

Der Beauftragte für den Vierjahresplan

Der Generalbevollmächtigte
für Sonderfragen der chemischen Erzeugung

Zeichen: Minöl P, Dr. Alt./Bö

Tgb.-Nr.: 5571/43 g.

Bezug:

Betr.: Bitumenvorkommen Bastennes

70587

Berlin W 9, den 23.7.43

Saarlandstraße 128

Fernsprecher: 12 00 48 (Hausapparat 188)

Fernschreiber: 01 - 11 13

Drahtschlüssel: Sebedjem

An die

I.G. Farbenindustrie A.G.

z.Hd. Herrn Dir. Dr. Pier

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

24/8
Geheim!

Anliegenden Vorgang übermittle ich
Ihnen mit der Bitte um Stellungnahme und Rückgabe.

Sollten Sie von dem Bericht des
Zentrallaboratoriums Paris Lichtbilder anfertigen, so wäre ich für
Überlassung einer Ausfertigung dankbar.

Anlagen: 16 Blatt

Heil Hitler!

Im Auftrage

W. Klepeler

4 24/8
25. Juli 1943

595 A

Der Bericht des Marinegruppenkommandos West, Chem. Techn. Zentral-Laboratorium Paris, habe ich Kenntnis genommen.

- Verteiler
1. Original
 2. Zentrallabor. Paris
 3. Prof. Krauch/Dr. Ritter
 4. Dir. Dr. Pier
 5. Minol P
 6. Tageshefter

70588
23.7.43

Minol P Dr. Alt/B8
5571/43

Bitumenvorkommen Bastennes

Geheim!

An das
Oberkommando der Kriegsmarine
z. Hd. Herrn Min. Rat Dr. Janssen
Berlin W 35
Tirpitzufer 12/76

Von dem Bericht des Marinegruppenkommandos West, Chem. Techn. Zentral-Laboratorium Paris, habe ich Kenntnis genommen.

Der Bericht kommt zu dem Schluss, daß durch Schmelzung ein brauchbares Marineheizöl hergestellt werden kann, wobei im 2 kg-Versuch rd. 11 % Ausbeute an Heizöl erhalten wurden (S.7 unten).

Der Asphalt sand neigt lt. Seite 1 des Berichtes zum Schmelzen und Sintern. Diese Eigenschaft dürfte bei Verarbeitung großer Mengen erhebliche Schwierigkeiten bereiten, denn das Austragen von Koks aus einer Schmelzretorte (S.4 des Berichtes, Abs.2) wird im Betrieb nicht tragbar sein.

Es wäre zweckmäßig, eine Anreicherung des Bitumens zu versuchen. Soweit mir bekannt, sind in Spanien mit einem Rohstoff ähnlicher Beschaffenheit erfolgreiche Versuche unternommen worden, lediglich durch Behandlung mit heißem Wasser den Sand weitgehend abzutrennen. Es würde dies dem Verfahren zur Aufarbeitung von Ölsanden entsprechen, wie es an einer Stelle im Gebiet Hannover durchgeführt wird.

Ein so angereichertes Bitumen dürfte sich leichter verarbeiten, z.B. verkoken, lassen.

Ich habe den Bericht des Laboratoriums Paris an Herrn Dir. Dr. Pier mit der Bitte um Auskunft übermittelt, ob für die Aufarbeitung des Bitumens von der I.G. Farbenindustrie Vorschläge gemacht werden können. Nach Vorliegen dieser Äußerung werde ich Ihnen den Bericht zurückgeben.

Ein Doppel dieses Schreibens lege ich mit der Bitte um Weitergabe an das Zentrallaboratorium Paris bei.

Heil Hitler!
Im Auftrage

gez. Dr. Altpeter

GeheimÖlgewinnung aus dem Asphalt sand des Bitumenvorkommens
Bastennes (Südostfrankreich, Departement Les Landes)

Zwei Verfahren kommen zur Gewinnung von Öl aus dem Bitumen des Asphalt sandes in Betracht, die Schwelung und die Extraktion.

1. Schwelung.

Für die Schwelung des Asphalt sandes kommt nur der Kammerofen, bzw. Drehrohrofen (Kugelofen) mit indirekter Beheizung in Frage. Die Spülgasverfahren mit direkter Beheizung scheiden wegen des Erweichens und Schmelzens des Bitumens beim Erwärmen aus.

Die Schwelausbeute beträgt im Mittel ca. 11 %, bezogen auf eingesetzten Asphalt sand, bzw. ca. 50% vom aus dem Asphalt sand extrahierbaren Bitumen. Die anfallenden Teere wären nach den bekannten Teeraufbereitungsverfahren weiter zu behandeln.

2. Extraktion.

Durch Extraktion des Bitumengesteins mit Benzol (Chloroform, Schwefelkohlenstoff) werden im Mittel 22% Bitumen gewonnen. Der aschefreie Extrakt kommt als Ausgangsprodukt für die Elektrodenkokerherstellung in Frage. Die Verschwelung des Bitumens ergab nachstehende Ausbeute:

44 % Teer
51,7 % Reinkoks.

Nach diesem Verfahren wird nahezu das gesamte Bitumen des Asphalt sandes in veräderte Produkte übergeführt. Auch für die hydrieremässige Verarbeitung kommt das isolierte Bitumen in Frage.

Zweckmässig wäre es, wenn wir eine grössere Probe des Asphalt sandes (ca. 2 - 3 to) erhalten könnten, um geeignete Versuche mit dem Material durchführen zu können.

4275
1/1

Oberkommando der Kriegsmarine

70580-

Berlin W 35, den 6. Juli 1943
Stempelkoffer 72/76
Fernsprecher: Ortsverkehr 21 82 81
Fernverkehr 21 83 81

SKL Qu A III N IVA 9391/43 geh.

(Bitte in der Zusammenfassenden Geschäftsverteilung,
des Datums und kurzen Inhalts angeben.)

An den

Beauftragten für den Vierjahresplan
Generalbevollmächtigten für Sonderfragen
der chemischen Erzeugung,

Berlin W 9
Saarlandstr. 128

Betr.: Bitumenvorkommen Bastennes.

Ohne Vorgang.

Unter Bezugnahme auf die fernmündliche Besprechung mit
Herrn Reg.Dir. Dr. Altpeter wird als Anlage mit der Bitte um
Rückgabe ein Untersuchungsbericht über Schwelversuche mit bitumen=
haltigem Gestein aus Bastennes zur Kenntnisnahme übersandt.

Nach Mitteilung des Marinegruppenkommandos West hat der
Beauftragte für die Erdölförderung und -Gewinnung unter dem 16.
6.43 die Organisation Todt-Einsatzgruppe West mit Aufschließen=
arbeiten der Lagerstätte von Bastennes beauftragt. Es wird daher
davon abgesehen, eine grössere Ölsandprobe Prof. Heinze seitens
der Marine zuzuleiten und vorgeschlagen, die Probe von dort aus
anzufordern.

Im Auftrage
gez. Dr. Janßen



Beglaubigt
Medien
Angestellte

598 A

4273

Paris, den 11. Juni 1943

Bericht über Ölgewinnung aus Naturasphalt.
- Vorkommen Bastennes (Südfrankreich) -

I.) Vorkommen.

In der Gegend von Bastennes, einem kleinen südfranzös. Ort ca. 20 km west-südwestlich von Dax, ist ein Naturasphaltvorkommen festgestellt worden, aus dem schon vor über 100 Jahren durch die einheimische Bevölkerung erdölähnliches Material gewonnen u. zu Heil- Brennzwecken usw. verwendet wurde. Die Gewinnung war so weit vorgetrieben, daß um 1860 herum sogar eine kleine Ölraffinerie in Betrieb war, die jedoch später infolge der internationalen Ölkonzurrenz stillgelegt und abgebaut werden mußte.

Die Gewinnung des Naturasphaltes ist verhältnismäßig einfach, da er zum Teil zutage tritt bzw. dicht unter der Erdoberfläche liegt. Durch Abraum der verhältnismäßig schwachen Humusschicht kann das Material im Tagebau abgebaut und der Verarbeitung zugeführt werden.

II.) Das Material.

Das Material ist eine schwarze, im Bruch glänzende Masse, die sich klebrig anfühlt. Es handelt sich um einen Asphaltensand, d.h., ein mit Bitumen vermischter Seesand. Der Asphaltensand ist hart und läßt sich mit einem Hammer in Stücke schlagen. Aufeinander geschichtete Stücke kleben nach kurzer Zeit wieder zu einer festen Masse zusammen. Beim Erwärmen schmilzt das Bitumen und die Masse sintert zusammen. Bei stärkerem Erhitzen entweichen gelbe Dämpfe, die sich leicht entzünden und reichliche Mengen Schwefelwasserstoffgas. Mit offener Flamme erhitzt, brennt der Asphaltensand unter Zusammenbacken zu einer festen schwarzen Masse ab.

Zur Gewinnung des reinen Bitumens wird der Naturasphalt mit Schwefelkohlenstoff, Chloroform oder Benzol extrahiert. Nach der Extraktion hinterbleibt reiner Seesand.

Zur Untersuchung gelangten 2 Asphaltensandproben aus Bastennes, die die Bezeichnung Vorkommen I) und Vorkommen II) tragen.

Vorkommen I.

599 A

Durch Extraktion mit Benzol werden 23,8% Bitumen isoliert. Nach Abdampfen des Benzols hinterbleibt das Bitumen als feste, schwarze Masse. Der mineralische Anteil ist ein hellgrauer, feiner Seesand

70592

von ungefähr gleicher Korngröße.

Vorkommen II.

Der benzollösliche Anteil beträgt 20,4%. Der unlösliche Rückstand ist ein grober, hellgrauer Seesand, der mit kleinen Steinen durchsetzt ist. Mit synthetischem Benzol lassen sich 17,7% organische Anteile extrahieren. Der zurückbleibende Sand ist durch unlösliche Hartasphaltanteile schwarzgrau gefärbt.

Andere zur Untersuchung gelangte Proben enthielten wechselnde Mengen Bitumen. Der mineralische Anteil war zum Teil Sand, Kalk, Muscheln und andere aus dem Meer stammende Anteile.

III. Das Bitumen.

Das Bitumen, das durch Extraktion mit Benzol gewonnen wird, und nach dem Abtreiben des Lösungsmittels hinterbleibt, ist eine schwarze, glänzende, bei Zimmertemperatur feste Masse, die durch Erwärmen leicht flüssig wird. Das Bitumen der Vorkommen I) u. II) ist weitgehendst gleich. Charakteristisch ist der hohe Schwefelgehalt von 4,5 - 5,5%.

Das reine isolierte Bitumen wurde einer trockenen Destillation unterworfen. Die Destillation wurde in einer Glasretorte vorgenommen, die mit freier Flamme erwärmt wurde. Die Schwelprodukte wurden in einer wassergekühlten Vorlage aufgefangen. Sehr leicht flüchtige Anteile, sowie Gase wurden nicht bestimmt.

Die Temperatur des Bitumens während der Destillation wurde vom Beginn der Gasentwicklung bei ca. 300° bis 550° gesteigert.

Es wurden kondensiert:	44,0%
Rückstand:	51,7%
Gas und flüchtige Anteile:	4,3%

Bei der Schwelung entstehen große Mengen Schwefelwasserstoff und übelriechende organische, leicht flüchtige Schwefelverbindungen. Das Destillat ist ein hellbraunes, dünnflüssiges Öl, mit unangenehmen Geruch nach Schwefelwasserstoff.

Analyse des Öles:

Aussehen:	blank
Farbe:	dunkelbraun
Flammpunkt DVM	39°C
Spez.Gewicht b.20°:	0,912
E ₅₀ :	1,35
E ₂₀ :	2,2
Schwefel:	2,8%

Die Schwelung des festen, harten Retortenrückstandes könnte noch etwas weitergetrieben werden und möglicherweise noch eine geringe Menge eines sehr sählüssigen Öles erhalten werden.

IV. Ölgewinnung durch Schwelung des Asphaltsandes.

Die Schwelung des Asphaltsandes wurde unter verschiedensten Bedingungen vorgenommen, einmal um die Veränderungen der Schwelprodukte unter den verschiedenen Versuchsbedingungen zu studieren, zum andern, um vom Laboratoriumversuch aus das Verfahren weiter zu entwickeln zu einer technisch im Großen durchführbaren Schwelung.

1.) Schwelung in der Retorte.

Material: Vorkommen II

Ausführung des Versuches: Der zerkleinerte Naturasphalt wurde in der im Sandbad eingebauten Retorte geschwelt. Das Öl wurde in einer wassergekühlten Vorlage kondensiert, Temperatur des Sandbades: 300 - 550°C. Schwelbeginn: etwa 300°C. Es destillieren zuerst Wasser und die leichtesten Anteile über. Das Öl wird beim Erhöhen der Temperatur gegen Ende der Schwelung immer zähflüssiger.

Ausbeute an Öl: 9,1%
Wasser: 2,0%

Das Öl ist braun, blank und hat einen Brennpunkt bei Zimmertemperatur. Das Wasser ist milchig weiß und setzt sich verhältnismäßig leicht ab. Die Trennung von Öl und Wasser ist nicht ganz klar. Leichte Anteile und Gas wurden nicht bestimmt.

2.) Destillation mit überhitztem Wasserdampf:

Material: Vorkommen II

Ausführung des Versuches: Das zerkleinerte Material wurde in einer tubulierten Glasretorte, die an einen Metallkühler angeschlossen war, im Sandbad erhitzt. Anfangstemperatur des Bades: 300°C. Durch den Tubus wurde zu Beginn 300°C heißer Wasserdampf eingeblasen. Die Temperaturen des Sandbades und des Wasserdampfes wurden bis 550°C gesteigert. Zuerst gehen ganz leichte Anteile über, dann schwerflüchtige und zuletzt ein bei Zimmertemperatur festes Öl.

Ausbeute an Öl: 10,2%
Aussehen: blank
Farbe: dunkelbraun, in der Aufsicht grün
Spez. Gewicht bei 20°: 0,970
Flammpunkt PM: 33°C
Geruch: Schwefelverbindungen

Der Schwelrückstand ist fest zusammengebacken, er ist schwarz und hart.

3.) Schwelung in einem Laboratoriums-Schwehofen.

500 A

Material: Vorkommen II

Ausführung des Versuches: Es wurde aus Stahlblech ein Topf mit einem Fassungsvermögen von 2 kg Asphaltsand gebaut. Mit Asbestdichtung wurde ein Deckel aufgeschraubt, der einen Thermometerstutzen zum Messen der Temperatur im Innern des Topfes trug und

das schräg nach unten gebogene Rohr zum Abziehen der Schwelprodukte. Das Abgasrohr war mit Asbest isoliert. Die Retorte wurde in einen Schamotte-Ofen eingebaut. Die Heizung erfolgte mit Gas. Zur Vermeidung von örtlichen Überhitzungen wurde die Retorte gegen die Flammen mit Asbest isoliert. Das Öl wurde in zwei hintereinandergeschalteten, wassergekühlten Vorlagen kondensiert. Die brennbaren Gase wurden in einem Brenner verbrannt.

Die Schweldauer betrug für einen Ansatz von 2 kg Naturasphalt 2 - 5 Std. Die Schwelung ist nach 2 Std. beendet. Versuche, durch langsames Schwelen eine bessere Ausbeute zu erhalten, waren negativ. Die ersten Schwelprodukte werden erhalten bei einer Temperatur im Innern der Retorte von etwa 300°C. Die Schwelung ist beendet bei 550° Retortentemperatur. Der in der Retorte verbleibende Schwelrückstand ist fest zusammengebacken und muß herausgebroschen werden. Die Ausbeute an Öl beträgt durchschnittlich: 11%

Wasser: ca. 1,5%
Nicht kondensierte Anteile: ca. 2,0%

Das Öl zeigt folgende Analysendaten:

Farbe:	rothbraun, in der Aufsicht grün
Spez. Gewicht:	0,970 - 0,980
Brennpunkt:	Zimmertemperatur
Viskosität bei 20°C:	5 - 15 B
Schwefel:	3,3 - 4,5%
Oberer Heizwert:	10240 cal/gr
Siedeanalyse:	
Normaldruck:	bis 100° ca. 1% farblos
	100 - 250° ca. 12% braun, dünnflüssig
	250 - 320° " 15% " "
7 mm Hg	140 - 200° " 12% " dickflüssig
	200 - 250° " 21% " sähflüssig
	250 - 300° " 19% " sehr sähflüssig
	Rückstand: " 20% braunschwarz, fest

Dieses Öl wäre auf Grund des Heizwertes und der Viskosität als Marine-Heizöl geeignet. Der niedrige Flammpunkt spricht allerdings dagegen. Das Öl muß vor der Verwendung als Heizöl abgetoppt werden. Um in einem Arbeitsgang bei der Schwelung gleich ein einatzfähiges Öl zu erhalten, wurden die folgenden Versuche ausgeführt.

4.) Versuch Nr. 5

Die Versuchsanordnung ist die gleiche, wie unter 3) beschrieben.
Material: Vorkommen II
Versuchsdauer: 2 Std.

601 A

Es war anzunehmen, daß bei der Schwelung zuerst die leicht flüchtigen Anteile abdestillieren. Wenn also, nachdem ein Teil der Schwelprodukte abdestilliert war, die Vorlage gewechselt würde,

so hätte man gleich zu einem geeigneten Öl kommen müssen. Außerdem wäre das Öl dann schon wasserfrei.

Es wurde also, nachdem die Temperatur in der Retorte auf 325°C gestiegen war, die Vorlage gewechselt und die nächste Fraktion getrennt aufgefangen.

Durch diese Operation wird das Ziel, sofort ein Öl zu erhalten, das einen genügend hohen Flamm- und Brennpunkt besitzt, nicht erreicht. Beide Fraktionen haben einen Brennpunkt bei Zimmertemperatur. Außerdem wird das Wasser während der Gesamtdauer der Schwelung durch Spaltung gebildet.

5.) Versuch Nr. 9 und 10

Verfahren zur direkten Gewinnung von Heizöl I:

Material: Vorkommen I

Es wurde bei diesen Versuchen angestrebt, in einem, technisch möglichen, Arbeitsgang die Schwelprodukte soweit abzutoppen, daß ein wasserfreies Heizöl erhalten wird, mit einem Flamm- und Brennpunkt über 85°C .

Versuchsordnung: Die Schwelung wurde in der Eisenretorte im Laboratoriums-Schelofen vorgenommen. Das mit Asbest isolierte Geistrohr der Retorte wurde in eine ebenfalls isolierte Vorlage mit 2 Ansatzstutzen geführt, die im Sandbad auf 140°C erwärmt wurde. Auf dem 2. Hals der Vorlage wurde ein Stripper aufgesetzt. Der der Technik nachgebildete Stripper bestand aus einer mehrbödigen Kolonne, die von einem wärmeisolierten Stahlmantel umgeben war und durch Heißluft auf $80 - 85^{\circ}\text{C}$ erwärmt wurde. Die den Stripper passierenden Gase wurden dann in einem langen Kühler durch Wasserkühlung kondensiert. Die nicht kondensierten Anteile wurden dann durch einen auf $- 70^{\circ}\text{C}$ gekühlten Schlangenkühler geleitet. Die dann noch gasförmigen Anteile wurden in einem Gasometer über Wasser gesammelt. Die Temperatur in der Retorte wurde von 300 bis 550° gesteigert.

Als Ergebnis der Schwelung werden 4 verschiedene Produkte erhalten:

- a) Ein wasserfreies Öl in der 1. Vorlage,
- b) Wasser- und wasserdampf- flüchtige Öle in der 2. Vorlage,
- c) sehr tief siedende Kohlenwasserstoffe,
- d) brennbare Gase.

Zu a) Das wasserfreie Öl in der 1. Vorlage ergab folgende Analysenwerte:

Versuch 9

Versuch 10

Aussehen:	blank, durchsichtig	
Farbe:	dunkelbraun, in der Aufsicht grün	
Spez.Gewicht b. 20°:	0,974	0,981
Flammpunkt DVM :	116°	115°
E ₅₀	3,7	3,9
E ₂₀	23,3	26,0
Schwefel:	3,3%	4,3%
Hartasphalt:	0,12%	0,12%
Kälteverhalten:	- 12° fließend	- 12° fließend

Das Öl ist ein einwandfreies Heizöl, das dem mexikanischen Heizöl in Bezug auf Analysendaten und Heizwert nahe steht. Es ist jedoch wegen der zu hohen Viskosität nicht als Heizöl I zu bezeichnen, ist jedoch ohne weiteres mischbar mit den bei der Marine gebräuchlichen Heizölen. Ausscheidungen treten nicht auf.

Besonders leicht ist das Öl mit VFT-Öl mischbar.

Mischung: Heizöl : VFT - Öl = 55 : 45

	VFT-Öl	Heizöl	Mischung
D ₂₀	1,090	0,974	0,995
E ₅₀	1,5	3,7	2,1
E ₂₀	3,0	23,3	7,6

Die Mischung des durch Schwelung erhaltenen Öles mit VFT-Öl stellt ein einwandfreies Marine-Heizöl I dar.

Zu b) Wasserdampf-flüchtige Leichtöle und Wasser:

Das Wasser scheidet sich schnell und gut vom Öl ab. Es ist milchig weiß getrübt und enthält Ammonsalze und Schwefelwasserstoff.

Das Leichtöl hat ein spez.Gewicht bei 20° von 0,830. Es riecht stark nach Schwefelwasserstoff. Der Brennpunkt liegt bei Zimmertemperatur.

Destillation des Leichtöles:

Es werden bei der Destillation 3 Fraktionen erhalten:

- 1.) 35° - 175° Rohbenzin 50%
- 2.) 175° - 325° Treiböl 35%
- 3.) Rückstand: Heizöl 15%

Zu 1) Das Benzin ist eine leichtbewegliche, gelbe Flüssigkeit, mit starkem Geruch nach Schwefelverbindungen. Das spez.Gewicht bei 15° ist 0,760. Brennpunkt: Zimmertemperatur.

Es kann mit konz.Schwefelsäure raffiniert werden. Der Raffinationsverlust beträgt etwa 45%. Das Raffinat ist farblos, das spez.Gewicht bei 15° ist 0,770. Der Geruch ist ähnlich dem reinen Petroläther aus natürlichem Rohöl.

Zu 2) Die Treibölfraction gibt folgende Analysenwerte:

Aussehen:	blank	
Farbe:	braunrot	
D ₁₅ :	0,860	
Flammpunkt DVM:	87°C	
Flammpunkt FM:	72°C	
Schwefel:	1,65%	
Siedeanalyse:		
Siedebeginn:	185°	
Es destillieren bis:	200°	9%
	225°	46%
	250°	71%
	275°	83%
	300°	93%
	325°	98%
Siedsende:	325°	Rückstand ölig.

Zu 3) Der Rückstand, der bei der Destillation des Treiböles hinterbleibt, ist ein Heizöl ~~xxx~~ ~~xx~~ mit einem spez. Gewicht von ca. 0,900 und einer Viskosität von etwa 20 E° bei 20°C.

Zu c) Die sich bei tiefer Temperatur kondensierenden Anteile stellen ein sehr niedrig siedendes Benzin dar, mit starkem Geruch nach Schwefelwasserstoff. Die Farbe ist schwachgelb, das spez. Gewicht bei 15° ist 0,685.

Zu d) Die in Gasometer gesammelten Gase sind leicht brennbar. Sie brennen mit leuchtender Flamme. Es handelt sich um die bei der Krackung des Oles entstehenden leichten Kohlenwasserstoffe, die viel Schwefelwasserstoffgas enthalten.

Zusammenstellung der Ausbeute bei Versuch 10)

Gewichtsverlust des Asphaltes bei der Schwelung:	15%
Gesamtöl und Wasser:	14,1%
Heizöl:	11,0%
Leichtöl:	1,3%
Wasser:	1,1%
Petroläther:	0,7%
Gase:	0,9%

6.) Versuch Nr. 16

Material: Vorkommen II

Die Versuchsanordnung ist die gleiche, wie unter Nr. 5).

Statt der kleinen Retorte wurde eine Retorte aus Stahlblech mit einem Fassungsvermögen von 4,5 kg verwendet. Die Temperaturen wurden vom Schmelzbeginn bei 300° im Verlauf von 1/2 Std. auf 550° gesteigert. Gesamtdauer der Schmelzung: 3 Std. Die Hauptmenge des Öles destilliert bei 400°.

Die durch Wasserkühlung nicht kondensierbaren Anteile wurden nicht mehr durch Tyfeskühlung isoliert, sondern in Anlehnung an den großtechnischen Betrieb durch Öl aus den Abgasen ausgewaschen. Zu diesem Zwecke wurde hinter den Stripper eine Gaswaschanlage gebaut. Die Anlage war wie folgt konstruiert: Aus einer Wulff'schen Flasche, auf der, eine 3/4 m hohe mit Raschigringen gefüllte Kolonne aufgebaut war, wurde mit Hilfe einer kleinen elektrischen Pumpe ein leichtes Spindelöl über die Kolonne gepumpt. Das Gas trat unten in die Wulff'sche Flasche ein, strömte gegen das von oben durch die Kolonne rieselnde Öl und konnte, nachdem die leichten Anteile ausgewaschen waren, am oberen Ende der Kolonne ausströmen. Das Gas wurde im Gasometer gesammelt bzw. verbrannt.

Die Auswaschung der leichten Anteile mit Öl hat sich im Laboratoriumsversuch bewährt.

Die Ausbeute bei der Schmelzung betrug:

	Gewichtsabnahme des Asphaltsandes:	13,0%
	Gesamtöl und Wasser:	11,5%
davon:	Heizöl:	8,5%
	Wasser:	1,0%
	Leichtöl:	1,2%
	Petroläther: (in Öl gelöst)	0,7%
	Gase:	1,8%

7.) Versuch Nr. 19

Material: Vorkommen III

Die Versuchsanordnung ist die gleiche, wie unter Nr. 6). Das Öl wurde durch höhere Temperatur der 1. Vorlage und des Strippers stärker abgetoppt, da es für die folgende Destillation möglichst wenig Leichtprodukte enthalten sollte.

Temperatur des Sandbades der Vorlage:
Äußere Manteltemperatur des Strippers:

175°C
95°C

Die Ausbeuten bei der Schwelung betragen:

Gewichtsabnahme des Asphaltandes:	13,3%
Gesamtöl und Wasser:	11,5%
davon: Heizöl (abgetoppt) :	8,2%
Wasser:	1,2%
Leichtöl:	1,6%
Petroläther:	0,5%
Gase:	1,8%

Analyse des abgetoppten Öles:

Ansehen:	blank
Farbe:	rotbraun
D ₂₀ :	0,997
Flammpunkt DVM :	138°
E ₅₀ :	5,58
E ₂₀ :	48,4
Schwefel:	4,3%

V) Destillation und Refinement.

Das gute Aussehen des abgetoppten Rohöles ließ erwarten, daß durch Destillation und anschließende Refinement der Destillate Spindel - und Schmieröle erhalten werden könnten, wenn auch wegen des hohen Schwefelgehaltes Bedenken für die Qualität der zu erwartenden Schmieröle bestanden. Es wurden Destillationen der gesammelten, abgetoppten Öle durchgeführt und 5 verschiedene Fraktionen aufgefangen.

Druck bei der Destillation: 7 mm Quecksilbersäule.

		a)	b)
	Temperaturen:	Ausbeute	Ausbeute
1.)	- 120°	2,3%	5,4%
2.)	120 - 170°	10,7%	10,9%
3.)	170 - 220°	21,4%	19,1%
4.)	220 - 270°	28,4%	31,0%
5.)	270 - 300°	17,5%	12,4%
6.)	Rückstand:	19,8%	18,2%

Die einzelnen Fraktionen entsprechen bei der Rohöldestillation ungefähr folgenden Ölen:

- 1.) Leichtes Spindelöl
- 2.) Schweres Spindelöl
- 3.) Maschinenöl
- 4.) Motoröl
- 5.) Zylinderöl
- 6.) Pech oder Bitumen

1.) Leichtes Spindelöl:

Ansehen:	blank
Farbe:	gelb
D ₁₅ :	0,810
E ₂₀ :	1,5
Schwefel:	1,5%

603 AAA

2.) Schweres Spindelöl:

Das Öl ist braun, blank, besitzt starken Geruch

nach Schwefelwasserstoff und hat ein spez. Gewicht von 0,885.

Raffination des Öles:

Die Raffination des Öles ist verlustreich. Das Säureharz setzt sich gut ab und hat eine tief dunkelgrüne Farbe.

	<u>Verlust:</u>
3,5% Schwefelsäure	5,6%
1% Kalk und 6% Erde	<u>8,3%</u>
Gesamtverlust:	13,9%

Analyse des Raffinates:

Aussehen:	blank
Farbe:	hellgelb
D ₂₀ :	0,887
E ₅₀ :	1,4
E ₂₀ :	2,1
Flammpunkt DVM:	105°
Schwefel:	3,06%

Das Öl ist löslich in einer Mischung gleicher Teile Alkohol und Benzol. Durch Nachraffination erhält man ein schwach hellgelb gefärbtes Produkt.

3.) Maschinenöl:

Das Destillat ist blank, dunkelbraun und hat ein spez. Gewicht bei 20° von 0,932.

Raffination des Öles:

	<u>Verlust:</u>
3,5% Schwefelsäure	6,3%
1% Kalk und 5% Erde	<u>5,8%</u>
Gesamtverlust:	12,1%

Analyse des Raffinates:

Aussehen:	blank
Farbe:	goldgelb
D ₂₀ :	0,932
E ₁₀₀ :	1,2
E ₈₀ :	1,35
E ₅₀ :	1,8
E ₂₀ :	4,9
Flammpunkt DVM :	151°
Schwefel:	3,66%

Bemerkenswert ist das Verhalten dieser Öle gegen konzentrierte Schwefelsäure. Die anfangs violett-schwarzen Säureharze sind nach eintägigem Stehen dunkelgrün. Das von den Harzen abgesehene Öl ist ebenfalls dunkelgrün. Beim Behandeln mit Kalk wird das Öl hellgelb. Nach Zusatz von Bleicherde wird aus dem hellgelben Öl ein dunkelgrüner Farbstoff absorbiert, der von der Erde nicht ablösbar ist. Die Neutralisationszahl dieser Öle ist trotz des verwendeten Kalküberschusses sehr hoch. Mit Alkaliblaufarbstoff als Indikator kann die Neutralisationszahl nicht bestimmt werden, da der Farbstoff durch das Öl zerstört wird. Das Öl ist in dem zur Bestimmung der Neutralisationszahl verwendeten Gemisch von Benzol-Alkohol klar löslich im Gegensatz zu den normalen Mineralölen.

4.) Motorenöl:

Analyse des Destillates:

Aussehen:	blank
Farbe:	rotbraun
D ₂₀ :	0,977
Schwefel:	4,15%

Raffination des Öles:

Bei der Raffination des Motorenöles werden die gleichen Beobachtungen gemacht, wie beim Maschinenöl.

	<u>Verlust:</u>
4,5% Schwefelsäure	16,0%
1% Kalk und 9% Erde	11,0%
Gesamtverlust:	27,0%

Analyse des Raffinates:

Aussehen:	blank
Farbe:	hellbraun
D ₂₀ :	0,968
E ₁₀₀ :	1,75
E ₈₀ :	2,35
E ₅₀ :	7,2
E ₂₀ :	72,0
Flammpunkt DM:	199°
Schwefel:	3,86%
Schwefel :	3,70% (Nach Destillation über Kupferoxyd).

Um den ungewöhnlich hohen Schwefelgehalt des Schmieröles zu vermindern, wurde versucht, den Schwefel durch chemische Bindung zu entfernen. Es wurde in einem weiteren Ansatz das abgetroppte Rohöl mit Kupferoxyd - einem gebräuchlichen Mittel zur Entschwefelung der Öle - vermischt und destilliert. Die dabei angefallenen Destillate wurden ebenfalls raffiniert. Es wurden alle Öle vom schweren Spindelöl bis zum Zylinderöl stärker gesäuert und mit mehr Bleicherde behandelt. Die so erhaltenen Raffinate sind in der Farbe heller als die erst dargestellten Raffinate. Der Schwefelgehalt hat sich bei allen Proben nur ganz unwesentlich verändert. Beim Motorenöl von 3,86% auf 3,70%. Danach ist es also unmöglich, den Schwefel durch Vermischen des Öles mit Kupferoxyd und anschließender Destillation zu entfernen. Es sei denn, daß die Entschwefelung dadurch erreicht werden kann, daß man die Dämpfe im Vakuum über erhitztes Kupferoxyd leitet. Diese Versuche wurden im Zentrallaboratorium nicht durchgeführt, da die hierzu notwendigen Apparate bis jetzt nicht beschafft werden konnten. Auch im großtechnischen Betrieb wäre die Entschwefelung mit Kupferoxyd jetzt nur sehr schwer durchführbar, da Kupfer eine ausgesprochene Mangelware ist. Der Schwefelgehalt des Destillates beträgt 4,15%. Durch Säuren kann also ein Teil der schwefelhaltigen Verbindungen entfernt werden. Diese Methode ist aber zu verlustreich, da die Ausbeuten bei Anwendung hoher Säurekonzentrationen sehr gering werden und außerdem die Viskosität stark absinkt.

5.) Zylinderöl.

Das Destillat ist sehr zähflüssig, in dünner Schicht braun durchsichtig. Das spez. Gewicht beträgt bei 20° 1,040.

Raffination des Öles:

4,5% Schwefelsäure
 1% Kalk und 9% Erde
 Gesamtverlust:

Verlust:

15%
 13%
 28%

Analyse des Raffinates:

Aussehen:
 Farbe:
 Flammpunkt:DVM:
 D₂₀ :
 K₁₀₀ :
 Schwefel:

blank
 dunkelbraun
 235°
 1,027
 3,16
 4,9%

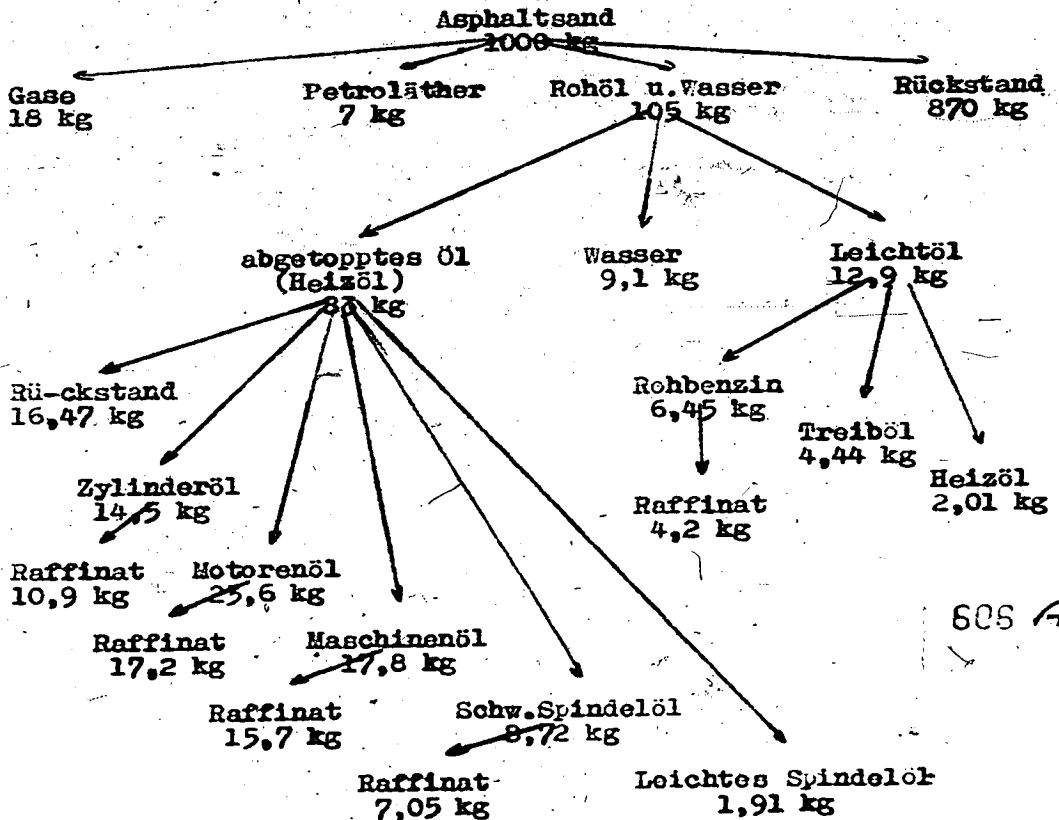
Der Schwefelgehalt steigt vom leichten Spindelöl bis zum Zylinderöl an. Daraus folgt, daß es sich dabei um sehr schwer flüchtige Schwefelverbindungen handelt, die sich in den hochsiedenden Ölfraktionen anreichern.

6.) Der Rückstand:

Der Destillationsrückstand ist bei Zimmertemperatur fest. Er hat bitumenartigen Charakter. Beim Erwärmen auf 100°C wird er dünnflüssig. Der Rückstand ist in synthetischem Treiböl löslich. Mit gleichem Volumen Treiböl erhält man ein bei Zimmertemperatur zähflüssiges Heizöl. In dem doppelten Volumen Treiböl gelöst, erhält man ein Öl, das der Viskosität nach einem Heizöl I entsprechen könnte.

VI.) Zusammenstellung der herstellbaren Produkte.

Bei der Schwelung erhält man bei einer vorausgesetzten Ausbeute von 13% flüchtiger Anteile aus dem Rohöl von 1000 kg = 1 to durch Destillation und Raffination folgende Produkte:



605 A

VII.) Bemerkungen:

Durch die Versuche und Untersuchungen wurde festgestellt, daß durch Schwelung des Asphaltandes von Bastamas Öl erhalten werden kann. Bei der Schwelung fallen neben dem wasserhaltigen Rohöl leichte Benzinkohlenwasserstoffe an, die in technischer Hinsicht ohne wesentliche Bedeutung sind und zweckmäßig mit den anfallenden brennbaren Gasen für die Heizung beim Schwelprozeß verwendet werden. Das erhaltene Roh-Schwelprodukt ist nicht ohne weiteres weder als Kraftstoff, Treiböl, noch Schmieröl einsetzbar.

Wird jedoch beim Schwelprozeß, wie unter IV), 5.) beschrieben ist, das anfallende Rohprodukt entsprechend behandelt, was parallel zur Schwelung mit einem Mindestaufwand an technischen Einrichtungen möglich ist, so kommt man zu einem Produkt, das ohne weiteres als Heizöl angesprochen werden kann, da es auf Grund seiner Analysendaten (siehe IV, 3) weitgehende Ähnlichkeit mit amerikanischem Heizöl hat. Der Schwefelgehalt von ca. 4% und die für Marine-Heizöl I etwas zu hohe Viskosität lassen sich durch Mischen des Heizöles mit VFF-Öl (siehe IV, 5, a) so ändern, daß das Heizöl als Marine-Heizöl I ohne weiteres verwendet werden kann. Die gestrippten Leichtöle (siehe IV, 5, b) können als Kraftstoff, noch besser als Beimischung zu Kraftstoffen für wenig empfindliche Dieselmotoren verwendet werden, jedoch wird auf den verhältnismäßig hohen Schwefelgehalt hingewiesen.

Die durchgeführten Versuche über Destillation und Raffination der angefallenen Destillate zeigen, wie aus der Zusammenstellung unter VI) ersichtlich ist, daß aus dem Schwelprodukt eine große Zahl verschiedener Betriebsstoffe erhalten werden können. Aus den Leichtölen werden Rohbenzin, Treiböl und Heizöl erhalten. Die Ausbeute an diesen Produkten ist gering und die Qualität derselben so minderwertig, daß eine Isolierung der Stoffe unrentabel ist.

Die aus dem gestrippten Rohöl zu erhaltenden Schmieröle zeigen nach der Raffination ein dem Auge gefälliges Aussehen, zeigen aber bei näherer chemischer Betrachtung, daß sie auf Grund ihres für Schmieröle ungewöhnlich hohen Schwefelgehaltes als Maschinenschmierstoffe unbrauchbar sind (Korrosionen). Aus der Zähigkeitskurve kann geschlossen werden, daß die Schmierfähigkeit der Öle zu wünschen übrig läßt. Auch die Raffinationsverluste

der Schmieröldestillate sind, wie unter V.) gezeigt wird, derart hoch, daß sich eine Aufarbeitung des schweren Schwelproduktes zu solch minderwertigen Schmierölen nicht lohnt. Z.B. müssen zur Gewinnung von 1 Faß (ca. 200 kg.) minderwertigem Motorenölraffinat 12 to (12 000 kg) Ausgangsmaterial verarbeitet werden, und für 1 Faß Benzinraffinat oder Treiböl sogar 47 to. Im übrigen sind für die Gewinnung von Schmierölraffinaten, Benzin und Treiböl große technische Anlagen erforderlich.

Abschließend kann auf Grund der Untersuchungsergebnisse gesagt werden, daß eine Ausbeutung des Naturasphaltvorkommens in Bastennes nur dann lohnenswert erscheint, wenn das anfallende Material auf Heizöl verarbeitet wird, was mit einem Aufwand von geringen technischen Einrichtungen möglich ist.

Ing. NZL

Harzig

ZL₁
J. Penney