

TITLE PAGE

3. Versuche zur Gewinnung von Paraffin aus
Teeren

Experiments aiming at the production of
paraffines from tars

Frame Nos. 755 - 759

755

Ammoniaklaboratorium
Oppau

Ammoniaklaboratorium

3

Versuche zur Gewinnung von Paraffin aus
Teeren

Aktennotiz.Versuche zur Gewinnung von Paraffin aus
Teeren.

Zweck der Versuche war die Auffindung eines Verfahrens zur Gewinnung von für die Oxydation zu Fettsäuren und dgl. geeignetem Paraffin aus Teer. Die Versuche sollten die Unterlagen für eine Kostenschätzung liefern, wobei von dem Gedanken ausgegangen wurde, dem für die Hydrierung bestimmten Teer vor der Hydrierung Paraffin zu entziehen. Welchen Einfluß die Entziehung des Paraffins auf die Qualität der Hydrierprodukte hat, ist noch besonders zu prüfen. Ein derartiger Versuch wird s. Zt. von den Hochdruckversuchen Lu ausgeführt. In diesem Zusammenhang interessiert insbesondere das Verhalten eines Teers in der Qualität wie er demnächst bei den Brabag-Werken zur Verarbeitung gelangen wird. Wir prüften die Entparaffinierung an den folgenden verschiedenen Teeren. Zu bemerken ist noch, daß es bei der Gewinnung von Paraffin für Oxydationszwecke nicht darauf ankommt, ein absolut weißes Produkt von möglichst hohem Schmelzpunkt zu erhalten.

Teer von Braunkohlen-Schmel-Kraftwerk, Hessen-Frankfurt A.G.	mit 16,5 % Paraffin
Teer von Riebeck, Probe 1 v. 10.9.35	" 23,6 " "
" " " " 2 v. 11.12.35	" 16,3 " "
Generator-Teer von Oppau	" 15,0 " "
Lurgi-Teer von Hedderheim	" 31,3 " "

Die obengenannten Paraffingehalte wurden vom Analytischen Laboratorium nach der Butanonmethode festgestellt. Die bei Riebeck übliche Paraffinbestimmungsmethode mit Amylalkohol nach vorheriger Destilla-

tich liefert kleinere Werte. Der Unterschied beruht wohl darauf, daß das mit Butanon abgeschiedene Paraffin noch Verunreinigungen enthält, andererseits werden bei der Amylalkohol-Methode niedermolekulare Paraffine, die für die Oxydation von besonderem Wert sind, nicht erfaßt. Die für Oxydationszwecke gewinnbare Paraffinmenge liegt zwischen beiden Werten.

Die Entparaffinierung der Teere gelingt am besten, wenn man sie zunächst destilliert. Die günstigsten Destillationsbedingungen in Bezug auf das bei der Destillation anzuwendende Vakuum und der Endpunkt der Destillation werden zweckmäßig für jeden Teer besonders ermittelt. Die Destillation soll einerseits so schonend ausgeführt werden, daß keine Paraffinverluste durch Krackung eintreten, insbesondere auch nicht durch zu langes Verweilen des Teers in der Destillationsblase, andererseits ist eine gewisse Zersetzung von Bitumen zur Erzielung eines gut filtrierbaren Paraffins und zur Erleichterung der Paraffinreinigung nötig. Bei der Destillation wurde im allgemeinen so verfahren, daß die paraffinhaltigen Anteile in zwei Fraktionen aufgefangen wurden, von denen die eine das Weichparaffin, die andere das Hartparaffin enthält. Diese Fraktionen können nun direkt unter Kühlung mit einem Lösungsmittel versetzt und filtriert oder zentrifugiert werden. Man kann aber auch die Hauptmenge der öligen Bestandteile in Filterpressen entfernen und nur die Reste von Oel mit Hilfe von Lösungsmittel extrahieren. Im letzten Falle sind die aufzuwendenden Lösungsmittelmengen wesentlich geringer. Die aufzuwendenden Lösungsmittelmengen gehen aus dem beiliegenden Schema hervor. Sie ändern sich für jeden Teer etwas. Die Weichparaffinfraktion wird bei der Verarbeitung auf Temperatu-

ren von etwa -15°C , die Hartparaffinfraktion auf etwa 0°C gekühlt. Als Lösungsmittel haben sich besonders Aceton und Methyläthylketon bewährt, denen zur Erhöhung ihres Lösevermögens für Oele geringe Mengen Benzol, Toluol und dgl. zugesetzt werden können. Andere, sonst für die Abscheidung von Paraffin empfohlene Lösungsmittel wie Methylacetat, Trichloräthylbenzol, Dichloräther, Furfurol, Kresol, Nitrobenzol, Anilin, Glykolmonoacetat usw. ergaben schwer filtrierbare Gemische; teils erschwert auch der hohe Siedepunkt die Abtrennung von den übrigen Teerbestandteilen. Andere Lösungsmittel, wie Methylformiat, Isopropylalkohol haben zu geringes Lösungsvermögen für die Oele. Das bei Riebeck benutzte Gemisch von Alkohol und Benzol ist bei dem hier angewandten Verfahren dem Aceton ebenfalls unterlegen. Das Abtrennen des Oel-Lösungsmittelgemisches von ausgechiedenen Paraffin kann durch z.B. Filtrieren oder Zentrifugieren geschehen. Bei einer Uebertragung ins Große ist noch zu prüfen, ob die sonst zur Abscheidung von Paraffin technisch schon benutzte Drehfilter hier geeignet sind. Die erhaltenen Rohparaffine enthalten noch gewisse Mengen die Oxydation störende Bestandteile. Durch Nachbehandlung mit den üblichen Reinigungsmitteln, wie Schwefelsäure, Salpetersäure, Aluminiumchlorid läßt sich nicht immer eine völlige Reinigung erzielen. Es wurde gefunden, daß die störenden Bestandteile durch eine Voroxydation bei etwa 100° entfernt werden können. Das so behandelte Paraffin liefert dann bei der Oxydation helle Oxydationsprodukte, die sich gut auf Seifen und Säuren verarbeiten lassen.

Klein

Verarbeitungsschema für Braunkohlenschwelteer

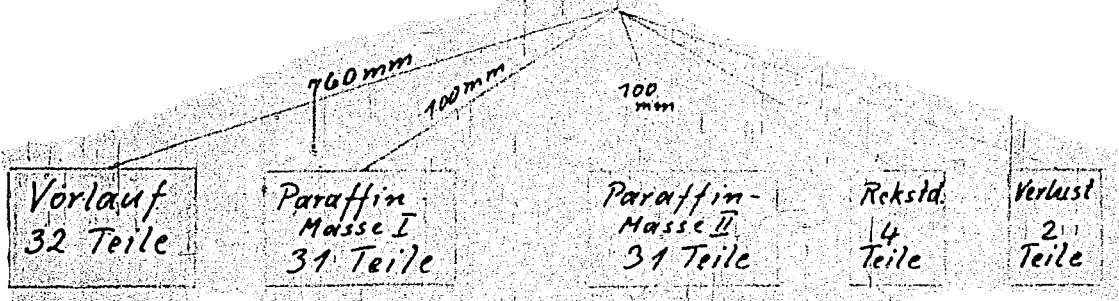
759

von Riebeck

Probe Nr. 1
v. 10.9.1935

Braunkohlenschwelteer (Riebeck)
100 Teile

Destillieren



Aceton
46 Teile
-15°
Filterieren

Aceton
93 Teile
0°
Filterieren

Weichparaffin
7,5 Teile

Öl
23,5 Teile

Öl
17,5 Teile

Rohes
Hartparaffin
13,5 Teile

Raffinieren

18,7 Teile

Hart-Paraffin
11,2 Teile