlag Herrn Dr. Pier

Dr. G. Müller

Patent - Abteilung

Industriechemie a.H.

S/De.

13.2.32

Hies / Hydrierung kohlenstoffhaltiger Produkte.

In der "I.G. Information Nr. 24 vom 4.12.31" lesen wir folgende Notiz:

"Crescot-Hydrierungsplan der Imperial Chemical Industries Ltd. Nach einem Versuchsversuch (I.C.I.) will die Gesellschaft der Frage der Hydrierung des in grossen Mengen zur Verfügung stehenden Crescots steigende Beachtung schenken. Späterhin sei Verkauf von Niedertemperatur- und Mittelölen geplant."

Halten Sie es für denkbar, dass diese Pläne in Verbindung mit den Arbeiten der Hies-Verein auf dem Gebiet der Hydrierung stehen?

Verkauf Chemikalien
Abteilung B
ges. Indwige.

D.f. Ammoniaklabor Lu.
Stickstoff-Abt. Op.

1403.

16. Feb. 1932

15. Feb. 1932

1450

Frankfurt (Main) 2. Februar 1932
Postfach 107.

Frankfurt (Main) 2. Februar 1932
Postfach 107.

Herrn

Kommerzienrat Dr. W. Gaus
m. Br. I. G. Farbenindustrie A. G.
L u d w i g s h a f e n .

Sehr geehrter Herr Doktor!

Ich Ihnen heute Morgen über die Beziehungen I. G. /
Scheidanstalt mitgeteilt habe, hatte ich mir vorher notiert.

Ich Ihnen eine Abschrift der Notizen nur für Ihre Akten,
um eine schriftliche Diskussion daran zu knüpfen.

Mit vorzüglicher Hochachtung
gez. E. Busemann.

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Ich bin sehr unangenehm!

Betr. Hydrierung.

Die Iag beschäftigt sich seit mehreren Jahren mit der Hydrierung von Kohlenwasserstoffen bei hohen Drucken. Die Iag. nimmt an, dass die Iag sich jetzt einen gewissen Patentschutz zu sichern sucht, mit der Begründung, die Iag. respektiere ja auch die Arbeitsgebiete der Scheideanstalt und verlange das Umgekehrte.

Dazu ist folgendes zu bemerken:

Die I.G. arbeitete auf dem uralten Gebiet der Scheideanstalt, Cyanatrium, an den verschiedensten Stellen und kam zu schwachen mit einer laufenden Produktion heraus. Die Scheideanstalt machte für ein verhältnismässig recht hohes Quantum Platz.

Die I.G. arbeitete an verschiedenen Stellen an Wasserstoffperoxyd und hatte in Leverkusen eine laufende Produktion. Wir waren damals in scharfe Konkurrenz zu geraten, die I.G. zu sehr günstigen Bedingungen und ohne andere unserer hohen Vorbelastungen paritätisch in unser Wasserstoffperoxyd-Geschäft hineinzunehmen.

Die gleiche gilt von dem Gebiet der Schädlingsbekämpfung mit schweren Mitteln. Der I.G. war die Tätigkeit der Scheideanstalt schon damals genau bekannt, dass sie selbst auch an der Scheideanstalt-Organisation beteiligt war. Auch die Scheideanstalt, um den Konkurrenzkampf mit der I.G. aufnehmen.

Die Scheideanstalt hat auf Drängen der I.G. auf ihre salvarsanähnlichen Produkten verzichtet, nachdem die I.G. vorher Gelder dafür ausgegeben hatte. Eine Entschädigung hat die I.G. nicht, wohl aber zahlte die I.G. an Dr. Albert, der uns sein Patent gegeben hatte, Patent-Geld.

Die Scheideanstalt hat niemals sich in das Arbeitsgebiet der I.G. hineingedrängt. - Unsere Betätigung in Aktivkohle hat einen anderen Grund und eine andere Geschichte. - Die Scheideanstalt hat über 20 Jahre von der I.G. Ätznatron

als durch den Aufschlag in großen Mengen bezogen (von der F.A. von Griesheim) weil sie sich moralisch gebunden fühlen, in das Arbeitsgebiet von Griesheim nicht einzudringen. Es erscheint mir deshalb durchaus unbillig, dass die I.G. ohne jede geldliche oder sonstige Entschädigung das Herausbleiben der Klug aus der Hochdruckhydrierung verlangt. Zu beachten ist hierzu, dass nicht die Scheideanstalt, sondern die Klug sich auf dies Gebiet begeben hatte. Sie hatte es nicht aus reiner Rauflust getan, sondern weil sie es als eine Pflicht der Selbsterhaltung betrachtete, sich auf das neue Gebiet der Hochdrucksynthese zu begeben, nachdem die F.A. durch Fabrikation von Methanol, Essigsäure und Aceton usw. das alte Arbeitsgebiet der Holzverkohler empfindlich beengt hatte.

Zu beachten ist, dass allerdings die I.G. sich von dem Umlauf und der Weiterverarbeitung von metallischem Natrium fernhält. Doch ist dies Abkommen durchaus kein einseitiges, denn, umgekehrt, ist die Scheideanstalt verpflichtet, von Chlorgebiet fernzubleiben, und sie hat ausserdem die Verpflichtung übernommen, die I.G. mit Natrium zu Selbstkosten zu versorgen. Bei der Durchführung dieses Vertrages hat die Scheideanstalt einiges entgegenkommen bewiesen (siehe AUNA, Abnahme vom 1. April 1975, Natrium statt der vertraglich vorgeschriebenen Menge, siehe I.G.).

Dr. Busemann

den 27. Januar 1932.

Herrn

Generaldirektor Dr. E. B u s e m a n n
Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler,

F r a n k f u r t (Main 1)

Postfach 107.

Herr Herr Doktor!

Wie wir von Herrn Dr. Roka erfahren, hat sich Herr Dr. Bugge von
New York, 22. d. Mts. nach Amerika eingeschifft. Gelegentlich der hier
gekauften Besprechung teilte uns Herr Dr. Roka mit, dass Herr Dr.
Bugge Absicht habe, über das Hydrierverfahren der Holzverkohlung mit
uns zu sprechen, die in Amerika vorhanden seien, zu verhandeln. Allerdings
hat Herr Dr. Roka neuerdings gesagt, dass Dr. Bugge auch andere Angelegen-
heiten besprechen solle. Wir halten zwar mit Rücksicht auf die
Möglichkeit einer ernsthaften Verwertung des Haag-Verfahrens nicht für mög-
lich, dass durch naturgemäss durch derartige Verhandlungen immerhin
einige Schwierigkeiten entstehen. Wenn Herr Dr. Bugge wirklich
die Verhandlungen beginnen sollte, würde dies sicher mit Ihrem Willen,
die Beziehung im Sinne unserer freundschaftlichen Beziehungen zu
erhalten, zu vereinfachen sein. Vielleicht darf ich Sie bitten, die-
se Angelegenheit gelegentlich Ihrer bevorstehenden Rücksprache
mit Herrn Dr. Roka Ihre Aufmerksamkeit zu widmen.

Mit Bezug auf Ihr geschätztes Schreiben vom 23. d. Mts. vorge-
schlagen, dass die Besprechung in der ersten Februarwoche bin ich einverstanden.
Am 2., 3. oder 4. Februar 1932 und als Ort der Besprechung
Frankfurt a. M.

Mit vorzüglicher Hochachtung

gez. H. G a u s

Herrn Dr. Dr. v. Anierio m.
Herrn Dr. Brandel
Herrn Dr. H. H. H. H. (2fach)
Herrn Dr. C. Müller
Herrn Dr. Andres

Herr Dr. Busemann kommt am 2. II. 32, 8,49 Uhr an
und bestellt. Herr Dr. C. Müller verständigt.

Frankfurt a.M., den 27.1.32.

Notiz.

Besprechung mit Herrn Direktor Dr. Roka von der
Hiag Verein G.m.b.H. in Berlin am 22.1.32.

Verhandlung über niedrigsiedende Lösungsmittel.

Herrn Dr. Roka, den ich zufällig traf, erkundigte sich, warum eigentlich der Gedanke einer Verständigung in niedrigsiedenden Lösungsmitteln nicht weiter verfolgt worden sei. Auf meine Erwiderung, dies infolge der 4. Notverordnung nicht, welche Neubildung von Konventionen bis 1. Juli 1932 verbiete, meinte er, es genüge ja vorläufig ein Abkommen, wie es schon zwischen Hiag und Verein vor ihrer Fusion bestanden habe, in dem also nur die Mengen festgelegt seien, nicht aber die Preise. Für keine Firma sei eine Klärung in dieser Frage in absehbarer Zeit gescheitert, weil sie bei der Zusammenlegung der verschiedenen Fabriken von Hiag und Verein ein klares Programm haben müssten, ob sie sich auf Schwefelsäure oder mehr auf Lösungsmittel aufarbeiten wollten.

Verhandlung über Hydrierpatente.

Herrn Dr. Roka wünschte von mir zu wissen, was es mit den Hydrierpatenten und der Zumischung von grossen Mengen Methanol zu Treibstoffmonopolstreitigkeiten auf sich habe. Die Hiag habe bislang im Hydriergebiet ihr Genüge in dem Abkommen mit der I.G. gefunden, das grössere Mengen, als die I.G. mindestens herzustellen gezwungen sei, zu liefern. Wenn aber jetzt doch eine Vervielfachung der Produktion eintrete, so wolle die Hiag auch "mitessen", in dem sie dann ebenfalls eine Hochdruckanlage aufstellen werde.

Ich erwiderte, dass mich dies sehr erstaune, da ich der Meinung sei, dass eine solche Fabrikation gegen die I.G. aus Patentgründen nicht zu erwarten sei. Dr. Roka erwiderte, über die Methanolpatente habe eine Untersuchung stattgefunden, bei der er erklärt habe, dass die I.G. die völlige Freiheit zur synthetischen Herstellung von Methanol offenhalten, solange die I.G. ihrerseits nicht bereit sei, auf einen Methanolvertrag auf wesentlich längere Dauer als wie der jetzige nur 1 Jahr abzuschliessen.

Herrn Dr. Roka widerarrach sich Herr Dr. Roka offensichtlich, indem er sich bei vorerwähntem Bedarf von Methanol für Treibstoffzwecke mindestens mit uns konkurrieren will, während er auf der anderen Seite auf einen Patentkampf verzichten zu können, wenn nur der bestehende Methanolvertrag auf längere Frist geschlossen würde.

Auf meine Frage, wie die Besprechung über Hydrierpatente in der Verhandlung sei, erwiderte Dr. R., die I.G. habe sich nach seiner Auffassung überzeugen müssen, dass die Hiag auf diesem Gebiet "auch etwas" habe. Dies habe dazu geführt, dass die I.G. den Wunsch ausgesprochen habe, die Hiag möge auf dieses Gebiet verzichten. Die Hiag sei hierzu auch bereit, wenn man sie dafür entschädige, wozu aber anscheinend die I.G. bereit sei. So stehe die Angelegenheit augenblicklich.

Angeichts der schwebenden Verhandlungen hielt ich es für ratsam, die Bemerkungen des Herrn Dr. Roka festzuhalten, wenn sie auch nur einer flüchtigen Unterhaltung gemacht waren und sich teilweise wider-

Gen. Horstmann

Abschrift.

Deutsche Gold- und Silver-Scheideanstalt
vormals Roesler

Direktion
Dr. A. Busemann

Frankfurt(Main) 1.23.1.32.
Postfach 107.

Herrn

Kommerzienrat Dr. W. Gaus
m.Br. I.G. Farbenindustrie A.G.,

L u d w i g s h a f e n / R h e i n .

Sehr geehrter Herr Doktor!

Ich nehme an, dass Sie häufig nach Frankfurt a/M zu den
I.G.-Besprechungen kommen und möchte Ihnen anheimgeben, mich
zu verständigen, wenn die nächste Besprechung stattfindet, sodass
wir uns am besten vielleicht hier einmal aussprechen. Ich bin
aber auch gern bereit, nach dort zu kommen, zumal ich in Mannheim
und Worms öfter zu tun habe. Es wäre mir jedoch angenehm, wenn
die Besprechung noch um eine Woche verschoben werden könnte,
weil ich inzwischen noch Gelegenheit habe, mich mit den Herren
dort hier auszusprechen.

Mit vorzüglicher Hochachtung

gez. E. Busemann

Abschrift.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh.
Patent-Abteilung

I.G. Farbenindustrie Akt.-Ges.
Verkauf Chemikalien ,Abt. L,
Frankfurt a. M. 20.

Abt. L-HH/Bd 16.1.32 Patent abt. 22. Januar 1932. K/Sp.
Einsprüche der Hiag gegen unsere Methanolanmeldungen.

Eine Aussprache mit der Hiag über die gegenseitigen
Einsprüche hat vor kurzem stattgefunden, ohne dass hierbei irgend
welche bestimmten Abmachungen wegen einer Zurückziehung bereits
erhebener Einsprüche getroffen worden wären. Ob es hierzu evtl.
später noch kommen wird, können wir noch nicht sagen.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
gez. ppa. Schönberg ppa. Braun.

Herrn Dir. Dr. Gaus
" Dr. Giesen, Merseburg
" Dr. Schliephake.

19. Januar 1932.

Gold- und Silber-Schmelzeanstalt
von der Kaiserlichen
Haupt- und Metallabteilung,
Direktor Dr. E. Buschmann,

Berlin SW 19
Kurfürstenstr. 50.

Sehr geehrte Herren,
In dem freundlichen Schreiben vom 18. ds. Mts.
wurde ich sehr dankbar an den gelegent-
lichen Abmachungen festhalte, und gern
erwarte, wie wir auch auf dem Hydrier-
geschäftlich miteinander auskommen
sollte. Ich bitte die Sachlage, wie
ich sie verstehen. Ich sehr also gern den von
Ihnen weitergegebenen entgegen.

Respektvoller Nachsicht

Dr. E. Buschmann

Frankfurt (Main), 20.

16.1.1932.

Sehr geehrte Frau, und bit-
te, die Aufmerksamkeit
auf die Mutter und dabei über
die für die Mutter gesprochen
werden, wenn Sie uns vo

VEREINIGTE ORGANISATION
FÜR
FÜR

den 15. Januar 1932.

Frl. Dr. Höring

Direktor Dr. H. S. S. M. A. N. N.

Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt

F. R. A. N. K. F. A. R. T. (MAIN)

Herrn Dr. Höring!

Ich komme auf die vor einiger Zeit mit Ihnen gehabte Unter-
redung zurück, die sich vor allem auf die Tätigkeit der Hiag auf dem
Gebiet der Kohlenhydrierung bezog. Ich habe dabei erwähnt, daß wir mit
Ihnen auf die guten Beziehungen mit Ihnen, wie Ihnen auch bekannt
ist, davon Abstand genommen haben, unsere Cyanidverfahren zu verwerfen
und auf eine gleiche Rücksicht uns gegenüber auf dem Gebiet des
Kohlensäureverfahrens gerechnet haben. Die von Ihnen angeregte Aus-
sprache zwischen den Herren der Hiag und unseren technischen Herren
als Sachverständigen hat inzwischen stattgefunden. Nach dem Ver-
lauf dieser Aussprache scheint es jedoch nicht, daß seitens der Hiag ir-
gendeine Rücksichtnahme uns gegenüber in Frage kommt. Die Herren stellen
sich vielmehr auf dem Standpunkt, daß sie nicht nur mit ihrem eige-
nen Verfahren vorgehen, sondern zu diesem Zweck auch unseren Patentre-
chte auf diesem Gebiet auf das schärfste angreifen wollen. Daß das Vor-
gehen der Hiag gegenüber den unsrigen nichts wesentlich neues enthält,
was von ihrer Seite aus Standpunkt gewesen, wir haben ihn den Herren der
Hiag in der Aussprache auch zum Ausdruck gebracht, und die Versagung
des Patents der Hiag, die vor einigen Tagen in England er-
teilt wurde, unsere Auffassung durchaus bestätigt. Die Herren der Hiag
haben ihre Bereitwilligkeit erklärt, gegen eine Geldabrin-
gung von der Verwertung ihres Verfahrens Abstand zu nehmen. Ich glaube
nicht, daß dieser Gegenstand für uns gangbar ist, sodaß wir damit rech-
nen können, daß wir auf diesem Gebiet den Kampf mit der Hiag aufneh-
men können. Wir wollten nicht veräumen, Sie von diesem Stand-
punkt in Kenntnis zu setzen.

Mit vorzüglicher Hochachtung

D. an Patentabteilung
3 fach
Frl. Rex

gez. W. Gaus

Abschrift/E.

Fr. Dr. Höring

Deutsche Gold- und Silber-
Scheideanstalt
vormals Roessler
Zweig Niederlassung Berlin

Berlin SW 19, den 18. Januar 1932
Kursstraße 50

Bitte in Ihrer Antwort anzuführen:
Bank- und Metall-Abteilung
Dr. Bu/T

Herrn Dir. Dr. Gaus, I.G. Farbenindustrie
Ludwigshafen/Rhein.

Sehr geehrter Herr Doktor,

Ich bin seit über einer Woche von Frankfurt abwesend und bekam erst heute Ihren Brief vom 15. cr. Seinen Inhalt kann ich mir nicht recht erklären, weil die Unterredung, die wir miteinander hatten und die Unterredung, die dann zwischen den technischen Herren beider Stellen stattgefunden hat, mir keine genügende Erklärung für die Kampfansage bietet. Deshalb möchte ich wohl annehmen, daß inzwischen eine weitere Besprechung oder ein Briefwechsel stattgefunden hat, der mir noch nicht bekannt ist.

Wir haben in Ludwigshafen verabredet, daß die Herren, die an dem Verfahren beteiligt sind, sich einmal frisch-fröhlich in Ludwigshafen aussprechen sollten und daß dann noch einmal eine abschließende Besprechung stattfinden sollte, für die, wie ich selbst ausdrücklich heraus als Grundsatz gelten sollte, daß eine Verständigung à tout prix geschehen sollte. Wenn die bisherigen Vorgänge Sie veranlaßt haben, sich von diesem Plan abzuweichen, so kann ich das leider nicht ändern, was aber mit Rücksicht auf die schweren Zeitverhältnisse, die eigentlich mehr zum Frieden raten, jedenfalls nicht zum Abbruch jahrzehntelanger freundschaftlicher Beziehungen, bedauern.

Auf dem von Ihnen verschiedentlich erwähnten Gebiet der Cyanid-Salze hat ja die Scheideanstalt sich durchaus zum Kompromiß bereit erklärt, als die I.G. in dieses jahrzehnte alte Spezialgebiet der Scheideanstalt eindrang. Die Scheideanstalt und nicht die technisch ja wohl kaum zu schlagenden Schlempe verarbeitenden Werke hat damals der I.G. Platz gemacht für eine Menge, die angesichts des minimalen Konsums in unserem Erdteil als respektabel bezeichnet werden dürfte.

Ich hatte keinen Zweifel, daß wir auch auf dem Hydrierungsgebiet uns in vernünftiger Weise vertragen können, und möchte Ihnen doch vorschlagen, daß wir an den anläßlich meines Besuches in Ludwigshafen getroffenen Abmachungen festhalten. Ich werde mir erlauben, im Laufe dieser Woche nach Rückkehr von Frankfurt auf die Sache noch einmal zurückzukommen.

Mit vorzüglicher Hochachtung

gez. E. Busemann

Herrn Dr. R. K. Müller

Besprechung mit der Hiag am 17. Dezember 1931.

Anwesend die Herren :

Hiag: Dr. K. Roka
Dr. G. Bugge
Dr. O. Fuchs,

I.G.: Dir. Dr. Holdermann
Dr. Pier
Dr. Schliephake
Dr. Simon
Dr. R. K. Müller
Dr. Hubbuch.

Es wurde zunächst über die Patentbekämpfung im allge-
meinen gesprochen, wobei die Herren von der Hiag betonten, dass
sie in all' den Fällen, in denen sie Einspruch erhoben hätten,
ihre Interessen direkt berührt fühlten. Sie sind aber bereit - wie
auch wir -, in geeigneten Fällen vor oder nach Einspruchserhebung
sich schriftlich mit uns in Verbindung zu setzen. Speziell auf
dem Methanol- und Kohlehydrierungsgebiet habe die Hiag erhebliche
Interessen, auf ersterem, weil der kaufmännische Vertrag über Me-
thanol nur jährweise läuft, die Patente aber länger dauern würden.
Sie sagten, auf dem Kohlehydrierungsgebiet könnten sie natürlich
nicht lediglich uns zu Gefallen sich völlig desinteressieren. Sie
hätten im Gegenteil die Absicht, das Verfahren sowohl selbst wie
auch durch Lizenzen zu verwerten. Als Ergebnis einer längeren Aus-
sprache über die technische und patentrechtliche Seite ist fest-
zustellen, dass der sogenannte Varga-Effekt, d.h. die Erhöhung

29. Dez 1931

der Katalysator-Wirkung durch Zusatz von Schwefel oder Schwefelwasserstoff in einigen Fällen, nämlich bei Wolfram, Molybdän, Eisen, Nickel und Kobalt, in der Tat eintritt. Wir betonten demgegenüber, dass diese Arbeitsweise bestenfalls eine Ausführung unserer Patente sei, die sich einerseits auf Molybdän und Wolfram, andererseits auf Sulfide bezögen. Die Herren der Hiag stritten dies nicht ab, sind jedoch auf dem Standpunkt, dass unsere Patente noch nicht erteilt seien bzw. ihre Gültigkeit noch nicht gerichtlich anerkannt sei. Sie überreichten eine gedruckte Zusammenstellung von vorgängigen Patenten, die uns sämtlich schon aus den Einsprüchen der Hiag bekannt sind. Ein Teil dieser Patente betrifft die reine Hydrierung. Unsere Patente und unsere Definition der destruktiven Hydrierung sind allerdings so weit gefasst, dass sie nicht nur die spaltende Hydrierung, sondern auch die reine Hydrierung umfassen. Ausserdem wurde behauptet, unsere Patente für Sulfide seien deshalb gefährdet, weil Bergius schon Luxmasse verwendet habe, die beim Gebrauch mindestens zum Teil Sulfide bilde.

Insbesondere behauptete Herr Dr. Roka, dass die Angelegenheit, wenn wir eine Einigung suchten, eilig sei, weil sie einen Interessenten hätten, der die Patente in Amerika kaufen wollte. Er glaube zwar nicht, dass dieser dort danach arbeiten wolle, sondern er brauche sie vermutlich zu anderen Zwecken. Herr Dr. Roka wolle am 15. Januar 1932 nach drüben fahren. Auf unseren Einwand, dass er auch drüben auf unsere Patente stossen müsse, bemerkte er, dass die Patentlage von amerikanischen Sachverständigen genau geprüft und für nicht hinderlich befunden worden sei. Er könne verstehen, dass uns ihre Arbeiten auf diesem Gebiet un-

bequem seien, und es sei möglich, dass sie sich an dem Gebiet des-
interessieren, wenn wir entsprechende Opfer zu bringen bereit sei-
en. Über die Höhe eines etwaigen Opfers wurde beiderseits nicht
gesprochen und wir liessen überhaupt offen, ob wir zu solchen be-
reit seien oder den Kampf vorziehen würden. Wir mussten hierbei
auch unsere Freunde in Amerika befragen. Wir bemerkten übrigens,
dass wir in Deutschland auf alle Fälle Vorbenutzungsrecht hätten.

Wir müssen uns also wohl entscheiden, ob wir nach einem
Weg suchen wollen, die Hiag von einem Vorgehen in Amerika und an-
deren Ländern abzuhalten, oder ob wir es darauf ankommen lassen
wollen, dass sie Interessenten sucht und dass wir diese dann von
einer Verwirklichung des Verfahrens abhalten müssen.

Zu unseren Patenten selbst ist zu sagen, dass sie in
Deutschland und Amerika noch nicht erteilt sind, und dass in bei-
den Ländern eine grosse Menge Literatur entgegensteht, die zum
Teil unserem Erfindungsgegenstand nahekommt, namentlich mit Rück-
sicht darauf, dass wir den Umfang unserer Patente so ausserordent-
lich weit gefasst haben. Wir glauben jedoch trotzdem, dass es mög-
lich sein würde, zum mindesten diejenigen Ausführungsformen, wel-
che für ein praktisches Arbeiten in Betracht kommen (z.B. Schwer-
metallsulfide statt gebundenem Schwefel überhaupt), im Ernstfalle
halten zu können, und dass ausserdem so viele weitere Patente für
die Verwendung von Chromstahl und dergl. bestehen, dass selbst
bei einer völligen oder teilweisen Ungültigkeit einiger Patente
immer noch so viel übrigbleibt, dass ein anderer ohne Verletzung
nicht arbeiten kann.

gez. Holdermann.

Die Aktien-Gesellschaft Ludwigshafen/Rh
Patent-Abteilung.
H-Mü

Sprechung mit der Hiag am 17. Dezember 1931.

Anwesend: die Herren

Hiag: Dr. K. Roka
Dr. G. Bugge
Dr. O. Fuchs,

I. G.: Dir. Dr. Holdermann
Dr. J. J. Schliephake
Dr. Simon,
Dr. A. K. Müller
Dr. Hubluch.

Es wurde zunächst über die Patentbekämpfung im allgemeinen gesprochen, wobei die Herren der Hiag bemerkten, dass sie in all' den Fällen, in denen sie eine Erhebung hatten, ihre Interessen direkt wahrnehmen. Sie sind aber bereit - wie auch wir -, in geeigneten Fällen nach Einspruchshebung sich schriftlich mit uns in Verbindung zu setzen. Speziell auf dem Methanol- und Kohlehydrierungsgebiet hat die Hiag erhebliche Interessen, auf ersterem, weil der Vertrag über Methanol nur jährweise läuft, die Patente aber länger dauern würden. Sie sagten, auf dem Kohlehydrierungsgebiet sei es natürlich nicht lediglich uns zu Gefallen sich völlig zurückziehen. Sie hatten im Gegenteil die Absicht, das Verfahren selbst wie auch durch Lizenzen zu verwerten. Als Ergebnis der Aussprache über die technische und patentrechtliche Lage wurde festgestellt, dass der sogenannte Varga-Effekt, d.h. die katalytische Wirkung durch Zusatz von Schwefel oder Selen, in einigen Fällen, nämlich bei Wolfram, Molybdän,

Nickel und Kobalt, in der Tat eintritt. Wir betonten demgegenüber, dass diese Arbeitsweise best. enfalls eine Ausführung unserer Patente sei, die sich einerseits auf Molybdän und Wolfram, andererseits auf Sulfide bezögen. Die Herren der Hiag stritten dies nicht ab, sind jedoch auf dem Standpunkt, dass unsere Patente noch nicht erteilt seien bzw. ihre Gültigkeit noch nicht gerichtlich anerkannt sei. Sie überreichten eine gedruckte Zusammenstellung von vorliegenden Patenten, die uns sämtlich schon aus den Einsprüchen der Hiag bekannt sind. Ein Teil dieser Patente betrifft die reine Hydrierung. Unsere Patente und unsere Definition der destruktiven Hydrierung sind alle rdings so weit gefasst, dass sie nicht nur die staltende Hydrierung, sondern auch die reine Hydrierung umfassen. Es wurde behauptet, unsere Patente für Sulfide seien deshalb ~~gültig~~ ~~gültig~~, weil Berzilius schon Luxmasse verwendet habe, die beim ~~Verfahren~~ ~~Verfahren~~ mindestens zum Teil Sulfide bilde.

Insbesondere behauptete Herr Dr. Roka, dass die Angelegenheit, wenn wir eine Lösung suchten, eilig sei, weil sie einen Interessenten hätten, der die Patente in Amerika kaufen wolle. Ich glaubte klar nicht, dass dieser dort danach arbeiten wolle, sondern dass er sie vermutlich zu anderen Zwecken, Herr Dr. Bugge, im Januar 1932 nach drüben fahren. Auf unseren Einwand, dass er auf unsere Patente stossen müsse, bemerkte er, dass die Patente von amerikanischen Sachverständigen genau geprüft und nicht hinderlich befunden worden sei. Er könne nicht sagen, dass uns ihre Arbeiten auf diesem Gebiete unbequem

...wichtig, dass sie sich an dem Gebiet desinter-
sieren, wenn wir entsprechende Opfer zu bringen bereit seien.

...einmaligen Opfers wurde beiderseits nicht gespro-
chen, ob wir überhaupt offen, ob wir zu solchen bereit seien
...wurden. Wir müssten hierbei auch unsere
...beitragen. Wir bemerkten übrigens, dass wir in
...auf die Fälle Vorbenutzungsrecht hätten.

...also wohl entscheiden, ob wir nach einem Weg
...von einem Vorgehen in Amerika und anderen
...w, oder ob wir es darauf ankommen lassen wollen;
...nicht und dass wir diese dann von einer Ver-
...abhalten müssen.

...ist zu sagen, dass sie in Deutsch-
...nicht erteilt sind, und dass in beiden Ländern
...entsteht, die zum Teil unserem Er-
...beinhaltet, namentlich mit Rücksicht darauf, dass
...ausserordentlich weit gefasst haben.

...dass es möglich sein würde, zum mindesten
...für ein praktisches Arbeiten

...statt gebundenen Schwe-
...und dass ausserdem
...für die Verwendung von Chromstahl und dgl.

...völligen oder teilweisen Ungültigkeit
...so viel übrigbleibt, dass ein anderer
...arbeiten kann.

Gen. Hoffmann

Vorarbeiten

Dch.v. Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

Alkohol

3619 Gasreakt.

3457

4227 Hydrierung

4162 Lösungen

4085

4605 Paraffin

4172

3511

5221 Lösungen

4787

3986 Org. Verb.

4068 Destill.

3636

3104

3105

3501

3632

4707

3956

3032

5381

3896

6324

6218

3609

6345

3267

5103

6301

6129

3074

3548

3550

3307

Die rot durchgestrichenen
Anmeldungen sind bereits erledigt.

A t t e n t i o n

16. Dezember 1931
Dr. Schl./Sch.

1. Vorgehen bei der Druckhydrierungsverfahren.

Das Verfahren wird durch Zeitungsnachrichten, dass
Dr. Varga ein Verfahren zur Druckhydrierung
ausgearbeitet habe, und dass er gemeinsam mit
Varga in Konstanz im Versuchsbetrieb durchführe.
Das Vorgehen des Varga-Verfahrens (soweit es uns bekannt
ist) haben wir in unserem Memo vom 31.1.30

mitgeteilt. Sowohl der Hap, wie auch Varga mitgeteilt,
dass die Richtung einer Anlage zur Hydrierung
in Konstanz erhalten hätten, und dass
301 231 und 300 893 (Bergius) ver-
worfen zu verstoßen. Am 13. bezw.

an Varga, die Vermutung, sie betrieben
eine Anlage zur Hydrierung kohlenstoffhaltiger Materia-
lien. Diese Schreiben wurden von
Varga auf unsere weitgehenden
Aufmerksamkeit aufmerksam gemacht.

Die Abteilung I wurde gebeten, sie solle versuchen,
nähers zu erfahren. Dies war erst
nach der Besprechung zwischen Dir. Weber-Andeae
(28.11.30), die eine durch die Über-
sicht der Reichsanstalt notwendig gewordene Rege-
lung zu diesen Firmen zum Gegenstand hatte.

./.

... Herr Dir. Buschmann: "Gewisse
... vielleicht auf dem Gebiet der Hydrierung
... angesichts der angenehmen Beziehungen
... zu einer für beide Teile befriedigenden
..."

... kam dann erst wieder gelegentlich einer
... Dir. Dr. Fischer (Scheidanstalt), Dir. Dr. Roka
... Horstmann und Ludwigs zur Sprache. Die
... auf eine Unterredung zwischen den
... Bosch und Geh. Rat Schmitz hin. Nach
... haben diese annehmen müssen, die I.G.
... auf dem Hydrierungsgebiet nicht
... dass die Hiag nicht be-
... sondern an Andere Lizenzen zu
... für die Herstellung des kriegsnot-

... haben wir Hiag und Varga
... unsere Verwarnung auch
... Arten der Verfahrens-

... Dir. Buschmann, bezugnehmend auf die letzt-
... Dr. Gaus und schlug eine münd-
... erklärte sich mit Schreiben vom
... eine erste Besprechung zwischen
... Dir. Dr. Gaus und Dir. Dr. Holdermann sowie
... statt. Man kam zu dem Resultat,
... der Hiag mit denen der I.G.

Der hiermit eingereichte, ausgearbeitete Druckhydrierungs-
verfahren ist offenbar im wesentlichen um die in den
vorliegenden Patentebene Arbeitsweise, und die in den An-
forderungen des Patent und der hier beanspruchten Verfahren
— liegenden Fall ausser Acht gelassen werden. Das
Verfahren betrifft die Druckhydrierung kohlehaltiger
— insbesondere Braunkohlenteer bzw. einzelner Fraktio-
nen, wie die Druckhydrierung von Naphthalin. Als Kontakt-
— mittel kann ein Katalysator verwendet werden und ausser-
— dem der Kohlenstoffgehalt des Hydrierergases auf eine
— bestimmte Menge begrenzt werden.

In der Patentsituation ist darauf hinzuweisen, dass
die hier eingereichte Patentsituation das in unserem Memo vom
— 19. 12. 1934 veröffentlichten auch jetzt noch zutrifft. U. z.

— durch unsere O. Z. 3067, 3073, 3120,
— vorangeschritten, zum mindesten sind

— von Toluol durch Druckhydrierung ist in
— in der austral. Patent 1217/26, Bei-
— dem Naphthalin kann nach Ansicht der Patent-
— wie in den meisten unserer Pa-
— werden.

— Vargass gegen uns, sowie die Einsprüche gegen
— und Patente Vargas schweben noch.

— alle
— der Druckhydrierung.

— Schliephake.

690

Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Abteilung Lu.

Heute zur Post: 28.11.31.

Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Abteilung L 4
Frankfurt am Main.

Patentabteilung 28. Nov. 1931 Sch/W.
Betreff: gegen unsere Methanolanmeldungen.

Ich nehme Bezug auf die gestrige telefonische Unterredung mit Herrn Haase und dem Rechtsunterzeichneten und teile Ihnen mit, dass die HIAG in nicht weniger als 9 Fällen gegen Patente der I.G. auf dem Methanolgebiet Einsprüche erhoben hat. Diese Einsprüche sind auch nicht als sonderlich schwerwiegend zu bezeichnen, so wäre es uns immerhin doch ganz angenehm, wenn sich die Klärung der Einsprüche ohne eine besondere Kompensation erreichen lässt.

Ich möchte nicht verfehlen, Sie davon in Kenntnis zu setzen, dass die HIAG in den letzten Jahren nicht weniger als 70 Einsprüche erhoben hat) bereits seit längerem im Zustand von Erörterungen ist, und Herrn Direktor Busse diese Angelegenheit mit der Scheideanstalt besprechen ließ. Er hat aber schon hier eine Aussprache zwischen Herrn Direktor Dr. Haas, Herrn Direktor Busemann und Herrn Direktor Dr. Busch getroffen, bei der wir Herrn Busemann von den zahlreichen Einsprüchen unterrichten und anregen, eine allgemeine Einspruchswelle in dieser Hinsicht eintreten zu lassen, zumal sich unter den Einsprüchen befinden, die für die HIAG kaum ein praktisches Interesse haben. Herr Direktor Busemann war natürlich im einzelnen nicht einverstanden, sagte aber zu, sich zu informieren und auf die Angelegenheit zurückzukommen. Diese allgemeine Aktion hat an sich mit der vorliegenden nichts zu tun, und es steht nichts entgegen, dass die Einsprüche auf dem Methanolgebiet, wo wir ja mit der Scheideanstalt ein Abkommen haben, gesondert behandelt werden. Es steht auch nichts entgegen, dass Sie, wenn die Angelegenheit zur Sprache kommt, betonen, dass die HIAG überhaupt etwas sehr reichlich gegen Patente Einsprüche erhoben habe, und dass wir Herrn Direktor Busemann kürzlich auf diese Streitigkeiten aufmerksam gemacht hätten, mit dem Ziel, wo eine erhebliche Einschränkung zu erreichen.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
Gez. Holdermann ppa. Schönberg

Projekte-Büro

Dr. Dr. Höring

Oppau, den 26. November 1931. Dr. A/Sch.

Bericht über eine Besprechung wegen des Vorgehens der I.G. auf dem Kohlehydrierungsgebiet mit Herrn Direktor Buschmann (Gold- und Silberacheideanstalt, Kiang, Verein f. Chem. Industrie).

Von der I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft: Herr Dir. Dr. Gaus
Herr Dir. Dr. Holdermann
Herr Dr. Ambros.

Die Besprechung fand in Ludwigshafen, Bau 1, am 26. Nov. 1931 statt.

Herr Dir. Dr. Gaus berichtet einleitend, die I.G. habe anfangs 1930 sowohl durch Patentanmeldungen als auch durch Pressenotizen erfahren, daß die Kiang auf dem Gebiet der Hydrierung kohlenstoffhaltiger Materialien tätig sei. Die experimentellen Arbeiten, die in Konstanz durchgeführt wurden, sollen sich an Untersuchungen von Herrn Professor Varga, Budapest, anlehnen. Die I.G. habe daraufhin sowohl die Kiang als auch Herrn Prof. Varga auf die Verletzung ihres Patentbesitzes aufmerksam gemacht. Im Juni des Jahres erfuhr unsere Herren Vorstmann und Ludwig anlässlich einer Methanolbesprechung mit den Herren Dr. Fischer und Dr. Rohn, daß die Kiang ihre experimentellen Arbeiten über Kohlehydrierung fortsetze. Die Herren der Kiang betonten, daß darüber Herr Buschmann auch mit Herrn Geheimrat Bosch, Herrn Geheimrat Schmitz und Herrn Weber-Andreas gesprochen und dabei den Eindruck gewonnen hätte, daß die I.G. an diesen Arbeiten der Kiang kein Interesse habe. Darauf erfolgte ein Briefwechsel zwischen Dir. Gaus und Dir. Dr. Holdermann, worin die Kiang ein Interview und eine Erklärung verlangt, woraufhin die Kiang ihre experimentellen Arbeiten zu respektieren versprachen. Darauf erfolgte ein Schreiben des Herrn Dir. Gaus an die Kiang, worin die ganze Angelegenheit durch

Herrn Dr. Ambrosius berichtet zu dieser historischen Darstellung, daß er sich ebenfalls mit Herrn Geheimrat Bosch und Geheimrat Schmitz über die Kohlehydrierungsarbeiten der Kiang gesprochen habe, aber nicht in der Lage war, diese Gespräche so auszulegen, daß die Kiang dadurch als nicht bekannt gelte, in der Entwicklung ihrer Kohle -

Hydrierungsarbeiten frei vorzugehen. Er habe es vielmehr gerade im Hinblick auf diesen speziellen Reibungspunkt zwischen der Hiag und der I.G. gewünscht, wenn diese Frage der Hydrierungsarbeiten durch eine gemeinsame Übernahme des "Vereins für Chem. Industrie" (dürfte wohl Hiag sein) durch Scheideanstalt und I.G. leichter bereinigt werden kann.

Herr Dir. Dr. Gaus präzisierte unsere Stellungnahme zu dieser Angelegenheit, indem er betonte, daß das ganze Hydrierungsgebiet eine Domäne der I.G. darstelle. Die I.G. hat durch ihre verschiedenen langjährigen Arbeiten, für die sie sehr große Opfer gebracht habe, reiche Erfahrungen über Hydrierungsreaktionen gesammelt und diese in einem großen Patentschatz niedergelegt. Es dürfte deshalb heute schwierig sein, von der I.G. unabhängige Verfahren zu entwickeln. Aus diesem Grunde glaubt die I.G., daß es für befreundete Firmen, die auf dem Hydriergebiet vorgehen wollen, zweckmäßig sein dürfte, sich vorher mit der I.G. in Verbindung zu setzen. Herr Dir. Dr. Gaus weist auf die Parallele, welche zwischen I.G. und Scheideanstalt auf dem Cyanidgebiet herrscht, hin. Die I.G. hat frühzeitig mit der Scheideanstalt (Herrn Direktor Busseman) unsere neuen Fortschritte auf dem Cyanidgebiet besprochen und jederzeit die freundschaftlichen Beziehungen zwischen I.G. und Scheideanstalt und die großen Interessen der letzteren bei Erwägungen, unsere Cyanidfabrikation zu erweitern, berücksichtigt.

Herr Dir. Dr. Gaus erklärt, daß im Falle die Hiag auf dem Hydrierungsgebiet vorgehen würde, die I.G. scharfsten Widerstand leisten würde. Herr Dr. Holdermann bemerkte bei dieser Gelegenheit, daß seit einiger Zeit eine auffallend starke Zunahme von I.G.-Patenten durchgeführt und unseren Anmeldungen in verschiedenen Gebieten mit schloßen Einsprüchen begegnet. Diese Schutzkampfs-Taktik erstreckt sich auch auf Gebiete, die nach unserer Ansicht sicherlich ausserhalb des Interessens der Hiag liegen. Wenn auch solche Einspruchverfahren in den meisten Fällen keinen absoluten Erfolg haben, so leiden doch die Patente leicht nicht allein durch Verzögerung, sondern auch durch formelle Einschränkung. Ausserordentlich gross anfruchtbare Arbeit.

Herr Busseman weist zu diesen Ausführungen im folgenden

er setzt voraus, daß es selbstverständlich ist, daß die

Scheideanstalt sowohl als die in ihr aufgenommenen Firmen, Hiag und "Verein für Chemische Industrie" größtes Interesse daran haben, den bisherigen freundschaftlichen Ton in den gegenseitigen Beziehungen zu erhalten. Gerade deshalb bemühe er sich auch persönlich, die Unklarheit auf dem Kohlehydrierungsgebiet auszugleichen.

Die Hiag selbst stehe auf dem Standpunkt, daß auf dem Kohlehydrierungsgebiet der Patentschutz sowohl von Bergius als auch von der I.G. nicht so vollständig ist, daß ein Vorgehen der Hiag patentrechtlich keinen Erfolg haben kann. Dies trifft besonders zu für die Auslandsanmeldungen auf dem Kohlehydrierungsgebiet. Auch glaube er, daß die Bergius-Patente schon 1933 erloschen. Die Hiag hat durch Herrn Dr. Soka, der selbst Ungar ist, die Beziehungen zu Herrn Prof. Vergo aufgenommen und nach seiner Meinung erfolgreiche Arbeiten auf dem Gebiet der Hydrierung von Teer, Ölen usw. durchgeführt. Er schwebt der Hiag vor, ein Hydrierungsverfahren auszuprobieren, das überall dort, wo Teere, dicke Öle, Leber, wenn auch in kleinen Mengen abfallen, zu Benzin hydriert werden können. Bis heute sind noch keine technischen Anlagen eingerichtet worden, aber immerhin lassen die Vorarbeiten bei der Hiag die Möglichkeit erscheinen, auf diesem Gebiete vorzugehen.

Herr Basemann betont, daß er den Eindruck habe, daß bei der Hiag sehr wertvolle Versuchsarbeit geleistet wurde, und daß er es auch wirtschaftlich für möglich halte, daß sich dieser Gedanke der Einrichtung kleiner Hydrierungsanlagen zur Veredelung von Abfallteeren, Ölen usw. durchsetze.

Gleichzeitig vertritt Herr Basemann die Idee, daß ein chemisches Unternehmen, wenn es auch wie die Scheideanstalt nur von mittlerer Größe ist, heute im Hinblick auf die Zukunftsentwicklung geradezu verpflichtet sei, auch die Hochdruckmethodik in ihrem Versuchswesen anzuwenden und zu forcieren. Er wirft dabei auch die Frage auf, ob es z.B. für die Scheideanstalt 1918 nicht zweckmäßiger gewesen wäre, so wie Hüssler und Hasselcher in Amerika und viele andere eine eigene kleine Ammoniakfabrik für die Uronid-Fabrikation zu errichten, da bei den vielen Konkurrenzfabriken die Zurückhaltung der Scheideanstalt nun doch nichts genützt habe.

Die Besprechung kam zu dem Resultat, daß es zweckmäßig sei, in Balde eine solche Sache der Techniker der Hiag mit denen der I.G. festzusetzen. Durch diese Fühlungnahme würde eine Krite

1. Der Vertrag von hier (Herr Dr. Worm und ein Mitarbeiter)
beinhaltet in den Abschnitten 1-3 mit dem Unterzeichneten tatf.
über die Verträge in die Rechtsprechung in Ludwigshafen festlegen.

Herr Geh. Rat Schmitz
 Direktor
 V. Antonien
 Heber-Andreas
 H. L. Hermann
 Horstmann
 H. Müller
 Herr
 Projektschreiber (Hr. Andros)

Given 12 Pier

Sie werden gebeten, an der
Besprechung mit den Herren der Haag
teilzunehmen

ger. S. Ambros

Frankfurt(Main) 1.24.11.31
Postfach 107.

Kommerzienrat Dr. Wilhelm Gaus
F. Br. I. G. Farbenindustrie A. G.

Ludwigshafen / Rhein

Sehr geehrter Herr Kommerzienrat:
Infolge der telefonischen Abprache wegen meines
Aufenthaltes, den ich Sie das letztmal besuchte, war Ihr
Büro in Ludwigshafen, dass Sie jetzt in Ludwigshafen tagen. Sollte
Sie es erlauben, so haben Sie vielleicht die Freundlichkeit,
mich persönlich zu empfangen. Im Ludwigshafener Büro werde
ich mich vorstellen.

Mit verbindlichem Gruss

Ihr sehr ergebener

gez. E. Busemann

Stückloftdirektion

19. November 1930/K.

Herrn

Direktor H a e f l i g e r ,

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Frankfurt a.M.
Grüneburgplatz.

Hydrierung von Kohlenwasserstoffen.

Dr. C. M.

Sehr geehrter Herr Haefliger,

in Beantwortung des von Ihrer Verkaufsabteilung im Auftrag von Herrn Weber-Andreas an Herrn Krauch gerichteten Schreibens vom 11.11.30. teilen wir Ihnen mit, dass mit Rücksicht auf die Hydrierung kein Interesse an einem Erwerb der Hälfte der Hiag-Aktien besteht.

Herr Krauch hat vor seiner Abreise nach Amerika von Ihrem Schreiben noch Kenntnis erhalten und ist der gleichen Ansicht.

Wir begrüßen Sie

mit vorzüglicher Hochachtung

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESellschaft

gez. Gaus

gez. ppa. C. Müller

Dr. C. M. an Hr.

Dr. C. M.
Dr. C. M.
Dr. C. M. Schmitz
Dr. C. M. Schmitz
Dr. C. M. Schmitz

den 13. November 1931.

Generaldirektor Dr. L. Busemann
Gold- und Silber-Scheidanstalt,

Frankfurt (Main)

Herr Generaldirektor!

Ihr geschätzter Brief an mich vom 23. September d.J. ist
wegen verschiedener dringender Abhaltungen bis jetzt
noch nicht abgehandelt.

Im wesentlichen geht es um den Punkt Ihrer Herren, dass die Arbeiten der Hia auf
der Herstellung von kohlenstoffhaltigen Produkten die
unsere Patente nicht verletzen, - was doch h. wohl so aufzufassen
ist, dass diese Arbeiten wohl nur im Versuchsstadium befindlichen Arbeit-
en der Hia sind. Ihre Herren unsere Patente auch dann nicht ver-
letzen, wenn die Ausführung in grossem Masse oder durch
andere Firmen verwertet werden -, wird von unseren Herren durch-
aus nicht in Frage gestellt. Wir werden daher einer derartigen Verwertung
keine Schwierigkeiten machen können. Ihr Vorschlag, dass wir
über diese Angelegenheit offen aussprechen, scheint mir
sehr richtig zu sein.

Mit vorzüglicher Hochachtung
gez. W. Gaus.

1-Abschrift I.

I.G. Farbenindustrie A.G.
Verkaufsgem. Chemikalien
Dir.-Abt.

Frankfurt a.M., den 12.11.1930.

Streng Vertraulich!

Herrn

Direktor Dr. C. K r a u c h ,
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,

Ludwigshafen a.Rh.

Sehr geehrter Herr Dr. Krauch,

Betreff: Hydrierung von Kohlenwasserstoffen.

Zu dem Schreiben der Verkaufsabteilung I vom heutigen Tage an die Absatzabteilung Ludwigshafen, betreffend Hydrierung von Kohlenwasserstoffen, bittet uns Herr Weber-Andreas, Sie darauf aufmerksam zu machen, dass heute noch für die I.G. die Möglichkeit besteht, die Hälfte der Hiag-Aktien zu Originalbedingungen von der Gesellschaft zu kaufen. Da diese Frage noch offen steht, wäre Herrn Weber-Andreas dankbar, wenn Sie sich dazu vom Standpunkt der Hydrierung äußern würden.

Wir bitten Sie, Ihre Antwort an den Stellvertreter von Herrn Weber-Andreas, Herrn Haefliger, zu adressieren, da Herr Weber-Andreas sich derzeit auf einer Reise nach U.S.A. befindet.

Hochachtungsvoll

Verkaufsgemeinschaft Chemikalien

gez. Unterschrift

gez. Weiss

Dr. C. Krauch
Dr. H. Schmitz
Dr. von Niemann
Technikbüro

Anschrift

Ming. 14.11.30.

F. A. Frankfurt Verkaufsabteilung L.

Patentabteilung

Laufgeschäften zu Rh.

Ihre Zeich.
Nr./Dt.

Ihre Nachr.v.
17.10.30

Uns. Zeich.
Ber.Nr.Bs/Ft

den 12. November 1930.

Herr: Hiag, Hydrierung kohlenstoffhaltiger Produkt e.

Wir kommen heute auf Ihr Schreiben vom 17.X. zurück und teilen Ihnen mit, dass sich bis jetzt keine passende Gelegenheit geboten hat, den Herren der Hiag gegenüber diese delikate Frage zu befragen. Es dürfte Ihnen bekannt geworden sein, dass die Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt die Hiag im Juli ds.Js. übernommen hat. Diese Tatsache hat Herrn Direktor Weber-Andreae Veranlassung gegeben, mit Herrn Dr. Busemann von der Scheideanstalt zu sprechen und darauf hinzuwirken, dass die I.G. zu der Hiag in sehr ausgedehnten Beziehungen steht, mit ihm zahlreiche wichtige Abmachungen insbesondere auf dem Gebiete der Essigsäure, des Acetons, des Methanols, des Formaldehyds usw. hat und deshalb ein grosses Interesse daran hat, zu erfahren, ob auch der Übergang der Hiag auf die Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt in dem bisherigen Verhältnis zu der Hiag Änderungen zu erwarten sind bzw. eintreten können.

Die Antwort des Herrn Direktor Dr. Busemann ging dahin, dass das Verhältnis der I.G. durch die vertragliche Abmachung geregelt sei und dass es in keiner Weise in der Absicht der Deutschen Gold- und Silber-Scheideanstalt liegt, hierin eine Änderung eintreten zu lassen. Diese Schwierigkeiten könnte es vielleicht auf dem Gebiete der Hydrierung geben, aber auch da hoffe er angesichts der angenehmen Beziehungen auf den anderen Gebieten zu einer für beide Teile befriedigenden Lösung zu kommen.

Daraus kann also geschlossen werden, dass bei der Hiag tatsächlich Arbeiten über die Hydrierung von Kohlenwasserstoffen im Gange sind, die aus dem Stadium der reinen Laboratoriumsarbeiten

Verkaufsabteilung L

gez. Unterschrift

7000

Frankfurter Aktiengesellschaft Frankfurt am Main
Verwaltungsbüro

Herrn Dr. Heidermann,
Frankfurt am Main.

Frankfurt am Main, den 10.11.31

Herrn Dr. Heidermann,
Frankfurt am Main. Ich danke Ihnen für Ihr Schreiben vom
10.11.31 und Ihre gütige Anregung, eine Aussprache mit
Herrn Dr. Heidermann betreffend,
Herrn Dr. Heidermann. Da er verreisen musste, hat er noch
Herrn Dr. Heidermann angerufen und mit ihm vereinbart,
Herrn Dr. Heidermann in kürzester Zeit sich über diese Frage
auszusprechen. Ich bitte Sie deshalb, sich in dieser
Frage Zeit zu lassen zu wollen.

Sehr ergebener

Dr. K. v. Heider.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Patent-Abt. Li.

5.11.1931.

Herrn E. Weber-Andreas,

Vorstandsmitglied der I.G. Farbenindustrie A.G.,

Frankfurt/Main

Betreff: Einsprüche der Hiag gegen
unsere Patentanmeldungen.

Sehr geehrter Herr Direktor,

Auf meine vorstige Bemerkung in Berlin zurückkommend

erlaube ich mir mitzuteilen, dass die Hiag im Jahre

1929 1

1929 8

1930 30

1931 (1. Halbjahr) 28

Seitdem 16

Zusammen 83

Wahrscheinlich hat 30 dieser Einsprüche betreffen

das Gebiet, auf dem die Hiag zusammen mit einem

Unternehmen zusammenarbeitet und angeblich eine

Erfindung gemacht, wegen der wir die Hiag bereits ver-

urteilt haben. Über die schweren Störungen zwischen Herrn

Buschmann, Herrn Direktor Buschmann, der sich auf den

Standpunkt stellt, dass er geglaubt habe, uns inter-

essieren zu können, arbeiten nicht. Auf diesem Gebiet wird also eine

gegenseitige Interessiertheit kaum möglich sein.

Die übrigen Einsprüche der Hiag betreffen zum Teil das

Patent, zum Teil andere Lösungsmittel, zum Teil, aber auch

andere Gebiete, z.B. einer die Darstellung von Buta-

diol (s. auch Kautschuk), ferner die Herstellung und Reinigung

von Acetylen, Herstellung von Wassergas und andere, ziemlich

vielfache Gebiete.

Von uns sind gegen die Hiag und die Scheideanstalt
zusammen in den gleichen Jahren überhaupt nur 11 Einsprüche
(gegen Hiag 7, gegen die Scheideanstalt 4) erhoben worden.

Wir haben durchaus nicht den Wunsch, die Einstellung dieser
Streitigkeiten durch Konzessionen irgend welcher Art vorzuschlagen,
sondern möchten lediglich anregen, dass im Hinblick auf die nahen
Verhältnisse, in denen wir zur Scheideanstalt stehen, derartige
Streitigkeiten nur dann eingeleitet werden sollten, wenn
ein wirkliches praktisches Interesse vorliegt. Da anzunehmen ist,
dass Herr Direktor Busemann diesen Grundsatz billigt, halten wir
es nicht für ausgeschlossen, dass durch einen Hinweis auf den
Belang dieser Bekämpfung eine gewisse Einschränkung erzielt werden
kann. Lediglich aus diesen Grunde ergab sich unser Wunsch, mit
der Hiag- bzw. Scheideanstalt in diesem Sinne zu sprechen, wenn
sich eine Möglichkeit hieran ergeben sollte.

Mit vorzüglicher Hochachtung
gez. Holdermann

Scheideanstalt

Frankfurt(Main) 1.23.9.32
Schliessfach 107.

Herrn

Kommerzienrat Dr. Wilhelm Gaus
m.Br. I.G. Farbenindustrie A.G.,
Ludwigshafen/Rhein.

Herr Kommerzienrat!

Ich bin in Konstanz und habe erst dort von dem von
Ihnen an den Herrn Dr. Fischer I.G. an die Hiag betr. Hydrierung
betr. Brief vom 31. Juli Kenntnis bekommen.

Es ist mir xxpessend, dass wir nicht berechtigt sind,
Ihre Tätigkeit der Hiag auf dem Hydrierungs-
Gebiet, nur weil beinahe einer Reihe von Gesprächen zwi-
schen uns und Ihnen über dies Thema von Ihrer Seite
ausgegangen ist.

Ich habe seit einer Reihe von Jahren sehr
viel Erfahrung der verschiedenartigsten Materialien; sie
haben viel Mühe und Geld verwandt und glaubt, eine
wichtige Gedanken entwickelt zu haben.
Ich habe nur 1/2 des Kapitals der Hiag besass, - grösse-
re Anteile, die aus geschriebenen oder
ungeschriebenen Abmachungen zwischen der I.G. und der Scheide-
anstalt zurücksteht, als die Scheideanstalt
1920 in Mainz, haben wir geflissentlich bei verschiedenen
Ihre I.G. auf dieses Tätigkeitsgebiet der Hiag hingewiesen.
Ich habe, Herr Horstmann mit den Herren Dr. Fischer und Dr.
Fischer, denselben Zweck.

Ich stehe bekanntlich abweichend von Ihnen auf dem Stand-
punkt, die Rechte der I.G. nicht verletzen. Trotzdem
sind wir schon - Patentverletzungen auch in kleinstem
Maße begangen und werden auch einstweilen nicht erfolgen.

Ich habe schon lange nicht mehr, wie ich mich bei dieser Lage
verhalten soll. Einerseits das grosse Vertrauen der techni-
schen Hiag in ihre Leistungen und in ihr Recht - andererseits
die Beziehungen zwischen I.G. und Scheideanstalt.

Ich habe es so vor, als ob es am besten wäre, wenn wir uns einmal
in Frankfurt offen aussprechen. Wir werden Ihnen dann die
Sache bei der Hiag offen darlegen und zu einer vernünftigen
Lösung zu kommen uns bemühen, nachdem auch die Herren der Hiag
sich haben, ihre Ansicht zu vertreten. Ich zweifle nicht,
dass wir uns auch einigen werden.

Mit verbindlichem Gruss
Ihr sehr ergebener
gez. E. Busemann

Patentabteilung I.
Herrn
Direktor Horstmann, Frankfurt a/Main.

Br-MU

3.7.1930

hier Hydrierung kohlenstoffhaltiger Produkte.

Unter Bezugnahme auf unser Memo vom 5. April d.J. fragen wir an, ob es Ihnen inzwischen Möglich war, etwas über die Angelegenheit zu erfahren.

PATENTABTEILUNG LU
gez. Holdermann

Patentabteilung I.
Herrn
Direktor Horstmann, Frankfurt a/Main.

Abteilung

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Leuna Werke.

Chemisch-Industrie Aktiengesellschaft
Patentabteilung,
Ludwigshafen/Rhein.

S.-B./v.St. Leuna Werke (Kr. Merseburg)
den 20. Juni 1931.

Tr.: Maximilian Kussig

Konzerninteressen der Hiag.

Wir erhielten einen Durchschlag des Schreibens der Abteilung
Chemikalien, Frankfurt/M., an die Patentabteilung Lu. mit der
Betreffung: Notiz über eine Besprechung zwischen Herrn Direktor Horst-
mann und den Vorstandsmitgliedern der Hiag.

Aus dieser Notiz ersahen wir, dass die Hiag mit dem Gedanken
steht, ebenfalls Lizenzen für ein von ihr ausgearbeitetes Hy-
drierungsverfahren an das Ausland abzugeben.

Wir wären Ihnen dankbar, wenn Sie uns möglichst bald eine
Zusammenstellung der das Hydrierungsbeite betr. Hiag-Patente zusenden
würden, damit wir zu dieser Angelegenheit Stellung nehmen können.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
gez. Schneider gez. ppa. v. Staden.

Herrn Kurt a. Rein
Vize-Abt. L.

den 16. Juni 1931. W1.

Patent-Abteilung, Ludwigshafen a. Rhein.

Uns. Zeichen: Bericht Nr. HM/K.

Interessensinteressen der Hlag.

Über diese beiden Punkte hatten wir durch Zufall
mit den Herren von der Hlag eingehend zu unter-

nehmen beifolgend Durchschlag der darüber nieder-

Verkauf Chemikalien
Abt. L
gez. Horstmann.

Herrn Rat. Dr. Gaus, Lu

Herrn Dir. Dr. Brauch, Lu

Herrn Direktor Dr. Dönnel, Merseburg

Herrn Direktor Weber-Andreas, I. H.

Herrn Dir. Dr. v. Knieriem

Stickstoffabt.

Projektbüro.

19. Juni 1931.

Chemische Industrie, Frankfurt a. Main, 20. Verh. Abt. L.

M i a g

Post i. z. vom 12. Juni 1931.

Mitglieder der M i a g. in Frankfurt am
12.6.31.

von der Scheideanstalt bzw.
M i a g

1. Parkindustrie

aus dem Gebiet der

Der Herr Dr. Roka hat mehrfach ihr Interesse auf
das Gebiet der M i a g. aufmerksam gemacht, bat ich sie, mir doch zu sagen,
ob sie das Gebiet der M i a g. beabsichtigen, da ja die I. G. an den
diesem Gebiet sehr hervorragend interessiert sei.
Ich gestatte mir, Ihnen hiermit mitzuteilen, in denen wir wegen der
M i a g. in Verbindung mit einem ungarischen Professor die
Fragen, worauf Sie jedoch erwidert habe, dass wir hier
keine Tätigkeit im Rahmen der M i a g. sehen.
Ich habe erwidert darauf, dass sowohl er selbst in
der M i a g. Direktor Weber-Andreas, die zum Hauptgegen-
stand der M i a g. Solvents und die möglichen Beziehungen der
M i a g. zum Gebiet der M i a g. auf dem Gebiet der
M i a g. Generaldirektor Dr. Busemann, damals
Vorsitzender der M i a g., im Hinblick auf seine guten
Beziehungen zum Gebiet der M i a g. Prof. Dr. Bosch als auch
auf die M i a g. über den Ausdruck gebracht, dass die M i a g.
auf dem Gebiet der M i a g. arbeiten. Die genannten Herren hätten
sich, dass er habe annehmen müssen, die I. G. sei an
dem Gebiet der M i a g. nicht interessiert, sei es, dass sie ihre
Tätigkeit weitgehend in die mit der Standard Oil
Gesellschaft verknüpfte M i a g. eingebracht habe, sei es, dass sie die
M i a g. nur gering voranschläge.
Die genannten Herren der M i a g., insbesondere
auf die M i a g. in der M i a g. auf die guten Beziehungen zur I. G.
hätten hingewiesen, da sie ja offen auf die
M i a g. hingewiesen hätten.
Die M i a g. selbst anbetreffend, so sei es
keine Frage und keine Verkaufsorganisation für
die M i a g. sei, ihr Verfahren selbst zu ver-
fahren, die M i a g. anzuweisen, Lizenzen zu erteilen und be-
stimmte M i a g. zu tun. Infolgedessen sei auch ihre der-
zeitige Erklärung, dass sie in Deutschland in dieser
Tätigkeit nicht tätig sei, durchaus korrekt. Auch im Aus-
land, nach der Herstellung von Treib-
stoffen, namentlich in den klei-
nen Mengen der Herstellung von
Toluol, ob man denn auch Toluol durch Hydrierung von
Benzol gewinnen könne, erwiderte Herr Dr. Roka,
dass das jedenfalls sehr leicht, sodass er an-
nehmen könne, es wohl auch könnten.

17

7

•

2. 2. 2.

— *Journal of the American Medical Association*, 1997

•

100

•

•

10

10

•

•

•

•

1997, 1998, 1999, 2000, 2001, 2002, 2003, 2004, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017, 2018, 2019, 2020, 2021, 2022, 2023, 2024, 2025, 2026, 2027, 2028, 2029, 2030, 2031, 2032, 2033, 2034, 2035, 2036, 2037, 2038, 2039, 2040, 2041, 2042, 2043, 2044, 2045, 2046, 2047, 2048, 2049, 2050, 2051, 2052, 2053, 2054, 2055, 2056, 2057, 2058, 2059, 2060, 2061, 2062, 2063, 2064, 2065, 2066, 2067, 2068, 2069, 2070, 2071, 2072, 2073, 2074, 2075, 2076, 2077, 2078, 2079, 2080, 2081, 2082, 2083, 2084, 2085, 2086, 2087, 2088, 2089, 2090, 2091, 2092, 2093, 2094, 2095, 2096, 2097, 2098, 2099, 2100, 2101, 2102, 2103, 2104, 2105, 2106, 2107, 2108, 2109, 2110, 2111, 2112, 2113, 2114, 2115, 2116, 2117, 2118, 2119, 2120, 2121, 2122, 2123, 2124, 2125, 2126, 2127, 2128, 2129, 2130, 2131, 2132, 2133, 2134, 2135, 2136, 2137, 2138, 2139, 2140, 2141, 2142, 2143, 2144, 2145, 2146, 2147, 2148, 2149, 2150, 2151, 2152, 2153, 2154, 2155, 2156, 2157, 2158, 2159, 2160, 2161, 2162, 2163, 2164, 2165, 2166, 2167, 2168, 2169, 2170, 2171, 2172, 2173, 2174, 2175, 2176, 2177, 2178, 2179, 2180, 2181, 2182, 2183, 2184, 2185, 2186, 2187, 2188, 2189, 2190, 2191, 2192, 2193, 2194, 2195, 2196, 2197, 2198, 2199, 2200, 2201, 2202, 2203, 2204, 2205, 2206, 2207, 2208, 2209, 2210, 2211, 2212, 2213, 2214, 2215, 2216, 2217, 2218, 2219, 2220, 2221, 2222, 2223, 2224, 2225, 2226, 2227, 2228, 2229, 2230, 2231, 2232, 2233, 2234, 2235, 2236, 2237, 2238, 2239, 2240, 2241, 2242, 2243, 2244, 2245, 2246, 2247, 2248, 2249, 2250, 2251, 2252, 2253, 2254, 2255, 2256, 2257, 2258, 2259, 2260, 2261, 2262, 2263, 2264, 2265, 2266, 2267, 2268, 2269, 2270, 2271, 2272, 2273, 2274, 2275, 2276, 2277, 2278, 2279, 2280, 2281, 2282, 2283, 2284, 2285, 2286, 2287, 2288, 2289, 2290, 2291, 2292, 2293, 2294, 2295, 2296, 2297, 2298, 2299, 2300, 2301, 2302, 2303, 2304, 2305, 2306, 2307, 2308, 2309, 2310, 2311, 2312, 2313, 2314, 2315, 2316, 2317, 2318, 2319, 2320, 2321, 2322, 2323, 2324, 2325, 2326, 2327, 2328, 2329, 2330, 2331, 2332, 2333, 2334, 2335, 2336, 2337, 2338, 2339, 2340, 2341, 2342, 2343, 2344, 2345, 2346, 2347, 2348, 2349, 2350, 2351, 2352, 2353, 2354, 2355, 2356, 2357, 2358, 2359, 2360, 2361, 2362, 2363, 2364, 2365, 2366, 2367, 2368, 2369, 2370, 2371, 2372, 2373, 2374, 2375, 2376, 2377, 2378, 2379, 2380, 2381, 2382, 2383, 2384, 2385, 2386, 2387, 2388, 2389, 2390, 2391, 2392, 2393, 2394, 2395, 2396, 2397, 2398, 2399, 2400, 2401, 2402, 2403, 2404, 2405, 2406, 2407, 2408, 2409, 2410, 2411, 2412, 2413, 2414, 2415, 2416, 2417, 2418, 2419, 2420, 2421, 2422, 2423, 2424, 2425, 2426, 2427, 2428, 2429, 2430, 2431, 2432, 2433, 2434, 2435, 2436, 2437, 2438, 2439, 2440, 2441, 2442, 2443, 2444, 2445, 2446, 2447, 2448, 2449, 2450, 2451, 2452, 2453, 2454, 2455, 2456, 2457, 2458, 2459, 2460, 2461, 2462, 2463, 2464, 2465, 2466, 2467, 2468, 2469, 2470, 2471, 2472, 2473, 2474, 2475, 2476, 2477, 2478, 2479, 2480, 2481, 2482, 2483, 2484, 2485, 2486, 2487, 2488, 2489, 2490, 2491, 2492, 2493, 2494, 2495, 2496, 2497, 2498, 2499, 2500, 2501, 2502, 2503, 2504, 2505, 2506, 2507, 2508, 2509, 2510, 2511, 2512, 2513, 2514, 2515, 2516, 2517, 2518, 2519, 2520, 2521, 2522, 2523, 2524, 2525, 2526, 2527, 2528, 2529, 2530, 2531, 2532, 2533, 2534, 2535, 2536, 2537, 2538, 2539, 2540, 2541, 2542, 2543, 2544, 2545, 2546, 2547, 2548, 2549, 2550, 2551, 2552, 2553, 2554, 2555, 2556, 2557, 2558, 2559, 2560, 2561, 2562, 2563, 2564, 2565, 2566, 2567, 2568, 2569, 2570, 2571, 2572, 2573, 2574, 2575, 2576, 2577, 2578, 2579, 2580, 2581, 2582, 2583, 2584, 2585, 2586, 2587, 2588, 2589, 2590, 2591, 2592, 2593, 2594, 2595, 2596, 2597, 2598, 2599, 2600, 2601, 2602, 2603, 2604, 2605, 2606, 2607, 2608, 2609, 2610, 2611, 2612, 2613, 2614, 2615, 2616, 2617, 2618, 2619, 2620, 2621, 2622, 2623, 2624, 2625, 2626, 2627, 2628, 2629, 2630, 2631, 2632, 2633, 2634, 2635, 2636, 2637, 2638, 2639, 2640, 2641, 2642, 2643, 2644, 2645, 2646, 2647, 2648, 2649, 2650, 2651, 2652, 2653, 2654, 2655, 2656, 2657, 2658, 2659, 2660, 2661, 2662, 2663, 2664, 2665, 2666, 2667, 2668, 2669, 2670, 2671, 2672, 2673, 2674, 2675, 2676, 2677, 2678, 26

Br.-M.

5.IV.1930.

Werkstoffe Kohlenstoffhaltiger Produkte.

Bezug auf unser Memo vom 25. Februar d.J. und
Ihre Schreiben d. 11. März und an Professor Varga
abgegeben vom 13. und 14. v.M., von welchen

ich Ihnen 21. März Mitteilung. Die Antworten der
Professoren Varga, L. und Varga, die Vergütung nahe, dass die
Patente in deutschen und ungarischen
Patentämtern zu beantragen soll; entweder nicht auf deut-
sche Patente, sondern auf ungarische, oder als patentrecht-

lich angesehen wird. Z.Zt. haben wir

von Professor Varga und von Professor Varga nähere

Angaben, und haben an Professor Varga und an die
Patentabteilung geschrieben.

Ich bin Ihnen angewiesen, weiterhin auf Nach-

richtungen zu warten, und möchten auch Sie

über die Angelegenheit, welche Sie über die Anlage

versuchen, ob Sie vielleicht

mit der Riag etwas

PATENTABTEILUNG LU

gez. Braun

710

CHAMPAGNE
TOWNS

Chubbuck

Journal

2. 2. 1943. Rk/Pf.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Besprechungsbericht.

Besprechung über Bindemittel am 2. II. 1943.

Anwesend: Dr. Ritter } Aluminiumwerk Bitterfeld
Dr. Jordi }
Dr. Müller } I.G. Bitterfeld
Dr. Ehrhard }
Dr. Geisler } I.G. Höchst
Dr. Siedler } I.G. Griesheim
Dr. Peter }

von Hochdruckversuchen: Dr. Pier, Dr. Bähr, Dr. Boente,
Dr. Donath, Dr. Gieg, Dr. v. Hochstetter, Frl. Dr. Höring,
Dr. Hupfer, Dr. Lemme, Dr. Pfirrmann, Dr. Schiffmann,
Dr. Simon, Dr. Rank.

Auf Wunsch von Dr. Pier gab Dr. Ritter einleitend in großen
Zügen eine Übersicht über die Elektrodenkoks- und Bindemittellage
für die Aluminiumindustrie. Neben Pechkoks und Petrolkoks will man
gereinigte Steinkohle und Anthrazit in großem Ausmaß einsetzen.
Dieser Koks erreicht zwar nicht die Qualität des Pechkoks, ist
aber nach Auffassung von Dr. Ritter durchaus genügend. Besonders
wichtig ist zur Zeit die Bindemittelfrage. An das Bindemittel wer-
den verschiedene Anforderungen gestellt, die Herr Dr. Jordi des
näheren ausführt.

Es werden 2 Elektrodenarten hergestellt, die Blockelektrode und
die Söderbergelektrode. Während die Blockelektrode vor dem Einsatz
fertig gebrannt werden muß, formiert sich die Söderbergelektrode
im Ofen selbst. Die Söderbergelektrode verlangt deshalb einen besser
kalzinierten Trockenstoff.

Anforderungen an das Bindemittel:

- 1.) Es soll technisch gut verarbeitbar sein (Herstellung der
Elektrode), das heißt, einen geeigneten nicht zu hoch liegenden Erwei-
chungspunkt haben. Die Mischmaschinen arbeiten normal bei 100-110°,
maximal jetzt bei 150°.
- 2.) Das Bindemittel muß ausreichende Duktilität haben.
(Spanne zwischen Erweichungspunkt und Tropfpunkt).
- 3.) Die Polymerisationsgeschwindigkeit muß beschränkt sein
(Einschlagen der Stromnippel).
- 4.) Die Zusammensetzung muß einwandfrei sein. Die Beschaffenheit
des Rohteeres hat Einfluß. Anthracen und Phenole sind möglichst aus-
zuschalten. Durch Auflösen des Bindemittels im Teer tritt Ver-
schlechterung ein. Maßgebend ist Gehalt an Koksstaub und Asche,
ebenso die Siedekurve.

5.) Das Bindemittel muß sich gut verkoken lassen (genügende Koks menge).

6.) Der entstehende Koks muß genügend graphitiert sein (Bestimmung des Koksrückstandes, Bestimmung des Gefüges durch Anschliffe).

7.) Das Bindemittel muß genügende Backfähigkeit aufweisen. Die beste Prüfung darauf ist die Herstellung einer Probeelektrode, dies ist aber ziemlich zeitraubend (2 Wochen Dauer). Schnellbestimmung durch Extraktion und Lösungsmittelzerlegung (Benzol, Benzin, Anilin, CS_2 , neuerdings mit Benzol und genormtem Anthracenol).

Einen guten Anhaltspunkt über die Eignung eines Bindemittels gibt der Muck'sche Körper. Dabei wird das Benzolunlösliche im Tiegel verkocht und der Kuchen zerschnitten. Die Wabengröße wird beurteilt, viele kleine Waben sind gut, wenige **große** schlecht (blähendes Pech).

Das Ideal ist ein Bindemittel, das nicht verkockt, sondern polymerisiert und schließlich im Koks übergeht. Die Polymerisation kann künstlich beschleunigt bzw. hervorgerufen werden durch Zusatz von $AlCl_3$ oder PCl_5 . Die Versuche mit PCl_5 erscheinen sehr aussichtsreich. In gleicher Richtung wirkt ein Zusatz von Stinnesextrakt, der mehr Harze in das Bindemittel einbringt. Es wird durch PCl_5 oder Extraktzusatz bzw. Zusatz beider die Dichtigkeit, Festigkeit und Leitfähigkeit der Elektrode verbessert. Gleichzeitig hört die Entbindung von Teerdämpfen bei der Selbstformierung der Elektrode auf und die Abrieselung wird stark zurückgedrängt.

Bindemittel	Erweichungspunkt	El. Widerstand	Festigkeit
70 % präparierter Teer 30 % Hartpech	45°	100-120 Ω	150 kg
Mittelpech	70-80°	90 Ω	200 kg
Mittelpech + Brocheextrakt (20% ?)	>100°	80 Ω	200-240 kg

Die Verbesserung des Bindemittels bewirkt einen Rückgang des Elektrodenverbrauchs durch geringeren Destillationsverlust und durch Verminderung des Abrieselns der Kokskörner.

Bei einem Jahresverbrauch von 100 000 t Söderbergmasse werden 25 000 t Bindemittel verbraucht, davon sind dann 20 %, d.h. 5000 Stinnes-Extrakt. Diese Menge reicht vorerst aus,

Stinnes hat in letzter Zeit einen Extrakt mit Erweichungspunkt 500° geliefert, der sich aber nicht bewährt hat.

Mit Ludwigshafener Extrakt wurden bis jetzt nur Vorversuche unternommen, welche schlechte Resultate zeigten. Es werden jedoch noch eingehende Versuche angestellt werden.

Dr. Siedler sprach über seine Erfahrungen bei der Blockelektrode, die im allgemeinen ähnliche Ansprüche an die Masse bzw. an das Bindemittel stellt. Da die Blockelektrode bei höherer Temperatur gebrannt wird als die Söderbergelektrode, ist die Graphitierung des Bindemittels eine bessere. Es werden also hinsichtlich der Verkokungs- und Polymerisationsneigung etwas andere Anforderungen gestellt, andererseits darf die gepreßte Elektrode nicht reißen. Auch hierbei hat sich der Zusatz von PCl_5 zum Bindemittel bewährt.

Allgemein war zu bemerken, daß sowohl beim Elektrodenkoks, wie beim Bindemittel mindestens 2 verschiedene Meinungen sich gegenüber stehen. Auffallend ist die Diskrepanz hinsichtlich der noch benötigten Bindemittelmengen. Wie aus den oben angeführten Zahlen hervorgeht, wurden 5000 to Stinnesextrakt zur Bindemittelverbesserung für Söderbergelektroden genügen. Dr. Ritter erwähnte denn die Karbidwerke (Kalkstickstoff), die ebenso ähnliche Bindemittel benötigen.

Nach Ermittlungen von Dr. Hupfer betragen die Verbräuche dieser Industrien in den Jahren 1936 und 1937 nur die geringe Menge von 1100 tato Steinkohlenteerpech und 1200 tato präparierten Steinkohlenteer.

Weiterhin ist die Frage noch ganz ungeklärt, ob in Zukunft Söderbergelektroden oder gebrannte Blockelektroden verwendet werden. Griesheim hält die Blockelektrode für richtiger, da sie den kleineren Verbrauch aufweist und weniger Ansprüche an die Rohmaterialien stellt. Verbrauch für 100 kg Reinaluminium 60 kg bei Söderbergelektrode, 45 kg bei Blockelektrode.

Aus der Unterhaltung mit den Bitterfelder Herren ging weiter hervor, daß qualitativ noch manche Wünsche offen sind, doch bevorzugt man das Material, das am billigsten ist. Deswegen verwendet heute Bitterfeld keinen Stinneskoks mehr, sondern die billigen Mischkoks, insbesondere den vielgeschmähten Baesweilerkoks (C, 8 - 1 % Asche). Daher hat auch Dr. Ritter sich dagegen gewandt, daß die neue 50.000 tato Anlage auf Auguste Viktoria nicht auf Mischkoks aus Pech und entaschte Kohle arbeiten soll. Der eigentliche Grund dafür ist, daß der Mischkoks aus entaschter Kohle + Pech nicht nur besser, sondern auch billiger ist. Weiterhin hat Herr Jordy erklärt, daß es ihnen ^{ebenso} gelungen ist, durch Härten von Weichpech mit PCl_5 allein, ein gutes Bindemittel herzustellen, wie mit Zusatz von Stinnesextrakt. Als Grundpreis für Stinneskoks wurden 160 Mk./to genannt.

An Hand von Ludwigshafener Analysen (siehe Anlage) wurden die Unterschiede in der Zusammensetzung verschiedener Bindemittel aus der Hydrierung und Extraktion im Vergleich zu Pech aufgezeigt. Stinnesextrakt weist gegenüber den anderen Produkten einen abnorm

hohen Gehalt an Benzolasphalt (Benzolunlösliches, aber Mittelöl-lösliches) auf und besonders hohe Schmelzpunkte der einzelnen Komponenten. Am nächsten steht in dieser Hinsicht dem Stinnes-extrakt naturgemäß der 300 atm Extrakt Ludwigshafen.

Dr. Pier weist hinsichtlich der Senkung des schnellen Elektrodenverbrauches durch Depolarisation noch darauf hin, daß möglicherweise ein Fortschritt dadurch erzielt werden könnte, daß CO oder H₂ in das Elektrolysenbad eingeleitet wird.

Die Verwendung von Erdölpechen als Bindemittel wäre auch zu prüfen. Ludwigshafen wird je eine 5-kg Probe von Erdölpropanasphalt an Bitterfeld (Al. Werk) und Griesheim senden. Desgleichen sollen 5-kg-Proben von Benzolasphalt an Bitterfeld und Griesheim geschickt werden, um die zu vermutenden besonderen Bindeeigenschaften dieses Körpers zu prüfen.

Anschließend wurde über das chemische Entaschungsverfahren noch gesprochen.

Dr. Siedler (Griesheim) will die Möglichkeit der Aufbereitung von Hydrierabschlämmen über Flotation prüfen und bittet zu diesem Zweck um Übersendung von je 20 kg der in Betracht kommenden Abschlämme.

*Ranke
Griesheim*

Bindemittel aus Hydrierung und Extraktion.

Produkt	Briket- tiermittel Scholven	Binde- mittel Wesseling	Extrakt Ludwigs- hafen 700 atm	Extrakt Ludwigs- hafen 300 atm	Extrakt Stinnes	Kokerei- Pech
<u>Analyse:</u>						
Benzolfestes	29,8	7,5	9,5	28,5	61,5	23,0
Mittelfestes			1,2	0	7,0	19,0 ¹⁾
Tetralin-Kra- colfestes		0,3	—	—	—	0,8
Asche im Benzol- festen	28,5	4	1,0	1,1	1,0	0,8
s-Asphalt 1.01	35,1	36,4	26,3	33,7	41,1	40,0
2-325° im Öl						
<u>Zusammensetzung:</u>						
Asche	8,5	0,3	0,1	0,3	0,6	0,2
Festes	21,3	0	1,1	—	6,4	18,8 ¹⁾
Benzolasphalt		7,2	8,3	28,2	54,5	4,0
s-Asphalt	24,6	33,6	23,8	24,1	15,8	30,8
Öl	45,6	58,9	66,7	47,4	22,7	46,2
<u>Reichweite- bzw. Schmelzpunkt:</u>						
Reinprodukt	80°	82°	65°	98°	161°	70°
Benzolasphalt			120°		165°	
s-Asphalt			125°		> 200°	> 80° ¹⁾
			45°		83°	

geschätzt

ALUMINIUMWERK G.m.b.H.
BITTERFELD

Gesellschafter: I. G. Farbenindustrie A.-G. und Metallgesellschaft A.-G., beide in Frankfurt a. M.
Postanschrift: Aluminiumwerk G.m.b.H., Bitterfeld, Postschloß 55
Fernsprecher: Sammelnummer 2456

27/1

Herrn Direktor Dr. Pier,
I.G. Farbenindustrie A.G.,
Ludwigshafen
=====
am Rhein.

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Zeichen

Bitterfeld

Betreff:

den 19. Januar 1943

Sehr geehrter Herr Dr. Pier !
Auf Veranlassung von Herrn Direktor Dr. Pistor
überreichen wir Ihnen in der Anlage einen Bericht
von Herrn Dr. Neukirch vom 7.8.1933 "Untersuchun-
gen über das Bindemittel der Kohlenfabrikation.
Wir bitten Sie, diesen Bericht nach Kenntnisnahme
wieder an uns zurückzugeben, da wir nur dieses
eine Exemplar besitzen.

Heil Hitler !

Aluminiumwerk G.m.b.H.

Anlage.

89456 ✓

Ludwigshafen a. Rh.

Unsere Zeichen

Unser Mäusel

Unsere Nachricht vom

am

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Abschrift / Fu

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Bitterfeld

Wissenschaftliches Laboratorium

Nr. 395

Untersuchungen über das Bindemittel
der Kohlenfabrikation.

den 7. August 1933

Dr. Neukirch

Untersuchungen über das Bindemittel der Kohlenfabrikation.

Der vorliegende Bericht soll einen Überblick geben über den augenblicklichen Stand unserer Untersuchungen¹⁾ über das Bindemittel der Kohlenfabrikation. Grundgedanke²⁾ der Arbeiten ist, das Bindemittel - in Analogie zu den Arbeiten von Fischer³⁾ über Kohlen - durch Extraktion in verschiedene Körpergruppen zu zerlegen und diese für sich und im Gemisch miteinander auf ihre Eignung als Bindemittel zu untersuchen. Fischer extrahierte Kohlen mit Benzol bei ca. 200° im Autoklaven; beim Eingießen der filtrierten Lösung in Petroläther fiel ein Teil des Extraktes, das "Festbitumen", als braun-

- 1) Diese Untersuchungen wurden im September 1932 begonnen und am 30.9.32 mit den Herren Dr. S i e d l e r und Dr. G o n d e r in Griesheim besprochen (s. die Besuchsberichte). Sie führten zur Anmeldung I. 45 688 IVb/12 h vom 5.11.32. Im November und Dezember konnten sie anderer dringender Arbeiten wegen nur mit Unterbrechungen fortgesetzt werden und ruhten schließlich vom Januar bis Mai 1933 ganz. Im April 1933 erschien in BRENNSTOFFCHEMIE 14, S. 121, eine ganz analoge Arbeit von D e m a n n aus dem Laboratorium der Krupp'schen Zechenverwaltung als Publikation eines von Dr. B r o c h e am 5.12.32 vor dem Brikettierungsausschuß im Bergbauverein Essen gehaltenen Vortrags.
- 2) Bereits ausführlich niedergelegt in "Sammelbericht über die Herstellung und Eigenschaften von Elektrodenkohlen und von Graphit", S. 36-39 und S. 83-84. Dr. Neukirch. Wiss. Labor. Bitterfeld, Bericht Nr. 370 vom 9.12.32.
- 3) F i s c h e r in Brennstoffch. 5, 299 (24) 6, 33 (25) 11 65 (30), ferner seien noch genannt: B r o c h e und S c h m i t z, Brennstoffch. 13, 81 (32), B e r l, Brennstoffch. 9, 105, 121 (1928), L i e b i g's Annalen 496, 283 (32), A g d e in Band 20 von Kohle-Koks-Teer, Verlag Knapp, Halle, 1930 (dort weitere Literatur).

720

schwarze, flockige Masse aus, während der andere Teil in Lösung blieb und nach Abdestillieren der Lösungsmittel als ölige bis wachsartige Masse, das "Ölbitumen", gewonnen wurde.

Bei unserer Arbeitsweise konnten wir wegen der großen Löslichkeit des Pechs bzw. Teers in Benzol auf die Druckextraktion verzichten. Wir haben vielmehr je nach Probe 20 bis 100 g derselben in 100 ccm Benzol am Rückfluß $\frac{1}{2}$ Std. gekocht und dann abgesaugt. Den Rückstand haben wir noch zweimal mit je etwa 50 ccm Benzol $\frac{1}{2}$ Std. am Rückfluß gekocht und die Filtrate vereinigt. Die Erfahrung lehrte, daß nach der zweiten Behandlung mit Benzol praktisch nichts mehr in Lösung ging. Der mit wenig Benzol auf dem Filter nachgewaschene Rückstand wurde nach Verdunsten des anhaftenden Benzols gewogen. Die im Bedarfsfalle durch Abdestillieren des Benzols eingeengten Filtrate wurden in dünnem Strahl unter Rühren in die 5-fache Menge destillierten Benzins mit den Siedegrenzen $45 - 70^{\circ}$ eingegossen, wobei das Festbitumen ausfiel. Es wurde abgesaugt, mit Benzin nachgewaschen und nach Verdunsten des anhaftenden Benzins gewogen. Von dem Filtrat wurde zunächst das Benzin abdestilliert, das wieder verwandt wurde. Nach Abdestillieren des Benzols, das zuletzt im Vakuum erfolgte, wurde das erhaltene Ölbitumen gewogen.

In dieser Weise wurde an verschiedenen Steinkohlen-, Braunkohlen- und Erdölpechen bzw. -Teeren die quantitative Bestimmung ihres Gehaltes an jenen 3 Körpergruppen durchgeführt. Außerdem wurden noch sowohl von den Ausgangsmaterialien wie den Extraktionsprodukten Erweichungs- bzw.

Schmelzpunkt entweder nach Kremer-Sarnow oder im Schmelzpunktsröhrchen und in üblicher Weise der Verkokungsgrad bestimmt.

Die Versuche ergaben:

T a b e l l e 1.

untersuchte Probe	Schmelz- bezw. Er- wei- chungs- punkt °C	Verkokungsprobe		Aussehen und Beschaffenheit
		% Koks	% flüch- tige Be- stand- teile	
<u>Steinkohlenprodukte:</u>				
<u>Raschig Teer (Griesheim)</u> enthält:	< 20°	37	63	dunkelbraun, dünnflüssig braunschwarzes Pulver schwarzes Pulver
62,5 % Ölbitumen	< -30°	18	82	
32 % Festbitumen ...	73°	58	42	
5,5 % Rückstand	> 210°	83	17	
<u>Weichpech (Griesheim) ..</u> enthält:	45°	55	45	dunkelbraun, dickflüssig dunkelbraunes Pulver braunschwarzes Pulver
42 % Ölbitumen	-18°	32	68	
37 % Festbitumen ...	92°	64	36	
21 % Rückstand	> 210°	79	21	
<u>Hartpech (Griesheim) ...</u> enthält:	78°	56	44	dunkelbraun, wachsartig dunkelbraunes Pulver braunschwarzes Pulver
42 % Ölbitumen	16°	38	62	
35 % Festbitumen ...	107°	67	33	
23 % Rückstand	> 210°	81	19	

Fortsetzung von Tabelle 1

untersuchte Probe	Schmelz- bezw. Er- wei- chungs- punkt °C	Verkokungsprobe		Aussehen und Beschaffenheit
		% Koks	% flüch- tige Be- stand- teile	
<u>Braunkohlenprodukte:</u>				
<u>Teerpech</u> (Riebeck-Montan) enthält:	76°	46	54	braunschwarz, wachsartig braunschwarzes Pulver dunkelbraunes Pulver
60 % Ölbitumen	31°	31	69	
28 % Festbitumen	158°	58	42	
12 % Rückstand	>210°	73	27	
<u>Fresolpech</u> (Riebeck-Montan) enthält:	82°	45	55	braunschwarz, wachsartig schwarzes Pulver braunes Pulver
46 % Ölbitumen	22°	29	71	
42 % Festbitumen	130°	50	50	
12 % Rückstand	>210°	66	34	
<u>Montanpech</u> (Riebeck-Montan) enthält:	78°	20	80	genau wie Aus- gangspech -- --
100 % Ölbitumen	77°	22	78	
0 % Festbitumen	--	--	--	
Spur Rückstand	--	--	--	
<u>Erdölprodukte:</u>				
<u>Petrolpech</u> (Reichardt- Bitterfeld) enthält:	97°	28	72	genau wie Aus- gangspech -- --
100 % Ölbitumen	85°	30	70	
0 % Festbitumen	--	--	--	
0 % Rückstand	--	--	--	

Wie Tabelle 1 zeigt, lassen sich die in Griesheim verwendeten Steinkohlenprodukte sämtlich in Ölbitumen, Festbitumen und Rückstand zerlegen¹⁾, wobei sich der Teer und die Pecher kaum in ihrem Gehalt an Festbitumen, vornehmlich dagegen im Gehalt an Rückstand und an Ölbitumen unterscheiden. Die Hauptunterschiede zwischen dem Teer und den Pechen liegen innerhalb der verschiedenen Körpergruppen in der Molekülgröße, was am deutlichsten in der Verschiedenheit der Schmelzpunkte der Ölbitumina, weniger ausgesprochen auch noch bei den Festbitumina zum Ausdruck kommt. Von besonderem Interesse ist der große Unterschied beim Verkoken der verschiedenen Körpergruppen. Entsprechend seinem Kohlenwasserstoffcharakter wird das Ölbitumen beim Erhitzen zunächst dünnflüssig, destilliert zum größten Teil unzersetzt ab und hinterläßt wenig Koks. Das Festbitumen mit ausgesprochenem Bitumencharakter schmilzt beim Erhitzen zunächst, wird dann bald unter Aufblähen zähflüssig und zersetzt sich dann rasch, wobei es z.T. abdestilliert, z.T. benzolunlöslich wird und schließlich reichliche Mengen eines geschmolzenen Koks hinterläßt. Nach A g d e verwandelt sich bei genügend hoher Temperatur das Ölbitumen in einen reaktionsfähigen, das Festbitumen in einen graphitischen Koks. Der Rückstand

1) Stofflich sind die Bitumina und der Rückstand hochmolekulare Verbindungen von zum Teil ungesättigten Charakter, wobei sich das Ölbitumen vom Festbitumen und dem Rückstand hauptsächlich durch einen niedrigeren Sauerstoff- und höheren Wasserstoffgehalt unterscheidet. Der Rückstand hat eventuell noch einen dem Ausgangsmaterial entsprechenden Aschengehalt. l.c.S.1. Anm. 3.

6
zersetzt sich erst bei höheren Temperaturen unter nur geringen Schmelzerscheinungen sehr rasch und liefert viel stark geblähten leicht pulvrig zerfallenden Koks.

Durch Extraktion des Rückstands mit Tetralin lassen sich aus demselben noch weitere Extraktmengen (beim Teer 14 %, bei den Pechen 30 % des Rückstands) gewinnen, die nach Einengen beim Eingießen in Benzin wieder in Öl- und Festbitumen zerfallen. Auch der mit Tetralin extrahierte Rückstand hat immer noch etwa 20 % flüchtige Bestandteile, es ist also abwegig, den Rückstand, wie bisher üblich, als "freien Kohlenstoff" anzusprechen. Da eine weitere Extraktion mit Tetralin am Gesamtbild prinzipiell nichts weiter ändern würde, haben wir bei der größeren Schwierigkeit des Arbeitens mit Tetralin gegenüber Benzol von einer Weiteraufarbeitung des Rückstandes Abstand genommen.

Auf die Aufarbeitung noch anderer Steinkohlenprodukte haben wir zunächst verzichtet, da die Arbeit von Demann¹⁾ hierzu inzwischen weiteres Material speziell an Hartpechen geliefert hat.²⁾

Von den von uns noch untersuchten Braunkohlen- und Erdölprodukten (Tabelle 1) entsprechen Braunkohlenteerpech und Fresolpech in Bezug auf ihren Gehalt an Ölbitumen, Festbitumen und Rückstand etwa den Steinkohlenpechen, während

1) S. Anm. 1, Seite 1.

2) Demann findet etwas höhere Öl- und niedrigere Festbitumengehalte, bei ihm fehlen aber Angaben über Siedegrenzen und Menge des verwendeten Petroläthers. Außer bei Demann findet sich in der Literatur nur noch eine einzige Angabe über den Bitumengehalt von Pech bei Agde (s. Anm. 3, Seite 1), die sich mit unseren Befunden deckt.

./.

Montanpech und Petrolpech ausschließlich Ölbitumen enthalten. Die Schmelzpunkte der Bitumina liegen hier allgemein höher, ihre Koksrückstände niedriger als bei den entsprechenden Steinkohlenpechextrakten. Darüber, inwieweit die stoffliche Natur jener Körpergruppen hier den entsprechenden Steinkohlenextrakten gleicht, konnten Angaben nicht gefunden werden.¹⁾

Wir sind nun dazu übergegangen, die Eignung der verschiedenen Extrakte-Gruppen der Steinkohlenprodukte als Bindemittel bei der Kohlenfabrikation zu prüfen. Als Grundmasse verwandten wir für alle Versuche aus Griesheim bezogene Steinkohlenteerpechkoks - Muttersubstanz. Vorversuche zeigten sofort, daß weder mit Ölbitumen noch mit Rückstand wohl aber mit Festbitumen haltbare grüne Kohlen erhalten werden konnten. Wir haben daher zunächst die optimale Bindemittelmenge festgestellt (Arbeitsweise siehe S. 8/9) und zwar vergleichsweise mit Bindemittel Griesheim (Gemisch aus 88 % Weichpech und 12 % Teer; Erweichungspunkt 38° Koksrückstand 45 %) und mit Festbitumen (Schmelzpunkt 73°, Koksrückstand 58 %). Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 2 und Figur 1 zusammengestellt:

1) Es findet sich lediglich eine Angabe über die Extraktion von Trockenbraunkohlen, wonach sich das Braunkohlen-Ölbitumen von dem der Steinkohle wesentlich unterscheidet, während zwischen den Festbitumina beider Kohlen weitgehende Ähnlichkeit besteht.
S. Neuwirth, Berg- und Hüttenmännisches Jahrbuch 80 86 (32).

Wie... die optimale
... bei 20 %, beim

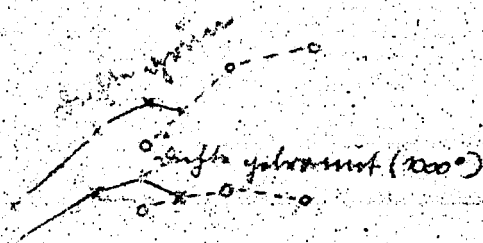
... mit Steinkohlenteerweichpech-
... haben wir systematisch
... und Rückstand hergestellt
... und Steinkohlenteer-
... Von den Binde-
... Erweichungspunkt und Verko-
... im grünen und gebrann-
... Widerstand im gebrannten

... war immer die folgende: zu-
... aus seinen Bestandteilen ge-
... nicht möglich war, erschmolzen
... wieder zerkleinert, bis alles durch
... Die für die Herstellung der Kohlen

0-1-1-1-0

Kindness will grow fairer

fortissimo forte



o/o hinderniss

Verwendete Bindemittelmenge betrug stets 15 %. Die Mischung mit der Muttersubstanz erfolgte bei pulverigem Bindemittel bei Zimmertemperatur durch sorgfältiges Mischen auf Papier und in einer Glasflasche, sonst in der Wärme oberhalb des Erweichungspunktes des Bindemittels durch Verrühren und Verkneten in einer Porzellanschale. Aus gleichen Einwaagen der so erhaltenen grünen Massen wurden Kohlen von 20 mm Durchmesser und im Mittel 75 mm Höhe in einer Blockpresse bei 500 Atm äußerem Preßdruck¹⁾ hergestellt. Die Preßtemperatur lag stets mindestens 20° über dem Bindemittelschmelzpunkt, jedoch nicht über 150°. Die grünen Kohlen wurden nach Einsetzen in Packmasse im N₂-Strom in einem Siliziumofen gebrannt, wobei die stündliche Temperatursteigerung bis 600° 100°, von 600° bis 1000° 200° betrug. Bei 1000° wurde der Ofen ausgeschaltet und über Nacht erkalten gelassen.

Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 3 und Figur 2 wiedergegeben:

Tabelle 3 nächste Seite.

- 1) Der Druck p in einer unter dem äußeren Druck p_0 stehenden Pulversäule verteilt sich längs der Höhe x der Säule nach der Funktion

$$p = a(1 - e^{-bx}) + p_0 e^{-bx},$$

wo a und b Konstanten sind. (S. Specht, Z.f. Elektroch. 38, 921 (32)). In einer Blockpresse ist also der auf das Pulver wirklich ausgeübte mittlere Preßdruck viel kleiner als der angewendete äußere Druck, weshalb ein Vergleich mit den Drucken der Griesheimer Strangpresse nicht möglich ist.

T a b e l l e 3

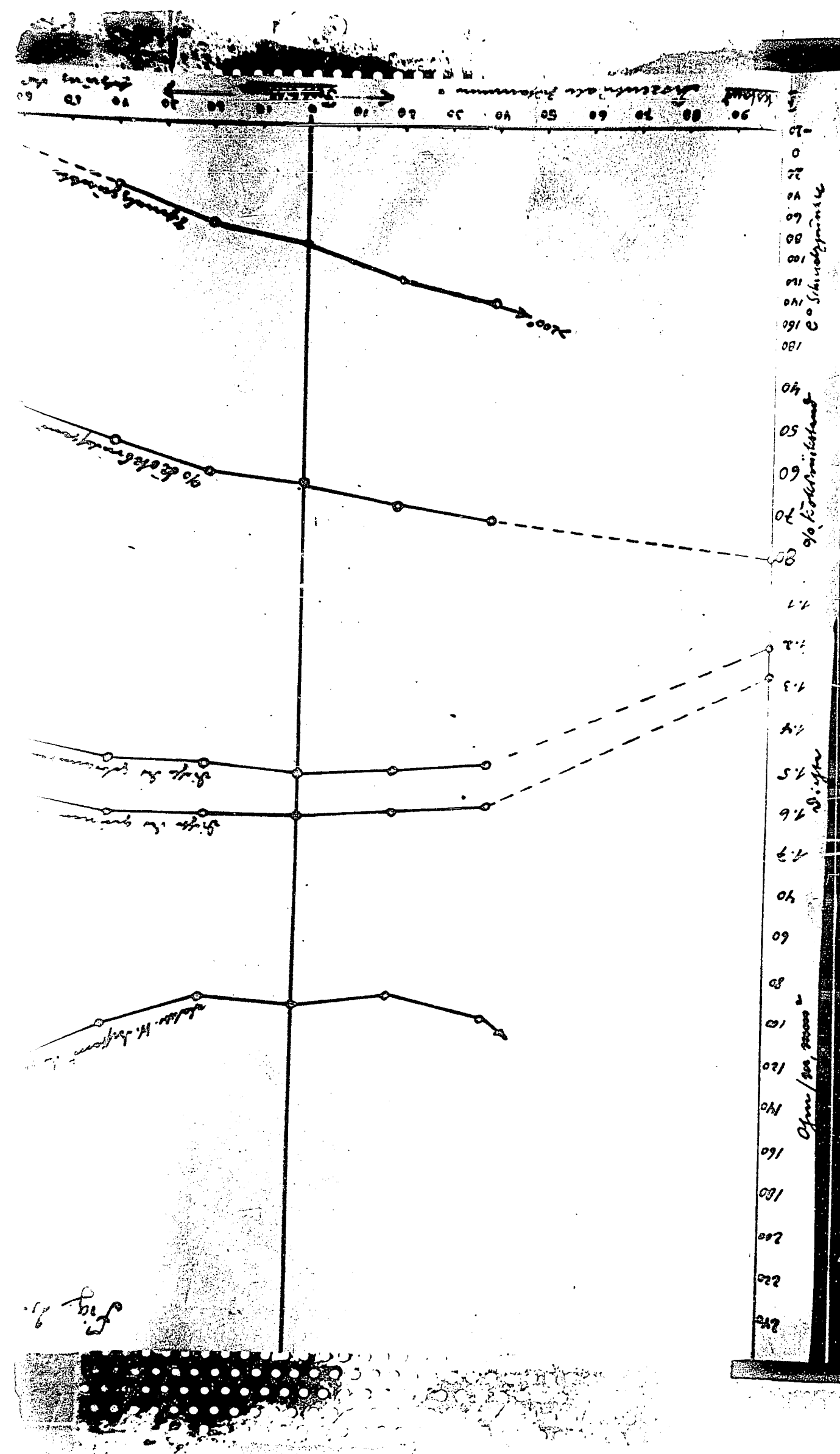
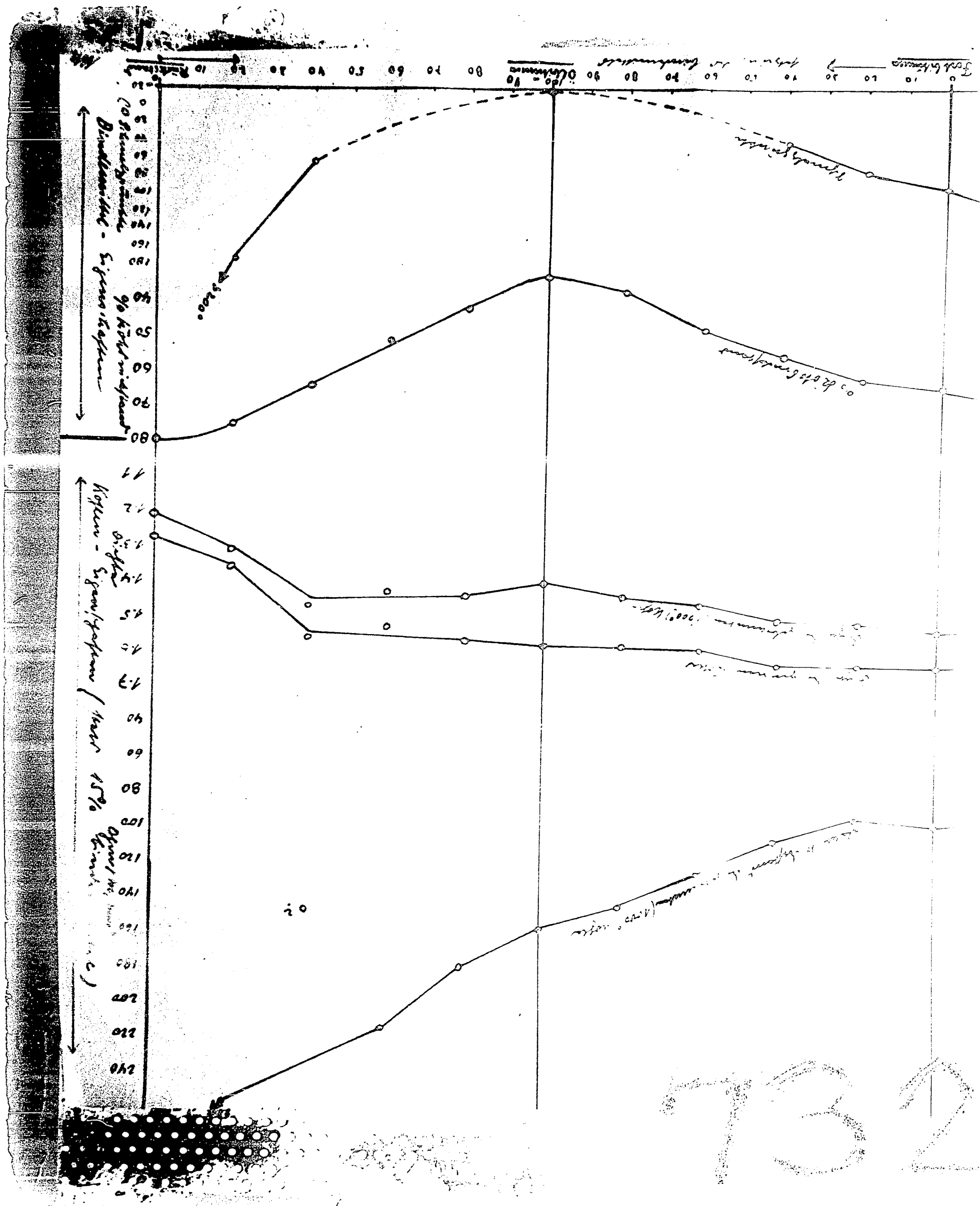
Vers. Nr.	Zusammensetzung des Bindemittels			Eigenschaften des Bindemittels		Eigenschaften der grünen Kohlen		Eigenschaften der gebrannten Kohlen		Bemerkungen
	Ol-bitumen %	Fest-bitumen %	Rückstand %	Schmelzpunkt	% Koks-rückstand	Beschaffenheit	Dichte	Beschaffenheit	Dichte	
12	-	-	100	> 210°	79 %	zerfällt durch leichten Druck mit d. Hand	1.28	zerfällt meist beim Herausnehmen Widerstands-messung nicht möglich	1.21	-
26	-	60	40	144°	72 %	mit der Hand zerbrechbar	1.60	fest, etwas Risbildung	1.50	101
25	-	80	20	124°	69 %	fest	1.62	fest	1.52	91
16	-	100	-	92°	64 %	sehr fest, nicht verformbar	1.63	sehr fest	1.53	96
17	20	80	-	74°	62 %	sehr fest, nicht verformbar	1.63	sehr fest	1.51	93
18	40	60	-	40°	55 %	fest wie grüne Kohle m. Bindemittel Griesheim	1.63	sehr fest	1.50	106
19	60	40	-	< 20°	48 %	wenig fest, verformbar	1.59	noch fest	1.46	125
20	80	20	-	< 20°	37 %	weich, stark verformbar	1.58	mit der Hand zerbrechbar	1.44	145

Packmasse haftet n. d. Brennen kaum an der Kohle
desgl.

mit steigendem Öl-bitumengehalt steigen Menge u. Festigkeit der nach dem Brennen an der Kohle anhaftenden Packmasse

Tabelle 3 (Fortsetzung)

Vers. Nr.	Zusammensetzung des Bindemittels		Eigenschaften des Bindemittels		Eigenschaften der grünen Kohlen		Eigenschaften der gebrannten Kohlen		Bemerkungen
	Ol- bitu- men %	Fest- bitu- men %	Rück- stand %	Schmelz- punkt	% Koks- rück- stand	Beschaffen- heit	Dich- te	Beschaffen- heit	Dichte Widerstand Ohm/m, mm ²
9	100	-	-	- 18°	32 %	zerfällt b. leichtem Druck m.d. Hand	1,58	leicht zerbrechbar	1,40 158
24	80	-	20	< 20°	42 %	weich, stark verformbar	1,57	m.d. Hand zerbrechbar	1,44 180
23	60	-	40	< 20°	51 %	m.d. Hand zerbrechbar	1,53	m.d. Hand zerbrechbar	1,43 215
22	40	-	60	64°	64 %	m.d. Hand zerbrechbar	1,56	m.d. Hand zerbrechbar	1,47 148
21	20	-	80	177°	75 %	zerfällt bei leichtem Druck m.d. Hand	1,36	sehr leicht zerbrechbar	1,31 257



Um die Identität der drei Extraktegruppen der verschiedenen untersuchten Steinkohlenprodukte in Bezug auf ihre Eignung als Bindemittel zu prüfen, haben wir noch Kohlen mit je 15 % dieser Bindemittel und zum Vergleich solche mit 20 % Bindemittel Griesheim in derselben Weise hergestellt:

Tabelle 4 siehe nächste Seite.

Die in der Tabelle 4 wiedergegebenen Versuchsergebnisse zeigen deutlich folgendes:

dem Ölbitumen kommt für die grüne Kohle praktisch kein Bindevermögen zu. Innerhalb der verschiedenen Kohlenprodukte steigt wohl das Bindevermögen, nicht aber die Klebkraft des Ölbitumens für die grüne Kohle mit seinem Erweichungspunkt. Für die gebrannte Kohle besitzt das Ölbitumen ein geringes Bindungsvermögen, da es beim Brennen die Muttersubstanz zunächst einschmilzt, beim weiteren Erwärmen destilliert der größte Teil unzersetzt ab und es bleibt nach dem Verkoken nur ein ganz geringer die Bindung bewirkender Bindemittelkoks zurück.

Das Festbitumen ist der eigentliche und praktisch alleinige Träger der Bindemittelleigenschaften. Es besitzt für die grüne Kohle ein ausgezeichnetes Bindevermögen und eine hohe Klebkraft. Beim Brennen der Kohle schmilzt es ebenfalls zunächst, destilliert aber nicht ab, sondern zersetzt sich bald nach dem Schmelzen unter Bildung einer beträchtlichen Menge die Bindung bewirkenden Koks. Wie Figur 2 zeigt, ergeben sich bei Verwendung von reinem Festbitum als Bindemittel sowohl für die grünen wie für die gebrannten Kohlen optimale Eigenschaften.

Tabelle 4

Vers. Nr.	Bindemittel	Eigenschaften der grünen Kohlen		Eigenschaften der gebrannten Kohlen	
		Beschaffenheit	Dichte	Beschaffenheit	Dichte Ohm/m mm ²
14	15 % Teer-Ölbitumen	zerfällt	1,62	sehr leicht zerbrechlich	1,39 264
4	" " " Festbitumen	sehr fest	1,63	sehr fest	1,52 86
11	" " " Rückstand	zerfällt	1,32	zerfällt	1,25 --
9	15 % Weichpech-Ölbitumen	zerfällt	1,58	leicht zerbrechbar	1,40 158
16	" " " Festbitumen	sehr fest	1,63	sehr fest	1,53 96
12	" " " Rückstand	zerfällt	1,28	zerfällt	1,21 --
10	15 % Hartpech-Ölbitumen	weich, verformbar	1,56	wenig fest, zerbrechbar	1,40 140
15	" " " Festbitumen	sehr fest	1,61	sehr fest	1,53 86
13	" " " Rückstand	zerfällt	1,29	zerfällt	1,48 ca. 500
32	20 % Bindemittel Griesheim	fest, verformbar	1,68	sehr fest	1,52 84

Dem Rückstand kommt weder für die grüne noch für die gebrannte Kohle irgendwelches Bindevermögen zu, da es sich noch vor Erreichen seines Schmelzpunktes zu zersetzen beginnt.

Die drei Extraktegruppen der verschiedenen Steinkohlenprodukte sind in Bezug auf ihre Eignung als Bindemittel untereinander praktisch identisch.

Die in Tabelle 3 und Figur 2 wiedergegebenen Versuchsergebnisse zeigen weiterhin folgendes:
Das Ölbitumen wirkt im Gemisch mit Festbitumen auf dieses lösend, im Gemisch mit Rückstand auf diesen zum mindesten erweichend; während jedoch ein Zusatz von Festbitumen zum Ölbitumen die Eigenschaften der mit diesem Bindemittel hergestellten Kohlen verbessert, verschlechtert der Zusatz von Rückstand zum Ölbitumen die entsprechenden Eigenschaften. Das Festbitumen verträgt bis zu etwa 20 % einen Zusatz sowohl an Ölbitumen wie an Rückstand ohne beträchtliche ungünstige Beeinflussung der Eigenschaften der damit hergestellten Kohlen. Der Zusatz von Ölbitumen zum Festbitumen wirkt sich, anders wie der Zusatz von Rückstand zum Festbitumen, sogar günstig aus, indem er den Schmelzpunkt des Festbitumens erniedrigt.

Da die drei Extraktegruppen der verschiedenen Steinkohlenprodukte untereinander identisch sind, gilt der in Figur 2 wiedergegebene Verlauf der Eigenschaften verschieden zusammengemischter Bindemittel und der damit hergestellten Kohlen schematisch auch dann, wenn die Bindemittel nicht nur aus Weichpechextrakten, sondern willkürlich aus den Extrakten der verschiedenen Steinkohlenprodukte zusammenge-

misert werden. Die folgenden in gleicher Weise ausgeführten Versuche stellen einige Beispiele hierfür dar:

T a b e l l e 5

Vers. Nr.	15 % Bindemittel, bestehend aus:	Eigenschaften des Bindemittels			Eigenschaften der grünen Kohlen			Eigenschaften der getrannten Kohlen		
		Schmelzpunkt	% Koks-rückstand		Beschaffenheit	Dichte		Beschaffenheit	Dichte	Ohm/mm ²
5	(90 % Teer - Festbitumen (10 % Hartpech-Ölbitumen	64°	56 %	sehr fest	1,64	sehr fest	1,51			89
6	(90 % Hartpech-Festbitumen (10 % Teerölbitumen	79°	64 %	sehr fest	1,64	sehr fest	1,53			85
8	(95 % Teer-Festbitumen (5 % Hartpech-Rückstand	78°	60 %	sehr fest	1,63	sehr fest	1,52			90
7	(50 % Hartpech-Ölbitumen (50 % Weichpech-Rückstand	62°	61 %	sehr fest	1,61	sehr fest, aber leichte Rißbildung	1,48			121

Schließlich haben wir noch einige Kohlen vom Durchmesser 70 mm mit entsprechenden Bindemittelgemischen in der Blockpresse bei 500 atm hergestellt und im Griesheimer Ringofen brennen lassen. Die Versuche ergaben:

T a b e l l e 6

Vers. Nr.	15 % Bindemittel bestehend aus:			Dichte der grünen Kohlen	Dichte der gebrannten Kohlen	Porenvolumen % ¹⁾
	15 % Hartpech-Festbitumen	15 % Teer-Ölbitumen				
27	85 % Hartpech-Festbitumen	15 % Teer-Ölbitumen		1,63	1,63	19,4
28	80 % Weichpech-Festbitumen	20 % Weichpech-Ölbitumen		1,61	1,61	21,5
29	80 % Teer-Festbitumen	20 % Hartpech-Ölbitumen		1,63	1,62	18,7
30a	60 % Weichpech-Rückstand	40 % Weichpech-Ölbitumen		1,48	1,44	27,8
30b	50 % Weichpech-Rückstand	50 % Weichpech-Ölbitumen		1,53	1,50	25,3

1) Nach Dr. Bauer, Bericht vom 7.3.33.

Die in den Tabellen 5 und 6 wiedergegebenen Versuche bestätigen die obigen Angaben. Auffallend ist, daß die im Griesheimer Ringofen gebrannten unter Verwendung von Festbitumen hergestellten Kohlen (Vers. 27-29, Tab. 6) im gebrannten Zustand die gleiche Dichte haben wie im grünen. Es tritt also offenbar bei diesen Kohlen während des Brandes im Ringofen die dem Gewichtsverlust gerade entsprechende Schwindung ein. Der elektrische Widerstand der im Ringofen gebrannten Kohlen entspricht dem der entsprechenden kleinen im Silitstabofen gebrannten Versuchskohlen, bei denen Schwindung, wenn überhaupt, so doch nur in geringem innerhalb der Versuchsfehler liegenden Maße auftrat.

Alle Versuchskohlen wurden nun in der oberen Lage des Bitterfelder Grafitofens graphitiert.¹⁾ Die Grafitierung fiel bei allen Kohlen schlecht aus, sodaß nur qualitativ vergleichende Angaben möglich sind: Danach läßt sich sagen, daß nur die mit 15 % Festbitumen als Bindemittel hergestellten Kohlen den in gleicher Weise mit 20 % Griesheimer Bindemittel hergestellten Kohlen nach dem Grafitieren in Bezug auf Aussehen und Festigkeit gleichen. Auch hier verträgt das Festbitumen bis zu ca. 20 % einen Zusatz sowohl an Ölbitumen wie an Rückstand. Die mit Ölbitumen und Rückstand und Gemischen hergestellten Kohlen waren durchweg schlecht. In keinem Fall hatte sich durch das Grafitieren der Widerstand der Kohlen wesentlich verbessert. Es ist offenbar noch nicht möglich, durch in so kleinem Maßstab und insbesondere in der Blockpresse hergestellte Versuchskohlen die Verhältnisse der

1) Vgl. Dr. Bauer, Bericht vom 7.3.33.

./.

grafs beweist nachzuweisen, daß vergleichende Aussagen über die Eigenschaften der Kohlen durch den ganzen Fabrikationsprozeß hindurch zulässig sind. Möglich ist allein der Vergleich zwischen den mit Festbitumen und Bindemittel Griesheim hergestellten Versuchskohlen untereinander, und da sind die Festbitumenkohlen, wie bereits gesagt, nach dem Grafitieren den mit Griesheimer Bindemittel hergestellten zumindest gleich.

Wir haben schließlich noch einige Versuchskohlen mit Grafitpulver (Packmasse des Bitterfelder Grafitofens) als Muttersubstanz und Festbitumen als Bindemittel hergestellt. Diese Kohlen wiesen nach dem Pressen bei sehr guter Festigkeit eine Dichte von im Mittel 1,62 auf. Beim Brennen vergrößerten die Kohlen, anstatt zu schwinden, ihr Volumen, was vielleicht an der sehr großen Feinheit des verwendeten Grafitpulvers (Größenordnung i. Mittel 10 μ) liegt. Wenn man die erreichten Dichtewerte von i. Mittel 1,62 abnimmt, wiesen die so erhaltenen Grafitkohlen eine noch höhere Festigkeit auf. Der Widerstand der Kohlen betrug am 100 Ohm.

Z u s a m m e n f a s s u n g .

Durch Extraktion mit Benzol und Fällen in Benzin lassen sich Teere und Pech in drei verschiedene Körpergruppen zerlegen:

- | | |
|--|-------------|
| 1.) Benzin- und Benzol-lösliches Ölbitumen | |
| 2.) Benzollösliches | Festbitumen |
| 3.) Unlöslichen | Rückstand. |

Diese Trennung wird für verschiedene Steinkohlen-, Braunkohlen- und Erdölprodukte durchgeführt. (Tabelle 1, S. 3 und 4). Die drei untersuchten Steinkohlenprodukte - Teer, Weichpech und Hartpech aus Griesheim - unterscheiden sich kaum in ihrem Gehalt an Festbitumen, vornehmlich dagegen im Gehalt an Rückstand und Ölbitumen. Die Hauptunterschiede zwischen dem Teer und den Pechen liegen innerhalb der verschiedenen Körpergruppen in deren Molekülgröße. Von besonderem Interesse ist der große Unterschied beim Verkoken der verschiedenen Körpergruppen. (S. 1 - 7).

Es wird die Eignung der verschiedenen Extraktegruppen der Steinkohlenprodukte als Bindemittel bei der Kohlenfabrikation im Laboratoriumsmaßstab unter Verwendung einer Blockpresse untersucht. Die Versuche (Tabelle 2, S. 8, Tab. 3 hinter Seite 9, Tab. 4 hinter Seite 10 und Fig. 1 hinter S. 8 und Fig. 2 hinter Tab. 3) zeigen, daß das Festbitumen der eigentliche und praktisch alleinige Träger der Bindemittelseigenschaften ist. Die optimale Bindemittelmenge, die beim Griesheimer Bindemittel bei 20 % liegt, liegt beim Festbitumen bei nur 15 %. Das Festbitumen verträgt bis zu etwa 20 % einen Zusatz von Ölbitumen ohne beträchtliche ungünstige Beeinflussung der

./.

Eigenschaften der damit hergestellten Kohlen, der Zusatz von Ölbitumen zum Festbitumen wirkt sich sogar günstig aus, indem er den Schmelzpunkt des Festbitumens erniedrigt. (S. 7 - 13)

Inwieweit sich diese Untersuchung - über die bloße Erweiterung unserer Kenntnis von den Eigenschaften und dem Verhalten des Bindemittels hinaus - praktisch auswerten lassen wird, müssen weitere Versuche ergeben. Bei diesen Versuchen müßte vorerst einmal ein Vergleich zwischen mit Festbitumen und Bindemittel Griesheim unter praktischen Verhältnissen hergestellten Kohlen durchgeführt werden. Da hierbei zur Erniedrigung des Schmelzpunktes zunächst ein Zusatz von Ölbitumen zum Festbitumen notwendig ist, müßte weiterhin durch praktischen Versuch geklärt werden, wie hoch der Schmelzpunkt des neuen Bindemittels liegen darf, um noch unter den in Griesheim gegebenen Verhältnissen mit der Strangpresse genügend dichte Kohlen erhalten zu können, und ob sich dadurch fabrikatorisch Vereinfachungen, z.B. beim Mischen oder Brennen, ergeben würden. Es wäre dann zu prüfen, wie man unter Umgehung der umständlichen Extraktion, beispielsweise durch Abblasen eines Teeres im Vakuum, zu einem möglichst viel Festbitumen haltigen Bindemittel kommen kann. Schließlich wäre noch zu erwägen, inwieweit sich solche neue Bindemittel auf Basis des Festbitumens für spezielle Zwecke - z.B. Grafittegel oder -Rohre, Dynamobürsten, Lichtkohlen, usw. - gegebenenfalls unter Verwendung einer kleinen Blockpresse eignen würden.

gez. Neukirch

Bitterfeld, den 7. August 1933.
Dr.Nk./Ke.

740

18. Juni 1942. v.Htm/Le.

Kokverfärbung
Nr. 550.

Besprechung bei Schunk & Ebe, Gießen,
über Herstellung von Anoden für Gleichrichter
am 18. 6. 1942.

Anwesend: Herr Dir.	Schunk	} Schunk & Ebe
" Dr.	Münch	
" Dr.	Stockmeyer	
" Dr.	Schliephake	
" Dipl.Ing.	Wallenfels	
"	Krauss	} BBC.
"	Dietz	
" Obering.	Baumgärtner	
"	Meier	} (Lampertheim)
" Dipl.Ing.	zur Nieden	
" Dr.	Pfarrmann	} I.G. Lu.
" Dr.	v.Hartmann	

Zunächst umrissen die Herren von BBC. mit wenigen Worten den Zweck der Besprechung. Dann gab Herr Dr. Stockmeyer eine zusammenfassende Darstellung des Fabrikationsganges.

Die Herstellung des Anodenmaterials geht von Retortenkohle oder Petrolkoks aus (Aschegehalt 0,6 = 1 %). Als Bindemittel dient Fein verschiedener Qualität mit ca. 0,4 % Asche - manchmal auch Feinbrech. Der Koks wird auf eine bestimmte Korngrösse gemahlen und bei Temperaturen bis zu 200 °C mit Bindemittel gemischt. Diese bis zu 35 % Bindemittel enthaltende Mischung wird nun nach der Erkaltung pulverisiert. Dann folgt der Pressvorgang, der - trocken und kalt - in Walzenpressen vorgenommen wird. (Strangpressen haben sich für diesen Zweck nicht bewährt.) Die untere Grenze des angewandten Druckes ist 1000 atü. Das Pressen muss besonders sorgfältig erfolgen; die Länge der Presstücke ist begrenzt, da der Druck zur Mitte hin durch die auftretenden Scherkräfte abnimmt. Die Presstücke werden nun im Ringofen, eingepackt in einer Koks-schicht, bei ca. 1400 °C geglüht. Dieser Glühprozess nimmt im Ganzen etwa 3 Wochen in Anspruch. Es folgt nun der Graphitierungsprozess, der im elektrischen Widerstands-ofen durchgeführt wird. Das Material wird hier, in Kohlepulver eingebettet, mittels Stromdurchgang auf > 2000 °C erhitzt. Die strukturelle Veränderung, die das Material hierbei erleidet, wirkt sich am her-vorstechendsten in der starken Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit aus und ist mittels Debye-Scherrer-Aufnahmen unmittelbar erkennbar. Das Material geht nun zur Formgebung der mechanischen Bearbeitung zu.

Im Anschluss an diese Ausführungen über den Fabrikationsgang wurde die Veränderung, die das Material hierbei erleidet, in ver-schiedenen Richtungen erörtert. Wie bereits erwähnt, lässt sich die-se röntgenoptisch verfolgen. Der Aschegehalt ändert sich beim ersten Glühvorgang nicht; bei der Graphitierung vermindert er sich um die Hälfte. Die Löslichkeit in Salpetersäure nimmt mit der Vorbehandlung ab. Auf eine Frage von Dr. Pfarrmann teilten die Herren mit, dass sich auch deutliche Unterschiede in Abhängigkeit vom Ausgangsmaterial er-geben, die im Mikrobild (Schliffbild) erkennbar sind.

Es wurde dann die in Lampertheim durchgeführte thermische Nachbehandlung besprochen, wobei unsererseits auf die deutliche Änderung hingewiesen wurde, die das Material hierbei erfährt, obwohl die Nachbehandlung nur bei 1500°C - allerdings im Hoch-Vakuum - erfolgt ist. In diesem Zusammenhang erläuterten die Herren von B.B.C. nochmals die Schwierigkeiten, die im Grossgleichrichter auftreten und führten die Gründe bzw. die Versuche an, die darauf hindeuten, dass in der Hauptsache das Anodenmaterial verantwortlich zu machen ist.

Im Anschluss an diese Erörterungen wurde die Möglichkeit besprochen, ein ascheärmeres Material aus von den Hochdruckversuchen zu stellenden Ausgangsstoffen zu liefern. Hierbei wurde festgestellt, dass für eine vollständige Prüfung eines neuen Materials etwa 500 kg Ausgangsmaterial (= Koks + Bindemittel) benötigt werden. Hierfür wurden nach Rücksprache mit Dr. Pier die normalen in Ludwigshafen hergestellten Produkte geliefert werden. Für Spezialversuche in kleinen Versuchsgleichrichtern sollen 30 kg eines extrem aschearmen Kokes zur Verfügung gestellt werden. Ausserdem soll Schunk & Ebe soviel als möglich 100 kg Bindemittel erhalten, um zunächst die Verwendbarkeit dieses Bindemittels mit den bekannten Ausgangsstoffen zu prüfen.

Im Anschluss an die Besprechung folgte eine Führung durch die Fabrik, die einen ausgezeichneten Eindruck macht. Sie beschäftigt etwa 500 Arbeiter und die Fabrikation umfasst eine Reihe wichtiger Artikel, wie Kohlebürsten, Elektroden für Radio-Röhren, Übertragungsringe für Auto-Kupplungen, poröse Lager etc. Besonders eindrucksvoll ist eine grosse Werkhalle, in der das Material auf Drehbänken, Schleifmaschinen und Sägen bearbeitet wird und die durch sorgfältigste Absaugung an allen Bearbeitungsstellen völlig staubfrei gehalten ist.

H. Hermann
H. Hermann

E.H.W.
Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Anoden-Material für Gleichrichter.

Besuch der Gleichrichterfabrik in Lampertheim (BBC).

am 27.5.42.

Die Anoden haben einen Durchmesser von ca. 20 cm und eine Höhe von etwa 12 cm; sie sind in zwei zusammenschraubbaren Teilen gearbeitet, die um den metallischen Leiter geschraubt werden; sie sitzen auf einem starken Porzellankragen. In jedem Gleichrichter sind 12 derartige Anoden, von denen sich je ein Gitter aus Graphitmaterial und eines aus Eisen zu Abschirmungszwecken befindet. Die einzigen in einem solchen Gleichrichter verwendeten Materialien sind Eisen (Gitter), Porzellan (Isolation), Graphit (Anoden) und Quecksilber (Kathode). Jede sogenannte Rückzündung (die stets von Anode zu Anode - grösste Spannungsdifferenz - erfolgt) entspricht etwa einem Kurzschluss und zwingt zur Ausschaltung des Gleichrichters, der danach zwar meist wieder unbeschadet in Betrieb genommen werden kann. Doch können solche Ausfälle abgesehen von den beträchtlichen Energieverlusten auch oft unangenehme Folgen haben. Wird ein solcher Gleichrichter, der öfter rückgezündet hat, dann auseinandergenommen, so finden sich an der ursprünglich fast metallisch glänzenden Oberfläche der Anoden aufgeraute Flächen oder richtige kleine kraterähnliche Gebilde von mehreren Zehntelmillimetern Tiefe.

Die Anoden werden B.B.C. fertig geliefert und bestehen, wie wir feststellen konnten, aus einem ausgezeichneten durchgraphitierten Material mit 0,2 - 0,3 % Asche, die sich in der Hauptsache aus Si und Fe zusammensetzt. Lieferfirmen sind Konradi und Siemens-Plania. In letzter Zeit ist B.B.C. auch mit Schunk & Ebe in Verbindung getreten, die ihnen probeweise ein ausgezeichnetes Material geliefert haben.

Über die Herstellungsart der Anoden wussten die Herren nichts Genaues. Ich konnte nur erfahren, dass von den Firmen angeblich 2 Wochen zur Herstellung des amorphen Materials (unter Druck bei 1500°C) benötigt werden, das dann 1 Woche bei 3000°C (?) graphitiert wird.

Man glaubt nun (wie bereits mitgeteilt) in der Alkalität der Anoden das Hauptmerkmal für die schlechte Eignung gefunden zu haben und ist dazu übergegangen, die fertig angelieferten Anoden einem Ausglühprozess bei 1500-2000°C zu unterwerfen. Diese Behandlung hat zu einer merklichen Verminderung, wenn auch nicht vollständigen Beseitigung der Störungen geführt. Sie ist aber naturgemäss äusserst kostspielig. Sie wird in einem Ofen vorgenommen von etwa 2 m Länge, finden und der als Stromführung bzw. Widerstand dient, um die notwendige Temperatur zu erzielen. Das ganze Rohr steht wieder in einem weiteren Graphitrohr, das als Wärmeschutz dient und dieses wiederum in einem längeren Eisenrohr, das wassergekühlt wird und oben und unten vakuumlich verschlossen ist. Die Dauer dieser Hochtemperaturbehandlung beträgt ca. 10 - 14 Std., sodass mit Aufheizen, Abkühlen und Ausbauen eine Charge ca. 1 1/2 bis 2 Tage in Anspruch nimmt.

Die so behandelten Anoden zeigen (mit Phenolphthalin-papier) keine alkalische Reaktion mehr. Sie werden nun in dem Grossgleichrichter eingebaut. Dieser wird durch eine hineingestellte Heizung unter Vakuum ausgeheizt (ca. 70 - 80°), dann wird er wieder kurz geöffnet, die Heizung entfernt und Quecksilber eingefüllt. Nun werden die Anoden durch vorsichtige Inbetriebnahme unter langsam gesteigerter Spannung "formiert". Hierbei findet eine vom Anodenmaterial abhängige Gasentwicklung statt. Die "Formierung" dauert jeweils 3 Tage und wird dreimal vorgenommen. Nach den ersten beiden Formierungen wird der Gleichrichter geöffnet und auf sein Aussehen geprüft. Nach der dritten Formierung ist er betriebsfertig.

Bei der Öffnung des Gleichrichters nach den ersten beiden Formierungen gibt nun das Aussehen der Anoden einen ersten Anhaltspunkt für ihr Verhalten. In ungünstigen Fällen sind die Oberflächen stark angegriffen, aufgeraut oder fleckig. Manchmal finden sich sogar kleine bis zu mehreren Zentimetern tiefe Krater darauf. Ausserdem finden sich an den Eisenflächen des Gleichrichters manchmal mit dünnen, dunklen Schichten überzogene Stellen. In günstigen Fällen (dies war leider der Fall bei einem in meiner Gegenwart vorgenommenen Ausbau) sind die Oberflächen sowohl der Anoden wie der Eisenteile unverändert.

Bei jeder Formierung findet sich auf dem Boden des Gleichrichters rings um das Kathodenbecken ein schwarzer, stark mit Quecksilber vermischter Niederschlag feinsten Verteilung, der sich mit einfachen Mitteln von dem Quecksilber nicht trennen und daher bislang nicht genauer analysieren liess.

Es wurde besprochen, dass die Hochdruckversuche zunächst die Bearbeitung folgender Fragen in Angriff nehmen werden:

- 1) Genaueste analytische Untersuchung der Anodenmaterialien verschiedener Herkunft und Behandlung;
- 2) Versuch der Anwendung physikalischer Prüfmethode mit dem Ziel der Feststellung eventueller struktureller Unterschiede der Materialien;
- 3) Die Herstellung eines ascheärmeren Ausgangsmaterials für die Anodenherstellung mit dem Ziel, die Frage zu klären, ob der Aschegehalt, wie zunächst vermutet werden muss, von erheblichem Einfluss ist;
- 4) Qualitative und quantitative Untersuchung des nach den Formierungen im Gleichrichter erhaltenen Niederschlages.

Für die Herstellung der Anoden aus dem von uns zu stellenden Material wird Schunk & Ebe, Giessen, vorgeschlagen und eine Besprechung mit dieser Firma wegen der Art und Menge des zu liefernden Rohmaterials sowie über die Art der Behandlung desselben in Aussicht genommen.

H. Müller

A k t e n n o t i z .
=====

Vertraulich
=====

Betr.: Anoden für Quecksilberdampfgleichrichter.

Dr. Meyer - Delius und Direktor Grieshaber von der Firma Brown, Boveri & Co., die ich vor einiger Zeit auf einer Privatgesellschaft traf, klagten über die Schwierigkeiten, die sie mit ihren Quecksilberdampfgleichrichtern hatten (Rückströme), und die sie auf die schlechte Qualität des Anoden-Materials zurückführen. Diese Schwierigkeiten sind nicht neueren Datums, sondern bestehen schon und haben wohl nur in den letzten Jahren mit den technischen Abmessungen der Gleichrichter zugenommen.

Ich sagte den Herren, daß, wenn die Störungen wirklich ihren Grund in dem Anoden-Material haben, sie sicher durch Herstellung eines entsprechend reinen Graphits zu beheben sind und bat sie, uns doch gelegentlich Proben zur Untersuchung zu übergeben. Allerdings dürfte man nicht ohne Weiteres ausschließen, daß die Störungen andere Ursachen haben (wie etwa die Dichtungen, die mit Gummi durchgeführt werden, der z.B. von Hg-Ionen angegriffen wird). Ich bat die Herren dann später um nähere Auskünfte über die Herkunft und Verarbeitung der Anoden sowie um die Genehmigung, ihre Angaben in der I.G. Hochdruckversuchen bearbeitet würde, weshalb ich es durchaus für möglich hielt, daß Dr. Pler gern bereit wäre, Rat und Hilfe zuteil werden zu lassen, und dies im Rahmen der laufenden durchzuführenden Arbeiten möglich ist. Ich erwähnte auch, daß ich es für durchaus möglich hielt, einen praktisch aschefreien Koks für diese Spezialzwecke herzustellen. Die Herren waren einverstanden und baten um eine vertrauliche Behandlung. Sie wiesen darauf hin, daß gerade für die I.G. (Huls) die Lösung dieses Problems sehr wichtig wäre.

Der Bedarf an Anodenkoks für diese Zwecke ist, da die Anoden ja praktisch keinem Verschleiß unterliegen, nur äußerst gering. BBC hätte etwa einen Jahresbedarf von 10 to. Der Preis spielt dabei in weiten Grenzen keine Rolle.

Das fertige graphitische Anoden-Material wird von verschiedenen Firmen bezogen, so von Konradi und Siemens-Plania. Es wird dann auf der Drehbank bearbeitet. Um die Störungen durch Rückströme zu vermeiden oder wenigstens zu vermindern, ist dann BBC dazu übergegangen, diese fertigen Elektroden bei 1500° im Vakuum auszuglühen und sie dann nochmals kurz auf der Drehbank zu überarbeiten. Die Nachbehandlung hatte eine Verbesserung gebracht. Doch sind der eigenen Auffassung nach alle Angaben über Güte der Elektroden äußerst unsicher.

Um die Anoden zu prüfen, wird eine etwas primitive Probe mit Phenolphthalein-Papier vorgenommen, wobei angenommen wird, daß die durch Rotfärbung angezeigte Alkalität auf ungeeignetes Material hinweist.

Der Aschegehalt des Materials liegt wahrscheinlich in 0,1-0,2%. Die Proben werden zur Zeit von Dr. Wittmann und Dr. Lemme untersucht.

Harlan

Verein für die bergbaulichen Interessen, Essen

Friedrichstraße 2

-7. 5. 42 V. I

0138

I.G. Farbenindustrie A.G.

Ludwigshafen a.Rh.

Ihre Nachricht vom
Hochdruckversuche 22.10.41 Hg/Pr
1/1a 558

Unsere Zeichen
TR

Essen, den

5.5.42.

16/5

Elektrodenkoksprobe.

Leider können wir erst heute auf Ihr an den Unterzeichneten gerichtetes Schreiben vom 21.10.41 zurückkommen, mit dem Sie uns eine Elektrodenkoksprobe aus der Steinkohlen-Hydrierung ankündigten (Probe Nr. 470/22/23). Wir haben die Untersuchung dieser Koksprobe infolge starker Arbeitsüberlastung erst jetzt in unserem Laboratorium abschließen können und übermitteln Ihnen anbei unseren Bericht zu J.Nr. 213/90 nebst einem Durchschlag. Bei der Untersuchung haben wir vor allem aus unserer Ansicht nach für Elektrodenkokse so wichtige Koksgefüge behandelt und einige weitere Eigenschaften nachgeprüft. Für andere Bestimmungen war, wie im Bericht erwähnt, die Probemenge zu gering. Den niedrigen Aschengehalt fanden wir bestätigt. Für den von uns gefundenen hohen Wert von 1,4% für die flüchtigen Bestandteile wollen wir nicht garantieren. Wir erproben zur Zeit für Elektrodenmaterial noch verschiedene Bestimmungsverfahren für flüchtige Bestandteile aus und sind dabei noch zu keinem befriedigenden Ergebnis gekommen. Es wäre uns daher lieb zu hören, nach welchem Verfahren Sie in Ihrem Laboratorium den Wert 0,5% für die flüchtigen Bestandteile ermittelt haben.

Bei uns wurde die bekannte Bochumer Methode im Platintiegel zugrunde gelegt. Sie stellten in Ihrem damaligen Schreiben noch weitere Proben in Aussicht, die wir Ihnen gegebenenfalls auch gern untersuchen werden. Wir würden dann aber um etwas größere Probemengen bitten und hoffen, Sie dann etwas schneller bedie-

7. Mai 1942

Betr.: Untersuchung von Elektrodenkoks der I.G. Farbenindustrie - Ludwigshafen.

Sachbearbeiter: Dipl.-Ing. Abramski

Durch entsprechende Untersuchungen sollte die Beschaffenheit und Verwendbarkeit des übersandten Elektrodenkokes festgestellt werden. Von den chemisch-physikalischen Untersuchungen konnten aus Materialmangel - es standen etwa 250 g Koks zur Verfügung - nur eine Kurzanalyse, Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes, Leitwiderstandsmessungen im Originalzustand sowie nach Nachglühen auf 1300 °C und eine Abriebfestigkeitsprüfung durchgeführt werden, während die ebenfalls vorgesehene chemische Aschenanalyse, sowie die Bestimmung der Reaktionsfähigkeit und des wahren spez. Gewichtes nicht vorgenommen werden konnten. An angeschliffenen Stücken wurde das Koksgefüge sowohl qualitativ wie auch quantitativ mikroskopisch untersucht.

In der Zahlentafel Nr. 1 sind die Ergebnisse der chemischen Untersuchung zusammengestellt. Der Wassergehalt ist mit 0,20 % recht gering und genügt den Ansprüchen an Elektrodenkoks weitgehend. Mit nur 0,21 % Asche ist das vorliegende Material in bezug auf den Aschengehalt für die Verwendung als Elektrode ganz hervorragend geeignet. Auch bezüglich der chemischen Aschezusammensetzung können dabei keine unliebsamen Überraschungen mehr auftreten. Dagegen liegen die flüchtigen Bestandteile mit 1,4 % sehr hoch und werden den Anforderungen an Elektrodenkoks, bei dem 0,5 % flüchtige Bestandteile bzo. auf Trockenzubstanz nicht überschritten werden sollen, nicht gerecht. Der Gesamtschwefelgehalt ist mit 0,12 % bemerkenswert niedrig.

Die Zahlentafel Nr. 2 enthält die Ergebnisse der Abriebfestigkeitsprüfung und der Leitwiderstandsmessungen.

Die Abriebs- oder Trommelfestigkeitsprüfung wurde in einer eigens für Retortenkokse (Kleinkokse) entwickelten Apparatur der rohstofflichen Forschungsstelle vorgenommen. Dabei ergeben sich für abriebste Kokse hohe Anteile + 10 mm nach der Trommelung. Für gute Hochofenkokse aus Ruhrfettkohlen liegen die Anteile + 10 mm, die ungefähr mit den bei der üblichen Trommelung in der Syndikatstrommel für Betriebskokse erhaltenen Anteilen + 40 mm übereinstimmen, über 75 bis 85 % bei entsprechend geringen Abriebmengen unter

nen zu können, weil wir inzwischen in der Lage waren, unsere
Kräfte im Laboratorium zu verstärken.

Glückauf und Heil Hitler

Verein für die bergbaulichen Interessen

Die Geschäftsführung:

Heinrich

1 mm. Elektrodenkoks aus Steinkohlenteerpech weist sogar Anteile + 10 mm von über 90 % auf. Danach verfügt der untersuchte Koks mit einem Anteil + 10 mm von nur 67,2 % bei recht hohem Abriebanfall - 1 mm von fast 26 % über keine besonders gute Abriebfestigkeit.

Bei der Leitwiderstandsmessung nach Jenkner wird die Messung mit der Körnung 0,088-0,06 mm ($4900-10\ 000\text{ M/cm}^2$) und nach Verdichtung des Kokspulvers auf 150 kg/cm^2 vorgenommen. Im Originalzustand weist dabei die vorliegende Probe einen Leitwiderstand von 695 Ohm auf. Nach Angaben der Aluminiumwerke soll bei Einhalten dieser Körnung und einem mittleren Preßdruck zwischen etwa $100-200\text{ kg/cm}^2$ der Leitwiderstand 1000 Ohm nicht überschreiten; hiernach genügt also der vorliegende Koks den Anforderungen. Bei Nachglühen auf $1300\text{ }^\circ\text{C}$ im Stickstoffstrom verringerte sich der Leitwiderstand sehr erheblich auf 335 Ohm.

Schließlich wurden noch an angeschliffenen Koksstücken qualitative und quantitative mikroskopische Untersuchungen vorgenommen.

Bei einer qualitativen Übersichtsdurchmusterung war festzustellen, daß der Koks ein ziemlich gleichmäßiges Gefüge aufweist. Bei Überwiegen von größeren Poren zeigt er fast durchweg starke Zellwände, die nur ganz untergeordnet kleinste Poren in der Zellwandmasse erkennen lassen. Die Ausbildung ähnelt damit dem Gefüge von Koks aus reinem Steinkohlenteerpech. Bei Betrachtung im polarisierten Licht deuten die starken Anisotropieeffekte auf eine sehr kräftige, im übrigen meist leistenförmig ausgebildete Graphitierung hin.

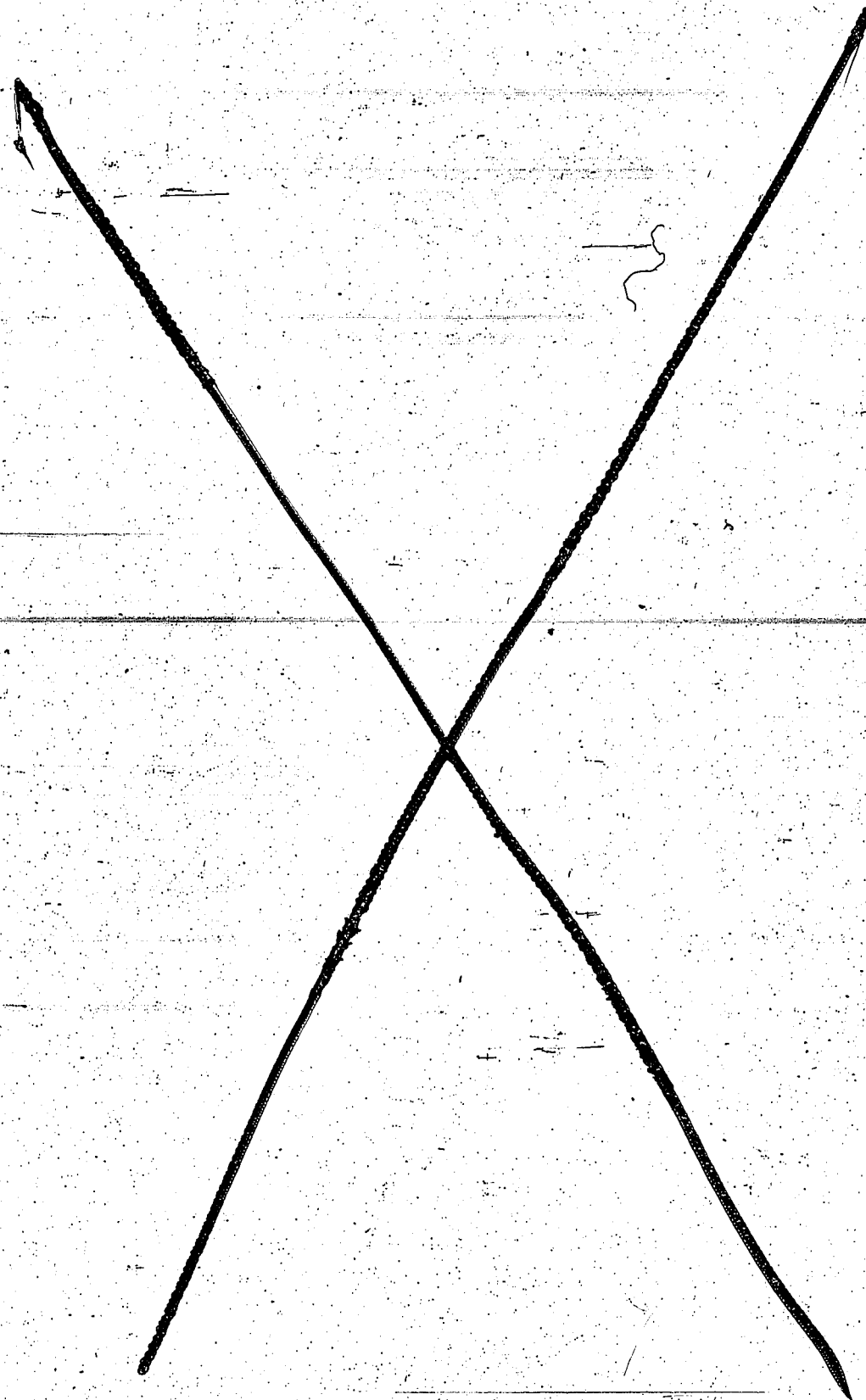
Die Ergebnisse der quantitativen mikroskopischen Koksgerügemessung gehen aus der graphischen Darstellung in Abbildung Nr. 1 und der Zahlentafel Nr. 3 hervor. Zum Vergleich ist auch die graphische Darstellung des Gerüges von Elektrodenkoks aus reinem Steinkohlenteerpech aufgenommen.

Bei der quantitativen mikroskopischen Koksgerügemessung werden die Poren und Zellwände (eigentliche Kokssubstanz) gesondert quantitativ nach bestimmten Größenordnungen mit Hilfe des Leitz'schen Integrationstisches und eines Objektmikrometers ausgemessen. Aus dem dabei ermittelten Verhältnis von Summe der Zellwände zu Gesamtporenraum ergibt sich die Dichtigkeit D. Aus den Anteilen der einzelnen Porengrößen bzw. Zellwandstärken kann man dann die mittlere Porigkeit P bzw. die mittlere Zelligkeit Z errechnen, die angeben, welche Porengröße bzw. Zellwandstärke im Koks überwiegend vertreten sind. Zum besseren Verständnis ist

ein Sonderdruck über die mikroskopische Bestimmung der Dichtigkeit, Porigkeit und Zelligkeit von Koksen beigelegt. Die für P und Z errechneten Werte sind demnach für eine bestimmte vorherrschende Gefügebildung der betreffenden Koksse kennzeichnend und lassen gewisse Rückschlüsse zu hinsichtlich des Feuerungsverhaltens bzw. der Verbrennlichkeit ebenso wie der Koksfestigkeit und damit auch bis zu einem gewissen Grade des Graphitierungsgrades. Wenn bei starker Graphitierung dürften die Zellwände widerstandsfähiger gegen Druck und Abrieb sein als bei gleicher Stärke in nur schwach graphitiertem, noch mehr kohligem Zustand. Für den Verwendungszweck als Elektrodenmaterial spielt die Ausbildung des Koksgerüges insofern noch eine sehr große Rolle, als es besonders bei Einsatz als Söderbergelektrode, von sehr großer Bedeutung ist, in welche Körnungen das Material bei der Zerkleinerung hauptsächlich zerrällt. Zu hohe Anteile an Feinstkorn sind dabei ausgesprochen ungünstig wegen Verschlechterung der sog. dichtesten Packung in der Elektrode, erhöhten Bedarfes an Bindemitteln sowie stärkeren Abbrandes. Der Anteil an Feinstkorn wird nun zweifellos bei reinporigen Koksen mit entsprechend viel schwachwandiger Kokssubstanz wesentlich stärker sein als bei Koksen mit mehr großen Poren und dazwischen liegenden starken Zellwänden. Letztere Ausbildung zeigt in besonders vollkommenem Maße, wie aus der graphischen Darstellung in der Abb. Nr. 1 hervorgeht, daß der Koks aus Steinkohlenteerpech, der sich daher sowohl bei Einsatz als Blockanode wie auch als Söderbergelektrode hervorragend bewährt. Der Wert für die Dichtigkeit liegt bei 0,94. Die 3 kleinsten Porengrößen unter 0,5 mm sind bei reinem Pechkoks nur mit rund 5 % beteiligt, während die gröberen Poren 46,5 % ausmachen. Bei der Zellwandausbildung ist besonders bemerkenswert, daß die schwächsten Zellwände unter 0,2 mm überhaupt nicht vertreten sind, mittelstarke Zellwände mit nur etwa 3 %, während sehr kräftige Zellwände über 0,5 mm Wandstärke außerordentlich stark vorherrschen und zu etwa 45 % am Koks Aufbau beteiligt sind. Je mehr also ein Elektrodenkoks sich dieser Gefügebildung nähert, um so günstiger ist er hinsichtlich der oben genannten Eigenschaften (dichteste Packung usw.) zu bewerten.

Danach weist der vorliegende I.G. Elektrodenkoks mit dem Dichtigkeitswert 1,11 eine schon recht zufriedenstellende Gefügebildung auf. Bei den Poren überwiegen ebenfalls eindeutig die Poren über 0,5 mm mit etwa 37 %, während die feineren Poren unter 0,5 mm mit nur rund 10 % vertreten sind. Auch die Ausbildung

750



der Zellwände ähnelt weitgehend der des Pechkokses. Die stärksten Zellwände + 0,5 mm sind bei diesem mit 36 % ebenfalls weitaus am meisten beteiligt. Die nächst kleinere Größenordnung 0,5 - 0,2 mm, die also auch noch ziemlich kräftige Zellwände aufweist, ist ebenfalls noch mit rund 13 % vertreten. Hierzu kommen noch rund 3 % feinerer und feinsten Zellwände, die also nur ganz untergeordnet auftreten. Demgegenüber weist z.B. ein aus einer Fettkohle hergestellter Reinstkoks überhaupt keine starken Zellwände über 0,5 mm auf, während die schwächeren und schwächsten Zellwände bis 0,2 mm bei solchen Koksen etwa 25-35 % ausmachen bei ebenfalls entsprechend feinporiger Ausbildung.

Abschließend ist also festzustellen, daß der untersuchte Koks hinsichtlich des Wasser- Aschen- und Schwefelgehaltes sowie hinsichtlich des Leitwiderstandes und des Koksgefüges den an einen guten Elektrodenkoks zu stellenden Anforderungen voll genügt. Besonders der außerordentlich niedrige Aschengehalt von nur 0,21 % ist bemerkenswert. Dagegen liegen die flüchtigen Bestandteile mit 1,4 % noch viel zu hoch, da 0,5 % nicht überschritten werden sollen. Bei Verkokung bei höheren Temperaturen bzw. längeren Garungszeiten zur Senkung der flüchtigen Bestandteile würde wahrscheinlich auch noch die Leitfähigkeit günstig beeinflusst werden. Das gleiche trifft auch für die Koksfestigkeit zu, die bei dem untersuchten Koks nicht besonders günstig ist, vor allem wegen des hohen Anteiles an feinstem Abrieb unter 1 mm bei der Trommelung, was sich auch bei der Zerkleinerung durch hohen Anfall an Feinstkorn unliebsam bemerkbar machen könnte.

Essen, den 30.4.1942

Hilber

Abraham

Zahlentafel Nr. 1

Kurzanalyse und Gesamtschwefelbestimmung

Probenbezeichnung		Elektrodenkoks d.I.G.Farbenindustrie Ludwigshafen	
Wasser	%	0,20	
Asche	%	0,21	
Fl. Bestandteile	%	1,40	
bez. a. Trockensubstanz			
Fl. Bestandteile	%	1,40	
bez. a. Reinsubstanz			
Gesamtschwefel	%	0,12	

Zahlentafel Nr. 2

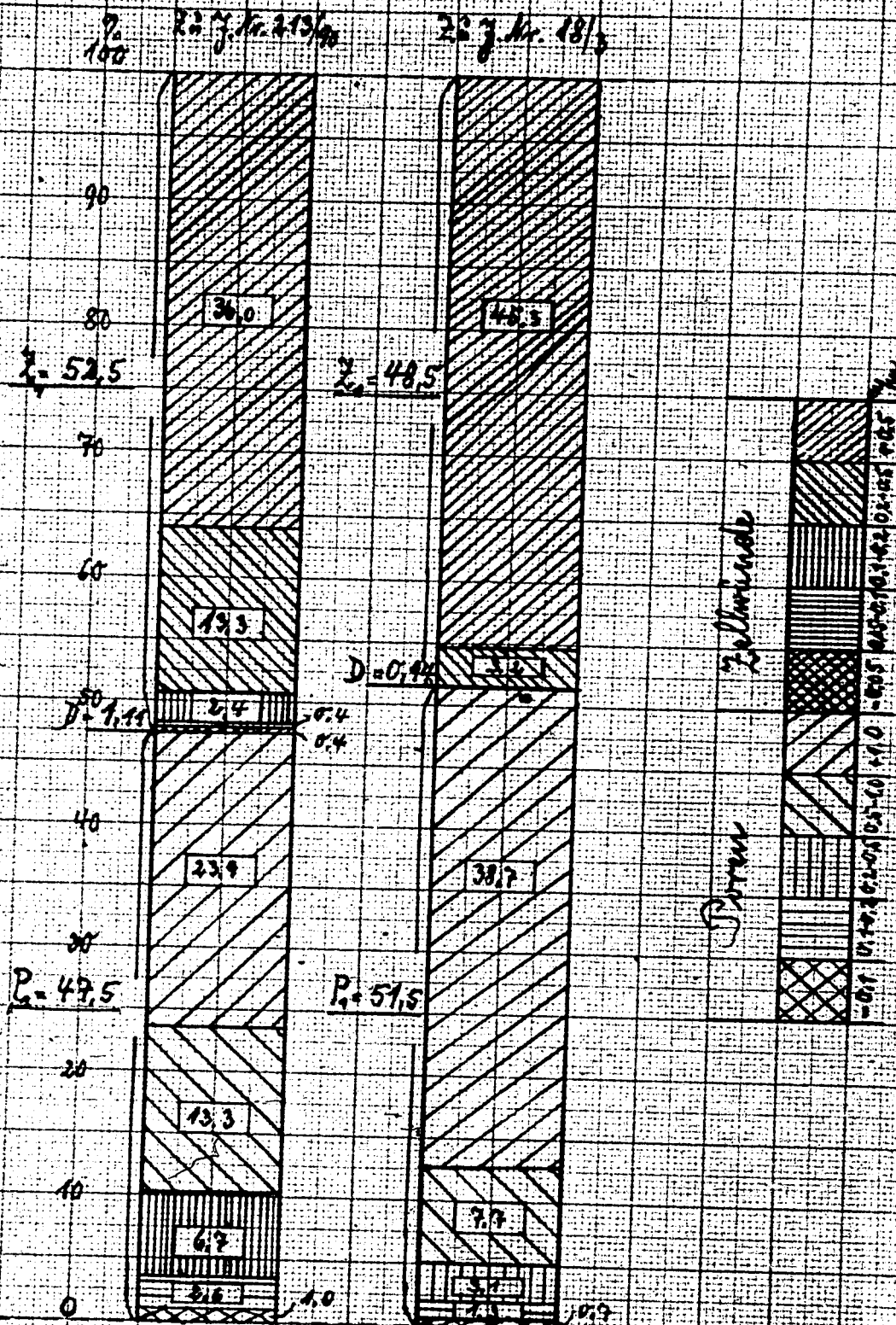
Abriebfestigkeit und Leitwiderstand

Probenbezeichnung		Elektrodenkoks d.I.G.Farbenindustrie Ludwigshafen	
<u>Abriebfestigkeit</u>			
Anteil + 10 mm nach d. Trommelung	%	67,2	
Anteil - 1 mm nach d. Trommelung	%	25,9	
<u>Leitwiderstand nach Jenkner</u>			
Im Originalzustand	Ohm	695	
Auf 1300 °C nachgeglüht	Ohm	335	

Zahlentafel Nr. 3
Quantitative Koksstoffausmessung
(Erläuterungen zu der Abbildung Nr. 1)

Probenbezeichnung	Dichtigkeit D		Mittlere Porigkeit P		Mittlere Zelligkeit Z				
	(Verhältnis von Zellwänden zu Porenraum. Je poröser ein Koks ist, desto niedriger wird der Wert für D)		(Gibt an, welche Porengrößen im Koks überwiegend vertreten sind)		(Gibt an, welche Zellwandstärken im Koks überwiegend vorherrschen)				
	+ 0,825	äußerst dicht	- 50	äußerst grobporig	- 45	äußerst grobzellig			
	- 0,475	äußerst porös	+ 90	äußerst feinporig	+ 80	äußerst feinzellig			
Elektrodenkoks der I.G. Farbenindustrie Ludwigshafen	1,11	=	äußerst dicht	36,2	=	äußerst grobporig	28,0	=	äußerst grobzellig
Elektrodenkoks aus Steinkohlenteerpech	0,94	=	äußerst dicht	28,0	=	äußerst grobporig	21,3	=	äußerst grobzellig

Quantitative Rostgehaltsauswertung



Elektrodenkabel der 3. u.
Farbegegend für 2. u. 3. u.
roigshafen.

D-1.11 äußerst dicht
P-362 " " großporig
Z-280 " " grobzellig

Elektronisches und
Strukturanalytisch

D=0,94 äufwend. Licht
P=280 " " großartig
E=21,3 " " gut zellig

31. März 1942. Pf/Le.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfor

Besuchsbericht

Über eine Elektrodenkoksbesprechung im Aluminiumwerk Bitterfeld
am 31.3.1942.

Anwesend: Dr. Rodis
Dr. Jordi
Dir. Dr. Ritter nur Mittags } von Bitterfeld
Dr. Meier } I.G. Lu.
Dr. Rank }
Dr. Pfirrmann }

Nach einer allgemeinen Aussprache über den derzeitigen Stand der Technik wurden die einzelnen Faktoren durchgesprochen, welche für die Bewertung eines guten Elektrodenkokses ausschlaggebend sind. Es stellte sich bald heraus, dass die einzelnen, jetzt für die Untersuchung als massgeblich erachteten Befunde nur relativen Wert haben; in erster Linie wird eine ausreichende Leitfähigkeit benötigt, die um 1000 liegen soll und bei allen Ausgangsmaterialien durch eine genügend hohe Verkokungstemperatur erreicht wird. Diese Leitfähigkeit soll deshalb so hoch sein, weil der gemahlene Koks mit 25 % eines nicht leitfähigen bituminösen Bindemittels gemischt wird und auch in dieser Mischung noch eine genügende Stromleitung besitzen soll.

Weniger wichtig scheint schon die beim Zerkleinern anfallende Kornzusammensetzung zu sein; deren Optimum wird errechnet nach einem Satz über die dichteste Packung von Teilchen verschiedenen Durchmessers; man möchte gerne dieser theoretischen Grösse recht nahe kommen, um Bindemittel zu sparen. Dr. Rodis erklärte aber, dass auch das abfallende Korn nicht weggeworfen würde und dass man bis jetzt mit allen Koksen in dieser Beziehung fertig geworden wäre.

Am meisten überrascht hat die Beurteilung des Ascheneinflusses; man will zwar einen möglichst niedrigen Aschengehalt, kann aber Kokse mit höherer Asche ebenfalls verarbeiten. Z.Zt. würden sehr viel Mischkokse angeliefert, d.s. Kokse, die aus entaschter Kohle oder Anthrazit unter Zuschlag von Pech als Bindemittel hergestellt werden. Die direkte Entaschung der Kohle oder des Anthrazites betrachtet man als die Zukunftslösung. Für die chemische Entaschung werden Säuren, sogar Flußsäuren eingesetzt. Am billigsten soll die Anthrazitentaschung mit dünner ca. 4 - 5 %iger Natronlauge sein; es sei jetzt gelungen, auch nicht vorentaschten Anthrazit mit 5 - 6 % Asche auf 0,4 % Asche zu bringen. Wir erklärten dazu, dass zu der Natronlaugeentaschung immerhin Hochdruckapparaturen benötigt werden würden, was sich doch irgendwie in den Herstellungskosten bemerkbar machen müsse. Die Druckentaschung wird in einem anderen I.G. Werk in Bitterfeld ausgeführt, sodass wir nicht viel mehr darüber erfahren konnten.

Am wichtigsten ist dem Betrieb in Bitterfeld z.Zt. die Bindemittelfrage: Der Pott-Broche-Extrakt hat sich dem bis jetzt verwendeten Pech-Teer-Gemisch als weit überlegen erwiesen, da er ausserordentlich feste und harte Elektroden liefert, schnell verbackt und nur ca. 3 % Dämpfe, d.h. also 3 % Verlust ergibt gegenüber 30 - 40 % bei der Mischung von Pech + Teer. Allerdings habe er noch einige Mängel. Der hohe Schmelzpunkt über 200° ergibt in den für die Mischung vorhandenen Apparaten nicht die genügende Plastizität, ausserdem ist das In-

tervall, in dem das Koksgemisch fest wird, zu eng, sodass sich Schwierigkeiten beim Anbringen der Stromzuführungslöcher einstellen. Man setzt deshalb wieder Öle zu, um den Erweichungspunkt zu drücken.

Wir erklärten, dass qualitativ unser Bitumen genau so zusammengesetzt ist, wie der Extrakt, nur enthielte es mehr ölartige Komponenten, welche einen niedrigen Erweichungspunkt ergeben, sodass Aussicht besteht, dass unser Produkt ohne Zusätze verarbeitet werden kann. Das Interesse an unserem Bitumen ist deshalb gross. Wir haben zugesagt, unsere Untersuchungsmethoden für Bitumen, sowie 100 kg Bitumen nach Bitterfeld zu liefern. Das Material steht versandbereit.

An die Besprechung schloss sich eine Besichtigung der Fabrik, vor allem die Bereitung der Elektrodenmasse an. In Mischmaschinen wird der zerkleinerte Koks mit dem Bindemittel bei ca. 130 - 140° gemischt, wird dann von Hand in Formen gekratzt, dort verteilt; nach kurzem Stehen sind die Brote äusserlich erstarrt, sodass sie aus den Formen gestürzt werden können. Dies geschieht alles von Hand. Auch an den Ofen muss sehr viel Handarbeit geleistet werden.

Nach der Besichtigung trafen wir uns bei Herrn Dr. Ritter, der auch die Norwegischen Aluminiumwerke zu betreuen hat. Herr Dr. Ritter erklärte uns, dass das Koksproblem ihm nicht sehr bedrückt, man könne sich da sehr gut mit Anthrazit helfen, der im Preise ja sich günstig stelle, denn der Preis spiele immer noch eine Hauptrolle. Auf meinen Einwand, dass der Stinneskoks ja auch nicht ganz billig sei, erklärte er, so etwas wäre ihm in seiner ganzen Praxis noch nicht vorgekommen, dass man einfach Koks zugewiesen bekommt, ohne Rechnung und ohne überhaupt zu wissen, was er kostete. Wir erklärten dann, dass für uns der Koks mehr ein Nebenprodukt sei und das Öl für uns eine Hauptrolle spiele, besonders wenn wir von Schwelteeren ausgehen können; der Kokspreis sei dann abhängig davon, wie uns der Schwelteer zur Verfügung gestellt wird und was wir für das Öl Erlösen; wenn wir den Teer zu entsprechenden Preisen erhalten, würde auch ein günstiger Kokspreis sich errechnen, was ihm einleuchtete. Auch Herr Dr. Ritter beteuerte dann die Wichtigkeit des Bitumen als Bindemittel. Wir erklärten die Eigenschaft unseres Bitumens, das gewissermassen wieder nach dem kohlenähnlichen Zustand zurückstrebe, in der Wärme und an der Luft sich polymerisiere und fest werde. Auch hätten wir seine besondere Eignung als Bindemittel beim Brikettieren und Verkoken nicht bäckender Kohle eingehend untersucht und wüssten, dass die Bindefähigkeit sehr gut sei. Herr Dr. Ritter meinte, wir würden wohl lieber Koks als Bindemittel machen, worauf wir entgegneten, dass wir ebenso gerne das Bindemittel liefern würden, wenn es genügend bezahlt würde. Etwa um 30 %, vielleicht auch noch mehr, könnte das Bitumen höher bewertet werden als das Pech. Als derzeitiger Pechpreis war uns von Herrn Dr. Rodis 60 - 70 RM/to angegeben worden, dasselbe gilt auch für den Teer.

Zusammengefasst ging aus der Unterredung mit Herrn Dr. Ritter hervor, dass er das Elektrodenkoks-Problem nicht als so dringlich betrachtet, dass die Herstellungskosten in den Hintergrund treten. Man wird dem billigeren Material den Vorzug geben, auch wenn etwas schlechter sein sollte. In der Mechanischen und Chemischen Entaschung von Kohle und Anthrazit und Verkoken dieses Zwischenproduktes mit Pech sieht man die Zukunftslösung. Für uns bedeutet dies, dass wir für die Koks-scheinlich den billigeren Koks liefern wird. Das Bitumen dagegen hat als Bindemittel gegenüber dem Pech überragende Bedeutung und kann als solches einen beachtlichen Absatz bekommen, denn 25 % von 600 000 to ergeben etwa einen Jahresverbrauch von 150 000 to Bitumen als Bindemittel.

P. Ritter

24. März 1942 Rk/Ki

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. P.

Elektrodenkoksproben
Beurteilung in Bitterfeld.

Im Brief vom 4.3.42 teilte uns Bitterfeld die Beurteilung von fünf von uns nach Bitterfeld geschickten Elektrodenkoksproben mit. Von diesen Proben stammten die Proben 622/1 und 622/2 aus der thermischen Krackung.

Die Proben wurden folgendermaßen hergestellt:

Probe 622/1:¹⁾

Das Ausgangsbitumen stammte aus dem 10 l-Ofen-Versuch mit schlesischer Kohle bei 600 atm. Die Verkokung wurde so durchgeführt, daß das bitumenhaltige Filtrat nach Aufheizung unter 25 atm Druck in einem Kokssoaker eingespritzt wurde, der auf 480° erhitzt war und unter 2 atm Druck stand. Der Koks wurde nachträglich noch 3 h bei 950° nachgeglüht.

Probe 622/2:

Die Koksprobe 622/2 wurde ebenso hergestellt wie 622/1, jedoch erfolgte das Nachglühen bei 1200°.

Im Vergleich zu Pechkoks ergaben die Proben 622/1 und 622/2 folgende Untersuchungsergebnisse in Bitterfeld und Ludwigshafen:

Probe Analyse von	Pechkoks Bitterfeld	622/1	
		Bitterfeld	Lu
wahre Dichte	>1,950	1,882	1,780
elektr. Widerstand	<1000 Ω	1245 Ω	
Reaktionsfähigkeit			
% CO bei 930°	1-5 %	5,0	
% CO bei 960°	5-10%	7,0	
Hygroskop. Wasser	<0,8 %	0,05	
Flüchtige Bestandteile	<0,5 %	0,50	0,75
Asche	<0,6 %	0,28	0,3
Zerkleinerung:			
0,75 - 0,25 mm	65-75	54	
0,25 - 0,075 mm	25-18	21	
0,075 - 0,00 mm	8-15	24	

1) Vergleiche Zusammenstellung Bank 20.X.41.

Aus der Beurteilung von Bitterfeld geht hervor:

- Gefüge: Das Gefüge der Proben 622/1 und 622/2 entspricht dem Gefüge des Pechkokes.
- Bruchfläche: 622/2 zeigt befriedigenden Glanz.
- Zellwände: Genügend stark bei beiden Proben.
- Dichte, elektr. Widerstand, Reaktionsfähigkeit, Wasser, Flüchtiges: bei 622/2 befriedigend.
- Asche: Bei beiden Proben in Ordnung.
- Zerkleinerung: Beide Proben geben etwas mehr Feinstoff als Pechkoks.

Die besseren Eigenschaften der Probe 622/2 gegen 622/1 sind auf die höhere Nachglühtemperatur bei 622/2 (1200° gegen 950°) zurückzuführen, wodurch, wie bereits in Zusammenstellung Rank vom 3.II.42 Nr. 19844i erwähnt, größere Kristallite mit höherem spezifischem Gewicht und höherer Leistungsfähigkeit entstehen.

Bitterfeld forderte eine 50 kg-Probe von Koks 622/2 zur Herstellung einer Probeanode an. Die Fertigstellung der Probe ist in Vorbereitung.

Gemeinsam mit
Dr. Schiffmann
Dr. Lemme
Dr. Boente

Rank

Besprechungs-Bericht über Elektrodenkoks in Berlin
im Amt am 18.3.1942.

Anwesend:	Herr Dir. Dr. Pistor	}	Amt
	" Dr. Kranepuhl		
	" Dr. Neukirch zeitweise		
	" Dir. Dr. Pier	}	Lu
	" Dr. Oettinger		
	" Dr. Rank		
	" Dr. Pfirrmann		



Herr Dr. Pistor setzte zunächst die Versorgungslage an Elektrodenkoks auseinander. 1942 fehlen bei einer Gesamtproduktion von 270 000 to noch etwa 100 000 to, 1943 bei einer angenommenen Gesamtproduktion von 420 000 to noch 180 000 to Koks. Dieser Fehlbedarf soll zunächst durch Anthrazit gedeckt werden, der nach dem Sophia-Jakoba-Verfahren teilentascht (ca. 3% Asche) wird. Hierdurch wird die Qualität vielleicht um 0,1 % Fremdbestandteile verschlechtert. Der Anthrazitzusatz bleibt ein Notbehelf, es können auch aus physikalischen Gründen höchstens 50 % davon verwendet werden, sodaß 1943/44 bei 600 000 to Bedarf mindestens 300 000 to Koks aus Pech oder pechähnlichen Produkten mit niedrigem Aschegehalt hergestellt werden müssen. Die Preisfrage sei demgegenüber z. Zt. nicht ausschlaggebend. Bitterfeld sei es inzwischen gelungen, durch eine Natronlage-Druckverkokung von Anthrazit, der nicht fein gemahlen zu sein braucht, den Aschegehalt von 3 auf etwa 0,4 % zu senken; man muß dazu vor-enttaschten Anthrazit verwenden; die Druckauslaugung geschieht mit dünner Natronläufe bei etwa 300° in Hochdruckapparaturen; der Koks muß nachgeglüht werden. Herr Dr. Pistor fragte wegen Hochdruckgefäßen an, die in Leuna liegen sollen; es sei an eine Produktion von etwa 40 000 to Reinanthrazit gedacht.

Auf der Rückfahrt traf ich 2 Herren aus Bitterfeld, von denen der eine mir von der Hochschule her bekannt war. Als ich sagte, daß ich demnächst nach Bitterfeld kommen würde und das Stichwort Koks fiel, stellte es sich heraus, daß der andere Herr die Anthrazitentaschung technisch bearbeitet und den Auftrag hat, sich nach Druckgefäßen

umzusehen. Es habe am Vortage eine große Konferenz in dieser Frage stattgefunden. Der Koks wird in das Reaktionsgefäß eingebracht und dann mit Hilfe von Umlaufpumpen die dünne Natronlauge über den Koks gepumpt; die Verweilzeit soll 2-3 Stunden sein; das Auswaschen soll auch nicht zu schwierig sein, es wäre aber chemisch noch vieles unklar. Aus dem Gesagten geht hervor, daß die Betriebskosten der Druckauslaugung von Anthrazit auch nicht ganz niedrig sein dürften.

Herr Dr. Pistor kam weiter auf den Stinnes-Koks zu sprechen: Herr Dr. Broche habe ihm gesagt, daß alles wunderbar gehe, das Filtrieren gehe glänzend, Ölverluste seien keine vorhanden, der Aschengehalt des Kokes würde immer besser, es sei in Zukunft nur noch mit 0,1 % Asche und darunter zu rechnen. Die Lieferungen seien aber noch unregelmäßig; 1941 seien insgesamt 1 000 to geliefert worden, Januar 1942 ebenfalls 1 000 to, Februar nichts und im März sollen wieder 1 000 to geliefert werden. Die Herren vom Amt erklärten dazu, daß die Benzinlieferungen seit der Extraktion niedriger geworden seien, trotzdem Stinnes noch soviel Mittelöl zusammenkaufe als er bekommen könne, daraus muß geschlossen werden, daß auf der Ölseite doch nicht alles so glänzend gehe.

Herr Dr. Pistor sagte noch, daß Dr. Broche auch Wasserstoff bei der Extraktion verwenden wolle, worauf Herr Dr. Pier erklärte, daß Stinnes dadurch der I.G. lizenzpflichtig werden würde.

Der Stinneskoks wird von Herrn Dr. Pistor sehr gut beurteilt; ein besonderes Lob bekam der Pott-Broche-Extrakt selbst als Bindemittel für die Elektroden. Bis jetzt wurde dafür Pech angewendet, das aber vor allem bei der Söderbergelektrode lästig wird durch starke Teerdampfentwicklung. Der Pott-Broche-Extrakt gebe nur etwa 3 % Teer, außerdem erhärtet er schon bei 500-600° zu außerordentlich feste Elektroden, die sich durch längere Lebensdauer auszeichnen; die mit Extrakt gebundenen Bodenelektroden halten so lange als die mit Pech gebundenen. Dr. Pistor bat unsere Bitumen für diese Verwendung zu erwarten. Bitumenproben schicken könnten.

Herr Dr. Pier erklärte darauf, daß wir die Koksherstellung verfolgen; einmal über die Umwandlung von Steinkohle zu Bitumen, das dann die Amdurierung der Kohle zu Bitumen sei in ei

760

such durchgeführt worden, der befriedigend ausgefallen sei, ein Teil des erhaltenen Abschlammes sei in technischen Filtern mit befriedigender Leistung und Aschengehalt filtriert worden; aus dem erhaltenen Bitumen ist in kleinerem Maßstabe Koks hergestellt worden der auch in Bitterfeld geprüft worden sei; Bitterfeld wird demnächst mehr Koks zur Herstellung von Probeelektroden erhalten. Das Bitumen selbst hat im Gegensatz zum Pott-Broche-Extrakt einen niedrigeren Erweichungspunkt und ist schon etwas weiter abgebaut als jenes, vielleicht kann man durch Abtoppen der Ölanteile ebenfalls zu einem guten Bindemittel gelangen.

Außer dem Koks aus anhydrierter Kohle wurde, aber auch Schwelteer auf seine Eignung zur Elektrodenkoksherstellung geprüft, nachdem es gelungen war, den Schwelteer fein zu filtrieren und die Asche entsprechend zu senken. Auch dieser Weg sei gangbar und sehr aussichtsreich.

Herr Dr. Pistor erklärte, daß die eingesandten Koksproben durchaus gut seien verglichen mit dem Pechkoks. Bitterfeld wird uns noch die Vergleichszahlen für Stinneskoks geben sowie etwa 100 kg von dem heutigen Pott-Broche-Extrakt einsenden. Außerdem regt Herr Dr. Pistor an, daß wir nach Bitterfeld fahren sollten und uns eingehend mit den dortigen Fachleuten, besonders Herrn Dr. Ritter, aussprechen sollten, die es auch begrüßen würden, wenn sie mehr über unser Herstellungsverfahren erfahren könnten, da sie uns wahrscheinlich wertvolle Anregungen für die Herstellung des Koks geben könnten.

Herr Dr. Pier sagte dies zu und erklärte dann in Anwesenheit von Herrn Dr. Neukirch, daß die Koksherstellung technisch gelöst sei, wir könnten das ebensogut wie Stinnes, die Schwierigkeiten liegen darin, wie man schnell zu einer Anlage gelangen könne. Es war daran gedacht, in Ludwigshafen oder in der Nähe eine solche Anlage zu erstellen, weil das verschiedene Vorteile hätte. Leider werden jetzt von der Luftschutzseite her diese Pläne unmöglich gemacht. Auch die Angliederung an eine schon bestehende Hydrierung ist überlegt worden, wenn dort Hochdruckraum anderweitig eingespart werden könnte. Dies wird vielleicht möglich, wenn an Stelle von Kohle Schwelteer eingesetzt werden kann, was aber frühestens 1943/44 der Fall sein wird. Die Herstellung von Koks über Schwelteer sei auch erst zu diesem Termin möglich.

Wenn die Elektrodenkokserzeugung so dringend ist, so ist es vor allem nötig, daß auch von Amtsseite unsere Pläne unterstützt werden; Herr Dr. Pier hat auch Herrn Dr. Pistor noch gebeten, von seiner Sparte aus unsere Projekte voran treiben zu helfen.

Finemann

ALUMINIUMWERK G.m.b.H. BITTERFELD

Gesellschafter: I. G. Farbenindustrie A.-G. und Metallgesellschaft A.-G., beide in Frankfurt a. M.
Postanschrift: Aluminiumwerk G.m.b.H., Bitterfeld, Postschließfach 55
Fernsprecher: Sammelnummer 3456

I. G. Farbenindustrie A. G.,

L u d w i g s h a f e n

am Rhein.

Ihre Zeichen
Hochdruckversuche P/Lu. 26.1./14.2.42

Ihre Nachricht vom

Unsere Zeichen
Dr. Jo/Zm.

Bitterfeld
den 4. März 1942

Betreff: Untersuchung von fünf Proben Elektrodenkoks.

Die Untersuchungsergebnisse der fünf Proben Elektrodenkoks, die uns mit Ihren Schreiben vom 26.1. und 14.2.d.Js. (Zeichen P/Lu 558) zugegangen, sind in der anliegenden Aufstellung angegeben.

Die Proben Lu 3 und 4 haben ein dichtes Gefüge. Die Bruchfläche zeigen wenig Glanz. Das Gefüge der Proben Lu 5 - 7 entspricht dem des Pechkoks. Die Bruchflächen der Probe Lu 7 zeigen befriedigenden Glanz, die der Proben 5 und 6 nur mässigen Glanz. Sämtliche Proben haben mittelgrosse Zellräume mit genügend starken mehr oder weniger feinporigen Zellwänden.

Bei dem Zerkleinerungsversuch ergaben die Proben Lu 3 und 5 ein dem Pechkoks-entsprechendes Mahlgut; Lu 4, 6 und 7 ergeben mehr Feinstoff als der Pechkoks. Dichte, elektrischer Widerstand, Reaktionsfähigkeit, Gehalt an Wasser und Flüchtigem der Proben Lu 3 und 7 sind befriedigend. Der Aschegehalt von Lu 3 ist zu hoch, der von Lu 7 ist gut. Dichte und Leitfähigkeit der Proben Lu 4, 5 und 6 ist noch verbesserungsbedürftig. Ausser dem hohen Aschegehalt der Probe Lu 5 sind aber die übrigen Eigenschaften dieser Proben befriedigend.

Nach dem äusseren Ansehen zu urteilen, dürfte unseres Erachtens wahrscheinlich durch Verlängerung der Garzeit oder durch Erhöhung der Gar Temperatur eine Verbesserung der Dichte und Leitfähigkeit und damit auch ein Zunehmen der Glanzbildung zu erreichen sein. Wir müssen uns aber mit der Äusserung von Vermutungen begnügen, da aus den Kokszeichnungen leider weder die Zusammensetzung der Rohstoffe noch ihre weitere Behandlung zu ersehen ist.

ALUMINIUMWERK G.m.b.H.
BITTERFELD

Blatt 2 zum Schreiben vom 4.3.42
an I.G.Ludwigshafen.

Ein abschliessendes Urteil über die Verwendbarkeit der untersuchten Koks zur Herstellung von Söderbergelektroden kann erst nach Untersuchung von je einer Probeanode abgegeben werden. Wir bitten uns zu diesem Zweck zunächst von dem Koks Lu 7 (Versuch 622/2) 50 - 60 kg zuzusenden. Die übrigen Koksarten werden nach Verbesserung der jetzt noch nicht genügenden Eigenschaften sich zur Herstellung von Probeanoden eignen.

Heil Hitler !

Aluminiumwerk G.m.b.H.

W. R. Rode

Anlage

EINLAGE
Nº 648

Untersuchung von Proben Elektrodenkoks der I.G. Ludwigshafen

(Unsere Bezeichnung Lu 3 - 7)

Bezeichnung Versuch	Lu 3 470/45	Lu 4 470/46	Lu 5 470/47	Lu 6 622/1	Lu 7 622/2	Pechkoks Soll
Verkleinerung:						
0.75 - 0.25 mm	64 %	50 %	66 %	54 %	56.5 %	65 - 75
0.25 - 0.075 "	25 "	25 %	22 "	21 "	22.5 "	25 - 18
0.075 - 0.00 "	13 "	25 "	12 "	24 "	20.5 "	8 - 15
Wahre Dichte	1.955	1.900	1.895	1.882	2.090	>1.950
elektr. Widerstand 30 kg/cm ²	1090 Ω	1200 Ω	1200 Ω	1245 Ω	870 Ω	<1000 Ω
Reaktionsfähigkeit % CO b. 930°	3.0 %	6.5 %	3.5 %	5.0 %	2.0 %	1 - 5 %
" CO b. 960°	5.5 "	9.5 "	4.5 "	7.0 "	3.5 "	5 - 10 "
Hygrosk. Wasser	0.06 %	0.03 %	0.04 %	0.05 %	0.07 %	<0.8 %
Flücht. Bestandteile	0.41 "	0.45 "	0.42 "	0.50 "	0.26 "	<0.5 "
Asche	0.90 "	0.35 "	1.00 "	0.28 "	0.39 "	≤ 0.6 "

Schw. Teer Bit.

Schw. Teer Bit

Bit.

hochgepöbelt

25. 2. 1942. Ek/Pf.

Aktennotiz

Über den Besuch in Welheim am 25.2.42.

Es wurden uns Auskünfte erteilt von den Herren

Obering. Richter,

Dr. Schmitz,

Römelburg,

Dobelstein.

Bei dem Ludwigshafen zur Verfügung gestellten VersuchsfILTER handelt es sich um ein Kerzenfilter, bestehend aus 12 Kerzen mit zusammen 3,2 m² Filterfläche. Das Fassungsvermögen des Filtergerätes beträgt 2,7 m³. Die Konstruktion des Filters ist aus beiliegender Skizze A und B zu ersehen. Die Kuchenausstragsvorrichtung des Filters wird nicht mitgeliefert und muß von uns neu angefertigt werden. Ebenso ist Welheim nicht in der Lage, Zusatzapparaturen (Pumpen, Gefäße, Armaturen usw.) abzugeben, da diese Teile für den Einbau eines anderen Versuchsfilters in Welheim wieder benötigt werden. Lediglich Ersatzfiltersteine können entbehrt werden.

Welheim hat in letzter Zeit wesentliche Verbesserungen an der Kuchenausstragsvorrichtung vorgenommen. An Stelle des früher verwendeten Abschlußschiebers trat ein Pilzverschluß, der mit Stickstoff an den scharfkantigen Sitz angedrückt wird. Es ist beabsichtigt, in Zukunft an Stelle des Druckstickstoffs Drucköl zu verwenden, um zu vermeiden, daß durch Stickstoffausfälle Störungen auftreten. Der Hub des Pilzes beträgt 220 mm.

Der abgeworfene Kuchen fällt durch den geöffneten Verschluß in ein unter Inertgas (CO₂) stehendes Gehäuse, aus welchem er pulverförmig durch einen Abstreifrührer über eine Schurre auf einen Redlerförderer geworfen wird. Auch der Redlerförderer steht unter Inertgas. Zur Verfrachtung des Verschleißes ist der Redler mit Panzerplatten geschützt. Das Förderband bringt den Filterrückstand über einen Verteiler in 2 Büttner - Schwelltrommeln. Der Filterrückstand enthält ca. 30 % Öl, der daraus gewonnene Schwellrückstand ca. 0,3 % Öl und ca. 3 % Asche. Der Schwellrückstand geht ins Kesselhaus zur Verfeuerung.

Das Kerzenmaterial (Quarzschanotte) wird von der Firma Schumacher in Dietigheim geliefert. Welheim hat verschiedene Porengrößen (BRG 50, BRG 40, BRG 30 und Ultra) ausprobiert. Zur Zeit ist das Filtermaterial BRG 40 im Gebrauch, das 36 % Porenraum aufweist und eine Wasserdurchlässigkeit von 100 Ltr. in 100 Sekunden bei 1 atm Überdruck besitzt. Im Vergleich dazu läßt Ultramaterial 100 Ltr. Wasser in 200 Minuten durch, was eine starke Leistungsverminderung mit sich bringt. Bezüglich Reinheit des Filtrates ist für Welheim BRG 40-Material ausreichend. Undichtigkeiten der Filterkerzen kommen in Welheim kaum vor, allerdings muß die Spannfeder beim Zusammenbau so stark wie möglich angezogen werden. Die Dichtungen zwischen den Ringen (Klingerit) werden vor dem Einlegen in Wasserglas getaucht. Ein Weglassen der Drahtarmierung an den Ringen ist nach den Erfahrungen von Welheim nicht zulässig, weil sonst zu leicht Sprünge auftreten. Bei neueren Kerzen wird der Draht spiralförmig über die ganze Kerzenlänge gewickelt. Außerdem sind Versuche geplant mit Kerzen aus längeren Elementen (5-6 verkittete Ringe). Die Lebensdauer der Kerzen beträgt 1000-1500 Filtrationen, wobei bei einer Filtration 4 Tonnen Rohaufschluß pro Filteraggregat (22 m² Filterfläche) durchgesetzt werden. In der Stunde werden durchschnittlich 3 Filtrationen durchgeführt, was einer Filterleistung von ca. 500 kg Rohaufschluß pro m² Filterfläche und Stunde entspricht. Die verbrauchten Kerzen können bis jetzt nicht regeneriert werden und werden verworfen. Die ausgebauten Kerzen zeigen nur ganz geringen Rückstandssatz zwischen den Drahtringen. Es wird auf 1,5 - 2 cm Anschußdicke filtriert, der kleinste Abstand zwischen den Kuchen-schichten beträgt dann ca. 6 cm.

Der Rohaufschluß wird unverdünnt filtriert und enthält ca. 10 % Rückstandskohle und 24 % Bitumen. Die Filtrationstemperatur ist 140 - 160°. Das Produkt wird vom Hochdruck heiß in die mit Rührer versehenen Rohaufschlußbehälter entspannt. Eine eigene Aufheizung ist nicht vorgesehen, durch verlegte Heizschlangen wird die Abstrahlungswärme gedeckt. Die Gasabszüge der Rohaufschlußgefäße kommunizieren mit den Gasabszügen der Reinfiltratbehälter. Rohaufschluß wie Waschlösungsmittel werden im Kreislauf gepumpt, um Absetzungen zu vermeiden. Der Rohaufschluß wird mit Kolbendampfpumpen System Atlas (Schiffspumpen) von rund 200 m³ Leistung pro Stunde, das Waschöl mit mehrstufigen Kreiselpumpen gefördert.

An den Kreisläufen hängen die Filteraggregate im Nebenschluß (siehe Abbildung 3 der Anlage).

Es sind 3 Filteraggregate zu je 32 Kerzen und 22 m² Filterfläche vorhanden. Der Filtrationsdruck beträgt 4 atm, die Filter arbeiten mit Überlauf, dessen Menge durch eine Blende begrenzt wird. Die eigentliche Filtrationszeit beträgt bei einer Gesamtoperationsdauer von 17-20 Minuten 3-6 Minuten je nach Alter der Kerzen. Das Waschfiltrat geht in den Hochdruck als Anreiböl zu. Das Abwerfen geschieht mit Kohlensäure bei 7,5 - 8 atm. Bei möglichst schlagartigem Abwurf kann der Abwurfdruck auch gesenkt werden. Für den Abwurf ist ein Schnellöffnungsventil in Betrieb. Die Regeneration (Spülung) des Steines erfolgt während des Neuzüllens mit Rohaufschluß durch Kohlensäurezugabe von innen nach außen. Füll- und Entleerungszeiten werden einerseits im Hinblick auf die Leistung und andererseits wegen Schädigung des Filters durch Austrocknung möglichst klein gehalten. Die Füllzeit soll ca. 2 Minuten betragen. Bei Stilllegung wird das Filter mit Mittelöl gefüllt. Die Bedienung der Ventile erfolgt durch Handräder, wozu je Filter 2 Mann erforderlich sind. Der Kohlensäureverbrauch liegt bei 700 m³/Stunde pro Filteraggregat. Welheim hat Mangel an Kohlensäure und erwägt Reinigung und Rückführung der verbrauchten Kohlensäure.

Die 2 Büttner-Trommeln zur Entölung des Filterrückstandes leisten 1,5 t/Std. Durchsatz und arbeiten infolge konstruktionsbedingter Undichtigkeiten nicht sehr befriedigend. Welheim will sie durch eine andere Bauart ersetzen.

Das Abtopfen des Reinfiltrats geschieht in 2 Stufen. Die erste Stufe deckt bis 50 % Bitumengehalt ein, die 2. Stufe auf 100%iges Bitumen (220° Erweichungspunkt). Dazu werden Vakuum-Rührblasen verwendet, die diskontinuierlich arbeiten. Die Vorheizung geschieht in gasbeheizten, wagerecht verlegten Rohrschlangen. In letzter Zeit ging man zu kontinuierlicher Fahrweise (kurze Kolonne) über, die in der 2. Stufe noch im Versuchsstadium steht. Dabei wird auf Standhaltung in der Kolonne verzichtet. Das Bitumen wird in einer Wasserrinne granuliert und auf einem Schwingsieb entwässert.

Ein geringer Wassergehalt des Granulats stört nicht, da die Elektrodenkokserzeugung auf einer benachbarten Kokerei sowie unter Wasserdampfzusatz erfolgt.

Bezüglich Entwicklung eines kontinuierlichen Druckfilters steht Welheim weiterhin mit einer Spezialfirma (vermutlich Imperial) in Zusammenarbeit. Die Verwendung von Filterhilfe wird von Dr. Schmitz verworfen, einerseits wegen Schwierigkeit gleichmäßiger Verteilung auf den Karzen, andererseits aus Wirtschaftlichkeitsgründen.

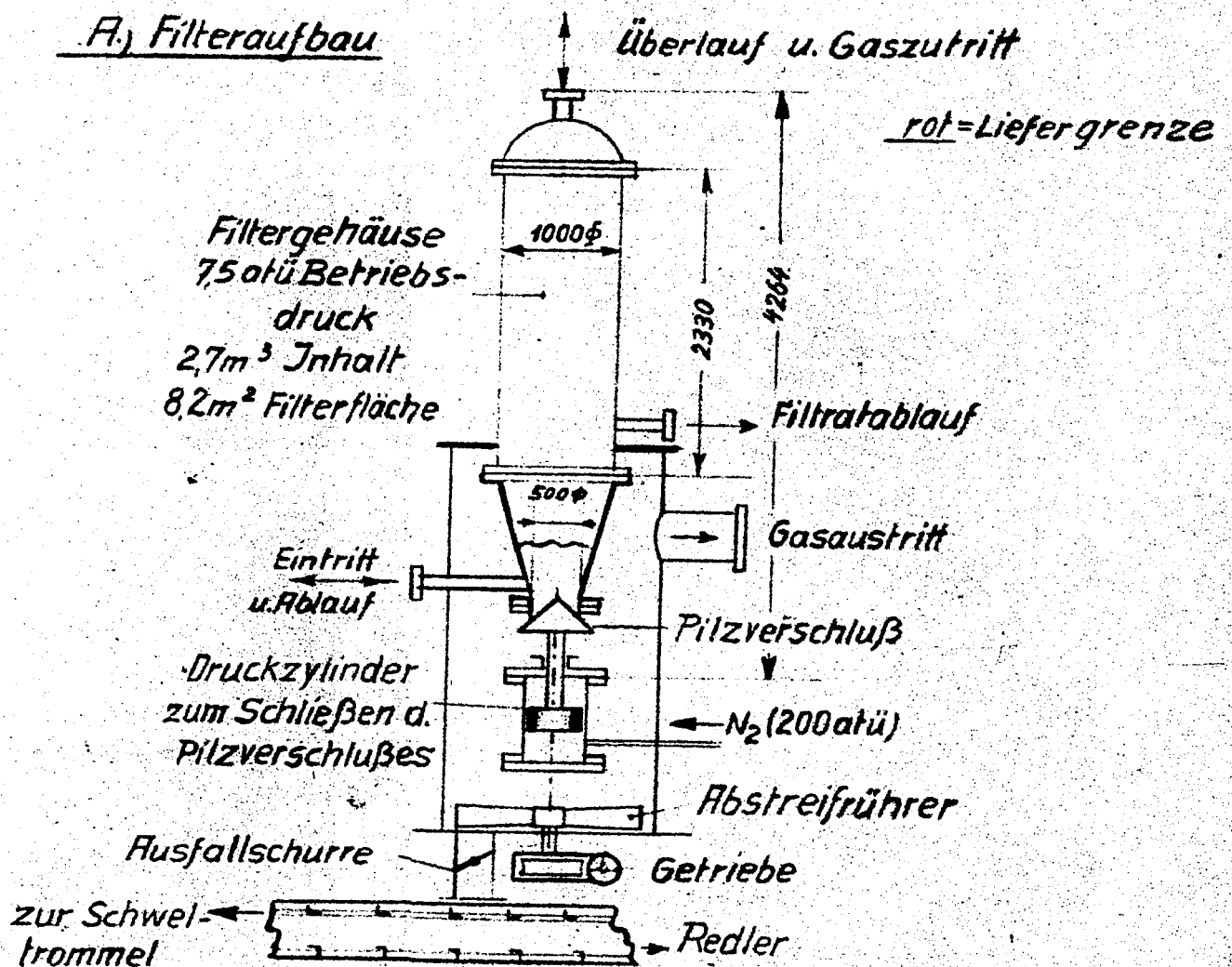
Welheim erklärt sich bereit, die für die Aufstellung der Filterstation in Ludwigshafen noch notwendigen Auskünfte zu geben und bietet an, einen Herrn für die Anfahrt nach Ludwigshafen zu entsenden.

gez. Rank
" Orth

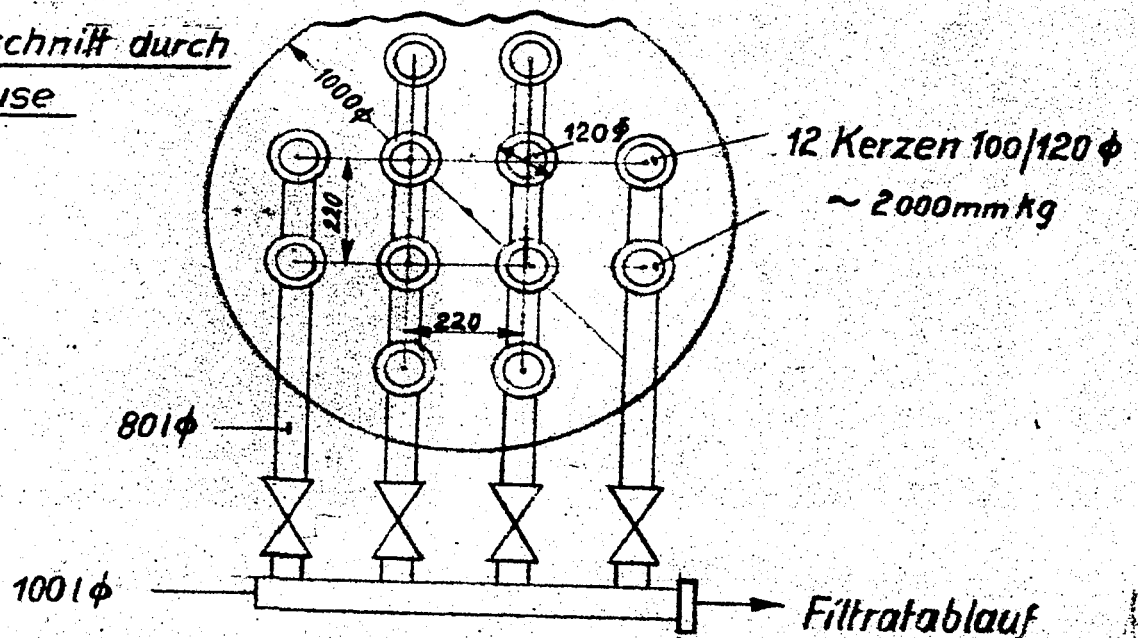
1 Anlage

Versuchskerzenfilter Welheim.

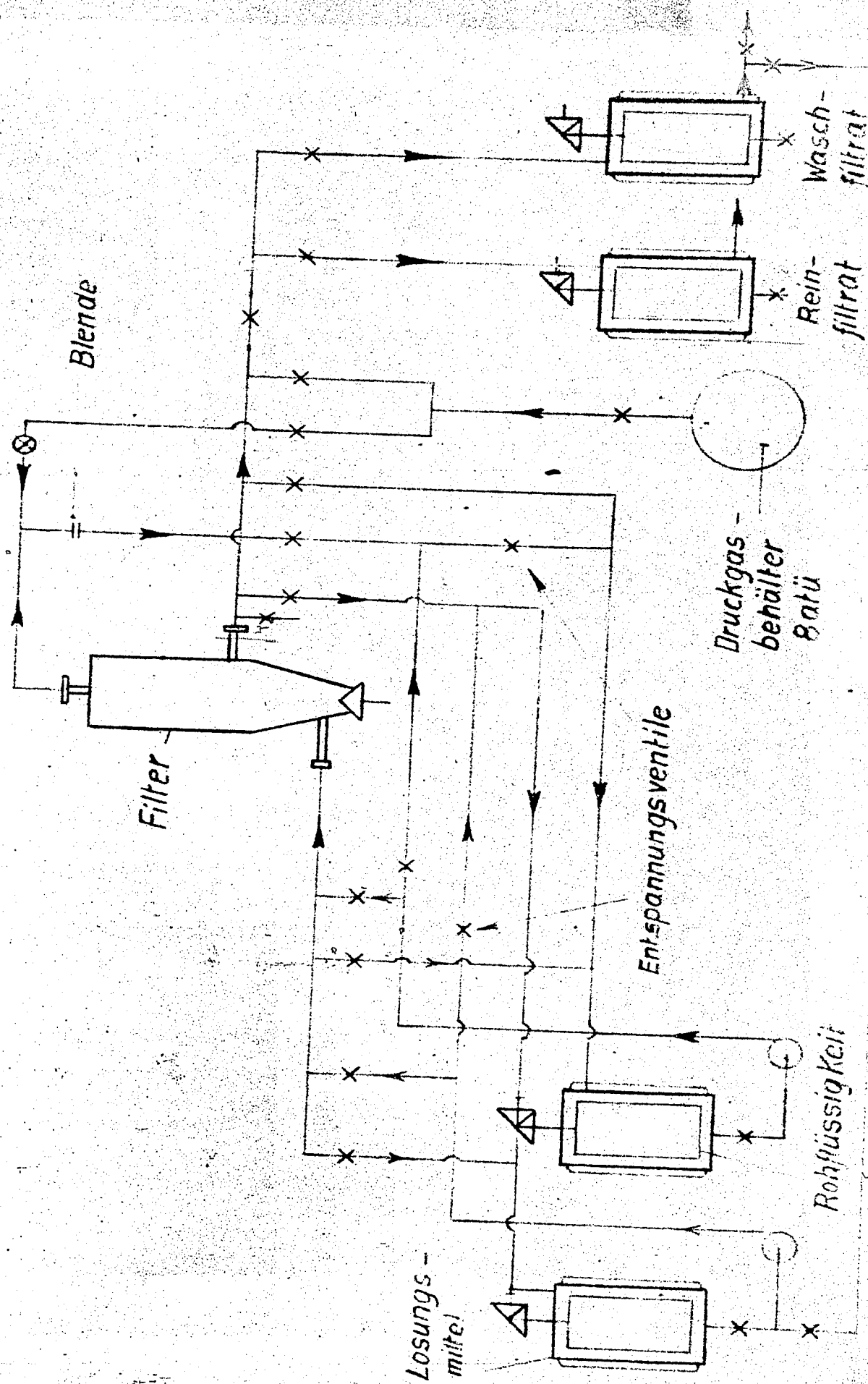
A.) Filteraufbau



B.) Querschnitt durch Gehäuse



C.) Allgemeines Schema der Filterapparatur.



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Tag 3.3.42 Name Faber

Meßt.

7

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

RSK626

Der Beauftragte für den Vierjahresplan

Der Generalbevollmächtigte
für Sonderfragen der chemischen Erzeugung

Zeichen: L-Met/Dr.Nk/Lae - Az.179

Tgb.-Nr. 221911/41

Bezug:

Betr.: Elektrodenkoks.

Berlin W 9, den 4.Sept.1941

Saarlandstraße 128

Fernsprecher: 12 00 48

Fernschreiber: K 1-113

Drahtanschrift: Gebudern

Einschreiben!

Herrn
Direktor Dr. P i e r
I.G.Farbenindustrie A.G.
Ludwigshafen a.Rh.

In der Anlage gebe ich Ihnen Durch-
schrift eines Aktenvermerks vom 4.ds.Mts. betr. Elektrodenkoks
mit der Bitte um Stellungnahme.

H e i l H i t l e r !
Im Auftrage

M. Wever

6. Sep. 1941 1 Anlage.

76198

Berlin, den 4.Sept.1941

Verteiler: Dr.Ritter
Dr.Kranepuhl
Dr.Pier
L-Met.
r.C.

Herrn Reg.Dir.Dr. A l t p e t e r
über Herrn Prof. K r a u c h

Betr.: Elektrodenkoks / Besprechung am 4.9.41.

Anwesend: Dir.Jost - Scholven
Steinfeld }
Dr.Heukirch } G.B.Chemie

Am 24.Mai 1941 war von Herrn Dr. B a e r der Gedanke zur Diskussion gestellt worden, Hydrierrückstände, sogenanntes "Hydrierpech", als Ersatz für Steinkohlenteerpech zur Brikettierung zu verwenden. Der Vorschlag ist seinerseits Herrn Dr. P i e r unterbreitet, jedoch damals wegen der geringen zur Verfügung stehenden Mengen an Hydrierpech zurückgestellt worden.

Im Rahmen des Bedarfs an Elektrodenkoks bzw. um für Elektrodenkoks Pech aus dem Brikettsektor frei zu machen, wird von Herrn Dr. J o s t der Gedanke neu aufgegriffen gemäß dem in Abschrift beiliegenden Aktenvermerk.

Die auf diese Weise der Hydrierung entzogenen Schwerölmengen müssten allerdings anderweitig beschafft oder in einem weiteren Sumpfphasesystem erzeugt werden. Durch Kombination dieses Gedankens mit einer Vorstufung der Dringlichkeit in Gladbeck könnten immerhin auf diese Weise rd. 90 000 t Elektrodenkoks erstellt werden, ohne dass hierzu wesentliche Neuanlagen für ein Extraktionsverfahren erforderlich sind. Insbesondere ist hierbei von Interesse, dass für Gladbeck die Projekte bereits ausgearbeitet vorliegen.

Im Hinblick auf die Ihnen bekannte Schwierigkeit der Versorgungslage auf dem Elektrodenkoksgebiet im Rahmen des Göringplans bitte ich, diesen Gedanken erneut zur Diskussion zu stellen und um Stellungnahme.

Anlage.

Aktenvermerk

In der am 13.8.41 im Reichsamt für Wirtschaftsausbau in Berlin stattgehabten Besprechung betr. Erzeugung von Elektrodenkoks nach dem Pott-Brosche-Verfahren hatte Herr Dr. Jost darauf hingewiesen, dass zur Zeit von Scholven Versuche im Gange sind, um das in den Hydrierwerken auffallende "Hydrierpech" als Ersatz für Steinkohlenteerpech zu benutzen. Bei der Brickettierung der Steinkohle wird bekanntlich Pech verwandt. Es ist möglich, dieses Pech teilweise (ca. 60 %) durch das in den Hydrierwerken anfallende Hydrierpech zu ersetzen. Auf diese Weise könnten aus 60.000 to Hydrierpech, die im Werk Scholven anfallen, etwa 45.000 to Teerpech für die Erzeugung von Elektrodenkoks freigemacht werden. Allerdings müsste das noch in dem Hydrierpech enthaltene nicht abgetriebene Schweröl von anderer Seite zur Verfügung gestellt werden, was wünschenswert und auch möglich wäre, aber zur Aufrechterhaltung der Hydrierung nicht notwendig ist.

Das Verfahren, auf das Werk Gladbeck übersetzt, würde ergeben, dass weiter rd. 180.000 to Hydrierpech zur Verfügung gestellt werden können, was 145.000 to Steinkohlenpech einsparen würde und somit 90 - 95.000 to Elektrodenkoks entspricht.

Für den schnellen Ausbau des Werkes Gladbeck ist diese Tatsache von ausserordentlicher Bedeutung, weil zu der Erzeugung von Spezial-Benzinen und hochwertigem Heizöl diese dritte wichtige Substanz, das Hydrierpech, hinzukommt. Diese Menge Hydrierpech kann, beginnend ab Mitte 1943, zur Verfügung gestellt werden, wenn Gladbeck in Dringlichkeitsstufe 0 kommt; also immer noch schneller, als diese möglich ist bei einem Werk, das nur für die Erzeugung von Elektrodenkoks gebaut wird und das in seinem Gesamtumfange neu geplant und erstellt werden muss; ganz abgesehen von der Erstellung der Energieanlagen, die ebenfalls erst geplant werden müssen. Ausserdem ist das Verfahren der Gewinnung von Hydrierpech absolut sicher und bedarf keiner grossen zusätzlichen Einrichtungen, während bei dem geplanten Verfahren der Extraktion der Kohle auf alle Fälle die Filtration der gelösten Kohle ausserordentlich unsicher

erscheint, da bis zum heutigen Tage nach diesem Verfahren erst 1.000 to erzeugt worden sind.

Es würde also, um es noch einmal zu betonen, nicht Kohleextrakt zur Herstellung von Elektrodenkoks durch Filtration erzeugt, sondern eine Substanz, das sogenannte Hydrirpech, das in der Lage ist, eine äquivalente Menge Steinkohlenpech zur Erzeugung von Elektrodenkoks freizumachen.

Buer-Scholven, den 29. August 1941. O.

(gez. Unterschrift)

Elektrodenkoks.

Schreiben des Reichsamtes vom 4. Sept. 41.

Zu dem in der Besprechung vom 4.9.41 im Reichsamt von Herrn Dir. Dr. Jost gemachten Vorschlag, Gladbeck für die Herstellung von Brikettierpech abzustellen, ist folgendes zu bemerken :

Nach den Ergebnissen der inzwischen zusammen mit Scholtzen und Herrn Dr. Hoffmann von Stinnes gemachten Brikettierversuche mit getoppten Rückständen, haben sich zwei Richtungen in der Anwendung des Verfahrens herausgebildet :

1). die Hydrierrückstände (Schleuderrückstand oder Abschlamm) sollen mit Rücksicht auf einen möglichst hohen Ölgehalt bis zu einem Erweichungspunkt von etwa 100 °C getoppt werden, und hierauf sollen die Topprückstände mit Brikettierpech (Hochtemperaturpech) verschnitten werden und dieses Gemisch soll als Brikettiermittel dienen. Die durchgeführten Versuche ergaben unter der Voraussetzung der Herstellung eines brauchbaren Hausbrandbriketts folgende Verbräuche an Brikettiermittel : 6,5 % Brikettierpech, 8 % eines Gemisches von 4 % Pech und 4 % Topprückständen oder 3 % Pech und 5 % Topprückstand. Hiernach könnte man 2,5 bis 3,5 % Pech sparen, wofür 4 bis 5 % Topprückstand eingesetzt werden müßten. Diese Arbeitsweise setzt weiter voraus, daß dieses Brikettiermittel gute Ergebnisse nur gibt, wenn durch Zusammenschmelzen einer möglichst homogenen Masse ein gleichmäßiges Produkt erzielt wird. Da die beiden, das Brikettiermittel ergebenden Komponenten an zwei verschiedenen Orten erzeugt werden, müßte zumindest eines der Produkte zur Herstellung der Mischung an den zweiten Erzeugungsort transportiert werden, was aber im Hinblick auf die schlechte Handhabung sowohl des Peches als auch der getoppten Hydrierrückstände große Schwierigkeiten bereiten würde. Ebenso dürfte die Herstellung des Gemisches aus den beiden Komponenten in der Brikettfabrik mit Rücksicht auf deren primitive Einrichtung kaum in Frage kommen.

2). Diese Schwierigkeiten lassen sich dann leicht umgehen, wenn an Stelle des Gemisches aus Topprückstand und Brikettierpech, der Topprückstand allein als Brikettiermittel Verwendung findet. Dies setzt aber voraus, daß das Öl nur bis zu einem Erweichungspunkt des Rückstandes von 70 bis 80 °C abgetoppt wird, wobei der Topprückstand ein ausgezeichnetes Brikettiermittel darstellt.

Nach den vorliegenden Versuchsergebnissen genügen etwa 6 bis 7 % Brikettiermittel für die Herstellung eines guten Briketts, so daß man also mit der gleichen Menge oder höchstens 0,5 % mehr Bindemittel auskommt als bei Brikettierpech. Allerdings

verbleibt eine kleine Menge Öl mehr in dem Bindemittel als bei der Toppung bis auf einen Erweichungspunkt von 100 °C.

In der Zwischenzeit sind Versuche für die großtechnische Durchführung von Brikettierungen in die Wege geleitet worden, die Ende dieser Woche auf der Zeche Diergardt - Mevissen (die Zeche gehört zur Hibernia) durchgeführt werden sollen. Herr Dr. Waldmann wird von unserer Seite an den Versuchen teilnehmen. Nach Abschluß dieser Versuche sollen in etwa 14 Tagen die neue Topperei und Granulieranlage in Scholven in Betrieb genommen werden. Die hierbei ^{zu}gewonnenen etwa 20 000 bis 30 000 to Brikettiermittel sollen auf der oben genannten Zeche zu Briketts verarbeitet werden.

Scholven beabsichtigt nun, dieses Verfahren für das Werk III einzuführen und hierbei etwa 180 000 to Topprückstände für die Brikettierung zur Verfügung zu stellen. Falls das Brikettiermittel der zweiten Qualität hergestellt wird, werden rund 170 000 to Brikettierpech frei, woraus rund 110 000 to Elektrodenkoks gewonnen werden können. Da nach Vorliegen der Ergebnisse der in Gang befindlichen Brikettier-Großversuche alle technischen Daten bekannt sind, scheint es von Vorteil zu sein, dieses Verfahren für die Elektrodenkoksgewinnung mit heranzuziehen.

Da das Brikettiermittel ein neues verkaufsfähiges Produkt der Hydrierung darstellt, müßte seitens der I.G. die Lizenzfrage und die Höhe der zu entrichtenden Lizenz geklärt werden.

Bähr

6. Oktober 1941 Rk/R

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Stellungnahme zu Ersatz von Brikettierpech
durch Hydrierpech (getoppter Abschlamme).
(Brief vom Reichsamt v.4.IX.1941).

Nach den Versuchsergebnissen von Herrn Dr. Bähr ist es möglich bei der Steinkohlenbrikettierung das zur Brikettierung verwendete Hochtemperaturpech teilweise bzw. ganz durch getoppten Abschlamme zu ersetzen.

Zur Brikettierung werden normalerweise 6 % Pech zu Kohle zugesetzt. Statt diesen 6 % Pech kann nach Dr. Bähr mit gleich gutem Erfolg ein Zusatz von 8 % eines Gemisches von 4 % Pech und 4 % getopptem Hydrierabschlamme von Scholven mit Schmelzpunkt 90-100° verwendet werden. Neuere Versuche ergaben weiterhin, dass statt 6 % Pech 7 % getoppter Hydrierabschlamme mit Schmelzpunkt 70-80° zugesetzt werden können.

Das damit eingesparte Hochtemperaturpech wird für die Elektrokoksherstellung frei.

Bei der Verwendung von Abschlamme aus den Hydrierwerken zur Erzeugung von Brikettiermittel ist zu beachten, dass erhebliche Ölmengen der Anreibung entzogen werden.

In der folgenden Tabelle ist die normale Rückstandsaufarbeitung von Steinkohleabschlamme der Aufarbeitung bei Erzeugung von Brikettierpech mit 100° Schmelzpunkt bzw. Brikettierpech mit 70-80° Schmelzpunkt gegenübergestellt. Unter normaler Rückstandsaufarbeitung wird Aufarbeitung des gesamten Abschlammes über Schleudern und Schwelen verstanden. Die Aufarbeitung auf Brikettierpech ist extrem so angenommen, dass die eine Hälfte des Abschlammes direkt zur Anreibung geht, die andere Hälfte auf den gewünschten Schmelzpunkt im Kugelfen getoppt wird.

Als Ausgangsgrösse wurden 100 t Abschlamme mit 25 % Festen und 20 % Asphalt im Öl angenommen.

793881

I <u>Normale Aufarbeitung</u>	II <u>Erzeugung von Brikettierpech von Schmelzpunkt 90-100°</u>	III <u>Erzeugung von Brikettierpech von Schmelzpunkt 70-80°</u>
100 t Abschläm (25% Festes, 20% Asphalt) 50 t V-Öl 150 t Schleudermischung (16,7% Festes, 12% Asphalt) 120 t Schleuderöl (11,3% Festes, 12% Asphalt) 30 t Schleuderrückstand (38% Festes, 12% Asphalt) 14 t Schwelöl (75% Ausbeute) Anzahl der Kugellöfen (2,3 t Durchsatz) : 13	100 t Abschläm (25% Festes, 20% Asphalt) 50 t Abschläm direkt zur Anreibung 50 t Abschläm zur Toppung 20 t Toppöl 30 t Brikettierpech (41,7% Festes, 42,8% Asphalt)	100 t Abschläm (25% Festes, 20% Asph. 50 t Abschläm direkt zur Anreibung 50 t Abschläm zur Toppung 15 t Toppöl 35 t Brikettierpech (35,7 % Festes¹⁾ 33,3 % Asphalt)
Anreibeöl: 120 t Schleuderöl 14 t Schwelöl 134 t Anreibeöl (10,1% Festes, 10,6% Asphalt) Gewinn an festefreiem Öl + Asphalt aus 100 t Abschläm: 70,5 t	Anreibeöl: 50 t Abschläm 20 t Toppöl 50 t V-Öl 120 t Anreibeöl (10,4% Festes 7% Asphalt) Gewinn an festefreiem Öl + Asphalt aus 100 t Abschläm: 57,5 t Ölausfall gegen Fall I 13 t (18,5%) Ersetztes Hochtemp. Pech: 15 t Daraus bei Elektrodenkoks-erzeugung gewonnenes Öl: ca 4,5 t (geschätzt)	Anreibeöl: 50 t Abschläm 15 t Toppöl 50 t V-Öl 115 t Anreibeöl (10,9% Festes, 7,5 % Asphalt) Gewinn an festefreiem Öl + Asphalt aus 100 t Abschläm: 52,5 t Ölausfall gegen Fall I: 13 t (25,6%) Ersetztes Hochtemp. Pech: 30 t Daraus bei Elektrodenkoks-erzeugung gewonnenes Öl: ca 9 t (geschätzt)

1) ohne Berücksichtigung von Festeneubildung.

Aus der Zahlentafel ergibt sich zunächst folgendes:

pro Tonne erzeugtes Brikettierpech	Fall II Brikettierpech mit 90-100° Schmelzpunkt	Fall III Brikettierpech mit 70-80° Schmelzpunkt
Eingesetzter Abschamm	1,67 to	1,43 to
Ölentfall für Hydrie- rung		
a) ohne Öl aus Elektro- denkokserzeugung	0,43 to	0,51 to
b) mit Öl aus Elektro- denkokserzeugung	0,28 to	0,26 to

Die errechneten Zahlen gelten zunächst annähernd für die 300 at Hydrierung in Scholven. Für die Verhältnisse bei 700 atm können die Zahlen nicht ohne weiteres übernommen werden, da die Schmelzpunkte des getoppten Abschammes vom Asphaltgehalt und Festgehalt des Ausgangsschammes stark abhängig sind. Je höher die Asphaltgehalte im Abschamm sind (höhere Durchsätze) desto geringer ist voraussichtlich die abzutoppende Ölmenge und damit auch die zur Erzeugung notwendige Abschammmenge.

Der Ölentfall für die Hydrierung kann zum Teil durch das aus der Elektrodenkokserzeugung zurückkommende Öl gedeckt werden. Der Rest muss durch Fremdöleinsatz bzw. Durchsatzerhöhung in der Hydrierung gedeckt werden.

Zwischen den angeführten Extremfällen der Aufarbeitung sind je nach Menge und Qualität des zu erzeugenden Brikettierpeches eine Reihe von Übergangsfällen möglich, unter anderem auch gemischter Einsatz von Abschamm und Schleuderrückstand zur Erzeugung des Brikettierpeches.

Rank

780

26. September 1941 Pf/Pr.

Betr. Elektrodenkoks; zum Schreiben des Reichsamtes v.4.
Vorschlag Bähr: Austausch von Hydrierrückständen gegen S
kohlenpech.

Der Vorschlag sieht 1.) den Austausch von 2,5 Teilen Pech gegen 4 Teile Topprückstand oder von 3,5 Teilen Pech gegen 5 Teile Topprückstand vor. Dieser Austausch scheint nach Versuchen von St. ein brauchbares Bindemittel für Brikettierzwecke gegeben zu haben. Da aber ein vorheriges Verschmelzen von Pech und Hydrierrückstand nötig ist, was zusätzliche Frachten und Betriebskosten verursacht, sieht der 2. Vorschlag die Verwendung von Topprückstand allein vor, der aber nur bis zu einem Erweichungspunkt von 70-80°C abgetrennt werden kann, es bleibt also mehr Schweröl im Brikettiermittel. Es sollen davon 6-7 % verbraucht werden, gegen 6,5 % Pech. Ein Grossversuch ist geplant. Vor Bestätigung dieser Zahlen nach 2. durch den Grossversuch lässt sich zum Vorschlag nur folgendes sagen: Es bleibt nach wie vor die Schwierigkeit, dass die Magerkohlenzechen eine große Menge eines hochaschehaltigen Produktes zu einem wahrscheinlich doppelt so hohem Preise wie das nahezu aschefreie Pech austauschen sollen, das infolge des höheren Ölgehaltes gegenüber letzterem ein mehr rauchenden aschereicheren Brennstoff ergibt, also nicht nur in den Preisen unbefriedigend ist. Ich glaube deshalb nicht, dass bei diesem Vorschlag für die I.G. eine Lizenz herauspringt.

Es kann nicht ohne weiteres angenommen werden, dass die nach Vorschlag 2 bei Ausbau von Scholven III freiwerdenden 170 000 t Pech auch wirklich im Aschegehalt so niedrig liegen, dass dieses Pech auch selber ebenfalls neu zu erbauenden Pechschmelerei direkt zugeführt werden könnte. Wenn dies nicht der Fall ist, muss dort ebenfalls eine Filtration eingeführt werden, sodass ein Vorteil gegenüber einer Koksherstellung nicht mehr besteht. Auf alle Fälle muss der Grossversuch hier abgewartet werden, bis weiteres geplant werden kann. Man kann sich immerhin fragen, ob der Vorschlag 2 nicht den eigenen Plänen der Koksherstellung im Rahmen der I.G. sehr abträglich sein wird.

A

13. August 1941 60/51

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Besprechung auf dem Reichsamt für Wirtschaftsausbau
am 13. August 1941 über die Herstellung von Elektro-
denkoks.

Anwesend:

Dr. Neukirch	RWA
Dr. Kranepuhl	RWA (zeitweise)
Dr. R. Becker	RWA
Dir. Stinnes	Welheim
Dir. Dr. Broche	"
Obering. Richter	"
Dir. Schulze-Buxloh	Gelsenberg
Dir. Dr. Pross	"
Dir. Dr. Jost	Scholven
Dir. Brünig	"
Dir. Dr. Pier	I.G. Lu (zeitweise)
Dr. Simon	"
Obering. Raichle	"
Dr. Gieg	"
Dir. Dr. Fr. Müller,	Krupp, Essen
Dir. Dr. Pistor	
Dr. Grund	RWIM
und andere.	

Einleitend gibt Herr Dr. Neukirch den Bedarf an Elektrodenkoks wie folgt an:

1940	200 000 t
1941	209 000 t
1942	355 000 t steigend auf 407 000 t
1943	450 000 t
1944	500 000 t steigend auf 580 000 t
1945	650 000 t

Hiervon werden 50% benötigt für die Herstellung von Anoden und 20 % für Söderberg-Elektroden. Für die Herstellung dieser Mengen kommt neben der Koksherstellung aus Reinstkohle und aus Pech die Herstellung über das Pott-Broche-Verfahren bzw. über ein in Ludwigshafen im Versuchsstadium befindliches Verfahren in Frage. Stinnes baut eine Anlage für 25 000 t, die noch im Oktober ds. Js. anlaufen und bis Ende 1942 auf 50 000 t erweitert werden soll. Da diese Mengen nicht genügen, sollen auch Hydrierwerke für die Herstellung von

Elektrodenkoks herangezogen werden mit einer Menge von je 50 000 bis 70 000 t, und zwar sollte die erste Anlage anfangs 1943 vorhanden sein, die zweite Anlage Mitte bis Ende 1943. Gedacht ist an Schol Gelsenberg und Blechhammer.

Anschliessend berichtet Dr. Broche über sein Verfahren. Filtrationsprobleme machen keine Schwierigkeiten, es soll zunächst diskontinuierlich mit Filterkerzen gearbeitet werden und gleichzeitig sollen Versuche an einem Saugzellenfilter durchgeführt werden. Der hergestellte Koks genüge allen Anforderungen:

Aschegehalt < 0,1 %
Titangehalt nur 10% des zulässigen
Leitfähigkeit 300-400 Ohm.

Kohlebedarf pro t Extrakt 1,5 t Extraktkohle
+ 1,0 t Energiekohle.

Energiebedarf pro t Extrakt: 700 KW
3,5 t Dampf 16 atü
2,3 t " 3 atü

Anfall an Extrakt: 100-120 t/Tag.

Als Extraktionsmittel soll Sumpffphase-Mittelöl aus der Pechhydrierung verwendet werden, das nach Durchlaufen der Extraktion in die Gasphase der Hydrierung geht. Bei Verwendung von Kohlemittel anstatt Pechmittelöl muss die Extraktion ausserdem mit Wasserstoffzugabe gefahren werden (1 % bezogen auf Kohle). Eine Preisangabe über den so hergestellten Koks lehnt Dr. Broche ab.

Dr. Pier schildert die verschiedenen Fahrweisen der Kohleverflüssigung, deren Extreme das Fahren auf Benzin-Mittelöl und die Extraktion der Kohle darstellen. In Ludwigshafen sind Versuche im Gange, filtrierfähige Extrakte für Elektrodenkoks-Gewinnung herzustellen. Es sind bereits 4wöchige Versuche in 10 Liter-Öfen gemacht worden, labormässig geht die Filtration (Leistung 400-600 kg/qm/S). Es sei jedoch noch nicht klar, wie die Filtration technisch, vor allem kontinuierlich durchgeführt werden könnte. Hierüber würde ein Grossversuch nähere Aufklärung geben, der im Anschluss an den jetzt laufenden Heizölversuch durchgeführt werden soll. Unser Verfahren arbeitet im Gegensatz zum Pott-Broche-Verfahren mit eigenem Mittelöl als Anreibeöl, also ohne jede Verquickung mit der Hydrierung. Die Preisgestaltung für den Elektrodenkoks nach diesem Verfahren

oder nach dem Verfahren von Pott-Broche sei ungünstig. Dr. Pier schätzt den Preis auf RM 150-180.- .

Dr. Pier bringt zum Ausdruck, dass wir Stinnes absolut keine Konkurrenz machen wollen. Wenn Stinnes technisch so weit sei, um Verantwortung zur Erstellung von Elektrodenkoksanlagen zu übernehmen, so hätten wir nichts dagegen. Wir hätten nur Bedenken für die technische Durchführung der Filtration. Dr. Broche erklärt dazu, dass sein Extrakt technisch durch SteinfILTER filterbar sei. Dr. Neukirch erklärt bezüglich des Preises, dass die höheren Kosten des Kokeses bezahlt werden würden.

Dir. Schulze-Buxloh, Gelsenberg, stellt fest, dass für Elektrodenkoksherstellung ein vollständig neues Werk notwendig sei ausserhalb des jetzt bestehenden Hydrierwerkes, auf dessen Gelände kein fester Platz sei, und der Energiebedarf vom bestehenden Werk nicht gedeckt werden könnte. Der springende Punkt für sie sei die Frage: Geht das Verfahren oder nicht. Dr. Jost führt aus, dass für Scholven dieselben Gesichtspunkte gelten. Ausserdem wäre die Beschaffung von ca. 350 000 t Kohle für die Herstellung der 70 000 Elektrodenkoks nicht ohne Weiteres möglich. Auch Dr. Müller-Krumbach weist auf die Schwierigkeit der Beschaffung der Kohle und Energie hin. Herr Stinnes lehnt es ab, irgendwelche Garantien für sein Verfahren zu geben. Den Beweis dafür, dass er an die Durchführbarkeit des Verfahrens glaube, sei die Tatsache, dass er eine Anlage baue und diese evtl. noch vergrössern wolle. Er schlägt vor, die Entscheidung für den Einsatz der Hydrierwerke für die Elektrodenkoks-Herstellung um einige Monate zu vertagen, bis Erfahrungen in der Grossanlage Welheim vorliegen. Er bittet Dr. Neukirch um Unterstützung bei der Arbeiterbeschaffung, damit die Anlage wirklich am 1.10.1924 anlaufen könne.

Dr. Simon unterstützt diesen Vorschlag. Der Versuch in Ludwigshafen wird voraussichtlich im Oktober durchgeführt werden, sodass im Laufe des November Näheres über das Ludwigshafener Verfahren gesagt werden könne. Die Filtrationsversuche können allerdings nur mit einem Teil des Produktes durchgeführt werden. Herr Broche wird gebeten, einige Filterkerzen Ludwigshafen zur Verfügung zu stellen.

Dr. Fross wehrt sich gegen die Verquickung der Extraktion mit der Hydrierung über das Mittelöl, es sei sehr fraglich, ob das aus der Extraktion kommende Mittelöl in der 300 atm-Gasphase ohne

Schaden für den Kontakt verarbeitet werden können.

Dr.Kranepuhl weist darauf hin, dass durch den Einsatz des Mittelöles in der Extraktion keine Minderung in der Treibstoff-Herstellung eintreten dürfte.

Dr.Pier schlägt Herrn Stinnes vor, die Kombination mit der Hydrierung zu verlassen und das aus der Extraktion kommende Mittel durch eine raffinierende Hydrierung im eigenen Werk für die Extraktion wieder verwendbar zu machen. Herr Stinnes streift kurz die Finanzierungsfrage und fordert eine Preisgarantie für den Elektrodenkoks gegen die Konkurrenz des in Friedenszeiten auf dem Markt wieder erscheinenden Petrolkokses.

Dr.Pier weist auf die Möglichkeit hin, aus den für den Hermann-Göring-Plan vorgesehenen russischen Rohölen ausser Treibstoff Elektrodenkoks herzustellen. Herr Dr.Neukirch bittet die Abteilung Mineralöl (Dr.Kranepuhl-Dr.Becker) die Frage zu klären.

Es wurde beschlossen, dass Stinnes dem Amt Nachricht gibt, wenn er aus der Grossanlage genügend Erfahrungen hat, um erneut die Koksherstellungsfrage besprechen zu können.

Pier

DR. PHIL. DR. ING. G. PISTOR

LEIPZIG N 99 4. Juli 1941.
TUMGUTSTRASSE 1

Herrn Direktor Dr. Dring M. Pier, I.G. Farbenindustrie A.G.
Ludwigshafen Rhein.
Sehr geehrter Herr Dr. Pier!

Vertraulich.

Verbindlichen Dank für Ihr freundliches Schreiben vom 24. Juni. Ich habe von dessen Inhalt und der Anlage mit grossem Interesse Kenntniss genommen, und freue mich sehr, dass Sie die Versuche zur Herstellung von aschearmen Koks aus Hydrierprodukten in halbertechnischem Massstabe in Angriff genommen haben. Das Ergebniss Ihrer Versuche wird für die Aluminium Industrie von ausschlaggebender Bedeutung sein. Als Elektroden für die Aluminium elektrolyse eignen sich am besten, sowohl in der Form von gebogenen Elektroden für die offenen Bäder, als für die Herstellung von Söderbergelektroden, die Kokse, die aus flüssigen Materialien hergestellt werden, Petrolkoks, Pechkoks u-s.w., und an deren Spitze dürfte wohl der Koks aus Extrakt stehen, dessen Eigenschaften in jeder Weise die besten zu sein scheinen, für die Herstellung von Aluminium Elektroden und für alle anderen Elektroden die heute in Mengen von ca 100 000 Jato für andere kriegswichtige Industrien verwendet werden. Der Bedarf für die Aluminium Industrie der heute ca 250 000 Jato ist steigt in den kommenden Jahren stark an. Neben den Köksen aus flüssigen Ausgangsmaterialien verarbeitet die Al-Industrie heute schon notgedrungen eine aus Fettkohle gewonnenen aschearmen Koks, der einzige Fabrikant ist heute die Gewerkschaft Baesweiler bei Aachen die ca 30 000 Jato herstellt. Aber sowohl die Reinheit als auch die Standfestigkeit im Al-Ofen befriedigt nicht, und wir sind gezwungen diesen Koks in kleineren Mengen dem gutem Koks zuzusetzen, müssen also, immer genügende Mengen des guten Kokes haben. Da jetzt noch grössere Mengen, als bisher in Aussicht genommen, an Al hergestellt werden sollen, ist es unumgänglich nötig, neben der Vergrösserung von den Anlagen zur Herstellung von aschearmem Koks aus Fettkohle, eine solche neue Anlage haben wie auf Augusta-Victoria vorgesehen, auch noch weiteren Koks aus flüssigem Material zu beschaffen, und da steht unsere Hoffnung auf Ihrem Verfahren.

7. Juli 1941.

PKS 42

DR. PHIL. DR. ING. G. PISTOR

LEIPZIG N 22
TURNGUTSTRASSE 1

4. Juli 1941

Herrn Dr. Dr.ing. M. Pier Ludwigshafen Rhein.

Vor einigen Tagen besuchten uns in Bitterfeld die Herren Dr. Schmitz und Dr. Müller von der Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke, um die Verwendung des aschearmen Kokes bei der Al -Elektrolyse zu sehen und Spezialfiltriereinrichtungen bei uns zu besichtigen. Bei dieser Gelegenheit teilte uns Herr Dr. Schmitz mit, dass ein Aggregat, bestehend aus ca 20 Kerzenfiltern von Schumacher Bietigheim mit 22 m² Filtrieroberfläche, 12 ^{Lösung} Tonnen per Stunde durchsetzt. Die bei 130° C filtrierte Flüssigkeit enthält ca 8% feste Bestandteile und hat ca 25 % Extrakt gelöst. Hieraus ergibt sich per Tag mal 20 an Extrakt 60 Tons, oder, dass eine Tonne Extrakt 0,666 Tonnen Koks ergibt, 40 Tons Koks auf ein Filteraggregat. Walheim stellt zuerst 25 000 Jato Koks her, anschliessend 50 000 Jato, und hat hiernach 2 bzw. 4 Filteraggregate nötig. Für Reserve muss gesorgt sein, da die Filteraggregate verhältnismässig viel Handarbeit und Wartung benötigen. Vielleicht finden diese Mitteilungen Ihr Interesse. Es sollte mich freuen, wenn ich gelegentlich der Aufsichtsratsitzung am 11. Juli, das Vergnügen hätte Sie zu sehen.

Mit freundlichen Grüßen und

Heil Hitler!

Ihr

G. Pistor

Besprechung in Essen am 12. Juni 1941.

Betreff: Abgabe von Steinkohlenhydrierabschlamm zur
Freistellung von Brikettierpech.

* Teilnehmer: Reerink, Scheer, O.I. Maier (Bergbauverein)
Kastelmeier (Gelsenkirchner
Bergbau A.G.)
Broche, Urmeister, Hofmann (Stinnes)
Müller (Direktor der Mühl-
heimer Bergwerks-
Scheidthauer (Hibernia)
Urban (Hydrierwerk Schol-
Proß, Jacob (Gelsenberg Benzin-
Bähr, Simon (I.G. Lu).

Zur Freistellung von 100 000 jato Brikettierpech 50-70 000 jato Elektrodenkoks werden Ausweichstoffe gesucht, soll geprüft werden, ob baldigst aus Steinkohlenhydrierwerken derartige Stoffe freigemacht werden können.

Eine Abgabe von getoppten Abschlüssen aus den Hydrierwerken Scholven und Gelsenberg ist möglich, wenn den Hydrierwerken die entsprechenden Ölmengen zur Schliessung des Ölkreislaufs zurückgeliefert werden. Ein Ausgleich durch Durchsatzsteigerung ist in Scholven in beschränktem Umfang möglich, in Gelsenberg nicht, da hier die Apparatur bereits vollständig ausgefahren ist. Andernfalls würde die Benzinproduktion leiden.

In Scholven können z.Zt. 200-300 moto granulierten Topfabschlüsse erzeugt werden, die bei Ausbau der Granulieranlage auf 10-20 000 jato erweitert werden könnten, bei entsprechender Durchsatzsteigerung in der Hydrierung. Auch Gelsenberg könnte bei entsprechender Zuweisung hydrierfähiger Öle eine gewisse Menge Brikettieraustauschstoffe liefern.

Hydrierprodukte allein als Pechersatz müssten in Mengen von 12-14 % der Brikettierkohle zugesetzt werden, Mischung mit Pech (1 : 1) verringert sich der Zusatz auf ca. 7 %. Versuche sollen im Laboratorium Stinnes und in Iwigshafen mit Scholvener granuliertem Toppabschlamm bald durchgeführt werden. Ein technischer Grossversuch soll abschliessend bei Hibernia, Zeche Alstaaden, mit ca. 100 t Hydrierprodukt gemacht werden. Die Forschungsstelle des Bergbaulichen Vereins Essen soll wegen der Beurteilung der Briketts herangezogen werden.

Die Wirtschaftlichkeit ist noch zu prüfen. Es herrscht Übereinstimmung, dass der Preis der getoppten Hydrierabschlämme höher sein wird als der Pechpreis.

Es soll geprüft werden, ob bei Erstellung von Neuanlagen, z.B. Gladbeck, das Herausziehen von Hydrierabschlämmen als Pechersatz mit einbezogen werden kann.

Dieses Protokoll wurde von den Herren Pross, Urban Jacob, Bähr und Simon gemeinsam verfasst.

4.

Abschlamm-Aufbereitung durch Filtration - Zurück an

Vorzimmer Dr. Dr. P.

Die vollkommene Abtrennung der für den weiteren Hydrierungszweck festesten Ballaststoffe von dem wertvollen Hydrierprodukt und deren bestmögliche Gewinnung ist nur durch Filtration möglich.

Leider lassen sich nur Abschlämme einer bestimmten Fahrweise durch Filtration aufarbeiten. Die Bedingungen, die an einen filtrierten Abschlamm führen, sind zusammengefasst folgende:

Arbeitsweise mit einem möglichst aromatenreinen Mittelöl, Bzw. Kerosin, des Wasserstoffverbrauches und damit der Aufhydrierung, wobei in der Hauptsache ein bituminöses Hydrierprodukt entsteht und bei niedrigen und mittleren Drucken geringe Durchsätze unter 0,4 und möglichst wenig Schwerölrückführung. Dies gilt bis zu Drucken von etwa 450 atm. Bei Erhöhung der Drücke auf 700 atm können die Fahrbedingungen erweitert werden; die Mitteldruckerhöhung bleibt; die Hydriertemperatur kann aber auf 470 - 480°, der Durchsatz deshalb bis auf rund 1,0 gesteigert werden; auch das Wasserstoffangebot in die weiteren Grenzen vereint werden, sodass ein größerer Anteil flüssiger Produkte, Bi + Mi, neben dem bituminösen Hydrierprodukt erzeugt wird. Die Fahrweise bei 700 atm stellt also eine Zwischenstufe zwischen der hydrierenden Extraktion und der normalen Hydrierung dar, deren Abschlamm noch praktisch unfiltrierbar ist.

Die Filtration selbst ist der Eigenart des Filtergutes angepasst. Da die Festbestandteile durch den Hydrierprozess einer sehr starken Verfeinerung unterliegen, darf die Filtration nicht durch einen dicken Kuchen von Festteilen hindurch erfolgen, sondern es müssen statig erneuert werden; die Filterunterlagen sind leicht auswechselbar zu gestalten, da Teile des Hydrierbitumens bei der nötigen hohen Filtrier-Temperatur von 150-200° durch Unterpolymere unlöslich werden und die Unterlagen „verlecken“.

Als bester Filtertyp hat sich das „Dünnschichtfilter“ nach De erwiesen mit einer automatisch mit dem Filtrerrückstand entfernbaren Hilfschicht aus Kieselgur oder anderen porösen Materialien. Das bei den hohen Temperaturen noch brauchbare Druckkerzenfilter, System, benötigt mehr Zeit für die Hilfsoperationen, ist kompliziert und teurer; vor allem werden die Steine durch den Vorgang der Backbildung bei Hydrierbitumen schneller unbrauchbar; die Anwendung der Kerzenfilter würde dann in Frage kommen, wenn die Steine in einfacher Weise wieder regeneriert werden könnten.

Die mit einem Dünnschichtfilter erreichbaren Durchsätze betragen bei 300 atm etwa 240 - 280 kg/qm/St., bei 700 atm 190 - 180 kg. unter besonderen Bedingungen auch 200 - 250 kg. Die Aschengehalte im Filtrat liegen bei nur 0,005 % - 0,04 %, sodass im Lösungsmittel freien Bitumen etwa 0,1 % Asche und weniger enthalten ist. Der Filtrierrückstand enthält 35 - 40 % Öl, in der Hauptsache leicht destillierbares Mittelöl; er ist daher in normalen Konzentrationen schnell und mit geringen Verlusten abschweißbar.

790

Die Vorteile der Abschlammaufbereitung durch Filtration gegenüber der seither geübten Methode durch Schleudern und Schmelzen liegen auf der Hand; die Schwelerei wird entlastet, da nur das wirkliche Feste durchgesetzt werden muß und nicht die große Menge im Schleuderrückstand enthaltene Schweröl; daher sind die Verluste geringer, der Schwelvorgang selbst einfacher, sodaß er technisch und betrieblich billiger gemauerten Ofenkamern vorgenommen werden kann; die Hydrierung erhält festes Rückschmelzöl, das seiner Eigenart entsprechend auch unter optimalen Bedingungen für sich aufhydrieren kann, sodaß die Vergasung weitergedrückt werden könnte.

Die besondere zu filtrierbaren Produkten führende Fahrweise bei 700 atm ergibt, wenn aus dem Hydrierbitumen Elektrodenkoks hergestellt werden soll, etwa ebensoviel Elektrodenkoks (32 %) wie Öl (34 %). Es ist zu erwarten, daß bei weiterer Ausgestaltung dieser Fahrweise der Ölanteil erheblich gesteigert werden kann, sodaß die Filtration auch bei einer modifizierten Fahrweise auf Meißel bzw. Bi + Mi anwendbar wird. Dann ist jenes Ziel der restlosen Kohleauswertung gelungen, indem die heute noch beim Verschmelzen als wertlose Rückstände mit der Asche anfallenden C-Bestandteile in Form von wertvollem Elektrodenkoks nutzbar gemacht werden.

ges. Pfirrmann

16. Oktober 1942 Pf/K1

Elektrodenmaterial für die Aluminium-
fabrikation.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pless

Für die Qualität des Aluminiums ist die Beschaffenheit des Elektrodenmaterials von ausschlaggebender Bedeutung. Neben Petrolkoks ist Steinkohlenpech wichtigstes Ausgangsmaterial. Trotz stark erhöhtem Pechanfall ist es aber nicht möglich, den Bedarf an Elektrodenkoks daran zu decken; zur Herstellung von Reinstaluminium ist außerdem der Aschengehalt des Pechkokses mit 0,4 - 0,6 % meist zu hoch.

Hier konnte die Hydrierung erfolgreich eingreifen. Durch eine besonders schonende Aufhydrierung unter Beschränkung des Wasserstoffverbrauchs und Verwendung von Mittelöl zum Anpasten gelingt es, die Kohle mit einer Aschante von 50 - 70 % in ein schmelzbares, lösliches Bitumen umzuwandeln, das gut filtrierbar ist und nach Abtrennung des Lösungöls nur 0,1 % Asche und darunter enthält.

Dieses aschefreie pechartige Hydrierbitumen ist wie ein ungesättigter Körper an der Luft und in der Hitze polymerisierbar und wird unlöslich. Es hat deshalb als Bindemittel für die Elektrodenfabrikation insbesondere für die kontinuierliche Soderberg-Elektrode besondere Bedeutung, da es leichter härtet und mit nur geringer Gas- und Teerbildung verkocht, gegenüber dem seither verwendeten Teerbindemittel also weniger Verluste und härtere, längere haltende Elektroden ergibt. Der Bindemittelanteil in den Elektroden beläuft sich auf 20-25 %.

Darüberhinaus ist aber das Hydrierbitumen das Ausgangsmaterial zur Herstellung von besonders aschearmen Elektrodenkoks.

Das Bitumen wird, abweichend von der Pechkoks-Herstellung, in 2 Stufen verkocht, wobei in der ersten Stufe das Bitumen unter Druck vorgeschwelt wird. Die Druckverschmelzung ermöglicht die Gewinnung eines hochwertigen, asphaltenarmen Schmelzöls, das sehr reich an Aromaten ist und direkt als Heizöl Verwendung finden kann, aber auch zur Gewinnung aromatischer Zwischenkörper Bedeutung erlangen wird. Der Druckkoks selbst wird durch die Druckverschmelzung dichter und erhält dicke Zellwände, was zur Herstellung dichter Elektroden von hoher Festigkeit wesentlich ist. Zur Druckverschmelzung ist das Hydrierbitumen besonders geeignet, da es schon bei 450 - 475° genügend schnell in Koks umgewandelt werden kann.

Der vorgeschwelte Koks wird bei ca. 1100° fertig gegluht und besitzt nun die gewünschte Dichte und Leitfähigkeit; der Aschengehalt schwankt zwischen 0,1 - 0,25, beträgt also nur noch 1/3 - 1/4 des Pechkokses.

Da die Aluminiumgewinnung stark gefördert wird, steigt auch der Elektrodenkoksbedarf fortwährend. Es wird auf 1 to Aluminium etwa 0,5 to Elektrodenkoks verbraucht. Um den Bedarf sicherzustellen, wurden außer Hydrierprodukten auch andere Bituminas zur Untersuchung herangezogen. So konnten die mit Hydrierbitumen gemachten Elektroden

bei der Feinfiltration und Druckverkezung auch auf Schmelzteere, Ölschiefer und dem in Zukunft besonders wichtigen Erdölbitumen ausgedehnt werden. Die Schwierigkeiten bei der Filtration sind hier insofern größer, als der Bitumengehalt nur $\frac{1}{3}$ - $\frac{1}{4}$ so groß wie bei Hydrierbitumen ist, wodurch sich der Filtrat-Aschengehalt im Endprodukt, dem Elektrodenkoks sich wieder um ein mehrfaches anreichert. Trotzdem ist es gelungen, auch aus solchen Naturbituminas einen Elektrodenkoks mit Aschengehalt von 0,2 - 0,4 % herzustellen und so die Rohmaterialbasis zu erweitern.

gez. Pfirrmann

Herstellung von Elektrodenkoks aus Hydrierungsprodukten
und anderen Ausgangsmaterialien.

Die Bitumenherstellung an Hand des Versuches in der Kammer 804 ergibt folgendes Bild:

Bei 300 atm und 440° wurden aus Oberschlesischer Kohle bei Leistung 0,3 und Abbau 85° eine Ausbeute von ~ 68 % der Reinkohle erzielt, davon etwa 64 % Bitumen und 4 % Bi + Mi, bei 700 atm und 475° war bei derselben Kohle bei ~ 0,6 Leistung und 9,2 Abbau die Ausbeute 79 %, davon ebenfalls 64 % Bitumen und 15 % Bi + Mi.

Die Lothringer Waldschachtkohle ergab bei 700 atm etwas höhere Bitumenausbeute 70 % und nur 8 % Bi und Mi, während die ältere Ruhrkohle Auguste Viktoria nur 65 % Bitumen und 8 % Bi und Mi lieferte. Bei 300 atm konnte die Hydrierung im normalen Kapazitätssofen ausgeführt werden, bei 700 atm war dies infolge Absetzens nicht mehr möglich; es mußten deshalb mehrere Öfen kleineren Ø hintereinandergeschaltet werden; da die Hauptreaktionswärme schon zu Anfang z.T. mit Zwischenvorheizern auftritt, müssen die nachgeschalteten Öfen mit Zwischenvorheizern ausgerüstet werden. Für die Praxis ergibt sich, daß man bei 300 atm normalen Öfen noch auskommt, bei 700 atm ist die Verwendung einer größeren Anzahl hintereinandergeschalteter Öfen zweckmäßig.

Die Filtration wurde in Kerzen- und in Dünnschichtfiltern ausgeführt; da letztere bei mindestens der gleichen Leistung nur 4-6 % der Filterzeit für die Hilfsoperationen benötigen gegenüber 50 - 30 % bei der Filterkerze, sind die Dünnschichtfilter sowohl in der Leistung wie durch die Einfachheit des Betriebes überlegen; die Filtratreinheit ist bei beiden Filtertypen dieselbe; Die Aschengehalte im Filtrat schwankten zwischen 0,000 und 0,04, der Aschengehalt des Fertigbitumens betrug im Durchschnitt 0,1 % und bei Auguste Viktoria-Kohle lag der Aschengehalt bei 0,15 - 0,2 %.

Die Filterleistung betrug im Dünnschichtfilter bei 300 atm und Oberschlesischer Kohle etwa 240 - 280 kg Abschamm je qm u. St., bei 700 atm 150 - 180 kg; bei Ruhr- und Lothringer Kohle fiel die Leistung bei 700 atm unter 100 kg ab, was aber wohl auf die nicht mehr einwandfrei arbeitende Kammer zurückzuführen ist, da zum Schmelzen auch mit Oberschlesischer Kohle nunmehr Leistungen von 60 kg erzielt werden konnten. Der Kieselgurverbrauch schwankte je nach Abnahme zwischen 0,2 und 1,5 % vom Abschamm. An Stelle der Kieselgur wurde mit Ersatz Torf und Torfmischungen verwendet. Der Filterverlust betrug bei dem kleinen Filter ca. 1,5 %, bei dem 8 qm Gröppelfilter, 0,5 - 1 % rechnen müssen; da bei der Destillation und dem Schmelzen des Filterrückstandes weitere Verluste entstehen, die insgesamt auf 2,5 % geschätzt werden müssen, wovon mindestens 1,5 - 2,0 % auf das Anreibeöl entfallen, so muß die Hydrierung einen Ölüberschuß von mindestens 2 % liefern; bei 300 atm wäre das gerade erreicht, da es aber ein Teil des Öles in Form von Benzin herausgenommen werden wäre

206431

wäre etwa 1,0 - 1,5 % Öl aus dem Schwelöl zu ergänzen; bei 700 atü verbleibt ein Ölüberschuß.

Die Destillation des Filtrates wurde in einer Vakuumblase durchgeführt; durch einen mehrtägigen Versuch in der Röhrenapparatur konnte gezeigt werden, daß das Filtrat auch in Röhren einwandfrei abgetoppt werden kann.

Die Verkokung des Bitumens geschieht am besten unter Druck; bei 300 atü hergestelltes Bitumen schäumt stärker als bei 700 atü erzeugtes; zur Erzielung dicker Zellenwände des Kokes ist auch bei 700 atü die Anwendung von Druck zweckmäßig, man kann aber mit 3 bis 4 atü auskommen; normal wird bei 8-12 atü und 475° verschwelt; hierbei wurden aus 300 atü Bitumen erhalten 25-30 % Destillatöl, 60-65 % Koks, 8-10% Gas und Verlust; bei 700 atü Bitumen ist der Anteil an Koks etwa 50 - 58 % und der Gas- und Ölanteil entsprechend höher. Man kann auch das Filtrat selbst verkoken und erhält dabei meist etwas mehr Öl. Auf 100 Reinkohle werden folgende Ausbeuten erhalten:

Auf 100 Reinkohle	300 atü	700	
Gas und Verlust	-6,0 kg	7,0 kg	
Schwelöl	-18,0 "	21,0 "	
Koks ungeglüht	40,0 "	36,0 "	Aschengehalt
Koks geglüht	-35,0	32,0 "	0,2 - 0,4 %
Verbleibender Ölüberschuß incl. Hydrieröl	-17,0 "	34,0 "	

Durch Änderung der Schwelbedingungen kann die Koks und Ölmenge variiert werden. Das erhaltene Schwelöl enthält etwa 5-8 % Bi 35 - 45 % Mi - 325°; spez. Gewicht über 1,0, Stockpunkt 0 - 80, ist also direkt als Marineheizöl brauchbar. Da in beiden Fällen noch erheblicher Ölüberschuß vorhanden ist, könnten bei der Hydrierung die Durchsätze erhöht werden.

Als weitere Ausgangsmaterialien für die Kokserzeugung kommen Schwelteer in Frage. Die Schwierigkeiten dabei liegen im Aschengehalt. Direkt verschwelte Teere liefern einen Koks-Aschengehalt über 0,6 %; auch durch Filtration läßt sich bei den meisten Teeren die Asche nicht wesentlich unter 0,6 % senken, da ein Teil der Asche in gelöster Form als Phenolat oder huminsaures Salz vorliegt. Durch geringe Zusätze von Absorptions- und Fällungsmitteln wird der Aschengehalt meist befriedigend erniedrigt. Folgende Teere wurden auf Koks verarbeitet bei 25,5 MV und 8 atü.

Ausgangsmaterial	Schwelkoks	Aschengehalt	Schwelöl	Gas + Verlust
Schlesag-Teer- filter	28	0,5	62	10
<u>Spülgasteer Lurgi</u> aus Oberschles. Kohle filtrierte	26,5	0,46	60,5	11,0
Brüxer Teer filtrierte	23,2	0,3	62,8	14,0

Die Teere erhielten 1 % Zusatz an Kalk zur Fällung der gelösten Feinverbindungen.

Propanasphalt stand nur in geringer Menge zur Verfügung, er schäumt noch stärker als Primärbittumen und liefert voraussichtlich soviel Schwelöl als ein Schwelteer. Die Verkokung muß daher unter Druck vorgenommen werden. Da die Asphaltprobe schon 0,65 % Asche enthielt, so läßt sich ein aschenarmer Koks damit nicht erzielen. Es muß also eine Filtration vorgeschaltet werden; da ein Auflösen des gefällten Asphaltes zwecks Filtration eine starke Verteuerung bringt, müßte die Filtration beim Rohöl bzw. vorgetropften Rohöl erfolgen.

Als weiteres Ausgangsmaterial ist Estnisches Schieferkonzentrat in Prüfung; das Filtrieren der restlichen Asche von 18-20 % bereitet noch Schwierigkeiten; die Ölausbeute ist hoch, über 60 %.

Fin

18. 9. 1942. v.Htm/Pf.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Extrahierende Hydrierung
im 10 Ltr.-Ofen.

(Vorläufiger zusammenfassender Bericht über die
bisher durchgeführten Versuche.)

Ausgehend von den bekannten und auch im 10 Ltr.-Ofen technisch durchführbaren Bedingungen der Uhde-Extraktion wurden Versuche durchgeführt, im 10 Ltr.-Ofen die Abhängigkeit der Filtrierbarkeit des Anfallproduktes von den angewandten Verarbeitungsbedingungen zu untersuchen. Die aus diesen Untersuchungen erhaltenen Aufschlüsse führten zu der Entwicklung eines neuen Verfahrens, bei dem es sich allerdings in keiner Weise um eine eigentliche Extraktion handelt und das mit Rücksicht hierauf daher als „extrahierende Hydrierung“ bezeichnet wird.

In der nachfolgenden Tabelle ist eine Übersicht über alle in diesem Zusammenhang durchgeführten Versuche gegeben, in der neben den Versuchsbedingungen die für diese Verarbeitungsweise wichtigsten Versuchsergebnisse zusammengestellt sind. In dieser Tabelle sind die Versuche der besseren Übersicht halber nicht chronologisch aufgeführt, sondern nach dem Druck in zwei Hauptgruppen unterteilt und innerhalb dieser steigender Temperatur folgend aufgeführt. Die Versuchsreihen bei gleicher Temperatur (unter gleichem Druck) sind ihrerseits wieder nach steigendem Durchsatz nebeneinandergestellt. Die beiden Versuche ohne Kontakt sind in einer besonderen Gruppe am Schluß aufgeführt. Zu den in dieser Tabelle angeführten Filterleistungen ist festzustellen, daß es sich um Zahlen der 100 kg-Filtration im Standfilter handelt, und die Filterleistungen bei einer technisch anzuwendenden Dünnschichtfiltration entsprechend höher liegen würden. Die in der Tabelle aufgeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsperioden dar, die nötigenfalls wegen der betrieblichen Schwankungen der 100 kg-Filtration auf Grund der parallel durchgeführten kg-Filtration und 100 g-Filtration umgeschätzt worden. Den Werten kommt daher höchstens eine Genauigkeit von 10 % zu. Im Ganzen lassen sich diese Ergebnisse wie folgt zusammenfassen:

Die bisher als gültig angesehene Erfahrung, daß eine stärkere Aufhydrierung sich ungünstig auf die Filtrierbarkeit des Anfalls auswirkt, kann, wie diese Versuche zeigen, für den Bereich oberhalb der Uhde-Bedingungen d.h. also für höheren Druck und höhere Temperatur nur noch als beschränkt gültig angesehen werden. Die Temperatur ist von bedeutendem Einfluß auf die Filtrierbarkeit und zwar verbessert sich die Filtrierbarkeit bei sonst gleichen Bedingungen erheblich mit steigender Temperatur. Dies veranschaulicht Kurven-tafel I. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrationswerte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der Funktion angegeben werden, zumal sicher scheint, daß der Temperatureinfluß als in erster Näherung linear angenommen werden kann. Wenn die 3 Punkte, wie in dem Fall bei 300 at wirklich auf einer Geraden liegen, muß das als Zufälligkeit angesehen werden. Von nicht so großem, aber deutlichem Einfluß ist der Druck. Wie ebenfalls die

20.12.42

797