

TITLE PAGE

7. Hydrierende Verarbeitung von Extrahartwachsen der Fischer-Synthese über Kontakt 8376 bei 250 atm.
Hydrogenation processing of special hard waxes obtained by the Fischer synthesis over catalysts 8376 at 250 atm.

Frams Nos. 621 - 640

7 April 1942

Handwritten notes:
W. Müller
R. M.
R. S.
R. G.

(7)

Ergebnisse Versuchsreihe zur Synthese von Benzol aus Kohlenstoff über die Fischer-Synthese über Kontakt 2076 bei 250 °C

Mittelwert über Paraffinfraktion

Zusammenfassung

Ergebnisse der Fischer-Synthese, die 40 bis 50 % Benzol ergebende, die Oxidation und Fischer-Synthese unter
verschiedene Anteile an Kohlenstoff, lassen sich durch hydratisierende
Synthese über Kontakt 2076 bei 250 °C mit einer Gesamterzeugung von
0,5 kg/liter Kohlenstoff und mit 85 bis 95 %iger Ausbeute an
Produktmenge, die in dem erwähnten Siedebereich von
340 bis 500 °C liegen und den Anforderungen für Oxidation und
Fischer-Synthese entsprechen. Es ist dabei erforderlich, unter
Rückführung des als Oxidationsprodukt und enthaltenen über
500 siedenden Anteile zu führen. Mit Katalysator 5050 sind die
Ergebnisse am besten.

Die Oxidation erfolgt je nach der Art des Eingangsproduktes
und der Art der Kohlenstoffverwendung. Kohlenstoff-Nickel-Katalysator
kann bei 20 bis 25 °C Oxidation bei ein ausgeprägtes
Maximum aus. Bei tieferen Temperaturen sinkt die Leistung. Soll
die Anteile über 500 °C so wenig erhalten werden, bei höheren
Temperaturen vermehrt eine zu starke Mittelteilbildung die
Leistung.

Die Versuche mit 712 Paraffin ist zu beachten, dass sich die
Leistungen bei der Verarbeitung der Fischer-Paraffine durch Erhö-
hung des Durchsatzes noch wesentlich (besonders auf das Doppelte)
steigern lassen dürften.

Die Vergasung beträgt im Bereich der optimalen Leistung weniger
als 1 %.

Die Abtrennung des für die Rückführung besten Anteils über
500 °C aus dem Oxidationsprodukt kann erfolgen:

- a) durch Vakuumdestillation,
- b) durch Abdampfen eines Reaktionsproduktes hinter dem Sumpf.
Dabei wird ein Kohlenwasserstoffprodukt für die Rückführung
erhalten, das noch bis zu 50 % unter 500 °C siedende Anteile
enthält. Das in Hochdruck überdestillierende Produkt ent-
hält nur wenig Kohlenstoff über 500 °C siedende Anteile und ent-
spricht nach der Trennung des Mittelteils die 340 °C vollkommen
den Anforderungen für Oxidation und Fischer-Synthese. Die
für den Reaktionsbereich erforderliche relativ hohe Temperatur

von 40-50% (für 100% des Rohmaterials) ...

durch die ... in der ...

Die für die ...

Die ...

Die ...

... von ...

gez. Petary
gez. Heilmann

Direktives der Versuche

Die Versuche wurden in 200 cm³ Öfen mit Abdichtströmung bei 250 at durchgeführt.

<u>Leistungsdichte</u>	Kontakt	2376 T Million
	Direktivität	0,8 kg/Liter Katal./Stde.
	Wohlfahrt	3 m ³ /kg Produkt
	Temperaturen	18,5 - 22 Millivolt

Ein störungsloser Betrieb war nur möglich, wenn alle Ein- und Ausgangsleitungen, die Einspritzpumpe mit Ansaugrohr, sowie Schlangglas und Abscheider mit Mitteldruckdampf gesäubert wurden. (Der hohe Schmelzpunkt bei ca. 190° der Retrokatalyse bewirkt bei Niederdruckdampf behafteten Apparaturen häufige Störungen durch Verstopfung.)

Untersuchung der Produkte

Von den Öfen bezogene Produkte wurden jeweils Proben von 50 g bei 5 mm Vakuum in folgende Fraktionen zerlegt:

Vakuumfraktion	Umschmelztemp. auf 760 mm
bis 175 } bzw.	bis 340 } bzw.
175-200 } bis 200	340-370 } bis 370
200-250	370-430
250-275	430-450
275-300	450-487
300-315 } bzw.	487-500 } bzw.
315-330 } 300-325°	500-516 } 497-516
Rest über 330	Rest über 516°

Von jeder Fraktion wurde das spezifische Gewicht bei 70° durch Spindeln bzw. mit dem Pyknometer bestimmt, ferner Anilinpunkt und Schmelzpunkt.

Aus der graphisch aufgetragenen Siedkurve wurde ausserdem die mittlere Siedetemperatur (50 % Punkt) der Fraktion 340-500 ermittelt. Die Eigenheiten der Fraktionen 340-500 wurden aus dem Verlauf der Einzelfraktionen unter Berücksichtigung der Molanteile berechnet.

Ausgangsmaterialien

Als Ausgangsmaterialien für die Hydrierversuche wurden folgende Syntheseprodukte verwendet:

- 1) Extraktware des Gewerkschafts „Viktor“ in Kassel, 2.12.42.
- 2) Extraktware des von Schöffers in P 1553 vom 18.11.42.
- 3) das gleiche, jedoch vom 12.12.42.
- 4) das gleiche, jedoch vom 31.12.42.

Ausserdem wurden Versuche durchgeführt mit:

- 5) einem Verharz (Standard über 450° aus Extraktparaffin Schaff-
gessen P 1553 vom 11.11.47. (Das Destillat bis 450° wurde von
Dr. Baumgarter auf die Eignung für die Schmelzherstellung un-
tersucht und geeignet befunden. Vgl. Bericht Kamm-Labor vom
29.7.1947 (Hochdruck 89629).)
- 6) einem Kalkschieber-Eidre-Sammelprodukt aus Versuchen mit Kalk-
schwefelparaffin 1553 vom 8.12. und 11.12.42.
- 7) einem Gemisch von P 1553 vom 11.12.42 und Kalkschieber-
sammelprodukt (Hochdruck 147).
- 8) P 1553 in Verdünnung 1:1 mit einer Leuchtfraktion 120-250 aus
Kalkschwefelparaffin P 1503.
- 9) ein synthetisches Hartparaffin der Marke der Steinkohlen A.G.
in Herkammen war so nur analytisch untersucht, weil nur eine
kleine Probe zur Verfügung stand.

In der Tabelle Nr. 1 sind die analytischen Daten der An-
gangsmaterialien zusammengefasst; und in Abb. 1 ist das Siede-
verhalten der Fraktionen graphisch dargestellt. Dabei ist
in der Fraktion bis 370° (200° Vakuum) die 340° Grenze (173° im
Vakuum) durch einen großen Sprung und in der Fraktion 187 bis 515°
($100-325^{\circ}$ im Vakuum) die 500° Grenze (213° bei 9 mm Vakuum) ist
abgelesen.

Man erkennt, dass die Siedekurven und die übrigen analyti-
schen Daten des synthetischen Hartparaffins der Marke Steinkoh-
len A.G., Herkammen und des Extraktparaffins P 1546 der Ge-
sellschaft Viktor Reibel fast vollkommen übereinstimmen.

Die 3 Lieferungen Extraktparaffin P 1553 Schaffgessen ha-
ben gegenüber den zwei erstgenannten Proben wesentlich weniger
flüchtige Anteile und mehr Vakuumrückstand. In übrigen sei-
en diese drei Proben miteinander ganz beträchtliche Unter-
schiede im Siedeverhalten.

Bei allen 3 oben genannten die physikalischen Eigen-
schaften weitgehend denen der Normalparaffine gleicher Siedehöhe.

Der Zweck der hydrierenden Verarbeitungen dieser Produkte
kann man sich nach einer hydrierenden Raffination (Entfernung
von Sauerstoff, Aushydrierung von Ungesättigten und Sättigung
der Produkte) nur eine Spaltung der über 500° siedenden Anteile
sein, bei der möglichst hohe Anteile an Normalparaffinen in
erwünschten Siedebereichen $340-500^{\circ}$ erhalten werden.

Von Schmelzparaffin

In der Tabelle Nr. 2 sind die wichtigsten Eigenschaften dieser
Vorgänge mit Mat. 376 den Eigenschaften der Schmelzparaffine
(Spalten 1 bis 9) gegenübergestellt.

Die Spalte 10 mit die Hydrierarten einer und Spalte 11
die des Kalkschieber-Eidre. Die Eigenschaften der hydrierten Pro-
dukte sind in den Spalten 12 bis 13 wieder gegeben. Wenn der be-
treffende Vorgang nicht nachgeschaltet war, ist dies durch

solchen Fraktionen der Hydrocarbone entsprechend Punkte in der
 Mehrzahl bei niedrigeren Temperaturen und zu niedrigeren
 Temperaturen als der unteren Kurve, deren Punkte
 der "Schmelztemperatur" der Paraffine entsprechen. Die
 in der Tabelle angegebenen Punkte sind die Schmelztemperatur
 der Normal-Paraffine, die in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.

Dass bei niedrigeren Temperaturen die Punkte sich nur auf die
 Kohlenwasserstoffe beschränken, so niedrigeren Temperaturen und
 die Aufspaltung der Fraktionen gefunden werden, kann man
 analysenähnlicher Natur sein. Die Punkte sind in der Tabelle
 auch am Schmelzpunkt der Paraffine angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.

Einfluss der Spalttemperatur

Die Spalttemperatur hat bei Verwendung des Kontaktes 375° C
 2,5 Mittelwert bei 2,5 Mittelwert. Bei Verwendung des Kontaktes
 375° C ist die Spaltung in der Weise erfolgt, dass bei 2,5
 2,5 Mittelwert ist. Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.
 Die Punkte sind in der Tabelle angegeben sind.

Die Leistung der Fraktion 340-500° C ist bei einer Spalttemperatur
 von 346° C bei 22,0° C für P 1553 ein Maximum bei 22,5° C
 erreicht. Die Leistung der Fraktion 340-500° C ist bei einer
 Spalttemperatur von 346° C bei 22,0° C für P 1553 ein Maximum
 bei 22,5° C erreicht.

Es ergibt sich, dass bei einer Spalttemperatur von 346° C
 die Leistung der Fraktion 340-500° C bei 22,0° C für P 1553
 ein Maximum bei 22,5° C erreicht. Die Leistung der Fraktion
 340-500° C ist bei einer Spalttemperatur von 346° C bei
 22,0° C für P 1553 ein Maximum bei 22,5° C erreicht.

die ...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

analytische Daten der Verarbeitung

Bezeichnung	Synth.Hartparaffin der Essener Steinkohlen A.G. Werk Bergkamen		P 1545 Extrahartwachs Gewerkschaft "Viktor" Bassel		P 1551 v. 10.11.42 Extrahartparaffin Schaffgotsch Oderthal		
	Farbe	Spez. Gew./70°	Farbe	Spez. Gew./70°	Farbe	Spez. Gew./70°	
	hellgelb	0,768	dunkelbraun	0,773	schwarzbraun		
		96°		96°		94°	
		110°		100°		214°	
	% Fr.	% Σ	% Fr.	% Σ	% Fr.	% Σ	
-370° +Verlust	7,2	7,2	4,5	4,5	-	-	
370-430°	11,9	18,9	15,4	19,7	1,7	1,7	
430-458°	15,0	33,9	16,0	35,7	27,0	28,7	
458-487°	27,5	61,4	18,8	54,5	21,9	50,6	
487-516°	12,6	74,0	16,0	70,5	9,9	60,5	
516-516	30,0	100	28,3	100	32,5	100	
	Spez. Gew./70°	AP	Spez. Gew./70°	AP	Spez. Gew./70°	AP	
+370°	0,754	102	88	0,753	102	53	-
370-430°	0,772	114	44,5	0,765	112	43	-
430-458°	0,780	123	57	0,770	119	54	0,774
458-487°	0,780	127	64,4	0,790	124	58	0,775
487-516°	0,787	132	72,6	0,810	129	65	0,779
516-516	-	-	100	-	-	-	-

Versuchsergebnisse von Extrahierparaffinen aus Fischerei

N ^o	Bezeichnung	Menge	Elementaranalyse					Hydrolyse					
			C	H	N	S	Asch.	Temp.	Farbe	Geruch	Wasser		
1	Synth. Hartparaffin d. Messner Steinkohlen A. G. Bergkaiser	5	83,8	14,9	0,778	121	59,8						
2	1946 Extrahierparaffin "Filter" Leuzel	2	61	57	0,780	119	59	20,5	ohne Farbe				
								21,5	ohne	grau			
								22,5	ohne	Farblet			
								23,5	ohne	"			
								24,0	ohne	"			
3	1953 v. Extrahierparaffin 12.11. v. Schaffgotzsch	0	56	44	0,775	122	64,9	20,5	ohne	grau			
								21,5	ohne	Farblet			
								22,5	ohne	grau			
4	1953 v. Extrahierparaffin 12.12. von Schaffgotzsch 43	0	56	44	0,770	121	60,9	20,9	20,0	weiss			
5	1953 v. Extrahierparaffin 12.11. von Schaffgotzsch 42 verdünnt mit Hi. Öl R. 1205 1:1	0	56	44	0,775	122	64,5	21,5	ohne	weiss			
6	1953 v. Extrahierparaffin 12.12. von Schaffgotzsch 42 verdünnt mit Hi. Öl R. 1205 1:1	0	56	44	0,770	121	60,3	21,5	ohne	weiss			
7	1953 v. Extrahierparaffin 12.10. von Schaffgotzsch 42 u. Hi. (5:1) 12.41	0	60	50	0,777	124,5	61,1	19,5	23,5	gelblich-grau		17	
8	1953 v. Extrahierparaffin 12.12. v. Schaffgotzsch 42 Heißeisenschmelzmalprodukt Kell	3,5	49,8	46,7	0,779	122,5	61,9	19,5	23,5	grau		20,1	
9	Hi. Heißeisenschmelzmalprodukt aus Extrahierparaffin v. Schaffgotzsch	7,0	43,1	49,9	0,777	119	57,2	19,5	23,5	weiss		10,1	
10	1953 v. Vakuumdestillat 12.11. 420 aus Extrahierparaffin von Schaffgotzsch 42	0	41	59	0,765	122	63	20,5	23,0	weiss		22,1	
								20,5	24	grünlich		19,1	
								18,5	24	gelblich		9	
								16,5	3,5	grau		3	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12		

Versuche mit Heißenbad

Ab- satz	Bezeichnung	Dinspritzprodukt			Hydrat- temp. in mV	Heiße- Abwei- der temp	Stan- denan- fall		Hydrat	
		% bis 300°	% 300 -500°	% über 500°			% bis 340°	% 340 -500°		
1	P 1555 v. 12.12.42 u. 11.10.42 (5:11)	0	50	50	19,5	27,2	HA	56,76	7	43,1
							SG	18,70	27	68
							Gesamt		17	54,0
2	Heißeabweißer + Sammelprodukt aus P 1555 v. 12. u. 31. 12.42	7,0	43,1	49,9	19,5	27,5	HA	72	2	46
							SG	75	29	70
							Gesamt		10,2	58
3	P 1555 v. 31.12.42 + Heißeabweißer- sammelprodukt 111	3,9	49,8	46,7	19,5	27,5	HA	76	1	49
							SG	78	29	71,1
							Gesamt		10,5	40,1
4	Ankochen (Kochtopf Nr. 460) aus P 1555 v. 18.11.42	0	4,1	52	20,5	25,0		65	2	46,2
								78	20	58
							Gesamt		12,7	52,7
5					10,5	24,0	HA	42	5	41,5
							SG	49	25	69,5
							Gesamt		15,2	57,9
6					18,5	24,0	HA	60	1	52
							SG	80	29	87,1
							Gesamt		9	59,1
7					18,5	25,2	Gesamt		3,2	40,3
8	2	3	4	5	6	10	21	23	12	13

Branch with Hainbuchelberg

No.	Fr.	Hydrated Produkt				Hitler rez 849 Gepank.	>240 in AP >240 in AP	Bacon 340-300	Fr. 340-300 Fr. 300	Leistung kg. 100 100' 100'	Wen- lei- stung	
		340-300	300	Sp. Gew.	AP							
66-76	7	43.1	49.9	777	119	57.2	442					
66-70	27	58	8	755	119	47	420	78	82	70.7	0.52	0.12
	17	54.0	39	771.5	117	52.1	436	83	65	76	0.49	0.032
72	8	48	92	782	124	58.2	476					
75	14	76	23	772	114	47.2	423	37	88.4	82.5	0.55	0.215
	10.5	58	51.5	777	119	51.1	450	36	64.2	14.5	0.48	0.119
73	2	48	90	772	123	60.3	464					
70	20	71.5	8.4	7.1	112	64	410	33	24.0	2.4	0.11	0.15
	10.5	40.	19.2	1.5	127.5	52	432	32.7	47.5	80.5	0.58	0.08
65	8	40.1	51.5	775	122	59	470					
78	40	59	8	760	104	52.2	380	60	44.7	39.2	0.45	0.155
	24.1	22.7	24.3	785	112	56	450	77.3	62.2	70.0	0.42	0.094
52	3	41.5	35.5	780	122	60.3	472					
53	25	61.2	4.5	787	112	47.4	450	72	22.8	27.5	0.25	0.228
	15.8	57.9	26.5	772	116	52.0	432	84.2	68.8	78.6	0.46	0.135
	1	32	67	780	123	62.5	476					
	19	80.8	4.2	772	110	52.5	416	85	32.3	14.5	0.54	0.315
	9	59.8	51.2	774	121	57.2	448	91	65.8	87	0.48	0.13
	3.3	48.3	32.4	790.9	121	61.5	479	96.7	30.0	21.5	0.57	0.038
25	12	15	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23

Fraktion bis370

370-430

430-458

458-487

487-516

Rü>516

Abb. 7

P 1546

P 1553

P 1553

P 1553

P 1553

P 1553+

P 1553

v. 10.11.42

v. 12.12.42

v. 31.12.42

H. A. Sapro

H. A. Sapro

Rü > 450

f: 1

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

Berg-
kamen

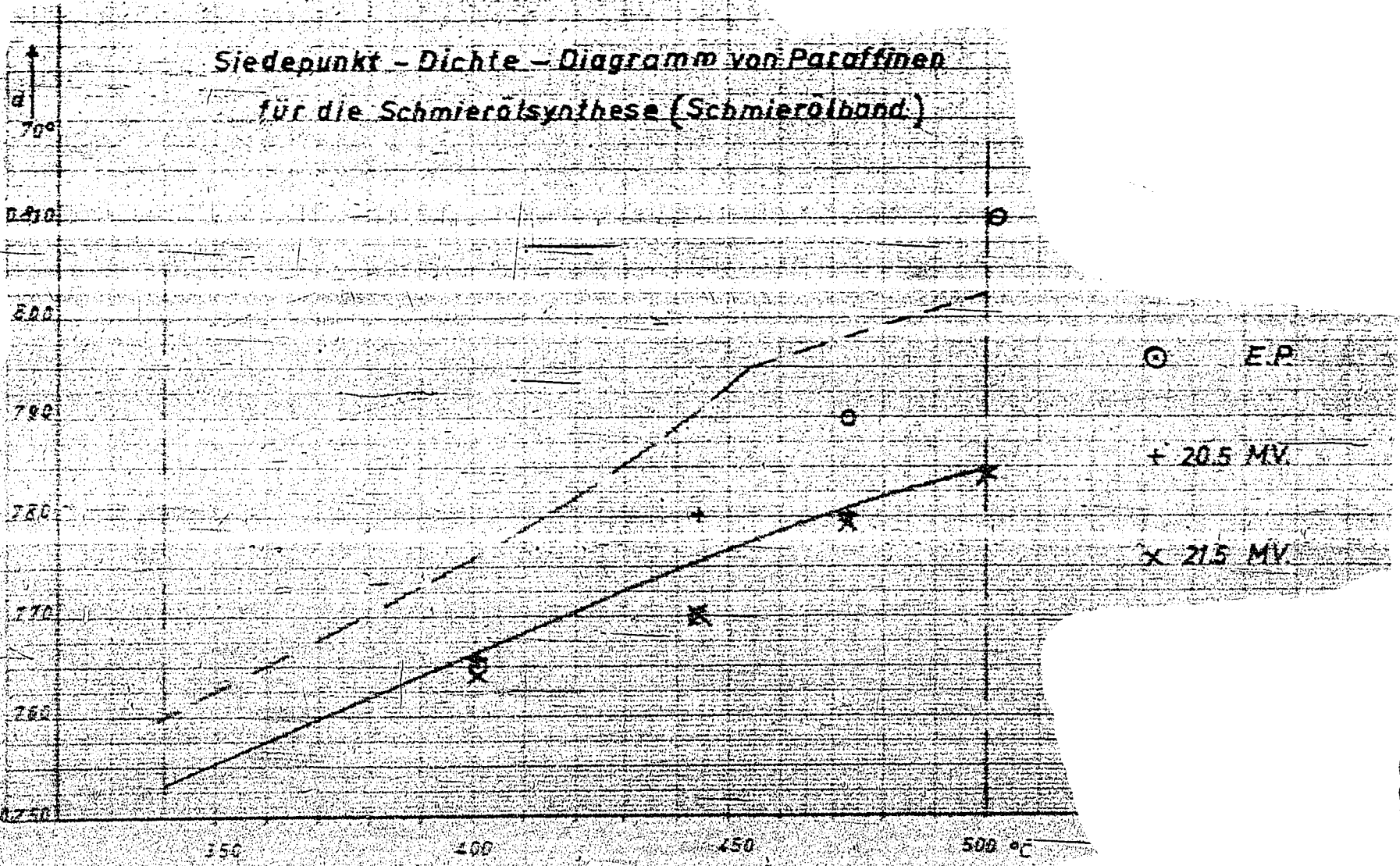
Viktor
Rauzel

Schaff-
gotsch

Schaff-
gotsch

Schaff-
gotsch

Siedepunkt - Dichte - Diagramm von Paraffinen
für die Schmierölsynthese (Schmierölband)



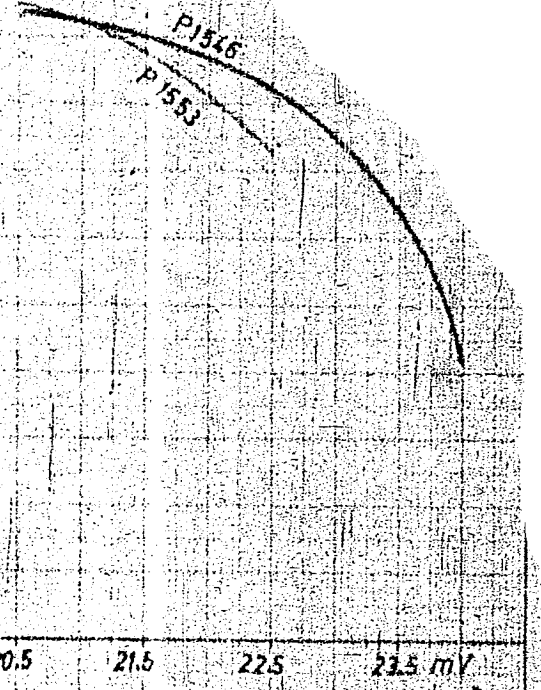
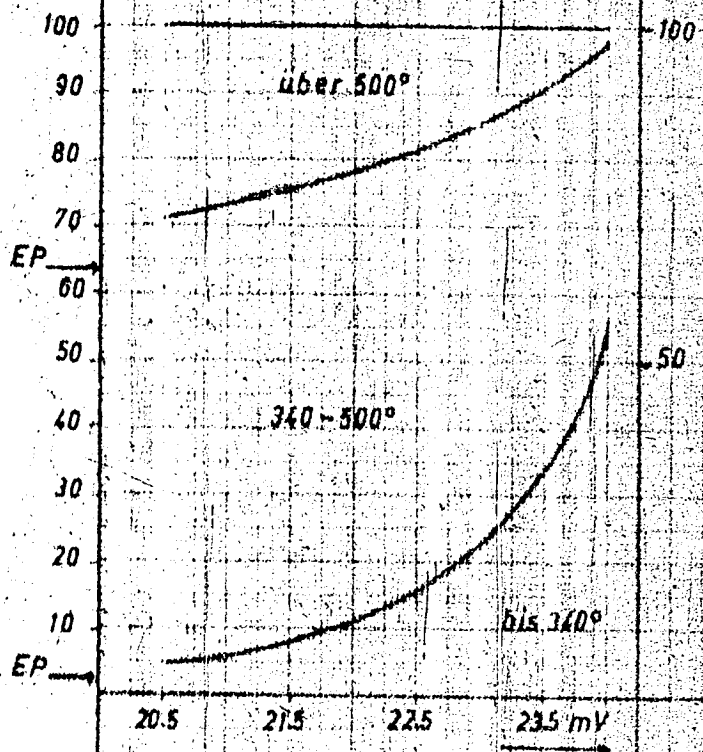
Veränderung des Siedeverhaltens

Ausbeute:

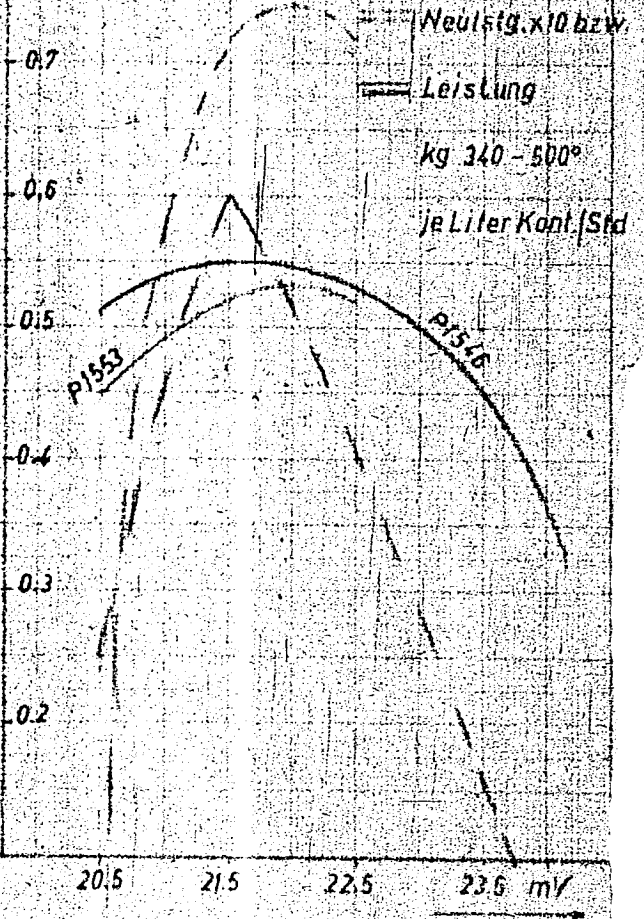
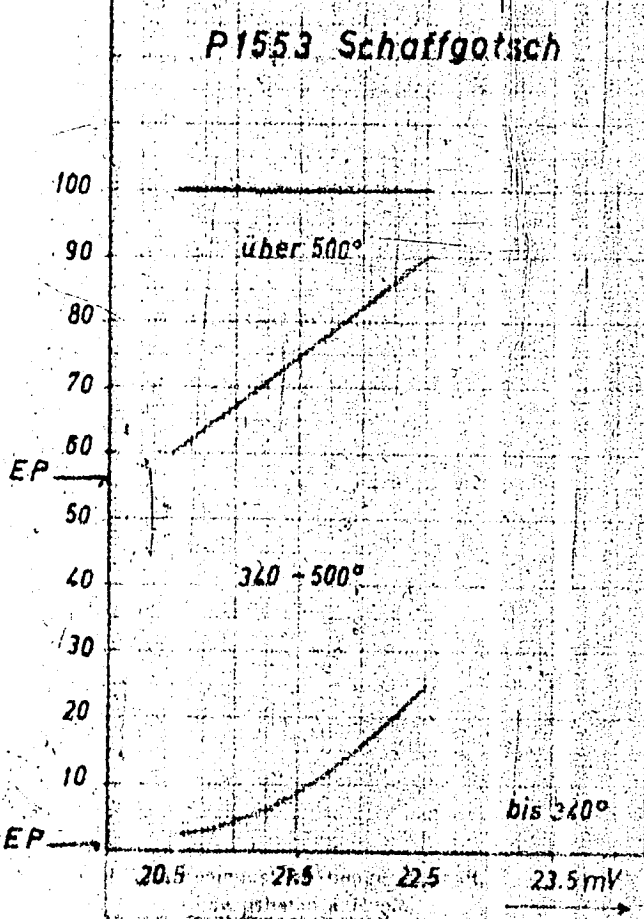
Destillation Gew. %

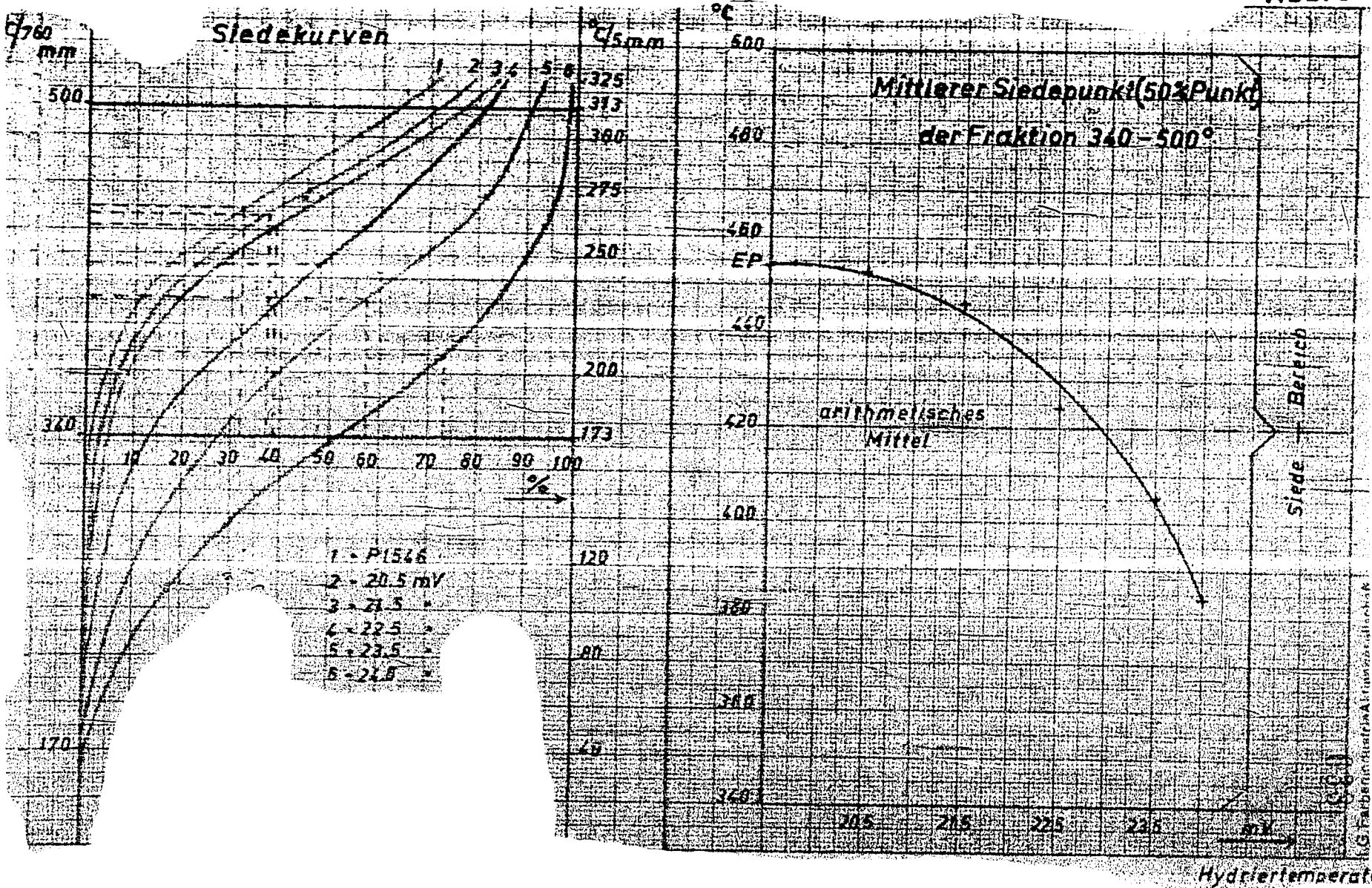
% Fraktion 340-500°
Mittelöl neu + Frakt. 340-500°

P1546 Viktor Raugel

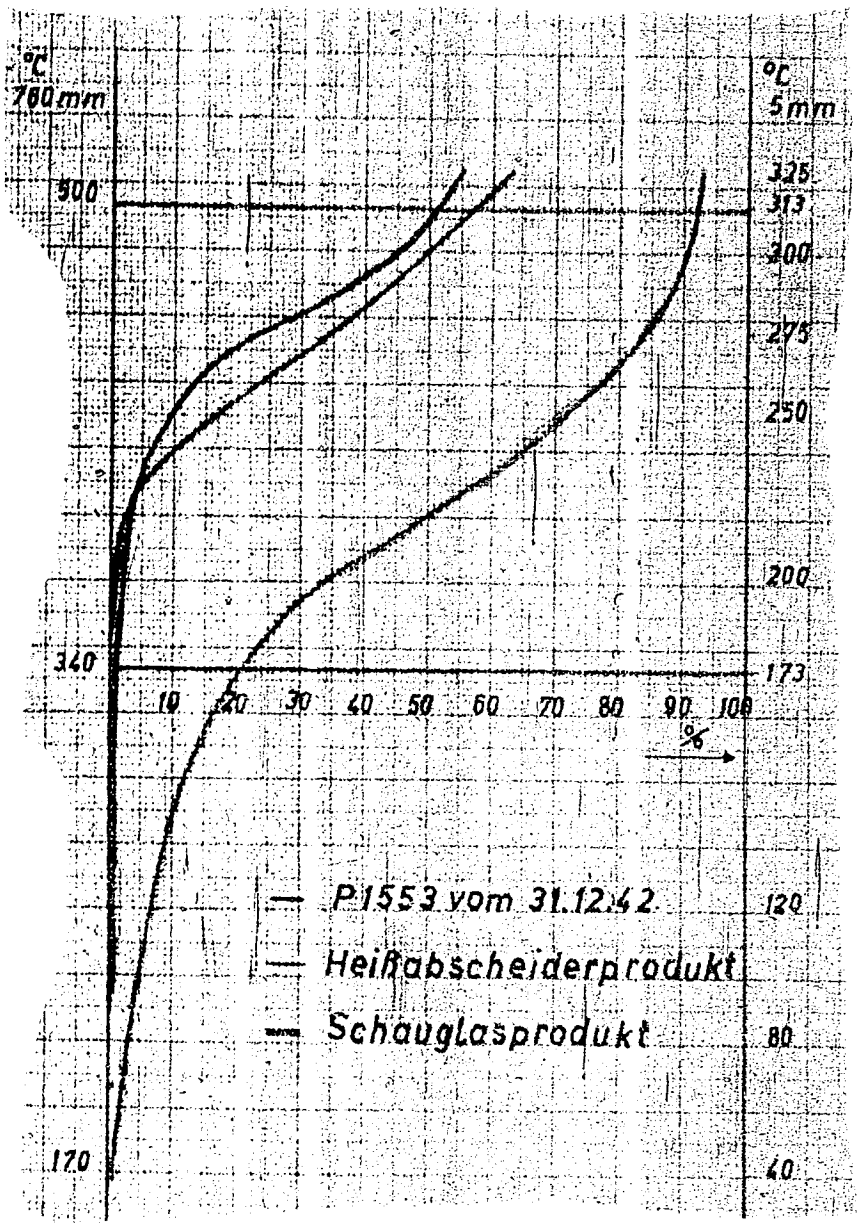


P1553 Schaffgotsch





I.G. Farbenindustrie AG, Kaiserstr. 57, 6000 K.



Spektren der Himmelsstrahlung
aus Schiffschiffahrtswegen

Kontakt 8370

Kontakt 5058

