

BAG No. 3896

HANNOVER

24. ANALYTICAL DATA

**Bericht über die analytischen Untersuchungsergebnisse  
 eines Pacura Öls:**

**Betr.: Kupul**

**Bezug: Ihr Schreiben 8.3.44 HU/Rd.**

Es bestand die Aufgabe, einen bei der destillativen Aufarbeitung von Erdöl angefallenen Heizölrückstand (in Rumänien handelsüblich mit Pacura bezeichnet) analytisch zu untersuchen.

Das Heizöl soll normaler Weise bei + 30°C aufbewahrt werden. Zur Förderung mit Hilfe von Pumpen muß es auf max. + 120°C erwärmt werden. Als Tank ist ein Betonbehälter vorgesehen. Aus diesem Grunde wurden die für die Frage der Lagerung besonders wichtigen Daten ermittelt. Von Interesse war ferner die Erfassung analytischer Kennsiffern, die einen Hinweis auf einen möglichen chemischen Angriff des Betons durch aggressive Ölinhaltsstoffe geben konnten. (8 - 10).

Die Ergebnisse sind im folgenden zusammengestellt:

- |   |             |
|---|-------------|
| 1. Flüchtige Bestandteile                     | 2,9 Gew.-%  |
| bis 365°C (Temp. in der Flüssigkeit gemessen) |             |
| 2. Flammpunkt im offenen Tiegel               | + 164°C     |
| 3. Hartasphaltgehalt (24 Std)                 | 6,96 Gew.-% |
| 4. Stockpunkt                                 | + 22°C      |

	°C	°E
5. Viskosität	30	77
für 50 u. 70°C bestimmt n.	50	18,9
Engler. Die anderen Werte	70	6,8
wurden nach den Viskositäts-	90	3,4
Temperaturblatt von Ubbelohde	110	2,1
bestimmt	130	1,64

6.  $d_{38} = 0,945$

Zwecks Umrechnung auf andere Temperaturen kann der Ausdehnungskoeffizient für 1° Temperatur-Differenz mit 0.0007 angenommen werden.

7. Heizwert nach Marder

H u = 9810 Kcal/kg  
 H o = 10395 "

8. Schwefelgehalt nach Grete-Brekelex	0,41 Gew.-%
9. Neutralisationszahl	0,0
10. Phenolgehalt	0,0

Die Bestimmung der Phenole nach der Differenzmethode ergab wider Erwarten infolge Emulsionsbildung scheinbar hohe Werte. Es wurde darum die Bestimmung mit 1 kg Rohöl unter Verwendung von kochsalzgesättigter Natronlauge und ausäthern der "Phenolatlauge" durchgeführt. Auch hierbei entstand eine schwer zerstörbare Emulsion. In einem erneuten Versuch wurde das Rohöl bei 11 mm Hg bis 200°C abgetoppt.

Destillat und Rückstand wurden einzeln nach der Differenz-Methode untersucht. Es konnte hierdurch festgestellt werden, daß das vorliegende Heizöl keine phenolischen Bestandteile enthält.

Zur Sicherheit wurde die Diazobenzolreaktion durch Umsetzen von salzsaurem Diazobenzol mit dem wässrigen Natronlaugeauszug des Öles durchgeführt (siehe D.Holde. Kohlenwasserstofföle und Fette. Siebente Auflage 1933. Springer Berlin.S.329) der bei Anwesenheit von Phenolen entstehende rötliche Niederschlag trat nicht auf.

Die Untersuchungsergebnisse zeigen, daß weder freie Säuren (9) noch Phenole (10) in dem Heizöl enthalten sind. Korrosionen wären also nur infolge der vorhandenen schwefelhaltigen Komponenten möglich (8). Es ist aus diesem Grunde ratsam, an Hand solcher Zementproben, die später wirklich Verwendung finden, unter möglichst strengen Versuchsbedingungen einige Meßreihen durchzuführen. Diese Untersuchungen hat Prof.Dr.Gaede übernommen. (s.Gutachtliche Ausserung vom 3.4.44).

Es sei auf den relativ hohen Asphaltgehalt (3) hingewiesen, der leicht zu starken Verschmutzungen der fest eingebauten Heizrohre und einen dadurch bedingten schlechten Wärmeübergang führt. Es ist darum zu überlegen, ob es nicht günstiger wäre, mit Hilfe einer geeigneten Umwälzpumpe die Erwärmung des Öles unter Benutzung eines ausserhalb des Tanks liegenden Wärmeaustauschers durchzuführen.

Der Stockpunkt (4) von + 22°C ist insofern günstig, als bei kleinen Rissen im Beton infolge des nach der Aussenwand bezw.W.

der Erde hin gegebenen Temperaturabfalles unter Umständen eine Verstopfung der vorhandenen Undichtigkeiten eintritt.

Bei der Überprüfung der letzten Jahrgänge des Chem. Zentralblattes wurden drei für den vorliegenden Fall interessante Patente gefunden, die im Auszug beigelegt sind.

Ferner übermittele ich Ihnen eine streng vertraulich zu behandelnde Abschrift der Übersetzung eines Berichtes über Spritzbetonauskleidungen (Torkretierung) vom 15.3.1934. Da es sich um einen internen Bericht handelt, ist dieser nur zum Gebrauch innerhalb Ihrer Firma bestimmt. Es handelt sich hierbei um einen Erfahrungsaustausch amerik. Raffinerien. Die dort niedergelegten Ergebnisse beweisen die Brauchbarkeit von Spritzbeton und geben Hinweise über das günstigste Zement-Sand-Wasser Verhältnis, sowie über die Behandlung des Betons während des Abbindens.

Die in dem Bericht behandelten Anwendungen sind mit unserem vorliegenden Fall nicht direkt zu vergleichen, da es sich in erster Linie um Betonauskleidungen von Stahlbehältern und Apparaturen handelt. Die Betriebsbeanspruchungen in thermischer (Spaßkammern bis max 500°C) und korrosiver Hinsicht sind bei den beschriebenen Anwendungen wesentlich größer. Trotzdem erscheint mir der Bericht in dem gegebenen Zusammenhang recht interessant. Auf S.24 wird die Torkretierung zur Auskleidung von öldichten Betonbehältern empfohlen.

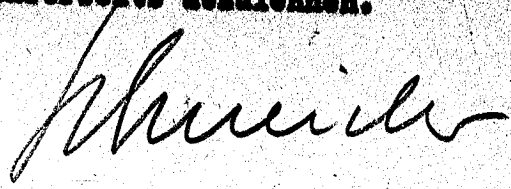
Da der Spritzbeton in Deutschland ebenfalls zum Teil mit gutem Erfolg auf den Raffinerien verwendet wurde, habe ich an die Firma S i r o eine entsprechende Anfrage gerichtet, deren Antwortschreiben ich in der Abschrift beifüge.

Auf Grund meiner eigenen Raffinerieerfahrungen erschien mir eine Auskleidung mit säurefesten und ölbeständigen Platten ebenfalls möglich. Hierbei ist jedoch die Frage des unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der einzelnen Baustoffe stets zu beachten. Die Antwort der Firma D i d i e r auf meine Anfrage liegt ebenfalls bei.

Zum Schluß möchte ich noch darauf hinweisen, daß es mir ratsam erscheint, bei der endgültigen Fassung Ihrer Lieferbedingungen darauf hinzuweisen, daß sie nur bei Verwendung des vorliegenden

BAG 12  
8896 HANNOV. F

Beispielen eine Garantie übernehmen können. Sollten Raffinierungsrückstände gelagert werden oder aus anderen Gründen zu Angriffen neigende Bestandteile in den Retortentank gelangen, so ist jede Verantwortung Ihrerseits abzulehnen.



Abchrift BAG

Analysis of  
Tar of  
Neuhagen  
HANNOVER  
erude

Reh 51 / Neuhagen 3896

Anlage zum Brief an Herrn Dipl.-Ing. Bokenmüller vom 8.II.45

Probe 1		Probe 2	
1.Lieferung	2.Lieferung	Master Nr.2	Teillieferung
OKM/EVPM	OKM/EVPM	Büssing NAG	Daimler-Benz
November 44	November 44	v.8.12.44	v.22.12.44

	schwarz Farbe 10	schwarz Farbe 10	schwarz lo	schwarz 10
Farbe u. äußere Beschaffenheit:				
Spez. Gewicht/15°C:	0,883	0,885	0,885	0,885
Cetanzahl (motorisch):	49,5	47,5	49,2	47,2
Viscosität/+20°C	7,56 EG	7,86 EG	7,4 EG	6,88 EG
/+ 0°C	33,8 "	46,2 "	ca 38,7 "	ca 39,0 "
Beginn der Paraffinauscheidung	nicht erkennbar	nicht erkennbar	" + 30 C	nicht erkennbar
Stockpunkt:	- 20°C	- 7°C	-10°C	unter -33°C
Flammpunkt (P.M.)	unter 21°	unter 21°C	unter 21°C	unter 21°C
Neutralisationszahl:	0,48	0,37	0,59	0,26
Schwefelgehalt....Gew.%	0,76	0,53	0,39	0,45
Conradsontest " %	3,6	3,5	3,6	3,68
Aschegehalt " %	0,02	0,01	0,018	0,013
Martaspfalt " %	0,066	0,07	0,2	0,052
Sedimente je 100 ccm	14 mg	6,4 mg	14 mg	2 mg
Dampfdruck	0,10 atü	0,09 atü	0,11 atü	0,086 atü
Wassergehalt	—	—	Spuren	Spuren
Siedebeginn	65°C	77°C	65°C	74°C
bis 100° destillieren	3,2 Vol.%	2,5 Vol.%	1 Vol.%	2 Vol.%
" 125°	5,5 " "	—	—	—
" 150°	9,5 " "	9,0 " %	7 " %	8 " "
" 175°	13,0 " "	—	—	—
" 200°	18,0 " "	17,0 " "	14 " "	15,5 " "
" 225°	20,5 " "	—	—	—
" 250°	24,0 " "	24,0 " "	21 " "	23,5 " "
" 275°	30,0 " "	—	—	—
" 300°	34,0 " "	34,0 " "	30,5 " "	33 " "
" 325°	42,0 " "	—	—	—
" 350°	—	—	48 " "	47,5 " "
" 360°	—	—	65 " "	—
Endsiedepunkt	über 360°C	über 360°C	über 360°C	über 360°C
Ausbeute	43 Vol.%	53 Vol.%	65 Vol.%	595 Vol.%
Rückstand	56 " "	46 " "	35 " "	40 " "
Verlust	1 " "	1 " "	— " "	0,5 " "

Robölanalysen

BAG

Tar

3806

HANNOVER

Roböl	Nienhagen Oelabhaus.	RKI Nienhagen 21.22.44	RKI Nienhg.	RKI Nienhg.	RAG Büssing
Analyse durchgeführt von:	ZB Dresden	Elwerath	ZB Berlin	ZB Dresden	RVE Jan. 45
Farbe u. Huss. Beschaffenheit	schwarz 10	grünbraun	schwarz Nr. 10	--	schwarz
Spez. Gew./15°C	0,908	0,879	0,885	0,901	0,884
Cetanzahl (motorisch)	55,2	-	50,2	44,5	-
Viskosität bei 20°C	8,75 <sup>°E</sup>	7,85 <sup>°E</sup>	5,26 <sup>°E</sup>	10,6 <sup>°E</sup>	6,4 <sup>°E</sup>
" .....	36 <sup>°E</sup> b/±0 <sup>°C</sup>	2,12 <sup>°E</sup> b/ 50 <sup>°C</sup>	-	-	21,5 <sup>°E</sup> w/+ 5 <sup>°C</sup>
Beginn der Paraffinausscheidung	nicht erkennbar	+ 5 <sup>°C</sup>	nicht erkennbar	nicht erkennbar	nicht erkennbar
Stockpunkt °C	-30	-3	-34	-6	-25,5
Flammpunkt (PM)	unter +21 <sup>°C</sup>	-	unter + 21 <sup>°C</sup>	unter +21 <sup>°C</sup>	-
Flashpunkt OT	-	+24 <sup>°C</sup>	-	-	+ 26 <sup>°C</sup>
Brennpunkt O.T	-	+45 <sup>°C</sup>	-	-	+ 46 <sup>°C</sup>
Neutralisationszahl	0,56	0,084	0,62	-	0,34
Schwefelgehalt Gew. %	0,39	0,804	0,29	-	0,45
Conradsonwert	4,2	-	3,28	3,35	3,51
Hartasphalt	0,04	0,084	0,05	0,03	-
Aschegehalt	0,37	-	0,001	0,34	0,01
Sedimente je 100 cm	98,4	Spuren	5,4	-	-
Wassergehalt	0,2 Vol. %	0,05 %	0,1 %	3,7 %	0,2 Vol. %
Dampfdruck	0,05	-	0,085	-	-
Filtrierbarkeit bei					
+ 19 <sup>°C</sup>	57 sec	-	-	-	-
+ 13 <sup>°C</sup>	-	-	50 sec	-	-
+ 12 <sup>°C</sup>	-	-	58 "	-	-
+ 11 <sup>°C</sup>	-	-	62 "	-	-
- 5 <sup>°C</sup>	-	-	-	-	-
Siedebeginn	80 <sup>°C</sup>	71 <sup>°C</sup>	86 <sup>°C</sup>	-	60 sec 78 <sup>°C</sup>
bei 100 <sup>°C</sup> destill	1,5 Vol %	1,2 Vol %	1,5 Vol %	-	0,5 Vol %
" 150 <sup>°C</sup>	5,0 "	8,0 "	7,0 "	-	7,0 "
" 200 <sup>°C</sup>	12,0 "	16,2 "	14,0 "	11 Vol %	14,0 "
" 250 <sup>°C</sup>	18,0 "	24,5 "	22,0 "	27,5 "	22,5 "
" 300 <sup>°C</sup>	28,5 "	33,5 "	32,0 "	-	24,0 "
" 350 <sup>°C</sup>	45,0 "	-	-	-	43,0 "
Siedende	über 360 <sup>°C</sup>	-	über 343 <sup>°C</sup>	-	über 360
Ausbeute	58,0 Vol. %	-	48 Vol. %	-	-

Reichsinstitut für Erdölforschung  
der Technischen Hochschule Hannover

Hannover, den 27. Juli 1944.

BAG

3896 HANNOVER

K u r z b e r i c h t

zum Forschungsauftrag: "Isolierung Östrogen wirksamer Produkte  
aus Nienhagener Erdöl".

Kennwort: "Östrogenisolierung"

Wehrmachtsauftrags-Nr.: K/Ro RfR 0477-1953/14-I/44

Tagebuch-Nr.: Rf 1604/43g

Da für die Durchführung dieser Untersuchung umfangreiche  
Tierversuche nötig sind, ergaben sich erhebliche Schwierigkeiten.  
Es wurden darum Verhandlungen mit Herrn Prof. Dr. Butenandt  
aufgenommen, um zusammen mit dem Kaiser-Wilhelm-Institut, Berlin-  
Dahlem die Experimente durchzuführen.

*Heinrich*