

PRIS KR. 1.00.



# Norges Geologiske Undersøkelse

Nr. 111

## UNDERSØKELSER OVER BITUMINØSE KUL FRA SPITSBERGEN OG ANDØEN

AV

DR. J. GRAM

MED „ZUSAMMENFASSUNG“

**STATENS RAASTOFKOMITE  
PUBLIKATION Nr. 11**

KRISTIANIA 1922

I KOMMISSION HOS H. ASCHEHOUG & CO.

NORLANDOBANEN  
Parsel Sunnan - Grong

NORGES GEOLOGISKE UNDERSØKELSE Nr. 111

UNDERSØKELSER OVER  
BITUMINØSE KUL  
FRA SPITSBERGEN OG ANDØEN

AV  
DR. J. GRAM

MED „ZUSAMMENFASSUNG“

---

STATENS RAASTOFKOMITE  
PUBLIKATION Nr. 11

KRISTIANIA 1922  
I KOMMISSION HOS H. ASCHEHOUG & CO.

NORGES STATSBANER  
HOVEDSTYRET



**D**estillation av bituminøse raastoffer som oljeskifere, bituminøse brunkul, cannelkul, bogheadkul er en gammel og høit utviklet industri, ældre end petroleumsindustrien. Dens hovedprodukt er en raaolje, der staar den natarlige jordolje meget nær og kan raffineres til en flerhet av de samme produkter, som jordoljen gir.

Paa grund av oljenøden under verdenskrigen og den hensynsløse uttapping av de kjendte jordoljeforraad er interessen for andre oljereserver nu særdeles levende og de fleste stater sørger for at sikre sig forekomster av oljeskifere o. l. og ved forskningsarbeide at forbedre metodene og drage nye raastoffer ind i kredsen av de oljegivende.

Bekjendt er særlig undersøkelseerne ved »Kaiser Wilhelm Institut für Kohlenforschung«. Ved dette instituts arbeider er det særlig den olje (Urtheer kaldet), som almindelige gasrike stenkul og almindelige ikke bituminøse brunkul gir ved destillation ved lavere temperaturer, der har været indgaaende undersøkt. Tilsvarende undersøkelser i England har væsentlig behandlet de mere oljegivende cannelkul.<sup>1</sup> Den olje, som disse kul giver er saavel i mængde som i kvalitet væsentlig bedre end oljen fra vanlige stenkul og brunkul.

### 1. Laboratorie-arbeider.

Kings Bay kul. Ved at utføre endel kulanalyser for Kings Bay-grubeselskapet paa Spitsbergen fik jeg det bestemte indtryk, at disse kul var *cannelkul*, idet vandstofindholdet gik op

---

<sup>1</sup> A Treatise on British Mineral Oil T. Arthur Greene 1919.

i over 6 0/0 og koksutbytte og brændbar flygtig substans begge næsten var 50 0/0 beregnet paa ren kulsubstans. En foreløbig undersøkelse bekræftede dette og jeg fik dernæst i opdrag av Raastofkomiteen at foreta indgaaende destillationsforsøk ved Statsbanernes laboratorium, der av hovedstyret stilledes til raadighet for dette arbeide.

Da den destruksjon av kulmaterialet, der gir et raaoeldestillat, bestaaende av alifatisk kulvåndstoffer, helst bør foregaa mellem 400° og høist 600° og destillatet maa hindres i at spaltes videre til aromatiske kulvåndstoffer ved berøring med de varmere retortvægge, maatte retortsystemet vælges saaledes, at den skadelige overhetning blev mindst mulig. Ved »Kaiser Wilhelm Institut für Kohlenforschung« har man opnaadd dette ved at destillere i en langsomt roterende trommelformet retorte, ophetet ved en række gasblus og under gjennemledning av en dampstrøm. Ved rotationen kommer efterhaanden hele retortens indhold i berøring med de varme vægge, hvad der er meget heldigt, da jo kul leder varmen meget slet. Paa grund av retortens konstruksjon maa imidlertid destillatet føres ut gjennem retortens midtakse og saaledes dampene hæves endel. Den retorte, som jeg lot forarbeide til forsøkene var enklere i konstruksjon, diameteren var blot ca. 15 cm., den var ikke roterende og destillatet uttoges like ved retortens bund i frontplaten, dette er jo med held anvendt ved utvinding av trætjære i tjæremiler og skaaner meget de tunge tjærestoffer for destruksjon, idet de neppe behøver at gaa over i damp for at bortledes. Ophetningen foregik ved en omvikling av kromnikkeltraad med strøm fra lysledning og med indskutt reguleringsmotstand; i retortens anden ende var anbragt et rør for tilledning av damp, som dog senere erstattedes med lysgas. Retorten var omhyllet med isolerende diatomitsten. Destillationstiden for en charge av 1,6 kgr. var 4—5 timer, og temperaturen kunde ved motstandsreguleringen holdes særdeles jevn. Da destillatets tunge dele paa grund av parafingehalten blir ganske grøtet og kun meget vanskelig kan skilles fra destillationsvåndet blev de høiest kokende stoffer opfanget i et forlag der ved oljebad holdtes paa 130°, hvorefter våndet og de lettere oljer efter at ha passert en våndkjøler kondensertes sammen og var senere lette at skille. For at op-

fange de letteste destillater av bensinfraktionen anbragtes videre to høie taarne fyldt med pimpsten, hvorover en langsom strøm av høitkokende raffineret petroleum med flammepunkt  $120^{\circ}$  («*mineral colza*») sivede ned. Til fjernelse av gasens svovlvandstof anbragtes endnu et taarn med gasrensemasse, den ukondenserbare gas maales i et eksperimentalgasur i de forsøk, hvor ikke lysgas anvendtes som bærer for de tunge destillater, og brændtes tilslut i et avtræk. Det hele arrangement fungerde tilfredsstillende og gav samme sort destillat som den roterende retorte.

Raamaterialet var cannelkul fra Kings Bay Kulkompanis ene grube «*Advokaten*», hvorav ca. 100 kg. var stillet til disposition. Kullene viste ved analyse:

Vand	=	1,00	0/0		
Aske	=	18,00	»		
Kulsubstans	=	81,00	»		
Kulstof	=	63,49	»	= i vand og askefri kul	78,88
Vandstof	=	6,18	»	= —»— —»—	7,81
Svovl	=	4,50	»	= —»— —»—	5,56
Surstof, kvælstof	=	6,83	»	= —»— —»—	8,25
Koksutbyttet	=	56,70	»	= —»— —»—	47,77
Brændbar flygtig substans	=	42,30	»	= —»— —»—	52,23

Analysen viser typiske cannelkul med høi svovlgehalt, der for en del skyldes pyrit, dels ogsaa organisk bundet svovl. Det er kun den i surstof brændbare svovl, der er bestemt, ikke sulfatsvovl i mineralbestanddelene.

Da man av mange bituminøse brunkul kan ekstrahere raa parafin med bensol, forsøktes saadan ekstraktion. Den gav blot 3,8 0/0 og ikke parafin men asfaltlignende stoffer. Denne metode for utvinding, specielt av fast parafin, maatte saaledes opgives.

Der foretoges derefter 11 destillationer i tidligere beskrevne retortesystem, 2 maatte avbrytes paa grund av uheld, av de øvrige utførtes 7 med lysgas, 2 med overhettet damp, som bærer for destillaterne. Med lysgas destillertes ned til en koksrest ca. 60 0/0 (58,6—60,7), med vanddamp var koksresten noget høiere 65,0—68,5 0/0. Ved 60 0/0 utbytte var koksen svakt blæret og



let, ved 68,5<sup>0</sup>/<sub>0</sub> ikke synderlig forandret fra oprindelig struktur. Destillationsutbyttet var:

		av kullene
Letolje 80°—200° . . . . .	5,52 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	1,14 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Mellemolje 200°—300° . . . . .	25,99 »	5,37 »
Tung olje over 300° . . . . .	63,25 »	13,07 »
Parafin . . . . .	5,24 »	1,08 »
Sum av oljer . . . . .		20,66 »
Ammoniakvand . . . . .		4,12 »
Halvkoks . . . . .		66,47 »
Gas, 73 l. pr. kg. kul + tap + bensin		8,75 »

Destillatutbyttet foruten bensin der absorberes i taarnene og ikke blev bestemt for hver gang, var ved destillation uten vanddamp 17,3—20,6<sup>0</sup>/<sub>0</sub> oljer, med vanddamp 20,6—20,7<sup>0</sup>/<sub>0</sub>. Bensinen blev avdestillert efter 4—5 operationer og gav 0,7<sup>0</sup>/<sub>0</sub>, altsaa et maksimalt utbytte tilsammen av 21,4<sup>0</sup>/<sub>0</sub> kondenserbare produkter. Bensinutbyttet kan imidlertid sikkerlig ved fabrikmæssig drift faaes adskillig høiere, da den ukondenserbare gas var sterkt lysende og hele gasledningen frem til brænderen efterhaanden belagdes med oljedraaper. Bensinvaskere i større anlæg virker imidlertid erfaringsmæssig bedre end de hjælpemidler man kan anvende i laboratoriet; forsøk med avkjøling til ÷ 20° i kuldeblanding av et u-rør indskutt i gasledningen formaadde saaledes ikke at kondensere mer bensin utover den i petroleumstaarnene absorberte. Endel letolje kokende indenfor almindelige grænser for bensin 70°—200° fandtes ogsaa i 2det forlag.

Oljefraktionerne. Ved fraktionert destillation av oljerne i de to forlag og sammenregning av de mængder av hver, som destillerte inden samme temperaturintervaller, deltes oljerne i 3 hovedfraktioner i følgende mængder:

Letolje 80°—200° . . . . .	5,52 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	1,14 <sup>0</sup> / <sub>0</sub> av kul
Mellemolje 200°—300° . . . . .	25,99 »	5,37 » —
Tungolje over 300° . . . . .	63,25 »	13,07 » —

Oljerne var ved destillationen svakt gulfarvede, men mørkede efterhaanden paa grund av oksydation. De fremstillede kvanta var ikke saa store, at fuldstændige undersøkelser av hver

fraktion kunde foretages, og da man heller ikke kan vente, at netop de samme fraktioner utvælges ved eventuel fabrikmæssig fremstilling, har jeg kun bestemt de data, som syntes av størst interesse og hitsætter:

Letoljens tændpunkt e. Abel.....	21°
— kalorimetrisk brændværdi ..	10,106 kal.
Phenolindhold i mellemolje .....	14,7 0/0
— tungolje .....	11,7 »

Efter utfrysning av parafin viste tungoljen:

Egenvegt .....	1,04
Tændpunkt i aapen digel.....	1,90°
Viskositet ved 20° .....	47,5° Engler
Stivnepunkt .....	÷ 19°
Hele oljedestillatet indtil 360° har en kalorimetrisk brændværdi .....	9600 kal.
Det samme viser et svovlindhold ....	2,7 0/0

Parafin utvandedes og bestemtes i tungoljen ved fældning med acetone og utfrysning i kuldeblanding i 2 fraktioner. Den samlede mængde var i 0/0 av destillatet 5,24, i 0/0 av kul 1,08 0/0. Den var svakt brunfarvet og viste de almindelige smeltepunkter: 1ste fraktion 51°, 2den fraktion 44°.

Den ukondenserbare gas, der som nævnt sikkerlig i praksis maa kunne berøves endel medrevne lette oljer, var i gjennemsnit 73 l. pr. kg. kul. Den viste, naar svovlvandstof var absorbert i skrubber, følgende sammensætning:

Kulsyre .....	2,2 0/0
Surstof .....	1,7 »
Kuloksyd.....	3,8 »
Tunge kulvandstoffer .....	4,2 »
Vandstof .....	31,0 »
Methan .....	38,0 »
Kvælstof .....	19,1 »

Den brænder med sterkt lysende flamme. Brændværdien kan beregnes til 4860 kalorier.

Av svovl findes i kullene 4,5 0/0. Herav gjenfindes 3,48 0/0 i destillationsresiduet. Resten gaar hovedsagelig bort som svovlvandstof i gasen og kan renses fra denne ved gasrensemasse.

Halvkoks kaldes gjerne destillationsresiduet fra destillation ved lavere temperatur. Den utgjør 59—68<sup>0</sup>/<sub>0</sub> av oprindelige kulmengder alt efter avdrivningsgraden. En gjennemsnittsanalyse gav:

Aske .....	26,3 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Kulstof.....	64,1 *
Vandstof .....	3,0 *
Svovl .....	5,2 *
Brændbare flygtige bestanddele .....	10,7 *
Kalorimetrisk brændværdi.....	6 465 kalorier.
Effektiv — .....	6 303 —

Halvkoksen er saaledes i sin sammensætning meget lik anthracit og kan som brændsel benyttes i samme slags ovner som denne. Den høje svovlgehalt vil gjøre den ubrukbar som metallurgisk brændsel.

Andøkul og skifer. Efter længere tids samarbeide og forhandlinger mellem disponent Fürst som medeier i koncessionen paa Andøens kulfelt og Raastofkomiteen om Andøkullenes brukbarhet som raastof for parafinutvinding samt analytisk undersøkelse av Andøens bituminøse kul og skifere ved Univ. mineralogiske institut, blev en mer ingaaende undersøkelse av disse stoffer besluttet optat som fortsættelse av undersøkelsen av Kings Bay kullene og derefter utført i væsentlig samme spor. Til disposition stod av kul endel ældre prøver fra Univ. mineralogiske institut, og var disse opbevart saa længe, at de sandsynligvis var adskillig forandret ved overflateoksydation, tegn til forvitring var saaledes fremtrædende. Kullene viste ved analyse:

Vand .....	0,4 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>		
Aske .....	39,1 *		
Kulsubstans .....	60,5 *		
Svovl.....	8,65 *		
Koksutbytte .....	61,3 *	i vand og askefri substans	36,7 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Brændbar flygtig substans .....	38,3	—>—	63,3 *

Tallene for koks resp. flygtige stoffer i ren kulsubstans, der i Kings Bay kullene var 47,77 og 52,23<sup>0</sup>/<sub>0</sub> viser, at Andø-



kullene er av langt mer oljegovende karakter, idet kuls substansen næsten avgir  $\frac{2}{3}$  ved tørdestillation. De gaar derfor utover hvad vanlig betegnes som cannelkul og nærmer sig til det forlængst opbrukte turbanitkul med 70 0/0 flygtige bestanddele. Paa grund av at asken i den undersøkte prøve var over dobbelt saa høi som King Bay kullenes var de praktiske oljeutbytter imidlertid lavere. Forøvrig var destillationens gang og de vundne produkters natur saa lik med Kings Bay kullenes, at man kan henviser til den tidligere meddelte beskrivelse herav. Der utførtes 6 enkeltdestillationer, der var meget ensartet i sit forløp og i gjennemsnit gav i procent av kullene:

Bensinfraction . . . . .	0,7	0/0	} 17,15 0/0 oljer.
Letolje . . . . .	4,15	»	
Tungolje . . . . .	12,3	»	
Ammoniakvand . . . . .	5,1	»	
Halvkoks . . . . .	69,6	»	
Gas, 45 l. pr. kg. + tap	8,15	»	

Paa grund av prøvens begrænsede størrelse maatte undersøkelsen av hovedprodukterne bli noget knappere end i foregaaende forsøksserie og hitsættes følgende enkeltheter:

Parafinindhold (indgaaende i 12,3 0/0 tungolje)	1,48	0/0
beregnet paa kul, smeltepunkt 49° . . . . .		
Phenolindhold i let og tung olje sammen . . . . .	28	»
Utvisomt saa høi paa grund av stedfun-		
den oksydation under kulprøvens lange		
opbevaring . . . . .		
Svovl i oljer . . . . .	0,9	»
Halvkoks, brændbar, flygtig substans . . . . .	9,2	»
— aske . . . . .	57,5	»
— svovl (meddelt av Univ. min. inst.) . . . . .	5,0	»

Bensolekstraktion førte heller ikke i andøkullene til teknisk brukbart resultat, idet ekstraktet kun var 1,65 0/0 og bestod av asfaltartet stof.

Som bekjendt er der paa Andøen ved siden av kulforekomsten ogsaa flere lag bituminøse skifer tildels av stor mægtighet. Ogsaa en prøve av saadan skifer blev analysert og prøve-

destillert, men det viste sig, at man i den retorte, der havde git fuld gjennemdestillation av kullene ikke kunde faa skiferen helt avdrevet, antagelig paa grund av den store mængde mineralisk stof, der holder det bituminøse opsuget, og som hindret fuldstændig gjennemhetning. Avdrivning med sterkt overhøtet vanddamp eller destillation i roterende trommelretorte vilde sandsynligvis git bedre resultat.

Skiferprøven, der ogsaa var fra Univ. mineralogiske instituts samlinger, viste ved analyse:

Vand .....	2,5 0/0		
Aske .....	65,6 »		
Bituminøst stof .....	31,9 »		
Svovl .....	8,6 »		
Koksutbytte .....	79,3 » i vand og askefrit stof	45,0 0/0	
Brændbar flygtig substans .....	18,1	— — — —	55,0 »

Bensolekstraktion gav blot 0,49 0/0 utbytte.

Ved destillation i retorte paa samme maate som kulprøverne beholdtes:

Letolje .....	0,97 0/0	
Tungolje .....	1,37 »	
		————— 2,34 0/0
Ammoniakvand .....		5,48 »
Koksrest .....		88,62 »
Gas, 15 l. pr. kg. + benzin + tap .....		8,56 »

I oljerne gjordes kun parafinfældning, der gav 0,36 0/0 beregnet paa skifer.

Koksresiduet viste sig endnu at gi 11,0 0/0 flygtig substans ved forkoksningsprøve efter MUCK, var altsaa kun halvt forkokset, da skiferen gav 18,2 0/0. Asken utgjorde 71,4 0/0.

Ved destillationsforsøk i mindre retorte paa Univ. mineralogiske institut var der opnaadd 4,0 0/0 oljedestillat.

Det samme fik man ogsaa ved den gjængse forsøksdestillation i glasretorte, saa at man kan anse denne mængde opnaaelig i apparater, der helt kan avdrive skiferens bitumenindhold.

Det er ved foranstaaende undersøkelse paavist, at Kings Bay Kulkompagniets kulforkomst er saakaldte »cannelkul« og at der paa Andøen findes askerike turbanitkul. Disse kulsorter karakteriseres ved et langt høiere indhold av forgasbare bestanddele ved tørdestillation end selv de gasrikeste stenkul, og derved at de ved destillation ved lav temperatur ( $400^{\circ}$ — $600^{\circ}$ ) gir 20 0/0 optil 30 0/0 av en tjæreolje, som i natur og sammensætning staar den raa jordolje nær. En lignende olje har man længe industrielt utvundet av oljeskifer og bituminøse brunkul i Skotland og Mellemtyskland; den forarbeides videre til parafin-voks, lysoljer, motoroljer og gasolje. Under krigen har man fundet, at gasrike stenkul ved samme behandling gir 8—12 0/0 av en tjæreolje, der er fattigere paa parafin, rikere paa de mindre værdifulde fenoler end oljerne fra cannelkul, skifer og bituminøse brunkul, altsaa et mindre værdifuldt produkt. Da imidlertid denne tjæreolje kan utvindes som et biprodukt ved stenkullenes forgasning i gasgenerator, hvorved hovedmengden av kullenes energiindhold tilgodegjøres som industrigas, mens tjæreoljen ved videre behandling gir en velkommen avlastning i mineralolje-importen, betragtes denne nye form for stenkullenes utnyttelse som særdeles nationaløkonomisk viktig og støttes særlig i Tyskland ved skattelettelser, storstilede forskningsanlæg o. l. fra statens og storindustriens side.

Skiferolje-industrien gir foruten destillationsprodukterne intet brændseloverskud til anden anvendelse, de bituminøse brunkul kun en tarvelig koks til husbruk i særlige ovne. Oljen og de kemiske produkter er hovedsaken.

Cannelkullene indtar en mellemstilling. De gir sammenlignet med stenkul et langt større utbytte av olje, der i kvalitet nærmer sig brunkuloljen og er bedre end stenkuloljen, og de kan tillike likesom stenkullene, efterat oljen er tat ut, forgases i generator til industrigas. Værdien av oljen og værdien av det resterende brændsel vil nogenlunde være økonomisk like.

### **Tekniske forsøk.**

Efter de lovende resultater av de foran beskrevne laboratorieundersøkelser blev der til Raastofkomiteen anskaffet et trommeldestillationsapparat av samme model som anvendes ved



Kaiser Wilhelm Institut für Kohlenforschung med capacitet ca. 15 kg. pr. charge, og man fik herved fremstillet oljekvanta tilstrækkelig til videregaaende undersøkelser og til praktisk prøve som motorolje. Arbeidet foretoges i Univ. mineralogiske instituts laboratorium og er særskilt rapportert av A. RØDLAND.

Ved Kings Bay gruberne var i mellemtiden fundet en ny kulfløts av større mægtighet end de to, der tidligere var undersøkt som oljemateriale. Ogsaa denne viste sig at være cannelkul, maaske ikke saa utpræget som de tidligere forsøkte, men paa den anden side mindre forurenset av mineralbestanddele og svovl.

Raastofkomiteen henledet statsmagternes opmerksomhet paa den særdeles rike oljereserve, som Kings Bay gruberne og Andøens kul- og skiferfelt kunde være for landet og paa at andre stater overalt sikrede sig saadanne forekomster og undersøkte deres tekniske værdi av hensyn til den mer og mer truende oljemangel ved den stadig sterkere uttapning av de flytende jordoljeforraad.

Paa samme tid var der ogsaa i teknisk henseende gjort et fremskridt, der særlig syntes egnet for vore forhold. Tidligere hadde man som teknisk vei til oljeutvindingen først tænkt paa direkte destillationsanlæg med ytre ophetning, derefter paa saadanne gasgeneratoranlæg, hvor en del av generatorgasen suges tilbake gjennom de øvre kullag, og ved at opvarme disse fra en bestemt sone med bestemt temperatur avdriver og bortfører oljen i dampform.

Generatoranlæg, der kunde anlægges for eller ombygges til oljeutvinding, maatte altid være stort dimensionert og derfor kostbare i sit anlæg, og her hos os vilde der derfor kun findes faa steder, hvor de kunde anlægges som forandring ved fyringsanlægget hos allerede eksisterende industrier med stor dampproduktion eller varmekonsum. Nu var det imidlertid lykkedes at overføre hovedprincippet, avsugning av oljedampen fra det sted i en fyringsschakt, hvor den rette temperatur for dens frigjørelse findes, til dampkjølfyrsteder av ikke for smaa dimensioner, idet en del av fyrgasen sugedes bakover gjennom kullene i en liten ildfast schakt og efter at ha avgit de kon-

denserbare oljer, atter føres tilbake til fyrstedet og brændes, mens den glødende koksrest direkte fra schakten faldt paa en kjederist og brændte ut der. Selvfølgelig vilde store destillationsanlæg gi de høieste oljeutbytter, dernæst store generatoranlæg og dernæst de smaa, paa den anden side gir destillationsanlæggene resten av kullene fra sig som en mellemtung mellem kul og koks, der maa skaffes avsætning andetsteds, og i de store generatoranlæg summeres varmetapet i generatoren med fyrstedets, mens i den lille generator direkte i fyringen ikke dette dobbelte varmetap finder sted. Hvad der er økonomisk rigtigst kan kun indgaaende forsøk og varmetekniske beregninger avgjøre, men den lille generator direkte i fyringen har ialfald det ubestridelige fortrin at være meget moderat i anlægsomkostninger.

Til nærmere belysning av saken indbød Raastofkomiteen hr. dr. ROSENTHAL som repræsentant for firmaet Julius Pintsch A/S, der hadde utarbeidet systemet med kombinert dampkjelfyring og oljeutvinding, til at holde et foredrag for de nærmest interesserte autoriteter.

Der bevilgedes derefter komiteen midler til sakkyndig kontrol til en kort prøvedrift i Tyskland ved et derværende anlæg efter Pintsch's system. Kings Bay selskapet stillet det fornødne kulkvantum til disposition og firmaet Pintsch paatok sig arrangement av forsøksdriften og gav os fornøden teknisk assistance. Som forsøkssted hadde firmaet valgt et generatoranlæg ved Hirsch Kupfer- und Messingwerke i Heegermühle ved Eberswalde. Da det første anlæg for oljeutvinding ved dampkjeldrift, der var anlagt ved et elektricitetsverk, nu var under demontage og flytning, idet verket var nedlagt, og intet nyt anlæg ventedes at komme i drift før vaaren eller sommeren 1922, fandt man det hensigtsmæssig at prøve kullenes forhold ved »Verschwelung« i stor maalestok i en gasgenerator, idet denne prøve vistnok stillet strengere fordringer til kullenes forhold under avgasning og forgasning end de mindre schakthanlæg ved kjelfyring vilde gjøre, man fik rigtignok ikke se halvkoksens forhold paa kjederisten, og der reservertes derfor et tilstrækkelig kulkvantum til ved først givne leilighet at faa ogsaa dette forsøkt om det ansaaes nødvendig,



man ansaa det viktigere først og fremst at faa fremstillet et tilstrækkelig oljekvantum til nøiere undersøkelse og praktiske prøver.

Til at kontrollere forsøkene hadde Raastofkomiteen valgt chefig. Lysaker, Norsk dampkjelforening og mig og vi fik assistance av tre av Pintsch's ingeniører og Kings Bay's grubeingeniør Sherdahl.

Generatoren var i drift med brunkulsbriketter, der gav ca. 5 0/0 tjæreolje og beskikkedes med Kings Bay kul, hvorfra det mest finkornede materiale var avharpet, indtil man var sikker paa at saavel olje som generatorgas kun stammet fra K. B. kul. Saa utførtes det kontrolerte forsøk i 28 timer med maaling og veining av kul, olje og slag, og stadig analysering av baade den rene generatorgas og den del av samme der ved at suges op gjennem generatorens »Schwelsone« var anriktet med den kraftigere gas fra oljeavdrivningen, for korthets skyld om ikke helt rigtig senere kaldt »Schwelgas«.

Da fabrikkens ansvarshavende tekniske leder var fraværende under forsøksforberedelserne, blev der av frygt for driftsforstyrrelser ikke tillatt os at montere gas- og dampmaalere i ledningerne, saa at mængden herav kun maatte beregnes ut fra det nøiagtige kjendskap til mængde og elementarsammensætning av kul og olje, mængden av slag, og elementarsammensætningen av de to sorter gas. Forsøksdriften gjennomførtes uten at kullene gav nogensomhelst vanskeligheter for generatordriften, og nedenstaaende data gir de væsentlige resultater.

De anvendte kul, hvorav gjennemsnittsprøve uttoges under hele forsøket og senere analysertes ved dr. Franks laboratorium, Pintsch's laboratorium og av mig viste som middel av analyserne:

Vand .....	1,69 0/0
Aske .....	12,72 *
Renkul .....	85,37 *
Kulstof .....	69,20 *
Vandstof .....	4,96 *
Svovl .....	1,61 *
Kvælstof .....	1,40 *
Surstof .....	8,42 *



Ved tørdestillation i aluminiumsretorte:

Olje.....	18,8 0/0
Halvkoks.....	69,1 »
Gas + vand .....	12,1 »

1. Kulmængde:

Den forgasede kulmængde var ialt 13 509,9 kg., 13 510 kg.  
Kulmængde pr. time..... 483 »

2. Oljemængde produceret:

Den totale mængde var 1 855 kg. Denne refererer sig til en driftstid av 27 timer 40', idet gasen i 20' paa grund av driftstans i verket maatte ledes ut paa taget.

Beregnet paa forsøkets hele tid 29 timer vilde oljemængden blit..... 1 888 kg.  
og pr. time..... 67 »  
Dette er i 0/0 av kulmængden..... 13,93 0/0

3. Askemængde:

Da driften av generatoren var kontinuerlig kunde askemængden fra forsøket ikke veies. Paa grundlag av analysen er askemængden beregnet til 61,44 kg. pr. time. Den viste sig efter forgasningen endnu at indeholde 1,68 0/0 kulstof i brændbar form, den totale mængde blir derfor 12,94 0/0 av kulmængden eller 62,5 kg. pr. t.

4. Gasmængder (luft, damp, generatorgas, Schwelgas).

Som før nævnt kunde ikke disse komponenter maales direkte, men maatte rekonstrueres ved beregning av de i processen ind- og utgaaende stoffer, selvfølgelig blir dette mindre paalidelig end om direkte maaling hadde været mulig.

De i processen deltagende komponenter er: Kul, damp, luft, der tilføres, og generatorgas, Schwelgas, olje og aske der bortføres.

Efter de utførte gasanalyser var gasernes midlere sammensætning:

Vol.-0/0	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>n</sub> H <sub>m</sub>	N <sub>2</sub>	Brændværdi pr. m <sup>3</sup>	
									Kalorimetr.	Effektiv
Generatorgas	0,2	19,0	24,3	9,9	0,3	0,0	0,1	46,2	1265 kal.	1177 kal.
Schwelgas...	0,9	23,8	23,5	7,5	2,6	0,1	0,4	42,2	1644 »	1508 »

I hvert kg. mol. er der av de 4 elementer O, H, C og N.

Kg.	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	C	N <sub>2</sub>	Σ
I generatorgas .....	7,120	0,398	4,190	12,936	24,644
I schweelgas .....	6,288	0,610	4,128	11,816	22,842

Herav kan gasernes elementaranalyse beregnes og sammenstilles med elementaranalyserne for kul, olje og aske.

Oljen viste følgende sammensætning:

Kulstof .....	81,05 %
Vandstof .....	9,26 "
Svovl .....	0,56 "
Kvælstof .....	2,58 "
Surstof .....	1,46 "
Vand .....	3,80 "
Askestøv .....	1,29 "

Ved hjelp av 4 ligninger, som systemet oppfyller, bestemtes herved efter en korreksjon for den i Schwelgasen indeholdte, men ikke analytisk bestemte svovl:

Tilsat dampmængde .	166,8 kg. pr. time
— luftmængde...	1 078,9 " " "
Bortført generatorgas	650,4 " " "
— Schwelgas ..	948,9 " " "

Ved at beregne den tilførte og bortførte kalorimængde, idet for kullene indsattes det analytiske middeltal:

Kul .....	7 263 kalorier
Olje .....	9 226 "

fanttes anlæggets varmetekniske virkningsgrad at være = 86,5 %.

Oljen var ved fremstillingen helt flytende, men stivnet paa grund av parafinutskilning i løpet av et døgn. Utbyttet 13,93 % er 74 % av resultatet i aluminiumretorte ved laboratorieprøving av kullene, som var 18,8 %. Man regner i almindelighet i generator at opnaa 80 % av laboratorieutbyttet, og dette og litt mer opnaades ved driften av Pintsch's kombinerte dampkjelapparat.

Det er jo litet tænkelig, at man ved første forsøksdrift skulde faa fuldt maksimumsutbytte, og jeg regner derfor med en fremtidig produktion av 15 0/0 av kullenes vekt med kul av 12—13 0/0 askeindhold, naturligvis noget mer hvis kullene i det hele viser sig som de bedste leverancer fra sommeren 1921 med askeindhold 9—10 0/0. Sammenligner man tallene fra laboratorieforsøk der utførtes med kul fra den indtil 1921 drevne kulfløts, kaldet »Advokaten« med resultatene fra den nu i drift værende, sees at den gamle fløts hadde like høit oljeindhold, trods betragtelig høiere askegehalt. Disse kul er saaledes av sterkere utpræget cannelkultype. Til sammenligning kan anføres at tyske gasflammekul gir i laboratorieutbytte 8—12 0/0 olje og ved generatordrift med oljeutvinding 5—7 0/0.

## 2. Undersøkelse av oljen fra forsøksdriften.

Efter tidligere avtale blev den videre undersøkelse av oljen overtat av dr. FRITZ FRANK, en av Tysklands første specialister paa dette omraade. Da dr. FRANK imidlertid ønsket at et medlem av Raastofkomiteen kunde være tilstede ved planlæggelsen av denne undersøkelse, reiste jeg atter til Berlin i januar 1922 og deltok i 3 uker i arbeidet.

Undersøkelsen fandt sted, dels ved det store forsøksanlæg for oljedestillation ved Braunkohleforschungsinstitut i Charlottenburg, dels ved dr. Frank's handelslaboratorium i Berlin, dels uavhengig herav ved firmaet Pintsch's laboratorium i Fürstenwalde. Endelig blev specielle opgaver forelagt forskjellige firmaer, der ønsket at prøve sine patenterte metoder for bearbeidelse av saadan olje, der jo for øieblikket er et særdeles viktig problem i Tysklands oljepolitik.

Da der var stillet i utsigt, at der snarest mulig vilde bli bygget et enkelt oljeutvindingsanlæg ved en av A/S Sydvarangers 6 dampkjeler paa Kirkenes med en beregnet produktion av 2 000 tons olje pr. aar, og et saa litet kvantum ikke kunde være basis for et raffinationsanlæg, maatte arbeidet først gjælde at finde den enkleste maate at overføre oljen til salgbare produkter. Særlig var det nærliggende at søke opnaadd det størst mulige kvantum solarolje, brukbar for fiskerimotorer med tænd-



kule. Dernæst kunde man orientere sig over de forskjellige muligheter for mer gjennomført opdeling og raffinering.

Oljen stivner som nævnt snart ved at parafin utkrystalliseres til en vaselinagtig masse. Paa grund av tilstedeværelsen av seige harpiksartede stoffer kan parafinkrystallerne ikke avpresses, og man maa derfor først og fremst bortskaffe de harpiksartede stoffer. Dette kan ske ved destruktiv destillation eller ved anvendelse av opløsningsmidler der fortrinnsvis løser de surstoffholdige dele og ikke kulvandstofferne eller ved hydrering, indførelse av vandstof ved tryk eller katalyse, hvorved surstofforbindelserne reduceres til kulvandstoffer.

En analyse av oljen viste:

Vand .....	3,8	0/0
Faste bestanddele .....	1,3	»
Derav ildfaste (flyveaske).....	0,35	»

Den filtrerte olje gav ved elementaranalyse:

C .....	85,40	0/0
H .....	9,76	»
S .....	0,59	»
N .....	2,72	»
O .....	1,53	»

Paafaldende er det høie kvælstofindhold, vanlig stenkulolje har ca. 1 0/0.

### Destillationsforsøk.

I og II. Med destillationsforsøk for at finde den bedste og mest økonomiske rensningsmetode gik man trinvis frem, begyndende med mest skaansomme destillationsmetoder. Det viste sig imidlertid, at saavel vakuum og overhetet damp samtidig som overhetet damp alene kun litet forandrede oljens karakter.

III. Først ved destillation over fri ild med vakuum til 320° i oljen, dernæst uten vakuum til forkoksning av residuet ødelagdes de seige harpiksstoffer saa at parafinen kunde avfiltreres i større krystaller.

De nærmere data var:

I vakuum:	
Vand.....	4 0/0
Olje .....	48 »
Residuum.....	42 »
Tap.....	6 »

Residuet uten vakuum:	
Olje .....	33 0/0
Koks.....	5 »
Tap.....	3 »

Vakuumdestillatet var opfyldt av parafinskjel, mængden var dog blot 2,2 0/0. Oljens viscositet var 1,43° E ved 50° C. Krack destillatet, de 33 0/0, var helt salveagtig og indeholdt 13,91 0/0 parafin.

Efterat parafinen var fjernet opdeltes oljen ved destillation med overhøtet vanddamp i 3 hovedfraktioner:

Let olje til 170° .....	4,6 0/0
Mellemolje til 240° .....	71,0 »
Residuum .....	24,4 »

Letoljen var bensinartet, mellemoljen som spindelolje, residuet av konsistens som tyk cylinderolje og uten harpiksbestanddele.

IV. Ved destillation uten vakuum over fri ild indtil for-koksning fik man følgende fraktioner:

Til 200° .....	6 0/0	} motorpetroleum
» 240° .....	13 »	
» 300° .....	41 »	} 10,8 0/0 parafin
» 360° .....	85 »	
Vand .....	4 »	
Koks .....	10 »	
Tap .....	1 »	

Fra 240° av utskiltes i destillatet parafinkrystaller, der let lot sig isolere. Fraktionen til 240° har stivnepunkt ÷ 16°, fraktionen 240°—360° har efterat parafinen er fjernet viscositet

3,84° ved 20° og stivner ved ÷ 9,5°, flammepunkt 81°, kan saaledes brukes som tung motorolje eller blandes med den lette fraksjon til solarolje.

Der forsøktes ved destillation med overhetet damp at dele fraksjonen 240°—360° i motorolje og smøreolje efterat parafin var tat ut. Man fik 43 0/0 letflytende olje, der stivner ved ÷ 15° og et residuum, helt oppløselig i bensol, med litt av bensin fældbare, dog ikke sorte bestanddele.

Viskositet ved 20° .....	33,4
— * 50° .....	3,8
Flammepunkt.....	147°

Altsaa konstanter som maskinolje.

Oljedestillatet kan saaledes oparbeides til:

enten:		eller:	
Let motorolje .....	13 0/0	Motorolje .....	39,3 0/0
Tung motorolje .....	61,2 *	Smøreolje.....	34,9 *
Parafin .....	10,8 *	Parafin .....	10,8 *

V. Da heller ikke denne til forkokning av de høiest kokende dele førende destillation formaadde at føre til destruksjon av det krystallinske parafin, men kun til spaltning av de surstoffholdige harpiksartede stoffer, der ved sin spaltning synes at forøke parafinutbyttet, forsøktes ved en endnu kraftigere Krackproces at opnaa helt flytende destillater, der uten fjernelse av parafin kunde benyttes som motoroljer. Processen bestod i at lede raoljen gjennom et til 800°—820° ophetet jernrør sammen med paa forhaand til 200°—250° overhetet vanddamp. Av 700 gr. olje erholdtes herved 490 gr. tjære, 180 l. gas og 8 gr. koks. Tjæren var tyndflytende og lugtet som gastjære, hadde egenvegt 1,05 og viste ved analyse:

Kulstof .....	88,96 0/0
Vandstof .....	7,55 *
Svovl.....	0,89 *
Kvælstof .....	1,38 *
Surstof .....	1,22 *

Kalorimetrisk brændværdi 9 275 kalorier. Tallene viser en fremskreden destruksjon av kulvandstofferne, da raoljen jo hadde



9,48<sup>0</sup>/<sub>0</sub> vandstof. Ved avdrivning med vanddamp beholdtes 46<sup>0</sup>/<sub>0</sub> lette oljer av egenvegt 0,937 og med 18<sup>0</sup>/<sub>0</sub> i natronlut opløselige dele. Resten var en seigtflytende masse som ikke lot sig destillere uten destruksion. Gasen, der var sterkt lysende, indeholdt 37,8<sup>0</sup>/<sub>0</sub> tunge kulvandstoffer, 27,5<sup>0</sup>/<sub>0</sub> metan og 29,6<sup>0</sup>/<sub>0</sub> vandstof samt smaa mængder kulsyre, kuloksyd og surstof.

Ved denne proces er der saaledes vistnok opnaadd at destruere det faste parafin, men slutproduktet var gas og en tydeligvis mindreværdig tjære med gastjærekarakter. Muligvis vil en mindre overhetning kunne føre til bedre resultater.

### Forsøk med opløsningsmidler.

Der er som bekjendt tidligere for opdeling av jordolje i forskjellige kulvandsstofgrupper utarbeidet og teknisk anvendt en metode med anvendelse av flytende svovlsyring i lukkede beholdere (Edeleanu), hvorved visse grupper utfældes, andre gaar i opløsning, og efter avskilning og avdestillation av svovlsyringen i det lukkede beholdersystem, uten tap av olje og minimalt forbruk av opløsningsmidlet, og der opnaaes en vidtgaende opdeling i mættede parafinkulvandstoffer for sig og umættede og cycliske for sig.

En lignende metode er av de Riebeck'ske montanverker utarbeidet for brunkulstjæreolje med anvendelse av varm, noget vandholdig alkohol. Herved gaar harpiks- og phenolartede stoffer i opløsning, mens kulvandstofferne bundfælder. En lignende virkning har totuol og tetralin, mens omvendt bensin utfælder harpiksstofferne og opløser kulvandstofferne.

Rensemetsoden med alkohol er de Riebeck'ske montanverkens patent og selskapet tilbød sig at forsøke metodens anvendelighet paa Kings Bay oljen uten utgift. De opnaadde resultater meddeles i utdrag.

I. Oljen vaskedes 2 ganger med samme volum alkohol av egenvegt 0,840 = 88,16 vol.<sup>0</sup>/<sub>0</sub>. Opdeling i parafinholdig og phenolholdig olje skedde let ved 30° med næsten like volumdele av hver sort.

Efter avdestillation av alkohol erholdtes:

	33 0/0	18 0/0	49 0/0
	Phenololje I.	Phenol II.	renset olje.
Egenvegt 20°	1,060	v. 20° 1,045	v. 35° 0,933
Phenolindhold	80 0/0	64 0/0	2 0/0
Asfalt . . . . .	38,7 *	25,5 *	1,98 *
Stivnepunkt . .	+ 18°	+ 17°	+ 29°

Hvad der er anført som phenolindhold og asfaltindhold er delvis de samme stoffer, som phenoler er betegnet hvad der opløses av natronlut, som asfalt hvad der fældes av letbensin. Opdelingen har været ganske vidtgaaende, men det viser sig at phenolindholdet i den rensede olje efter rensningen tiltar noget.

Ved omdestillation av den rensede olje erholdtes:

Letolje . . . . .	9 0/0
Parafinolje . . . . .	81 *
Koks . . . . .	7 *
Tap . . . . .	3 *

Parafin av parafinolje 14,6 0/0 av opr. olje.

Parafinens smeltepunkt 48°.

## II. Alkoholbehandling av destillert olje.

Ved først at destillere raaoljen og derefter rense den med alkohol, førte én operation til et asfaltfrit produkt med meget litet indhold av pheoler. Der anvendtes alkohol av 88,2 vol.-pct. og arbejdedes ved 35°. Resultatet var:

	52 0/0 phenololje.	48 0/0 rensed olje.
Egenvegt 20° . . . . .	1,015	0,884
Phenoler . . . . .	60 0/0	2 0/0
Asfalt . . . . .	5,8 *	0 *
Stivnepunkt . . . . .	+ 9,5°	+ 20°

Ved den forutgaaende destillation er saaledes væsentlige dele av bensinfeldbare asfaltlignende stoffer destruert og gaat over dels til opløselige oljer, dels til koks.

Ved destillation av den rensede olje erholdtes:

Let olje .....	33	0/0
Parafinolje.....	62	*
Koks .....	0,2	*
Tap .....	4,8	*
Parafin i parafinolje .....	17,1	*

beregnet paa udestillert olje.

Ved paralelle undersøkelser med alkoholrensning paa dr. Frank's laboratorium under mit ophold i Berlin undersøktes nærmere den alkoholopløselige del, hvor altsaa de surstoffholdige forbindelser var anriket. En elementæranalyse gav:

Kulstof .....	82,65	0/0
Vandstof .....	8,37	*
Kvælstof .....	3,37	*

Altsaa anrikning av saavel kvælstof, som surstof, der efter differancen mot 100 0/0 og fradrag av svovl maa være ca. 5 0/0.

For at studere alkoholekstraktens tekniske anvendelighet blev den avdrevet med vanddamp indtil residuet viste bekkonsistens, beket kan faaes i forskjellige haardhetsgrader, avdriver man til 220° i residuet kommer ingen harpiksartede stoffer i destillatet. Dette indeholder da forholdsvis lysbestandige og litet oksyderbare phenoler som naar de isoleres paa vanlig maate ved ekstraktion med natronlut og utfældning med mineralsyre eller kulsyre, viser sig med formaldehyd at gi de karakteristiske uopløselige lakartede forbindelser som anvendes som kunst-harpikser (bakelit m. fl.). Fra de letteste fraktioner viste disse produkter sig teknisk gunstigst, av de tyngre kunde man ikke faa uopløselige og usmeltbare typiske bakeliter.

De efter alkaliekstraktionen av phenolerne resterende neutraloljer var paafaldende let destillerbare og maa være god motorolje.

Det resterende bek indeholder de harpiksartede og let oksyderbare phenoler og syntes at kunne anvendes som et tørrende lak i spritopløsning.



Angaaende den økonomiske side av alkoholrensningen meddeltes fra praksis i Tyskland, hvor flere anlæg arbejder efter denne metode, at da hele opløsningsprocessen, utfældning, separation av de to skikt og alkoholens avdestillation foregaar i et lukket system er alkoholtapet meget litet og opgives til fra 0,38 til 0,6 liter pr. 100 kg. indført olje. Destruktionstap ved destillation finder ikke sted og hele opvarmningen er til alkoholens kokepunkt.

### Rensning med bensin.

For at utfælde de harpiksartede stoffer og beholde kulvandstofferne i opløsning opløstes oljen i ca. den dobbelte mængde bensin av egenvegt 0,75 (terpentinsurrogat) ved 70° og under sterk omrøring. Der utskiltes ca. 30 0/0. Efter avdestillation av bensinen indeholdt residuet fra opløsningen 17,2 0/0 parafin, altsaa det totale kvantum, i filtrerbar form, elementaranalyse av residuet viste:

Kulstof .....	85,45 0/0
Vandstof .....	10,44 »
Kvælstof .....	4,22 »

Altsaa surstoffri olje, men paafaldende kvælstofholdig.

Det utfældte viste derimot:

Kulstof .....	80,74 0/0
Vandstof .....	8,03 »
Kvælstof .....	2,83 »

Differansen surstof og svovl = 8,50 0/0, altsaa her koncentrert alle surstoffholdige dele av oljen.

Det er altsaa paavist, at man ved disse forholdsvis enkle vaskemetoder uten materialtap kan opdele oljen i to hovedgrupper, den ene indeholdende væsentlig kulvandstoffer og den anden de surstoffholdige bestanddele, mens de antagelig basiske kvælstofforbindelser ved alkoholmetoden findes med phenolerne ved bensinmetoden med kulvandstofferne.

### Forsøk med hydrering.

Det tyske Berginselskap, der eier Dr. Bergius' patent for hydrering av surstoffholdige tjærer og oljer fik overlatt til forsøk med denne metode en prøve av den ved generatorforsøkene vundne olje. Efter behandlingen blev prøven videre undersøkt ved dr. Franks laboratorium. Behandlingen bestaar i at oljen i en sterk autoklav ved indpresning av vandstof kommer under et sterkt overtryk, der siden økes ved autoklavens opvarmning. De nærmere data ved behandlingen var:

Vandstof indpresset til .....	50 atm.
Tryk under reaktionen.....	150 >
Tryk efter reaktionen.....	40 >
Frit gasrum i bomben ca.....	4,5 l.
Vandstof forbrukt i <sup>0</sup> / <sub>0</sub> av oljen ca.	1,6 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>

Gasresten i bomben hadde følgende sammensætning:

Kulsyre og svovlvandstof.....	2,3 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Tunge kulvandstoffer.....	0,6 >
Kuloksyd.....	0,8 >
Methankulvandstoffer.....	21,6 >
Vandstof.....	68,2 >

Den behandlede olje var tyndtflytende, blaagrøn fluorescerende med spor av vand.

Egenvegt.....	0,950
Phenolindhold.....	8,0 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Uopløselig i bensin.....	2,28 >
Uopløselig i bensol, koks, aske .	0,52 > oprindelig tilstede.
Svovl .....	0,22 >

Ved fraktionert destillation, hvorved først destillertes med rektifikationskolonne og fra 230° i dampen med 670—690 mm. vacuum fik man:

A. Fraktion 37°—150°.....	8,82 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
B. — 150°—200°.....	8,98 >
C. — 200°—230°.....	13,62 >

D. Vacuumdestillat .....	47,82 0/0
E. Residuum, bekartet .....	17,50 >
Tap .....	3,26 >

Fraktion A var letflytende næsten vandklar med bensinlignende lugt, egenvegt ved 15° C. = 0,748.

Phenoler ikke tilstede.

Fraktion B var tyndtflytende, farves brun ved luftindvirkning, lugt som jordolje.

Egenvegt .....	0,8763
Phenoler .....	15 0/0

Egenvegt efter fjernelses af phenoler 0,8405.

Fraktion C, tyndtflytende farves rødbrun ved luftens indvirkning, lugter som gasolje.

Egenvegt .....	0,926
Phenolindhold .....	24 0/0

Egenvegt efter fjernelse af phenoler 0,878.

### Vakuumdestillat.

Dette indeholdt utskilt parafin der blev fraskilt paa vanlig maate med aceton i en mængde af 5,7 0/0, beregnet paa oprindelig olje og viste smeltepunkt 40°—42°. Oljen lugter som gasolje, farver sig rødbrun og viste forøvrig:

Egenvegt .....	0,9825
Viscositet v. 20° .....	3,83
— v. 50° .....	1,48
Flammepunkt .....	144° C.
Svovl .....	0,22 0/0

Viscositeten er som solarolje.

Residuet var bekagtig seigt, sortbrunt af farve, viste flytepunkt efter KRAEMER-SARNOW ved 61° C. og indeholdt den oprindelig i oljen værende aske og koksbestanddelene.

Rektifikationstapet er dels af de lettest kokende bestanddele, dels tap ved parafinutskillingen, da veining foretoges efter denne.



Ved hydrering er der saaledes skeet en tilvekst av letkokende oljer, phenolerne er gaat betragtelig ned, parafin holdes i opløsning av de lettere oljer, og hele den tungtflytende raanolje er gaat over til at bli meget letflytende, saaledes at hele den hydrerte olje efter frafiltrering av det fra raanoljen stammende lille aske- og koksindhold og avdestillation av den værdifulde bensin maa være et meget godt motorbrændsel.

Hydreringsmetoden efter BERGIUS kræver et meget stort og kostbart utstyr, og det kan være tvilsomt om den er økonomisk gjennomførlig uten i meget stor maalestok.

En anden hydreringsmetode av dr. MELAMID, Freiburg, tør imidlertid faa mer betydning for bearbeidelse av Kings Bay oljen. Der anvendes her intet autoklavtryk, men oljen føres sammen med vandstof over en katalysator. Metoden har git særdeles gunstige resultater med sterkt bekholdige oljer og skal saasnart det kan ske prøves paa den ved Heegermühle fremstillede olje.

### Fremtidige planer.

Den første begyndelse med oljefremstilling av Kings Bay kul er nu sikret, idet der for statens regning anlægges et forsøksagregat knyttet til en dampkjel med 500 m<sup>2</sup> heteflate ved A/S Sydvarangers briketteringsverk paa Kirkenes. Man kan her vente at utvinde ca. 2 000 tons olje aarlig, og vil denne indtil produktionen ved videre utbygning kommer saa langt at et selvstendig raffineringsverk kan komme istand, avsættes som brændselolje eller ved tilsætning av saa meget solarolje, at parafinindholdet holdes opløst, uten videre behandling anvendes som motorbrændsel. Forsøksanlægget leveres av Julius Pintsch A/G, Berlin, og den tekniske ledelse av driften overtages av A/S Sydvaranger. Den efter oljeutvindingen resterende kulrest og brændgas gaar direkte ind i dampkjeldriften og overtages efter sin fyringsværdi.

Ved Kirkenæsanlægget kan oljeproduktion med nuværende dampkjelbatteri seksdobles, naar det hele er utbygget, og man kan da producere 12 000 tons olje.

Forsøksanlægget vil, saavidt driftsforholdene tillater det, benyttes til oljeutvinding av andre dertil skikkede stoffer, som torvbriketter, Andøkul o. fl.

Det vil da i nær fremtid kunne vise sig om man, som det haabes, paa denne maate av norske raastoffer kan producere en betydelig del av landets oljebehov.

---

## Zusammenfassung.

### 1. Kings-Bay-Kohlen.

Die Kohlen aus den Gruben der Kings-Bay-Gesellschaft auf Spitzbergen zeigten sich nach Analysen und Verschwelungsergebnissen als Cannelkohlen, die bekanntlich als besonders ergiebig an Urteer eine Sonderstellung unter den Kohlentypen einnehmen.

Kohlenproben aus den zwei zuerst in Angriff genommenen Kohlenflözen wurden für das staatliche Rohstoffkomitee auf Menge und Qualität der Verschwelungsprodukte eingehend untersucht.

Die erste Versuchsserie wurde in einer elektrisch beheizten Retorte von ca. 1,6 kg. Fassungsraum ausgeführt. Als Destillationsträger wurde teils überhitzter Wasserdampf, teils Leuchtgas angewandt. Zwecks leichterer Trennung von Wasser und Öl wurden die schwereren Ölfractionen in einer auf 120° C. gehaltenen Vorlage zunächst kondensiert, sodann leichtere Öle und Wasser mittelst Wasserkühlung leicht trennbar erhalten und schließlich die Benzinfraction in mit Schwerpetroleum berieselten Türmen aus dem Gase ausgewaschen.

Die Kohlen, die bei einem Aschengehalt von 18<sup>0</sup>/<sub>0</sub> bei der Verkokungsprobe nach Muck 43,2<sup>0</sup>/<sub>0</sub> brennbare flüchtige Substanz zeigten, gaben eine Maximalausbeute von 21,4, minimal 18<sup>0</sup>/<sub>0</sub> Öl nebst 4,12<sup>0</sup>/<sub>0</sub> Wasser, 66,47<sup>0</sup>/<sub>0</sub> Halbkoks und pr. kg. Kohlen 73 l. stark leuchtendes Gas.

Fraktionierte Destillation und Paraffinseparation ergaben:

Leichtöl 80°—200°	5,52 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>
Mittelöl 200°—300°	25,99 »
Schweröl über 300°	63,25 » einschl. 5,24 <sup>0</sup> / <sub>0</sub> Paraffin.

Phenolgehalt des Mittelöls war 14,7<sup>0</sup>/<sub>0</sub>, des Schweröls 11,7.



Der Schwefelgehalt der Kohlen war erheblich, 4,5<sup>0</sup>/<sub>0</sub>. Der restierende Halbkoks enthielt 5,2<sup>0</sup>/<sub>0</sub> S., das Öl 2,7<sup>0</sup>/<sub>0</sub> und das Gas war stark schwefelwasserstoffhaltig.

## 2. Kohlen und Ölschiefer von Andöen.

Im Anschluss an die voran referierte Untersuchung von Kings-Bay-Kohlen wurden Kohlen und Ölschiefer von der Insel Andöen in derselben Weise untersucht. Diese Kohlen sind sehr eigentümlich, bei einem Aschengehalt von 39,1<sup>0</sup>/<sub>0</sub> geben sie bei der Verkokungsprobe 38,3<sup>0</sup>/<sub>0</sub> brennbare flüchtige Substanz, auf wasser- und aschefreie Substanz umgerechnet sind also 63,3<sup>0</sup>/<sub>0</sub> bei der Verkokung flüchtig. Denselben Charakter zeigten die seinerzeit in England zur Ölherstellung angewandten Turbanitkohlen, die jetzt verbraucht sind. Bei der Destillation war die Ölausbeute wegen des hohen Aschengehaltes der Kohlen kleiner wie bei den Kings-Bay-Kohlen, nämlich 17,15<sup>0</sup>/<sub>0</sub>, und mit 28<sup>0</sup>/<sub>0</sub> Phenolölen, wahrscheinlich so viel wegen mehrjähriger Luftoxydation und Verwitterung des angewandten Kohlenmaterials. Von dem sehr hohen Schwefelgehalt der Kohlen, 8,65<sup>0</sup>/<sub>0</sub>, verblieb bei der Verschwelung 5,0<sup>0</sup>/<sub>0</sub> im Halbkoks, 0,9<sup>0</sup>/<sub>0</sub> im Öl und der Rest ist mit dem Gase als H<sub>2</sub>S entwichen.

Die zunächst in derselben Retorte verschwelte Probe von Ölschiefer, welcher mit den Kohlen zusammen auftritt, gab unerwünschte Resultate, teils weil der Schiefer wenig ergiebig ist, teils weil er anscheinend höhere Temperaturen zu vollständiger Verschwelung fordert als wie man in der verwendeten Retorte erzielen konnte.

## 3. Technische Versuche.

Nach der Anschaffung eines Trommelapparates nach dem Modelle des Kaiser-Wilhelm-Instituts für Kohlenforschung wurden Verschwelungsversuche mit den drei oben genannten Materialien in größerem Maßstabe im Laboratorium des Mineralogischen Instituts von Herrn Chemiker Rödland weitergeführt und wird dieser Teil der Untersuchung Gegenstand eines Spezialberichts sein. Von den Kings-Bay-Kohlen wurde auch von

einem neuerschlossenen Flötze das Material verschwelt. Die betreffende Kohle war viel ärmer an Asche und Schwefel wie die der früher bearbeiteten Flötze, jedoch nicht von so ausgesprochenem Cannelkohlencharater wie jene, sodaß bei einem relativen Aschengehalt von 18 resp. 12 0/0 die Verschwelungsausbeute nicht höher ausfiel.

Da die Kings-Bay-Kohlen, wenn der Urteer abgetrieben ist, einen hochwertigen Brennstoffrest hinterlassen, war die Verwendung derselben als industrieller Brennstoff unter gleichzeitiger Gewinnung von Teeröl und etwas Heizgas angezeigt.

Das Rohstoffkomitee hat deshalb dem Industriedepartement empfohlen, Versuche im vollen technischen Maßstabe bei einer dafür eingerichteten Anlage im Auslande durchführen zu lassen.

Ein solcher Versuch wurde dann im Dezember 1921 in der Generatoranlage mit Urteergewinnung nach System Pintsch der Kupfer- und Messingwerke Hirsch, Heegermühle, unternommen, und zwar unter bestmöglicher technischer Kontrolle und Messung der am Prozesse beteiligten Faktoren. Die Kohlen gaben im Generator keine Schwierigkeiten, wie Backen, Zusammenschmelzen der Schlacken o. dgl. Die Teerausbeute war 13,9 0/0 oder 74 0/0 von der Ausbeute in der Aluminiumschwelretorte im Laboratorium, man kann deshalb bei regelmäßigem Betriebe nach früherer Erfahrung 15 0/0 oder 80 0/0 von der Maximalausbeute erwarten.

Die Untersuchung des Urteers wurde zunächst in Berlin im dem Laboratorium von Dr. FRITZ FRANK und Dr. E. MARKWALD in Zusammenarbeit mit Dr. GRAM angegriffen. Es wurden Destillationen versucht mit und ohne Vakuum, mit überhitztem Wasserdampf und direkter Feuerung. Als Resultat wurde gefunden, daß die das Öl begleitenden harzartigen zähen Stoffe erst durch rohe Destillation bis Verkokung über direktem Feuer unter Bildung niedriger siedender Öle und Koks zerstört wurden, wobei filtrierbares Paraffin und normale Öle erhalten wurden. Ein Versuch mittelst Durchleitens der Öldämpfe durch eine auf 800° erhitzte Röhre auch das kristallinische Paraffin aufzuspalten führte zu tiefgreifender Änderung der Ölbestandteile und Bildung von wasserstoffärmerem, anscheinend aromatischem Teer.

Parallel mit den Destillationsversuchen wurden auch Trennungsmethoden mittelst Lösungsmittel versucht. Durch 88 0/0-igen Alkohol wurde eine weitgehende Zerlegung in fast reine Kohlenwasserstoffe und phenol- und asphaltreiche Öle durchgeführt. Bei der Destillation des Phenolöles bis auf Pech wurden mit Formaldehyd zu bakelitartigen Produkte kuppelbare Phenole gewonnen.

Auch die Behandlung mit Schwerbenzin führte zu einerseits sauerstofffreien, andererseits saurstoffhaltigen Ölen, indem jedoch die stickstoffhaltigen Öle zumeist sich den Kohlenwasserstoffen angeschlossen.

Ein Versuch den Urteer nach der Methode von Dr. BERGIUS zu hydrieren, von der Bergingeseellschaft ausgeführt, führte nach der Untersuchung der hydrierten Produkte von Dr. FRANK zu leichtflüssigen Ölen von erdölartigem Geruch und Charakter, zu Vermehrung der leichtsiedenden Fraktion und bedeutendem Zurückgang der Phenolbestandteile.

### **Zukunftspläne.**

Ein Anfang in der Herstellung von Öl zunächst aus den Kings-Bay-Kohlen wird bald gemacht, indem für öffentliche Rechnung ein Versuchsaggregat für Ölgewinnung bei dem Dampfkesselbetrieb in Kirkenes, Südvaranger, kontrahiert ist. Die Produktion wird dabei auf 2 000 Tonnen pro Jahr geschätzt und kann daselbst bei weiterem Umbau der Kesselanlage versechsfacht werden.