

00000050

Various Documents

misplaced in the scanning process.

VARIOUS DOCUMENTS MISPLACED IN THE
SCREENING PROCESS.

BAG 1928 - TARGET 30/4.03

00000001

I.G. FARBEN - LUDWIGSHAFEN

1. File on Estonian shale oil.
2. Papers "polycyclic aromatics from hydrogenation Products" and "On Coronen".

BAG 3041 - TARGET 30/4.02

I.G. FARBEN - LEUNA

1. Determination of methanol in aqueous solutions of fatty alcohol sulfates.
2. On the reaction products of the OXO process.
3. Production of Mersol and Mersolate on the basis of petroleum products.
4. Flow diagram of DHD process Leuna.
5. Production of Fischer petrol from natural gas.
6. Questionnaire of Nov. 13, 1944, concerning important foreign motor fuel processes - For use in prisoner-of-war interrogations ?
7. Patent on condensation products of oil fractions by treatment with metal halides.
8. Patent on removal of non-alcohols from mixtures with alcohols of more than 8 C-atoms by azeotropic distillation.
9. Recipe for K.K. catalyst.
10. Propane peroxide: Dutch report on pilot plant and late I.G. research.

BAG 3413 - DEUTSCHE GOLD-UND SILBER
SCHEIDEANSTALT

1. Methanol synthesis with ternary Zn-Mn-Cr catalyst.

CHEMISCHE WERKE, HULS.

2. Pencil sketch of process by Director Baumann.
3. Di-acetylene absorption curve (infra-red).
4. Miscellaneous analytical procedures.

BAG POLITZ-5 30/4.13 POLITZ PLANT.

1. Table on catalyst composition.

BAG 1477 - 30/5.01 RUHRCHEMIE A.G.

1. Treatment of foreign workers.

Bag 1928

100000002

Target 30/4.03

J. G. Farben - Ludwigshafen

1, File on Estonian Shale Oil.

100000003

K. Jansse

Vorläufige Hydrierergebnisse mit Konzentraten von
Griesheim und Kopenhagen bei 300 und 600 atm im
Drehtautoklaven:

Zusammenfassung.

Die nach der analytischen Untersuchung weitgehend ähnlichen Konzentrate aus estnischem Schiefer von Griesheim und Kopenhagen geben beim Hydrierversuch praktisch gleiche Ergebnisse. Die organische Substanz wird zu 95 bis 97 % abgebaut und gibt ca. 80 - 82% Öl auf Kerogen. Druckerhöhung bewirkt vor allem Verbesserung in Asphalt und geringe Erhöhung des Abbaues. Rohschiefer ist im Abbau wesentlich ungünstiger als flotierter Schiefer. Eine im C- und Aschegehalt ähnliche Kohle gab bei gleicher Spaltung geringeren Reinkohleabbau, beinahe doppelt so hohen Asphalt und rund die doppelte Vergasung als Schieferkonzentrat.

Wir erhielten von Griesheim:

am 12.5.1942 ca. 1 140 kg Konzentrat

~~und am 6.7.1942 ca. 1 485 kg Konzentrat~~

ferner von Kopenhagen ca. 2 628 kg Konzentrat aus estnischem Schiefer. Die Konzentrate von Griesheim hatten im Anlieferungszustand 33,7 % bzw. 38,4 % Wasser, das von Kopenhagen ca. 45 %.

Die wichtigsten analytischen Daten sind in Tabelle 1 enthalten. Danach unterscheiden sich die Konzentrate von Griesheim und Kopenhagen nur sehr wenig. Das Konzentrat von Kopenhagen ist etwas reicher an Kerogen (organ. Substanz). Durch die Flotation wurde die Asche des Rohschiefers zu etwa 2/3 entfernt. In der Elementaranalyse der organischen Substanz bestehen zwischen den Konzentraten kaum Unterschiede, auch die des Rohschiefers hat praktisch die gleiche Zusammensetzung, woraus hervorgeht, daß die organische Substanz bei der Flotation keine Veränderung erleidet. Bei der Schwelung in der Fischerretorte geben die Konzentrate etwa 10 % höhere Schwelansbeute auf Kerogen als der Originalschiefer. Die Konzentrate wurden vor dem Hydrierversuch auf 4-6 % Wasser getrocknet.

Zum Vergleich ist eine im C-Gehalt und Aschegehalt ähnliche Kohle aufgeführt. Der auffallendste Unterschied gegenüber Schiefer liegt im Wasserstoff- und Sauerstoffgehalt der organischen Substanz; der disponible Wasserstoff ist beim Schiefer etwas mehr als doppelt

so groß als bei der Vergleichskohle. Andererseits ist die Teerausbeute auf organische Substanz in der Fischerretorte beim Schiefer etwa $3 \frac{1}{2}$ mal so hoch als bei der Kohle.

Hydrierergebnisse:

Die bei den Hydrierversuchen erhaltenen Daten sind in Tabelle 2 enthalten. Bei gleicher Spaltung werden aus Konzentrat in Asphalt und Vergasung etwa gleiche Daten erhalten wie beim Rohschiefer; die Asphaltneubildung ist beim Konzentrat bezogen auf organische Substanz größer. Der Abbau der organischen Substanz¹⁾ ist beim Konzentrat wesentlich günstiger. Bei gleicher Temperatur ist bei Rohschiefer höhere Spaltung und besserer Asphalt zu erwarten als bei Konzentrat, was auf die katalytische und verteilende Wirkung der großen Aschemenge des Rohschiefers zurückgeführt werden kann.

Die Konzentrate von Griesheim geben bei der Hydrierung praktisch gleiche Daten wie das Konzentrat von Kopenhagen; sie lassen sich bei 300 atm Druck zu etwa 95 % abbauen, der Asphaltgehalt im Öl beträgt ca. 7-8 % und die Vergasung etwa 11,5 bis 12 % auf Neubildung + Vergasung bei einer Neubildung von ca. 95 % Benzin + Mittelöl im Ölgewinn. Bei höherer Temperatur (höherer Spaltung) scheint bei 300 atm Druck der Kerogenabbau ungünstiger zu werden.

Druckerhöhung auf 600 atm bringt vor allem deutliche Verbesserung in Asphaltreduktion, die trotz geringerer Spaltung besser ist als bei 300 atm. Außerdem ist bei hohem Druck der Abbau etwas höher; die Vergasung dürfte bei gleicher Spaltung nicht verschieden sein.

Die zum Vergleich angeführte Sudetenkohle gibt bei gleicher Spaltung beinahe doppelt so hohen Asphalt und doppelt so hohe Vergasung wie Schiefer-Konzentrat; der Abbau ist wesentlich geringer. Die Ölausbeute auf organische Substanz dürfte bei ca. 95 % Benzin + Mittelöl im Ölgewinn bei der Hydrierung um etwa 10 % höher liegen als beim Schwelen in der Fischerretorte.

gez. Graßl

Gemeinsam mit:

Dr. Schiffmann
Dr. Lemme

- 1) Infolge des CO₂ Gehaltes der Asche ist der Abbau der organ. Substanz vor allem beim Rohschiefer nicht genau, deshalb sind zum Vergleich die auf 100 % Ascheausbeute errechneten Abbauzahlen in der Tabelle angegeben.
- 2) Die Versuche bei 600 atm wurden bei ca. 0,9 mV tieferer Temperatur gefahren.

Tabelle 1

100000005

Analytische Daten der Konzentrate von Griesheim und Kopenhagen
im Vergleich zum Rohschiefer und einer Sudeten-Kohle mit
ähnlichem C-Gehalt.

Schiefer	S 24 v. 24. 4.42 Estn. Rohschiefer v. Griesheim	S 26 v. 12. 5. Konzentrate Estn. Schie- fer von Griesheim	S 26 v. 6. 7. 42 Konzent. a. estn. Schiefer v. Griesheim	S 27 v. 20. 8. Konzentrat estn. Schie- fer von Ko- penhagen	K 204 v. 28. 10. 38 Sudetenkohle Falkenau
% Anorganisches:	66,1	20,9	21,8	18,0	-
% Glührückstand	47,2	17,7	17,8	14,9	13,0
% Organisches (Kerogen)	33,9	79,1	78,2	82,0	87,0
<u>Elementaranalyse</u> <u>d. organ. Substanz</u>					
% C	77,8	78,6	77,6	77,8	74,9
% H	9,3	9,5	9,4	9,3	6,0
% O	9,4	8,7 ?	10,2	10,3	17,1
% S	1,2	1,2	1,0	1,0	1,1
H disper.	10,35	10,49	10,29	10,15	4,9
% Teer- u. Rein- substanz (in d. Fischerretorte)	63,6	70,2	70,6	71,2	19,3
% Pyrit i. Schiefer	1,72	0,88	0,83	0,96	
% CaO i. d. Asche	28,5	22,5	22,6	26,0	5,2

) Rubrik 1

2

3

4

1000000006

Tabelle 2

Vorläufige Hydrolierergebnisse mit Konzentraten aus estn. Schiefer von Griesheim und Kopenhagen bei 300 und 600 atm im Drehaufoklaven.

Versuchsbedingungen: Anheizzeit 3 Std., Reaktionszeit 2 Std. Katalysator: 1 % Bayermasse. Anreibung: 1:1 mit P 1317 get. bis 350 (estn. Schieferteer) Einfüllmenge: 1 000 g Brei.

Schiefer	S 24	S 26	S 26	S 26	S 26	S 26	S 27	S 27	S 27	Vergleich K 204 vom 28.10.42 Sudetenkohle
	v. 22.4.42 estn. Roh- schiefer	v. 6.7.42 Konz. von Griesheim	v. 6.7.42 Konz. von Griesheim	v. 6.7.42 Konz. von Griesheim	v. 12.5.42 Konz. von Griesheim	v. 12.5.42 Konz. von Griesheim	v. 20.8.42 Konz. von Kopenhagen	v. 20.8.42 Konz. von Kopenhagen	v. 20.8.42 Konz. von Kopenhagen	
Mischdruck Temperatur MV	270 21,5	285 21,9	272 22,1	305 22 1-2	600 21,1	305 22,1	610 21,0	305 22,1	610 21,0	295 22,0
Abbau d. org. Substanz										
Gefunden:										
% berechnet a. 100 % % -scheiausente:	86,4	98,5	95,6	96,1	98,4	98,1	97,3	98,1	97,3	84,6
% Spez. Gew. v. Öl/20 °	85,8	97,2	94,9	91,8	97,2	94,5	97,3	94,5	97,3	84,2
% Neubildung -325 °	984	1,000	984	970	960	982	946/50	982	946/50	1,028/2
% Asphalt im Öl	68	67	95	109	80	93	69	93	69	68
% Asphalt-Neubildg.	8,9	9,1	7,8	6,8	4,4	7,3	5,2	7,3	5,2	15,7
% a. organ. Substanz	+5,3	+8,1	+4,9	+1,2	-5,6	+0,6	-1,2	+0,6	-1,2	+18,4
% Vergasung aus % Neubildg. + Vergasg.	10,4	10,8	12	11,5	11,0	11,7	10,5	11,7	10,5	20,9
Auf 100 kg organ. Substanz:										
% Öl	72	83	78,5	79	82	80,5	82	80,5	82	69
% organ. Festes	ca. 14	ca. 2	ca. 5	ca. 6	ca. 2	ca. 4	ca. 2,5	ca. 4	ca. 2,5	15,5
% Gas	8	7	10	12	7,5	10	7	10	7	12
Rest Wasser + Verlust										

Reinheit 1

15. März 1943 Pf/Ki

100000007

Herstellung von aschefreiem Bitumen
aus estnischen Schieferflotationskonzentrat.

Die Filterleistung beim Aufschließen estnischen Schiefers und von Flotationskonzentraten blieben unbefriedigt, gleichgültig welches Lösungsmittel man zum Aufschluß verwendete. Die Filterleistungen schwankten meist zwischen 20 und 60 kg/qm/ Stunde.

Bei den Aufschlußversuchen wurden Temperaturen zwischen 18 und 21 MV angewandt und Verweilzeiten von 1 - 2 Stunden; die Verdünnung war 1:1 bis 1:1,25; der Einfluß des Verdünnungsöls auf Filterleistung war sehr gering, es wurde sowohl Schiefermittelöl wie aromatisches Steinkohlenteermittelöl verwendet; das aromatenreiche Öl ergab weniger Filterrückstand, hatte also, wie zu erwarten, die bessere Lösefähigkeit.

Bei Erhöhung der Aufschlußzeiten auf das Doppelte wurden die Filterzeiten wesentlich besser, eine nochmalige Verdoppelung ergab dann sehr gute Filterzeiten unter 1 Min. im Testversuch, das sind mehr als 500 kg/qm/St. Die optimalen Bedingungen wurden mit 8 - 10 Stunden Aufschlußzeit bei Temperaturen von 20,5 - 21,0 MV erzielt, dabei steigt der Gasdruck auf rund 100 atm bei einem Füllungsgrad des Reaktionsgefäßes von 0,5. Da unter dieser Bedingung nur sehr geringe Durchsätze möglich wären - bei 1:1 Verdünnung nur Durchsatz 0,03 - so wurde versucht, ohne Lösungsmittel auszukommen. Tatsächlich gelang es durch Trockenaufschmelzen des Konzentrates bei 20,5 MV dieselben guten Filterzeiten zu erzielen, wobei der aufgeschlossene Schiefer hinterher mit Lösungsmittel verdünnt wurde. Die Testfilterzeiten bei 160° waren dabei folgende: Aufschluß 1:1 verdünnt mit estnischem Schiefermittelöl.

1.)	500 g	-	35	Sekunden
2.)	500 g	-	75	"
3.)	500 g	-	95	"
4.)	500 g	-	130	"
5.)	500 g	-	220	"
6.)	500 g	-	265	"

Diese Zeiten entsprechen einer Filterleistung von rund 1 000 kg/qm/Std wobei es bemerkenswert ist, daß der Abfall der Filterleistung bei Verdoppelung des Durchsatzmenge ohne Entfernung des Filterkuchens sich nicht einmal verdoppelt, der Kuchen ist also sehr porös.

Die beim Aufschluß erhaltenen Ausbeuten an Reinbitumen sind aber weniger befriedigend, wie folgende vorläufige Bilanz zeigt:

Das verwendete Schieferkonzentrat hatte folgende Zusammensetzung: 18 % Asche, 3,5 % Wasser, 79,5 % Kerogen. Beim Aufschluß ohne Lösungsmittel bei 20,5 MV wurden erhalten:

37,0 % Aufschlußprodukt, Erweichungspunkt 30°
13,0 % Gas und Verlust

Gaszusammensetzung:

25 - 35 % CO₂ + H₂S
50 - 60 % Kohlenwasserstoff.

Bei der Filtration wird erhalten aus 100 Aufschlußprodukt

58 Tl. Filtrat, ölfrei gerechnet
40 Tl. Filtrerrückstand
2 Tl. Verlust.

Beim Abschwelen des Filtrerrückstandes werden erhalten aus
100 Tl. Filtrerrückstand

23,9 % Schwelöl
66,5 % Schwelrückstand mit 44,0 Asche
9,6 % Gas + Verlust.

Das Gesamtausbringen stellt sich somit wie folgt:

50,5 % Reinbitumen, Erweichungspunkt ca. 30°, Aschegehalt 0,09 %
8,3 % Schwelöldestillat
22,8 % Schwelrückstand mit 44 % Aschegehalt
18,4 % Gas und Verlust.

Der Abbau des Schiefers beträgt danach auf das Rohkonzentrat bezogen
12,4 % nicht umgesetzten Kohlenstoff, d. s. 84,4 % vom Kerogen.

Um die Verdünnung zu sparen, wurde versucht, den heißen
Rohaufschluß ohne Zusatz von Verdünnungsöl zu filtrieren, was
jetzt ebenfalls mit guter Geschwindigkeit möglich ist.

Die Versuche wurden zunächst in einer 5-Ltr. Rührbombe
durchgeführt. Inzwischen ist ein 40-Ltr. Rührgefäß aufgestellt
worden, in dem ca. 20 kg Schiefer aufgeschlossen werden können.
Der Druck konnte bis jetzt auf rund 40 atm gesenkt werden, sodaß eine
Verbilligung der Apparatur möglich wird: drucklose Aufschlüsse
haben zu vollkommen unbrauchbaren und unfiltrierbaren Produkten
geführt. Die Versuche werden fortgesetzt.

gez. Pfirrmann

Alkylierung von estnischem Schieferbenzin und einigen ungesättigten Benzinen anderen Ursprungs.

Bei der Schmelzung der estnischen Ölschiefer wurden etwa 20-25 % Schwefelöl ausgebracht, die etwa 20-22 % Anteile im Benzin-Siedebereich enthalten. Dieses Benzin, welches zu 80-85 % (Jedzahl 225) olefinisch ist, hat einen Schwefelgehalt von ca. 0,5 - 1 % in Form von Mercaptanen; diese erteilen dem Benzin einen derart unangenehmen Geruch, daß es als solches für die Verwendung unbrauchbar ist. Die Raffination mit Natriumplumbit und Schwefelsäure verursacht, im Labor-Maßstab ausgeführt, Verluste bis zu 22 %, im Großen werden die Raffinationsverluste mit 10-12 % angegeben. Die dadurch erreichte Geruchsverbesserung ist bemerkenswert, aber noch nicht ausreichend, da der S-Gehalt des raffinierten Benzins immer noch durchschnittlich 0,2 % beträgt. Es sollte daher versucht werden, durch Alkylierung (des an Olefinen sehr reichen estnischen Schieferbenzins) mittels Schwefelsäure und im Überschuß angewandten Isobutans nicht nur eine Geruchsverbesserung, sondern auch eine Erhöhung der Oktan-Zahl und ganz allgemein eine Verbesserung der Benzin-Qualität durch Umwandlung in ein überwiegend gesättigtes Benzin zu erreichen.

Als Alkylierungsgefäß wurde ein 4 Ltr. H.O.-Hochdruck-Rührautoklav benutzt, in welchem die 92 bzw. 98%ige Schwefelsäure (etwa gleiche Volumen-Prozente wie Benzin + verbrauchtes Isobutan) und der größere Teil der etwa 6-fachen Menge Isobutan (bez. auf die Olefine im Benzin) eingefüllt und das Benzin vermischt mit dem Rest des Isobutans im Verlaufe einer Stunde bei Einhaltung einer Temperatur von 0-10 (im Autoklaven) über ein Schauglas eingetropft wurde, worauf die Reaktion durch 1-2 Stunden Nachrühren bei der gleichen Temperatur vervollständigt wurde. Das butanhaltige Alkylat wurde dann mit der Schwefelsäure abgezogen, über einen mit Sole beschickten Kühler durch allmähliches Erwärmen auf 20 - 25° entbutanisiert, mit Wasser gewaschen und durch Wasserdampfdestillation über 20 %ige Natronlauge säurefrei gemacht, um schließlich durch fraktionierte Destillation auf Fliegerbenzin-Siedebereich gestellt zu werden.

Bei früheren Versuchen zur Alkylierung von Michael-Benzin hat sich eine 98%ige Schwefelsäure am besten bewährt. Das estnische Schiefer-Benzin hat bei Anwendung von 96 und 98%iger Säure die unangenehme Eigenschaft, infolge Bildung von Polymerisat und Säureestern die letzten Reste von Schwefelsäure hartnäckig festzuhalten. Nach Anwendung von 90 und 92%iger Säure wurde dieser Nachteil weitgehend behoben. Die Schwefelsäure-Abnutzung war jedoch auch jetzt noch ziemlich erheblich. Die letzten Säure-Reste konnten nur durch Behandlung des Alkylates mit heißer 20%iger Lauge beseitigt werden. Eine Raffination des Benzins vor der Alkylierung mit Doctor-Lösung und Schwefelsäure hatte in dieser Hinsicht gegenüber der Verwendung von Roh-Benzin weder bezüglich der Laugenbehandlung des Alkylates noch der Ausbeuten bzw. des Alkylierungsverlaufes einen Vorteil.

Wie bei der Alkylierung von Michael-Benzin erwies sich auch hier die Anwendung eines 6-fachen Volumen-Überschusses Isobutan bez. auf den Gehalt an Olefinen in Benzin als vorteilhaft.

Die Jodzahl des Alkylates schwankte zwischen 8 und 15. Zwecks weiterer Verbesserung der Oktan-Zahl sowie der Jodzahl wurde das Benzin vor der Alkylierung über auf 300° erhitztes Bauxit geleitet, in der Absicht, die Doppelbindung nach der Mitte des Moleküls zu verlagern. Der Erfolg dieser Maßnahme zeigte sich jedoch an einer Erniedrigung der Jodzahl auf 2-5 im Alkylat, während eine merkliche Verbesserung der Oktan-Zahl gegenüber nichtisomerisiertem Benzin nicht beobachtet werden konnte.

Der Geruch des Alkylates war völlig zufriedenstellend, was in der Herabsetzung des S-Gehaltes im Alkylat von 0,2 auf 0,0002 seinen Grund hat.

Die Ausbeute an Alkylat war leider recht ungenügend, insbesondere im Vergleich mit anderen Benzinen ähnlich hohen Olefin-Gehaltes wie z.B. Michael-Benzin. Es scheint so, als ob die geringen Ausbeuten zum größeren Teil auf die hohen Raffinationsverluste, zum geringeren Teil auf Polymerisat- und Esterbildung, und wohl kaum auf ein von den früheren Erfahrungen abweichendes Verhalten beim Alkylierungsprozeß überhaupt zurückzuführen ist, was auch aus den folgenden Ausbeutezahlen hervorgeht.

1.	680 g eingesetztes bis 125° abgeschnittenes und bei 300° isomerisiertes Rohbenzin ergaben
	925 g entbutanisiertes Gesamtalkylat. Nach der Laugen-Wäsche und Redestillation verbleiben noch
	580 g Alkylat-Benzin. Daraus wurden erhalten:
	440 g = 64,7 % Fliegerbenzin - 165° bezogen auf einges. Roh-Benzin mit folgenden Eigenschaften:
Spez. Gew. 20	= 0,714
A.P.	: 69,4
Jodzahl	: 1,8
O.Z. M.	: 64,8
+ Pb	: 89,1
	Im Gesamt-Rohbenzin waren etwa 47 % Volumen-bis - 125° siedende Anteile
	Auf 680 g eingesetztes Benzin wurden 1500 cc 98%iger H_2SO_4 $d_{20} = 1,840$ verwendet, die nach der Alkylierung eine Volumen-Zunahme auf 1720 cc mit 1,734 erfahren hatten.

2.	680 g eingesetztes bis 100° abgeschnittenes und bei 300° isomerisiertes Rohbenzin ergaben
	925 g entbutanisiertes Gesamtalkylat. Nach der Laugenwäsche und Redestillation verblieben noch
	550 g Alkylat-Benzin. Daraus wurden erhalten
	450 g = 66,0 % Flieger-Benzin - 165° mit folgenden Eigenschaften

100000011

Spez. Gew./20° = 0,700

A.P. : 70,2

Jodzahl : 5,5

O.Z. M. : 71,5

+ Pb : 94,5

Im Gesamt-Rohbenzin waren ca. 33 Vol.-% bis 100° siedende Anteile enthalten

Es wurden 1500 ccm Säure 92%ig (1,829) angewandt, die nach der Alkylierung 1700 ccm Volumen mit 1,70 hatte.

- 3. 680 g eingesetztes bis 150° abgeschnittenes und bei 300° isomarisierendes Rohbenzin ergeben
- 830 g Gesamtalkylat entgatanisiert. Nach Laugewäsche und Redestillation verblieben noch
- 750 g Alkylat-Benzin. Daraus wurden erhalten
- 410 g Flieger-Benzin - 165 mit folgenden Eigenschaften

Spez. Gew./20° = 0,718

A.P. : 68,4

Jodzahl : 2,8

O.Z. M. : 59,6

+ Pb : 24,5

Im Gesamt-Rohbenzin waren ca. 60 % bis 150° siedende Anteile enthalten.

Die O.Z. M. des bis 200° siedenden raffinierten estr. Schiefer-Benzins beträgt 65. Ein aufraffertes (Jodzahl: 3,0) und bei 165° abgeschnittenes, aber nicht alkylirtes Benzin hat demgegenüber nur eine O.Z. M. = 30.

Die Siedekurven der Alkylat-Benzine sind aus der Tabelle zu ersehen.

Alkylat aus Roh-Benzin abgeschnitten bei 100°				125°	150°
Spez. Gew. :	0,700	0,714	0,718		
A.P. :	+ 70,2	69,4	68,4		
Jodzahl :	5,5	1,8	2,8		
Siedebeginn	180°	50°	52°		
-70°	6 Vol.-%	5 %	4 %		
-100°	35 "	35 %	28 %		
-110°	51 "	53 %	46 %		
-120°	65 "	72 %	65 %		
-140°	82 "	94 %	86 %		
-160°	92 "	96 %	98 %		
E.P. 165°	97 "	E.P. 162° 97%	EP. 163° 97%		
Rü	2 "	2 %	2 %		
Verl.	1 "	1 %	1 %		

100000012

Alkylierung von rumänischen und Staub-Kt.-Dehydrier-Benzin
(Ofen 620).

	Rumänisches Crack-Benzin	Staub-Kt.-Dehydrier-Benzin
Eingesetztes Benzin -150° abgeschn.	680 g	680 g
Angewandte Schwefelsäure 98%ig 1,8% vor- u. nach Alkylierung	1500 ccm/1690: 1,70	1500 ccm/1655: 1,73
Isobutan	4 200 ccm	4 200 ccm
Ges.-Alkylat entbutanisiert	798 g	585 g
" " gewaschen und destilliert	595 g	570 g
Flieger-Benzin-Fraktion -1650	390 g	342 g
A.P.	+ 65,4	+ 65
Jodzahl	8,6	5,2
O.Z. M.	58	64,8
O.Z. M + Pb	82,5	91
A.S.T.M.		
Spez. Gsw.	0,724	0,722
Siedebeginn		
- 70°	21 Vol.-%	6 Vol.-%
- 100°	47 "	29,5 "
- 110°	58 "	39,0 "
- 120°	70 "	52,5 "
- 140°	90 "	78,5 "
- 160°	95 "	92,0 "
E.P.	165 / 96	165 / 94,5
Bu	1,5	1,5
Verl.	2,8	4,0

gez. Bueren

100000013

Konzentrat aus estnischem Ölschiefer

Stand am 7. 6. 43.

1) Besprechungen der Kontinentale mit Griesheim

Am 21. 1. 43 fand in Griesheim eine Besprechung über Flotationen von estnischem Schiefer statt, an der von der Konti die Herren Wehm und Kulzinsky, von Griesheim Dr. Siedler, Wagner und Kaufmann, von Lu Dr. Jäsch und Dr. Lemme teilnahmen.

Griesheim berichtete über Versuche mit Nassmahlung des Feinschiefers auf eine Mahlfeinheit von 70 % < 60 µ. Bei diesen Versuchen wurde eine Ausbeute von 90 % des Kerogens erhalten, wobei das Konzentrat 95 % Kerogen (15 % Anorganisches) enthielt. Die Herren der Baltischen Öl waren mit diesem Ergebnis sehr zufrieden.

Die Frage der Möglichkeit und des wirtschaftlichen Vorteils der Trockenmahlung gegenüber Nassmahlung sollte geprüft und darüber baldigst berichtet werden. Bezüglich der Anlage und Betriebskosten einer Flotationsanlage sollten umgehend unverbindliche Angaben gemacht werden und nach dem 1. April 43 genauere. Wir erhielten bisher von Griesheim jedoch keine diesbezüglichen Mitteilungen. 2)

Am 25. 2. 43 teilte Dr. Siedler mit, daß die Ausbeute bei Nassmahlung inzwischen auf 95 % des Kerogens gestiegen ist bei Anwendung einer Feinheit von 84 % < 60 µ. Das Konzentrat enthält dabei ca. 84 % Kerogen. Er gab weiter (ohne Zahlen zu nennen) an, daß er noch höhere Ausbeuten bei etwas niedrigerem Ausbringen erhalten könne.

Als Flotationsmittel verwendet er eine Mischung von Flotol (Alkoholen der Terpenreihe) und Petroleum 1 : 1. Teer und Schieferöle hätten sich sehr unselektiv gezeigt.

Die Flotation wird in Griesheim 5-mal hintereinander durchgeföhrt.

2) Flotationsversuche in Jämsläkafen (Labornäßig)

Bei zweimaliger Flotation eines in der üblichen Weise gemahlten (Schlagkreismühle) trocken gemahlten Schiefers wurden bei maximal 90 % Kerogenausbeute ein Konzentrat von 68 % Kerogen (32 % Anorganisches) erhalten. Dabei wurde als Flotationsmittel eine Mischung von 10 Teilen Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl und 1 Teil Flotol verwendet. Ähnliche Ergebnisse erzielter

1) Feinheit ca. 50 % < 60 µ.

2) Brief am 8. 6. 43 eingegangen.

wir mit Petroleum - Flotel 1 : 1, Chloräthylencel, sowie Chlorphenolen als Flotationsmittel. Schieferöl, sowie bestimmte Fraktionen davon eigneten sich als Flotationsmittel nicht.

allein

Vergleich der Ergebnisse

	Feinheit des Schiefers	Kerogenausbeute	Kerogengehalt im Konzentrat	Art der Mahlung und Zahl der Flotationen
Griechheim (technisch)	84 % < 60 μ	95	84	nass 5 x
Ludwigshafen (Labor)	50 % < 60 μ	90	68	trocken 2 x
Kopenhagen	?	95	86	?

3) Hydrierergebnisse.

Es wurden diskontinuierliche Bombenversuche ausgeführt

- A) mit Rohschiefer
- B) mit Konzentrat aus Griechheim
- C) mit Konzentrat aus Kopenhagen.

Die Konzentrate aus Griechheim und Kopenhagen zeigten praktisch keine analytischen Unterschiede. Entsprechend wurden auch bei der Hydrierung sowohl bei 300 als bei 600 atm keine wesentlichen Unterschiede gefunden.

Die Konzentrate ergaben Abble der organischen Substanz von 95 - 98 % gegenüber 86 % beim Rohschiefer. Beim Rohschiefer wurden auf 100 kg organische Substanz 72 % Öl gewonnen hingegen bei den Konzentraten 79 - 85 % Öl.

Durch Erhöhung des Druckes von 300 auf 600 atm wurde die erhaltene Asphaltmenge um ca. 30 % absolut genommen erniedrigt.

gez. Lenne
Jäckh
Heilmann
Rack

100000015

Hochdruckversuche
La 558.

8. Juni 1943. Hg/Is.

Besuchsnotiz.

Dipl. Ing. M y s i n g, Kontinentale Öl A.G. erhielt 4 kg in Dänemark hergestelltes Konzentrat aus estnischem Ölschiefer. Er bat, der Kontinentalen Öl A.G. bald unsere Untersuchungsergebnisse mit dem Metzinger Schieferöl bekanntzugeben.

Gesprächsweise berichtete Herr Mysing, dass er die motorische Untersuchung aller Produkte der Kontinentalen Öl A.G. übernehmen soll. Bisher sind zw. GFE-Prüfmotoren (russische Beute-Maschinen) in Estland in Betrieb. Für Berlin wird ein I.G.-Motor gesucht, dessen Lieferzeit jedoch 2 1/2 Jahre beträgt.

Für die chemischen und motorischen Untersuchungen hat die Kontinentale Öl A.G. einen leerstehenden Raum bei Edeleanu gemietet.

gez. Höring.

100000016

J. Winkler
25. 6. 1943. Pf/Pf.

Hochdruckversuche
Lz 558

Aktannotiz über Tel.-Anruf Dr. Winkler, Continentale Öl A.G.,
Berlin.

Am 25.6.43 rief Herr Dr. Winkler aus Berlin an wegen Est-nischem Schiefer-Flotations-Konzentrat von Griesheim an. „Er be-nötige dringend für militärisch-wichtige Versuche Schieferkonzentrat von Griesheimer Flotations-Versuch; wir sollten doch umgehend, am besten als Postpaket etwa 10-20 kg schicken“. Ich sagte ihm, daß wahrscheinlich noch Schieferkonzentrat vorhanden sei und ob er neues oder trockenes Produkt wünsche. Am liebsten wollte er je 1 oder 2 Postpakete von jeder Sorte haben, vor allem sollte der Ver-sand schnell gehen.

Ich habe Herrn Dr. Gieg den Wunsch von Herrn Dr. Winkler über-mittelt, der - wenn keine Einwendungen zu erheben sind - je ein Postpaket von 15 kg nasses und getrocknetes Konzentrat nach der ange-gebenen Adresse in Berlin fertigmachen wird.

gez. Pfirrmann

Zieler

1000000017

H. J. Simon

Kontinentale Öl
Aktiengesellschaft
z.Hd.v.Herrn Direktor Dr. Winkler,

Berlin-Charlottenburg 9.

Kaiserdamm 34.

HOOCHDRUCKVERSUCHEN
P/In 558.

26. Juni 1943. WJ/La

Flotation von estnischen Schiefer.

Wir teilen Ihnen mit, dass wir entsprechend Ihrem Anruf vom 24.6. Ihnen am 25.6. ein Postpaket mit etwa 4 kg Konzentrat zugesandt haben, das in unserem Werk Griesheim durch Flotation von estnischen Schiefer hergestellt wurde.

Das Konzentrat enthält etwa 85 % Kerogen, das in einer Ausbeute von etwa 85 % erhalten wurde, während das von der Firma F.L. Smith und in Kopenhagen hergestellte Konzentrat, von dem wir Ihrem Herrn Dipl. Ing. Hysing am 8.6.1943 eine Menge von 4 kg mitgaben, etwa 82 % Kerogen enthält und nach Angabe der genannten Firma in Grossbetrieb mit einer Ausbeute von mindestens 85 % des im Rohschlamm enthaltenen Bitumens hergestellt werden kann.

In Ihrer Information teilen wir Ihnen noch mit, dass nach vorläufigen unverbindlichen Schätzungen unseres Werkes Griesheim die Betriebskosten bei einem Jahresdurchsatz von etwa 1 Millionen Tonne (ohne Zerkleinerung und Trocknung) etwa RM 5.- je Tonne Konzentrat betragen. Bei Durchsatz der doppelten Menge würden sich die Betriebskosten auf etwa RM 4,50 je Tonne Konzentrat ermässigen. Die Gesamtanlagekosten werden von unserem Werk Griesheim auf etwa RM 6 Millionen geschätzt.

Heil Hitler!

I. G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

14115

Estnischer Ölschiefer.

100000018

1.) Flotationsversuche.

Flotationsversuche mit estnischem Ölschiefer wurden in halbertechnischer Maßstab in Griesheim und Kopenhagen ausgeführt.)

Der estnische Rohschiefer enthält etwa 34 - 38 % organische Substanz und 62 - 66 % anorganische Bestandteile. Das beste Flotationsergebnis hatte Griesheim.

Das Flotat enthielt etwa 85 % des im Rohschiefer enthaltenen Kerogens. Das Kerogen war im Flotat auf 86,5 % angereichert (13,5 % anorganische Bestandteile). Die Kopenhagener Ergebnisse sind etwas ungünstiger.

2.) Versuche mit Flotat.

a) Analysen.

	Rohschiefer	Flotat
% Anorganisches	66	13,5
% Kerogen	34	86,5
Kerogen: % C	77,8	77,6
H	9,3	9,4
O	9,4	10,2
N	2,3	1,8
S	1,2	1,0
H disp.	10,4	10,3
% Teer (Fischerretorte)	63,6	70,6

Das Flotat schmilzt bei 350° und zersetzt sich bei 460°.

b) Aufschlußversuche im Autoklaven zur Erzeugung aschefreier Produkte.

Drucklose Aufschlußversuche mit Flotat gaben unfiltrierbare Produkte 2)

Aufschlußversuche unter Druck 2) wurden mit Mittelölen (Schiefer-teer-mittelöl, Steinkohlesumpfmittelöl aus den Extraktionsversuchen, Tetralin usw.) ohne und mit Wasserstoff ausgeführt. Die Drücke betragen 40-100 atm ohne Wasserstoff, 100-300 atm mit Wasserstoff. Die Aufschlußtemperaturen waren dabei 395-412°. Zur Gewinnung eines filtrierfähigen Produktes sind Verweilzeiten von mehr als 5 Stunden erforderlich, im allgemeinen wurde bei 8 Stunden Verweilzeit gearbeitet. Dabei wurden sehr gute Filterleistungen (bis zu 1000 Kg/m²/h) erreicht. Die lange Verweilzeit bewirkt eine teilweise Zersetzung des Kerogens

1) Die laboratoriumsmässige Flotation in Ludwigshafen ergab dieselben Ergebnisse wie in Griesheim.

2) Dr. Pfirrmann, 15.3.43, 21 2841.

in Gas und Koks, wodurch die gute Filtrationsfähigkeit erklärt werden kann. Dementsprechend sind die Ausbeuten an aschefreiem Bitumen schlecht.

Man erhält aus 100 kg wasserfreiem Flotat:

50,5 kg aschefreies Bitumen (Heinkerogen) mit Erweichungspunkt +30°, 0,09% Asche,

das sind 64 % des eingebrachten Kerogens. Diese Ausbeute entspricht etwa der beim Schwelen erhaltenen Peermenge. Die Extraktion bringt deshalb gegenüber der Schwelung keinen Vorteil.

Aufschlussversuche bei kürzerer Verweilzeit (15' - 1 h) und niedrigerer Temperatur (360-410°) ergaben schlecht- bzw. unfiltrierbare Anfallprodukte. Jedoch waren dafür die Ausbeuten an Bitumen höher (bis zu 85 % auf eingebrachtes Kerogen).

Geringer Wasserstoffausatz brachte sowohl bei kurzer wie bei langer Verweilzeit eine geringe Erhöhung der Ausbeute, die Filtrierfähigkeit wurde jedoch nicht verbessert.

c) Aschehaltige Aufschlussprodukte:

Die Aufschlussverfahren können auch zur Herstellung aschehaltiger Produkte aus Flotat verwendet werden. Versuche, durch Trockenaufschliss (Schmelzen) aus Flotat aschehaltige Bindemittel, Brikettiermittel und Anstrichmittel zu erzeugen, sind in Arbeit.

d) Hydrierversuche:

Es wurden Autoklavenversuche bei 300 und 600 atm ausgeführt. Die organische Substanz (Kerogen) wurde dabei zu 95-97% abgebaut. Der Ölgewinn (Benzin + Mittelöl) betrug ca. 80 % auf eingebrachtes Kerogen.

Bei 600 atm wurden deutlich bessere Asphaltwerte als bei 300 atm erreicht (5 gegen 8%).

Im Vergleich zu einer im C- und Aschegehalt ähnlich liegenden Kohle (Brücker Kohle) wurde mit dem Schieferflotat besserer Abbau und nur die Hälfte des Asphaltes und der Vergasung erhalten.

e) Kalkulation:

Durch direktes Verschwelen von estnischem Ölschiefer erhält man pro Tonne Schiefer 233 kg Öl durch Flotation und anschließen Schwelung pro Tonne Rohschiefer jedoch nur 226 kg Öl. Eine Verarbeitung des Flotats durch Schwelen bringt also keine höhere Ölansbeute. Vergleicht man die Hydrierung des Flotats auf Autobenzin mit der des Schieferschweißöles, so errechnet sich bei einem Einstandspreis des Flotats von 17,5 RM pro Tonne (Flotationsspesen RM 5.--, Mahlspesen RM 2.--, Trocknungsspesen RM 6,20, Rohschieferpreis RM 2,20 je Tonne) bei gleichem Autobenzin-Gestehpreis von RM 80.-- je Tonne Schieferöl, während das Schieferöl nach Angaben von Herrn Wehm nur RM 53,50 (Verkaufspreis) kostet.

Demnach bietet die Flotierung auch bezüglich Hydrierung keine wirtschaftlichen Vorteile.

gez. Bank.

- 1) Dr. Grassl, 17. 6. 42, 20 3741
- 2) Dr. v. Hochstetter, 11. 6. 43, 21 6321

ein Äquivalentpreis.

H. J. Simon

Raffination von estnischem Schwelbenzin.

Nach den bisherigen Versuchen zeichnen sich 2 Möglichkeiten für die Raffination des estn. Schwelbenzins ab:

1.) Arbeitsweise bei 2 atü H_2 -Druck.

Man erhält ein Benzin mit 0,1 % S und ca 30 Jodzahl.

Vorteil: S-armes, ziemlich gesättigtes Benzin mit guten Testen, gute Oktanzahl.

Nachteil: Verbrauch von Wasserstoff (geschätzt 100cm³/tp Benzin).

2.) Arbeitsweise ohne Wasserstoff.

Man erhält ein Benzin mit etwa 0,2—0,3 % S und Jodzahl ca. 100.

Vorteil: Benzin mit guten Testen, guter Oktanzahl, ohne korrodierenden Schwefel.

Nachteil: Benzin hat nach unseren Normen zuviel Schwefel.

Proben der Benzine werden vorbereitet und könnten Herrn Dr. Winkler bei seinem bevorstehenden Besuch hier gezeigt werden.

gez. Donath
" Nonnenmacher

Verarbeitung von estnischem Schieferöl.1) Entaschung:

Aus dem Normalschiefer mit 32-38 % organischer Substanz ist infolge des hohen Aschegehaltes nur mit grossen Verlusten ein Teil des Kerogens herauszuholen; Filterversuche an Aufschlüssen mit Mittelölen ergaben sehr geringe Filtergeschwindigkeit.

Bessere Aussichten waren bei Verwendung des flotierten Konzentrates zu erwarten, das nur noch rund 15 % Asche enthielt. Dieses Produkt wurde analog der Verarbeitung von Steinkohlen durch Aufschluss und nachfolgende Filtration zu entaschen versucht; der Aufschluss wurde ohne und mit H_2 durchgeführt. Es konnte aber in beiden Fällen die Erfahrung gemacht werden, dass normale Aufschlusszeiten wie bei Kohle, also Durchsätze von 0,3 - 0,8 vollkommen unfiltrierbare Produkte ergaben, die Filterleistungen lagen unter 50 kg/qm/Std.

Erst wenn mit sehr geringen Durchsätzen d.h. mit Verweilzeiten von 3-12 Stunden für das Konzentrat und einem entsprechenden Druck Temperaturen von 425 bzw. 385° gearbeitet wurde, konnten befriedigende Filterleistungen bis 1 000 kg/qm/Stunde erzielt werden; Bei diesen Aufschlusszeiten war der Einfluss des Verdünnungs- bzw. Lösemittels gering. Die Ausbeuten fallen aber mit steigender Reaktionsdauer ab und betragen z. B. bei 8 Stunden und 398° rund 50 % auf das Konzentrat; d.s. rund 58 % des eingesetzten Kerogens. Etwa 5-7% Destillat hauptsächlich Benzin fallen daneben an; dieser Anfall wird aber wieder zum Teil durch die Anreibeölverluste ausgeglichen.

Da diese kleinen Durchsätze für Hochdruckapparaturen nicht tragbar sind, wurden die meisten Versuche mit geringem Druck von 30 bis 40 atm durchgeführt, die ebenfalls brauchbare Filterleistungen ergaben. Der Wasserstoffeinfluss ist hierbei nicht mehr gross. Praktisch wurde etwa dieselbe Ausbeute erhalten wie beim Schmelzen, nur dass beim Aufschluss ein Festbitumen sehr guter Bindefähigkeit entsteht.

Das Bitumen hat je nach Aufschluss-temperatur einen Erweichungspunkt von 20 bis 100°, der Aschegehalt liegt etwa bei 0,07 - 0,1 %; Benzolfestes ist im Gegensatz zu Kohlaufschlüssen nur gering.

Das Bitumen kommt als Ausgangsmaterial für Elektrodenkoks, als Elektrodenbindemittel, und hat im übrigen denselben Verwendungsbereich wie hochwertiges Erdölbitumen. Als Sondereigenschaft muss seine vorzügliche Lostfestigkeit hervorgehoben werden, deshalb kommt es für Kriegszwecke eventuell als Imprägniermaterial in Frage. (Anmeldung filtrierfähige Aufschlussmethode).

Eine besonders vorteilhafte Verwendung dürfte das Bitumen als Bindemittel für die Brikkettierung und vor allem als Bindemittel zur Herstellung festen Kokes bilden. Hierzu muss aber der Schiefer aufgeschlossen werden, braucht allerdings nicht so lange Reaktionszeiten, da eine Entaschung nicht unbedingt nötig ist; es werden daher höhere Ausbeuten, meist über 92 %, von aschehaltigem Konzentrat erreicht.

Der Erweichungspunkt kann allein durch Temperatur und Aufschlusszeit etwa in den Grenzen von 30 bis 120° gestellt werden. Zweckmässig ist das Arbeiten mit einem Verdünnungsmittel, wozu am besten ebenfalls ein bituminöses Produkt, das aus dem Schmelteer gewonnen wird, Verwendung findet. Dadurch wird der Aschegehalt des Schieferbitumens verdünnt und der Erweichungspunkt auch bei kurzer Aufschlusszeit erniedrigt. Im Schieferbitumen lässt sich ausserdem eine bestimmte

Menge Kohle etwa bis zu 40 % mit aufschliessen, was eine weitere Verbilligung des Bindemittels bedeutet.

Die Verwendung des Schieferkonzentrates als Bindemittel bei Verschwelung und Verkokung stellt eine sehr rationelle Ausnützung des Schiefers dar, da einerseits aus dem aufgeschlossenen Konzentrat ohne eigene Schwelapparatur dieselbe Menge an H-reichem Schwelteeer anfällt und andererseits der Verkokungsrückstand als gutes Verkittungsmittel für schlecht behandelte Kohle ausgenützt wird. (Diese Anwendung ist zum Patert angemeldet).

K. Kaufmann

Besprechung mit Mr. Kaufmann von Griesheim
am 5.7.1943 in Lu 558
über Flotation von estnischem Ölschiefer.

1. Patentschutz der Arbeitsweise in Griesheim.

Dr. Kaufmann teilte uns mit, dass die Arbeitsweise in Griesheim patentrechtlich nicht geschützt ist. Nach Ansicht der Griesheimer Herren sei diese Arbeitsweise im Hinblick auf den Stand der Technik nicht mehr patentfähig. Lediglich die Nassmahlung des Schiefers ist von Griesheim zum Patent angemeldet worden.

Wir teilten Herrn Dr. Kaufmann mit, dass das estnische Patent 2753 mit dem generellen Anspruch der Flotation von estnischem Schiefer zwar der Baltischen Öl A.G. gehört, dass aber dennoch die Patentlage in Estland ausserordentlich kompliziert ist, da die deutschen Patente auf Estland erstreckt wurden und daher sowohl die estnischen als auch die deutschen Patente zu berücksichtigen sind.

2. Führung der I.G.-Interessen.

In Ermangelung eines Rechtsschutzes der Griesheimer Arbeitsweise kann die I.G. ihre Flotationsmethode nicht lizenzieren. Auf die Frage, wie Griesheim zum Ersatz seiner Versuchskosten gelangen wolle, meinte Dr. Kaufmann, die Baltische Öl A.G. werde sich vielleicht verpflichten, das Flotationsmittel von der I.G. zu beziehen. Ob aus dem hierbei erzielten Gewinn die Versuchskosten zu decken sind, konnte Dr. Kaufmann nicht angeben. Wir wiesen auf die Möglichkeit hin, dass Griesheim die Lieferung der Apparatur übernimmt und hierauf einen Gewinnaufschlag von etwa 10 % erhebt. Es könne auch an eine Vereinbarung mit der Baltischen Öl A.G. über einen Erfahrungsaustausch gedacht werden. Auf alle Fälle müsse dafür gesorgt werden, dass die I.G. ihre Erfahrungen nicht ohne Gegenleistung der Baltischen Öl A.G. zur Verfügung stellt, sobald da eine vertragliche Vereinbarung zwischen der Kontinentalen Öl A. und der I.G. bisher noch nicht zustande gekommen ist.

3. Eisenkontingent.

Für eine Apparatur mit einem Durchsatz von 3000 tate (einschliesslich Mahlung, ohne Trocknung) sind nach Schätzung von Griesheim etwa 1600 to Eisen erforderlich (vergl. die Zusammenstellung von Griesheim, in der gegebenenfalls die Hackenbrecher, die Kreiselmehler und die Walzenmühlen bei Anwendung von Feinschiefer als Ausgangsmaterial wegfallen können).

Bei einer Apparatur mit einem Durchsatz von 1000 tate beträgt die erforderliche Eisenmenge etwa 1000 tate.

4. Anlagekosten.

Die Anlagekosten bei einer Apparatur mit Durchsatz von 3000 tate werden auf etwa RM 8 000 000. geschätzt, bei einem Durchsatz von 1000 tate auf etwa RM 4 000 000.

5. Lieferzeiten.

Als kürzeste Lieferfrist schätzen die Herren in Griesheim 1 Jahr. Es wurde in diesem Zusammenhang auf die Gefahr hingewiesen, dass der Auftrag möglicherweise an die Firma Smidth in Kopenhagen gegeben werden könne, da diese wahrscheinlich kürzere Lieferfristen habe. Es ist also dafür Sorge zu tragen, dass diese Firma und die I.G. von der Kontinentalen Oel A.G. nicht gegeneinander ausgespielt werden. 1)

6. Trocknung des Flotates.

Über die zweckmässigste Trocknung des Flotates liegen in Griesheim noch keine Versuche vor. Es ist daran gedacht, den Wassergehalt des Flotates von ursprünglich 30-40 % durch Schleudern auf etwa 20 % zu erniedrigen und den Rest des Wassers in Büttner-Trocknern zu verdampfen.

7. Garantie.

Griesheim ist bereit, nach Durchführung eines Grossversuches Garantie über Ausbeuten zu geben.

gez. W. Beck

1) Konkurrenzfirmen auf dem Flotationseisenmarkt in Deutschland ist Eckhoff.

100000025

Refination von estnischem Schieferbenzin.

In einem 1 bzw. 5 Ltr.-Ofen wurden Versuche zur Refination von estnischem Schieferbenzin durchgeführt und 4 Benzinproben, deren Geruch recht gut ist, für den Besuch von Dr. K. Winkler bereitgestellt. Die Eigenschaften dieser Benzine enthält die Anlage, die Arbeitsbedingungen sind die folgenden:

Probe	1	2	3	4
Datum (306) 1943	6.7./4.	8.4.	9.5.	10.-11.5.
Kontakt	$Al_2O_3 + H_2CO_3$	dito	$Al_2O_3 + Fe + Cu$	dito
Temperatur MV	18	24	22	18
Durchsatz	0,1	0,1	0,05	0,05
Zykluslänge Std.	8	8	8	8
Druck	3 ata	2 ata	1 ata	1 ata
H ₂ -Druck	2 ata	1,3 ata	0	0
l H ₂ /kg Durchsatz	50	50	0	0

Demnach ergab sich mit Wasserstoff eine sehr gute Entschwefelung (0,03 % S) und deutliche Erniedrigung der Jodzahl. Der Gumtest ist stark, aber nicht ausreichend verbessert, die OZ. bei 18 MV ist schlecht, bei höheren Temperaturen aber sehr gut (77). Ohne Wasserstoff ist die Entschwefelung schwächer (0,3-0,5 % S), die OZ. in allen Fällen gut, aber auch bei höheren Temperaturen besser. Eine Verbesserung des Gumtestes dürfte wohl mit Crackbenzin-Inhibitoren möglich sein.

Weitere Verbesserungen durch Arbeiten in 2 Stufen sind in Vorbereitung.

Gemeinsam mit
Herrn Lajus.

gez. Dorath,

gez. Nonnenmacher

Benzin-Untersuchung.

100000026

(Ofen 306)

Datum	6.7./4.43	8.4.43	9.5.43	10./11.5.43	Ausgangsmat
% stab. Benzin	red. 200	red. 200	red. 200	red. 200	(nicht redent)
spez. Gew.	0,750/15	0,784/15	0,790/15	0,764/15	0,762
ASTM-Kurve	58°	53°	65°	65°	35°
% - 60	0,5	1,0	0	1,5	0
% - 70	1,5	3,9	1,5	7,5	0
% - 80	9,0	5,0	3,0	7,0	0
% - 90	22,0	14,0	12,0	15,0	0
% - 100	27,0	20,0	19,0	27,0	29,5
% - 110	39,0	32,0	30,0	38,5	0
% - 120	48,0	44,0	45,0	47,0	0
% - 130	59,0	53,0	54,5	57,0	0
% - 140	68,0	68,0	67,0	66,0	0
% - 150	74,0	75,0	75,0	74,0	0
% - 160	82,0	83,0	83,5	83,0	0
% - 170	88,0	89,0	89,0	88,0	0
% - 180	92,0	94,0	93,5	92,0	0
% - 190	95,0	96,0	96,0	95,5	0
% - 200	97,0	97,0	97,0	97,0	82
Endp. %	205/98,0	205/98,0	204/98,0	206/98,0	260
Rückstand	1,0	1,1	1,1	1,1	0
Verlust	1,0	0,9	0,9	0,9	0
% Schwefelge.	0,08	0,09	0,33	0,45	0,93
Jodzahl	33,0	44,4	85,8	116,0	(>100)
Glasschale	18,2 mg	215,5 mg	352,0 mg	97,8 mg	804
Res. Meth.	53,7	77,3	82,7	73,9	66

W.B. Bei der Verarbeitung sind leichte Anteile verloren gegangen.

100000027

Schwelen von staubförmigem estnischem Olschiefer.

In einer 7 Ltr. Schlange wurde staubförmiger estnischer Olschiefer drucklos mit H_2 und H_2 als Spülgas geschwelt. Um ein Kleben an der Wand zu vermeiden, mußte der Schiefer mit einem anorganischen Füllstoff verdünnt werden. Als solcher diente zunächst Ferrana, später eigener Schwelrückstand. Es wurden bei 425° folgende Werte erhalten:

Zusatz	Ferrana	Ferrana	Eigener Schwelrückstand
Spülgas	H_2	H_2	H_2
Gew.% Öl	30	30	21
" " " / Kerogen	66	66	46
% C in Rückstand	17	13	15
% Öl spez. Gew.	0,914	0,918	0,941
-300°	54 %	45,5 %	30 %
% Asphalt	3,6	3,9	5,4

Die Schwelausbeute entspricht etwa der der jetzigen Schwelverfahren. Bei dem Versuch mit eigenem Schwelrückstand traten Störungen auf, die evtl. für die schlechtere Ausbeute mit verantwortlich zu machen sind. Das erhaltene Öl ist spezifisch leichter und asphaltärmer als normales estnisches Schieferöl. Die Versuche sollen bei Gelegenheit in einer verbesserten Apparatur fortgesetzt werden. Hierbei sind der H_2 Einfluss und Wege zur Erhöhung der Olausbeute noch näher zu untersuchen.

gez. Donath

gez. Nonnenmacher

Angemeldet in OZ 15 532

Handwritten signature

Hochdruckversuche
Lu 558.

100000029

17. August 1943. Gg/Le

Besprechung in I.G. Griesheim über Flotationsversuchsanlage
für estnischen Schiefer am 17.8.1943.

Anwesend: Dr. Siedler (zeitweise)

" Kaufmann
" Erberich

I.G. Griesheim

Dr. Gieg
Dipl. Ing. Orth

I.G. Lu.

Standort der Versuchsanlage.

Unser Vorschlag, die Versuchsanlage aus 6 Zellen à 400 Ltr. mit einer Produktion von 6-8 tato Reinkonzentrat in Griesheim zu errichten, ist den Herren von Griesheim sehr angenehm. Dieser Standort ist wegen der Personalfrage vorzuziehen, nur läge die Anlage dann im stark luftgefährdeten Gebiet. Griesheim prüft als Unterbringungsmöglichkeit in einem vorhandenen Bau die Abwasser- und Schlammabeseitigung um sich dann endgültig zu entscheiden. Griesheim hat als Standort weiter ins Auge gefasst, Pöhlitz und eine Flusspat-Grube der I.G. Leverkusen im Harz.

Grösse der Versuchsanlage.

Da I.G. Lu die Flotationszellen nicht entbehren kann, muss die Anlage auf die von Leverkusen zur Verfügung gestellten 6 Zellen à 400 Ltr. mit einer Produktionskapazität von 6 - 8 tato Reinkonzentrat beschränkt bleiben.

Trocknung des Konzentrats.

Für die Trocknung des bis zu 40% Wasser enthaltenden ans kommt der Drehrohrföfen, Röhrentrockner und Tellertrockner in Frage. Es wird z.Zt. durch eine Umfrage innerhalb der I.G. versucht, eine freistehende Apparatur für die Trocknung des Konzentrats zu erhalten. Die jetzt im Versuchsbetrieb in Griesheim anfallenden 160-200 kg Konzentrat werden hier in Lu. getrocknet, da Griesheim keinerlei Trockenmöglichkeiten für diese Mengen besitzt.

gez. Gieg.

Bericht über die Besprechung mit Herrn Dipl.-Ing. M y s i n g
von der Kontinental Oel A.-G., Berlin-Charlottenburg, am 13.8.43
in Ffm.-Griesheim.

Anwesend: Dipl.-Ing. MYSING, Kontinental, Berlin,
Dr. KAUFMANN }
Dr. ERBERICH } I. G. Griesheim.

Betr.: Estaischer Oelschiefer.

Herrn Dipl.-Ing. MYSING wurde unsere Versuchsanlage in Betrieb vorgeführt und es wurden ihm alle unseren Erfahrungen über die flo-
tative Aufbereitung des Oelschiefers mitgeteilt. Im besonderen
wurde die Frage der Mahlung des Oelschiefers ausführlich besprochen.
Die in der Flotation übliche Art der Feinzerkleinerung mittels
Kugelmühlen und nebengeschalteten Klassierern dürfte nach unseren
Erfahrungen für die Zerkleinerung des Oelschiefers technisch nicht
brauchbar sein, da infolge des geringen spezifischen Gewichtes des
Rohmaterials eine Trennung nach der Gleichfälligkeit in den normalen
Rechenklassierern nicht möglich ist. Nach unseren Versuchen zeigte
sich, dass auch die Vermahlung in Kugel- bzw. Stabmühlen ausseror-
dentlich schwierig ist, da sich das leichte Gut bei Nassmahlung
durch Aufschwimmen der Vermahlung entzieht; (eine Trockenmahlung ist
gleichfalls mit Schwierigkeiten verbunden, da hierzu der Rohschiefer,
welcher nach unseren bisherigen Bestimmungen eine Grubenfeuchtigkeit
von etwa 10-15% aufweist, getrocknet werden muss). Zur endgültigen
Klärung der Nassmahlung in Kugelmühlen sollen trotzdem Versuche bei
Krupp-Gruson baldigst durchgeführt werden. Ein Waggon Feinschiefer
wurde bereits am 25.7.43 von der Kontinental an Krupp-Gruson zum
Versand gebracht.

Eine weitere Möglichkeit, den Rohschiefer auf die gewünschte
Kornfeinheit von mindestens 80% < Bin 250 bis 100 zu vermahlen, be-
steht in der Anwendung von Wasserrohrmühlen. Die Klassierung des
Mühlenausstrags könnte in der Flotation selbst durchgeführt werden,
und zwar dadurch, dass man in den ersten Zellen mit wenig Reagens
ein feines Produkt ausschäumt, das als Fertigprodukt nachgearbeitet
werden kann, und in den nächsten Zellen durch Zugabe erhöhter Rea-
gentienmengen die noch gröberen Verwachsungen austrägt und diese
wieder an die Mühle zurückführt. Die technische Möglichkeit hierzu
ist durch unsere Versuche erwiesen, wir befürchten jedoch hierbei,
dass im Hinblick auf den geringen Nutzen der Kugelmühlen ein un-
tragbar hoher Kraftverbrauch entsteht. Ausserdem geht durch das
beschriebene Verfahren Zellenraum für die Konzentrationsflotation ver-
loren.

In Verlauf unserer weiteren Versuchsarbeiten fanden wir, dass
entgegen der bisherigen Arbeitsweise eine Nassvermahlung in Dis-
integratoren üblicher Bauart, wie z.B. die sogenannten MAG-Mühlen,
Perplex- und Teutonia-Mühlen und dergl. mit gutem Erfolg durchzu-
führen ist. Die Nassmahlung hat gegenüber der Trockenmahlung in
diesen Apparaturen folgende Vorteile:

- 1.) Die Trocknung des grubenfeuchten Haufwerks, wie sie bei der
Trockenvermahlung sich als unbedingt notwendig erweist, weil
sonst ein Festkleben oder Verschmieren der Mühlen erfolgt,
wird vermieden.

- 2.) Gleichfalls vermieden wird der bei der Trockenvermahlung entstehende hohe Staubentfall und die damit verbundene Hebenapparatur, wie Filteranlagen und dergl.
- 3.) Entsteht bei der Wasservermahlung eine Trübe gleichmässiger und stark eingedickter Konsistenz (500 g Feststoffe pro Liter und mehr), die unmittelbar in die Flotation aufgegeben werden kann.

Ein trocken gemahlenes Gut ist infolge seiner Unbenetzbarkeit nur schwierig, wenn überhaupt mit Wasser anzufeigen. Der estnische Rotschiefer eignet sich in der Tat für das beschriebene Mahlverfahren mittels Desintegratoren ausgezeichnet, da es sich hierbei um ein mittelhartes Material handelt. Nach unseren Versuchen gelingt es in einem einzigen Mahlgang, die Zerkleinerung von einer Korngrösse von etwa 10 - 0 mm auf die erforderliche Kornfeinheit von etwa 80% < Din Sieb 100 durchzuführen. Den mit unserem kleinen Mahlaggregat ermittelten Kraftbedarf schätzen wir auf etwa 20 - 25 KWST pro Tonne Feinschiefer.

Über den bei der Desintegratorvermahlung auftretenden Verschleiss liegen noch keine eindeutigen Ergebnisse vor, es ist aber zu erwarten, dass bei Einsatz von Mühlen, die verhältnismässig einfache und leicht auswechselbare Mahlelemente besitzen, wie z.B. die Teutonia-Mühlen der WEDAG, die Verschleisskosten in einem wirtschaftlich tragbaren Rahmen bleiben werden.

Das Flotationsverfahren selbst ist durch zahlreiche kleinere und grössere Versuche in allen Einzelheiten festgelegt. Zur Zeit sind wir in Griesheim mit den uns zur Verfügung stehenden Mitteln beschäftigt, laufend kleinere Konzentratmengen aus den weiteren Untersuchungsarbeiten herzustellen. Die Griesheimer Apparatur ist selbstverständlich für einen Dauerbetrieb nicht geeignet, da es sich hierbei nur um eine Versuchsanlage kleinsten Ausmasses handelt. Trotzdem wurde abgesprochen, dass bis zur Erstellung der grösseren Versuchsanlage laufend Konzentratmengen hergestellt werden können, sobald die uns zugesagten Hilfskräfte eingetroffen sind. Es können bei vollem Betrieb unserer kleinen Versuchsanlage in Griesheim pro Tag etwa 150 - 200 kg Konzentrat hergestellt werden.

Die Trocknung der täglich anfallenden 150 - 200 kg Konzentrat bereiten uns in Griesheim Schwierigkeiten, da die uns zur Verfügung stehenden Heissplatten für den Dauerbetrieb zu klein sind. Es ist daher zu überlegen, ob man entweder die filterfeuchten Konzentrate mit etwa 35% Wasser nach Lu zur Trocknung schickt, oder ob uns von irgend einer Stelle eine kleine Trocknungsapparatur zur Verfügung gestellt wird, falls nicht überhaupt ein Versand der feuchten Konzentrate in Frage kommt.

Mit Herrn Dipl.-Ing. NISING wurde das Projekt einer Versuchsanlage im 30 Tafe-Feinschiefer-Massstabe durchgesprochen. Griesheim hat sich bereit erklärt, die Projektierung und Erstellung dieser Anlage durchzuführen und auch für die Beistellung der notwendigen Zerkleinerungs-, Flotations- und Filterapparatur Sorge zu tragen. Mit dieser Anlage könnten im 24 stündigen Betrieb etwa 8 - 10 Tonnen Gelschieferkonzentrate mit Gehalten von 80 - 85% Kerogen, bezogen auf Trockensubstanz, erzeugt werden. Da müsste von anderer Seite eine geeignete Trockenapparatur beigelegt werden, da wir nur über geringe Erfahrungen in diesen speziellen Trockenfragen verfügen. Da es sich aber bei diesem Problem um das gleiche wie bei der Trocknung von Braunkohlen handelt, ist anzunehmen, dass hierüber genügend Erfahrungen vorliegen. Hinsichtlich der Trock-

... 3 ...
nungsfragen wird am Dienstag, den 17.8.43 eine Hütkepache mit den Herren des Hochdruck-Labors in Lu erfolgen.

Über den Aufstellungsort der Versuchsanlage wurde gleichfalls gesprochen und die Möglichkeit einer Erstellung des Versuchsbetriebes in Pülitz erörtert. Hier sind, soweit es bisher zu übersehen ist, günstige Möglichkeiten im Hinblick auf die Materialanlieferung über See und die Verarbeitung eines Teils der anfallenden Konzentrate gegeben. Eine endgültige Beschlussfassung wird einer späteren Besprechung vorbehalten.

Da der grösste Teil der notwendigen Maschinen und Apparaturen aus Altbeständen bereits greifbar ist, kann, von Beginn der Bauarbeiten an gerechnet, eine Bauzeit von etwa 2 Monaten geschätzt werden, unter der Voraussetzung, dass eine Unterbringungsmöglichkeit in einem bereits bestehenden Gebäude vorhanden ist. Der Platzbedarf dieser kleinen Versuchsanlage ist gering und beträgt etwa 15 x 20 m ohne den Platz, den die Trocknungsanlage beansprucht. Da, wie bereits erwähnt, die Maschinen aus vorhandenen Altbeständen grösstenteils geliefert werden können, ist der zu erwartende Eisenbedarf nicht sonderlich hoch und wird etwa 10 - 20 Tonnen betragen.

Die von Griesheim gelieferten Apparate- und Maschinenteile würden der Kontinentöl leihweise gegen entsprechende Benutzungsgebühr zur Verfügung gestellt, wobei zu berücksichtigen ist, dass, falls die von Griesheim ausgeliehenen Apparate- und Maschinenteile dringend benötigt werden, ein entsprechender Ersatz zu stellen ist. Weitere Einzelheiten werden einer späteren Absprache vorbehalten.

Auf Grund unserer Erfahrungen, die wir in Griesheim gesammelt haben und in der vorgesehenen grösseren Versuchsanlage noch sammeln werden, soll ein Projekt für eine Produktionsanlage mit einer Leistung von etwa 1 - 2 Millionen Jato Feinschiefer ausgearbeitet werden.

Die Aufbereitungskosten pro Tonne Feinschiefer sind nach unseren vorläufigen Schätzungen etwa folgende:

- 1.) Für die zur projektierende Grossanlage von 1 - 2 Millionen Jato Feinschiefer ohne Materialkosten RM 5.-
- 2.) Für die in Kürze zu erstellende grössere Versuchsanlage mit einer Leistung von etwa 30 Tato " 15.-20.-
- 3.) Für die in Griesheim durchzuführenden Aufbereitungsversuche etwa " 30 - 35.-

Die angegebenen Zahlen verstehen sich ohne Trocknungs- und sonstige Kosten.

gez. Kaufmann
gez. Erberich

Ffm.-Griesheim, den 14.8.43
Dr. Kfm. Dr. Er/Sch.

100000033

Abschrift, Lc.

Interne Bemerkungen zu dem Besuche des Herrn Dipl. Ing. Mysing
von der "Kontinentale Oel A.G.", Berlin.

Nach den Darlegungen des Herrn Mysing ist die Kontinentoel eine Gründung des Reichs, die die Wahrung der deutschen Erdöelinteressen im Auslande zur Aufgabe hat. Alle neu erschichteten Anlagen im Auslande, die irgendwie deutschem Einflusse unterliegen, sowie eine grössere Anzahl bereits bestehender, ehemals ausländischer Betriebe werden von der Kontinentoel betreut. So würden die Versuche, die Erdöelindustrie des Kaukasusgebietes wieder aufzubauen und für Deutschland in Betrieb zu nehmen, von der Kontinentoel massgebend geleitet. Aus dem Gründungsgedanken der Kontinentoel ergibt sich auch ohne weiteres ihre Einschaltung bei der Ausnutzung des balvischen Oelschiefers. Da dieses Vorkommen im Gegensatz zu den meisten anderen bisher von der Kontinentoel bearbeiteten wirtschaftlich sehr aussichtsreich erscheint wird es von Dr. Winkler vorzüglich bearbeitet. Winkler möchte, um für die Kontinentoel, die bis jetzt noch mit Defizit arbeitet, Gewinne zu erzielen, nicht nur den Kohschiefer an einen Flotationsbetrieb verkaufen, sondern selbst flotieren und die Veredelungsgewinne seiner Gesellschaft sichern. Er legt daher Wert darauf, dass die in Aussicht genommene 6 - 8 tate-Anlage unter der Regie der Kontinentoel gebaut und betrieben wird. Bezüglich der Verwendung des Flotationskonzentrates schweben ihm ausser den bereits uns genannten Anwendungsgebieten noch zahlreiche andere vor. Wenn dagegen der flotierte Oelschiefer in grösserem Masse, etwa zur Hydrierung, gebraucht werden sollte, so soll nach Angabe Mysings Dr. Winkler bereit sein, den Kohschiefer uns direkt abzugeben. Die Kontinentoel sei im übrigen auf die Zusammenarbeit mit der I.G. durchaus angewiesen, da sie weder über grössere Forschungsstätten oder Betriebe, noch über die umfangreiche Erfahrung der I.G. verfüge. Auch sei die Kontinentoel durchaus I.G.-freundlich, da die Mehrzahl ihrer leitenden Herren aus der I.G. stamme und die I.G. einen massgebenden Anteil des Aktienkapitals besitze. Es ist jedoch nicht zu verkennen, dass Winkler als Chefchemiker der Kontinentoel bemüht ist, den Oelschiefer chemisch weiter zu behandeln und zu veredeln. Die Möglichkeit eines Wettbewerbs mit ähnlich gerichteten Bestrebungen der I.G., etwa in Ludwigshafen, ist durchaus gegeben.

gez. Kaufmann.

Ffm. Griesheim, am 14.3.43
Dr. Kfm/ck.

100000034

H. J. Simon

I.G. Grisoheim,
Abtlg. Aufbereitung.
Frankfurt - Grisoheim.

HOCHDRUCKVERSUCHE 24.8.43.

Aufschlußprobe aus estn. Schiefer-
Konzentrat.

0g/Pf.

Absprachegemäß übersenden wir eine Auf-
schlußprobe von 12 kg aus estnischem Schiefer-
Konzentrat. Die Probe ist in der Kiste I.G. Lu
425/344 verpackt. Das Bruttogewicht beträgt
22 kg. Das Schiefer-Konzentrat ist drucklos auf-
geschlossen.

HOCHDRUCKVERSUCHE

Chyffon

H. W. Meyer

Artemotis.

Besprechung mit Herrn Dr. F. e. H. W. Baltische Öl A.G.

Von Lu anwesend: Dr. Wonnemacher, Dr. Donath.

Herr Dr. Wehm fragte nach den Ergebnissen bei der Katalisation von eothischen Schieferöl. Es wurden ihm folgende Ergebnisse mitgeteilt:

Schwefelgehalt unter etwa 0,1 %, Ozanzahl 50-60, Geruch gut, Oktanzahl bester Wert 82, Durengewicht 75-77, geschätzt für Motor-Meth. wurden mindestens etwa 70 erreicht.

Der Gumtest ist noch nicht voll befriedigend gewesen, es wird jedoch versprochen, durch andere Arbeitsweise oder Zusatz von Inhibitoren eine Besserung zu erzielen.

Als Ausbeute wurden nun mindestens 90 % genannt, wobei die Ausbeute besser wird, wenn die Oktanzahl nicht so hoch getrieben werden muss. Neben Benzin fallen dabei etwa 2% Gas an, davon die Hälfte, d.h. 1 % Flüssiggas. Für die Verarbeitung wird Wasserstoff unter geringem Druck benötigt.

Dr. Wehm wurde gebeten, die Gasanalyse der Schwelgase mitzuteilen. Er erwähnte, dass für die Neuanlage eine Gasbenzin- und Flüssiggasgewinnung erstellt werden soll, die bei 10 atm arbeiten soll und in der auch Schwefelwasserstoff und CO_2 durch Alkalydextrakt aus dem Schwelgas entfernt werden.

Dr. Wehm sagte, dass ein Schwefelgehalt von 0,2 % im Autobenzin genügt. Z.Zt. wird das Autobenzin bei 150° abgeschnitten, während die Fraktion 150-250° als Fraktorenreinstoff verbraucht wird. Dieser soll möglichst unter 1 % Schwefel haben. Eine andere Aufarbeitungsmöglichkeit ist die auf Autobenzin bis 150°, während die höher siedenden Fraktionen als Diesel in Verwendung finden sollen. Bei Schwefelsäurewäsche ist die Ausbeute derzeit etwa 70 %, davon geht der Redestillationsverlust noch ab. Die Oktanzahl des Benzins bis 150° ist 64 bis 66 nach Motor-Meth. und 72 nach Bes. Methode.

Dr. Wehm bat noch um Angabe der Anlage- und Betriebskosten. Es stehen etwa 100 bis 120 000 tate Benzin vom Endpunkt 250° bzw. 30 000 tate Benzin vom Endpunkt 150° zur Verfügung.

Herr Dr. Wehm ist bis etwa 17.9. in Berlin und bittet, wenn möglich, bis dahin um Angabe der Anlage und Betriebskosten.

Dr. Wehm fragte noch nach den Ergebnissen der kontinuierlichen Hydrierversuche mit dem Schieferöl. Es wurde geantwortet, dass die Hydrierung ohne Schwefelkonzentrat, es wurde geantwortet, dass bis jetzt nicht vorliegt und dass noch nicht sicher ist, ob infolge der Explosion die Versuche voll ausgewertet werden können. Gegebenenfalls müssen die Versuche noch wiederholt werden.

gez. Dr. Donath

100000036

H. J. Simon

BTA/Dr. Di/Pl. 1.9.43

HOCHDRUCKVERSUCHE 21.9.1943. SI/1
P/In-2

Schieferöl aus Matsingen.

In Erledigung Ihres Schreibens vom 1.9.1943 teilen wir Ihnen in der Anlage unsere Untersuchungsergebnisse über Eigenschaften des im Schweitzerofen in Matsingen erzeugten Schieferöles mit.

Es zeigt sich, daß das im Schweitzerofen erzeugte Öl mit dem in Estland erzeugten Schieferöl weitgehend übereinstimmt.

Beiliegend:

Anlage:

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Kontinentale Öl Aktiengesellschaft

Berlin-Charlottenburg,
Kaiserdamm 34.

96588

Schweißöl aus estnischen Schiefer.

100000037

Wassergehalt	%	1,0
Benzolunlösliches	%	0,4
Asche i. Gz.	%	0,04
Asphalt	%	1,5
Paraffin n. Halde	%	Spur
% C		82,35
% H		9,65
% O		7,24
% N		0,16
% S		0,60
g H/100 g O		11,72
spez. Gewicht b. 50°C		0,974
°C Viskosität b. 50°C		5,2
Steckpunkt	°C	-28
Siedekurve, Beg.	°C	174
% - 200°C		1,6
% - 225 "		4,8
% - 250 "		8,2
% - 275 "		14,8
% - 300 "		20,4
% - 325 "		27,1
% - 350 "		40,0

Mit Kolonne zerlegt

in % Benzin - 185°C		1,8
in % Mittelöl - 325°C		27,7
in % Rückstand >325°C		70,4

Vom Benzin:

spez. Gewicht		0,615
A.P.		- 3

Vom Mittelöl:

spez. Gewicht		0,913
Phenolgehalt %		18,0

entphenoliert:

spez. Gewicht		0,874
Anflinpunkt		11,6
Ungef. KW.		37,0

von Fraktion 210-230°C	0,850	AP. 5,2
240-270 "	0,867	12,6
280-310 "	0,891	12,5

vom Schweröl

(Ru. >325°C)

spez. Gew. v. 50°C		1,023
Vak.-Kurve bei 15 mm Hg		
% - 225°C		6,6
% - 275 "		37,0
% - 325 "		68,8

% Rückstand

von Fraktion spez. Gew. bei		
-225°C 20°C		1,003
225-275 " 40 "		0,997
275-325 " 60 "		1,023
Ru. 120 "		1,028

100000038

H. F. W. H. G. L. e

Hochdruckversuche
Lu 1

8. Oktober 1943 Bk/Kl

Aktennotiz

Ferngespräch mit Dr. Kaufmann, I.G. Griesheim
am 8.10.1943, betreffend Trocknung von Schiefer-
konzentraten

Die I.G. Griesheim hat mit Brief vom 30.9.1943 mitgeteilt, daß der geplante Flotationsversuch mit estnischem Olschiefer in Untereschbach (bei Köln) gesichert sei. Die Frage des Trockners sei noch ungeklärt und müsse beschleunigt behandelt werden. Dr. Kaufmann wurde von mir telefonisch über den derzeitigen Stand der Frage des Trockners wie folgt informiert: Bitterfeld hat mitgeteilt, daß die beiden von uns in Aussicht genommenen Böttner-Trockner bereits anderweitig vergeben seien. Der in der Kohlemahlanlage Lu 92 stehende Röhrentrockner ist für 20 tato Durchsatz nicht ausreichend und kommt auch deshalb nicht in Frage, weil er für die Kohlevorbereitung bei den Versuchen Dr. Böh. gebraucht wird. Außerdem müßte er voraussichtlich mit einem für ein Gut von 25 - 35 % Wassergehalt passenden Zuteiler versehen werden. Die Versuche mit dem Böttner-Trockner und Trommel-Trockner der Versuchsgruppe Lu haben gute Resultate (1 % Wassergehalt des Trockengutes) erzielt. Der Durchsatz des Trommel-Trockners ist bisher klein (2,5 kg/m²/h), kann aber durch einige Änderungen wahrscheinlich auf das Doppelte gebracht werden. Der Neubau eines solchen Trommel-Trockners kann bis zu dem geplanten Beginn der Flotationsversuche (Beginn 1944) nicht ausgeführt werden, er würde 9 - 12 Monate erfordern.

Mit Dr. Kaufmann wurde folgendes vereinbart: Ludwigshafen versucht nochmals, durch Rundschreiben bzw. Inserat einen Trockner für 20 tato zu finden. Außerdem wird von uns nochmals an die Firma Böttner in Uerdingen und die Firma Haas in Lennep (mit dieser Firma hat Griesheim bereits Verbindung aufgenommen) herangetreten werden. Die Versuche mit dem Trommel-Trockner werden von der Versuchsgruppe Lu vervollständigt. Falls ein Trommel-Trockner gebaut werden müßte, wird die Versuchsgruppe Ludwigshafen bzw. die Hochdruckversuche die Konstruktionsunterlagen liefern. Bezüglich Eisenbedarf und Dringlichkeitsstufe würde Griesheim im gegebenen Fall dann an die Kontinentale Öl A.G. herantreten. Auf Wunsch von Dr. Kaufmann wird das Telefongespräch schriftlich nach Griesheim bestätigt werden. Dr. Kaufmann wird demnächst nach Untereschbach fahren, die Anlage besichtigen und uns über die dortigen Möglichkeiten (bezüglich Energie, Dampf etc.) unterrichten.

gez. Rank

I.G. Griesheim

100000039

J. Müller

Anorgan. Abt.
Dr. Kfm./H.
Bericht-Nr. 860
Ölschiefer.

30.9.43

P/Lu 1

11.10.1943 Rk/K1

Wir bestätigen den Empfang Ihrer Nachricht vom 30.9.1943, in der Sie uns mitteilten, daß der Flotationsversuch mit estnischen Ölschiefer in Untereschbach gesichert sei, die Frage der Trocknung jedoch noch offen stehe.

In einem Ferngespräch am 8.10.43 zwischen Ihrem Herrn Dr. Kaufmann und unserem Herrn Dr. Rank wurde Herrn Dr. Kaufmann mitgeteilt, daß die von uns über die Firma Büttner bei I.G. Bitterfeld ausfindig gemachten beiden Trockner bereits anderweitig vergeben seien. Der Trockner in der Kohlemahlanlage Ludwigshafen ist zu klein und wird für eigene Versuche gebraucht.

Die Kleinversuche zur Trocknung von Schieferflotat in Ludwigshafen mit einem Büttner Trockner und einem Trommel Trockner haben bis jetzt gute Resultate gezeigt.

Es wurde mit Herrn Dr. Kaufmann vereinbart, daß Ludwigshafen nochmals versuchen wird, über den Weg eines Inserates bzw. über neuerlichen Anfragen bei Büttner und anderen einschlägigen Firmen einen Trockner für 20 tato Leistung zu beschaffen. Die Kleinversuche mit dem Trommel Trockner werden fortgesetzt, damit für den als letzten Ausweg in Frage kommenden Neubau eines solchen Trockners Unterlagen geschaffen werden. Falls ein solcher Trockner gebaut werden müßte, könnte der vorgesehene Beginn der Versuche zu Anfang 1944 nicht eingehalten werden. Es wird sich empfehlen, sich wegen der Trocknung nochmals mit der Kontinentalen Öl in Verbindung zu setzen, auf jeden Fall sollte sie bei der Beschaffung von Eisen bzw. der für die Herstellung des Trockners benötigten Dränglichkeitsstufe eingeschaltet werden.

Über den weiteren Erfolg unserer Bemühungen werden wir Sie zu gegebener Zeit unterrichten.

Heil Hitler!

Handwritten notes:
Kaufmann
Mr. Dr. Rank
Kaufmann
Kaufmann
25.05.46.10
AMM