

3441 - 30/5 01 - 5

*Paraffin*

Herrn Prof. Dr. M a r t i n .

Betr.: Paraffin-Spaltung.

Anliegend überreichen wir die Auswertung von 3 Versuchen, die wir mit größeren Mengen von Paraffin aus der Drucksynthese (Paraffin "D") ausgeführt haben. Zwei Versuche wurden bei gewöhnlichem Druck durchgeführt und zwar mit verschieden großem Rücklauf. Bei dem dritten Versuch wurde unter dem auf 28 atü eingestellten eigenen Reaktionsdruck gespalten.

Die Versuche bei gewöhnlichem Druck wurden mit einer Eisenblase von ca. 80 Liter Inhalt ausgeführt.

Beim Erhitzen des Paraffins "D" bei normalem Druck gingen zunächst 25 - 30 Gew.-% desselben als "Vorlauf" über bis die eigentliche Spaltung bei etwa 370° (im Öl gemessen) einsetzte. Dieser Vorlauf bestand aus:

|             | Benzin - 200° | Dieselöl<br>200 - 320° | Paraffin<br>> 320° |
|-------------|---------------|------------------------|--------------------|
| zu etwa:    | 3 Vol.-%      | 90 Vol.-%              | 7 Vol.-%           |
| Stockpunkt: | < - 50°C      | + 4 - 5°C              | + 28 - 29°C        |
| Oktanzahl:  | 24            |                        |                    |

Die Spaltung bei gewöhnlichem Druck ergab ein Spaltprodukt, das sich je nach den Arbeitsbedingungen zusammensetzte aus:

|             | Benzin - 200°     | Dieselöl<br>200 - 320° | Paraffin<br>> 320° |
|-------------|-------------------|------------------------|--------------------|
| zu:         | 16 bzw. 21 Vol.-% | 49 bzw. 55 Vol.-%      | 35 bzw. 24 Vol.-%  |
| Stockpunkt: | < - 50°C          | 0° bzw. + 2°C          | 30° bzw. 25°C      |
| Oktanzahl:  | 42 bzw. 45        |                        |                    |

Durchschrift

Die Spaltung unter Druck wurde in einem liegenden Bergius-Autoklav (ca. 4 Liter Inhalt) ausgeführt und ergab:

|             | Benzin - 200° | Dieselöl<br>200 - 320° | Paraffin<br>> 320° |
|-------------|---------------|------------------------|--------------------|
| zu etwa:    | 44 Vol.-%     | 37,5 Vol.-%            | 18,5 Vol.-%        |
| Stockpunkt: | < -50°C       | -16°C                  | +12°C              |
| Oktanzahl : | 45,5          |                        |                    |

Die Ausbeuten in Gewichtsteilen, bezogen auf das Ausgangsprodukt Paraffin "D", sind aus den Anlagen ersichtlich.

Bemerkenswert ist der hohe Gehalt an Olefinen (35 - 48 Vol.-%) in dem aus der Spaltung gewonnenen Dieselöl.

Einen hohen Olefingehalt (36 - 58 Vol.-%) und eine beachtlich hohe Dichte (0,725) weisen auch die durch Spaltung gewonnenen Benzine auf. Trotzdem ist ihre Oktanzahl mit 42 - 59 verhältnismäßig niedrig.

Die Gasbildung war bei gewöhnlichem Druck sehr gering (1 - 2 Gew.-% des Paraffins "D"), bei Anwendung von Druck jedoch stark vermehrt (ca. 13,5 Gew.-%).

Ein Vorteil der Druckspaltung liegt in dem wesentlich niedrigeren Stockpunkt (-16°C) des hierbei gewonnenen Dieselöls.

3 Anlagen.

Bdr.: He. Dir. Saibel,  
" " Alberts.

*Konrad*

*Rae*

Anlage Nr.: 1  
 DVA: 7. Nov. 19. 11. 37

Aufarbeitung von Paraffin „D“ auf flüssige Produkte (Dieselöl, Benzin) durch spaltende Destillation.  
 Einsatz: 35 kg Paraffin „D“, hiervon wurden 19,66 kg = 56,5 Gew. % als Vorlauf abdestilliert, der Rückstand wurde durch weitere Destillation aufgespalten. Der Kohlenaufsatz war isoliert, mithin der Rücklauf klein.

000902

Paraffin „D“

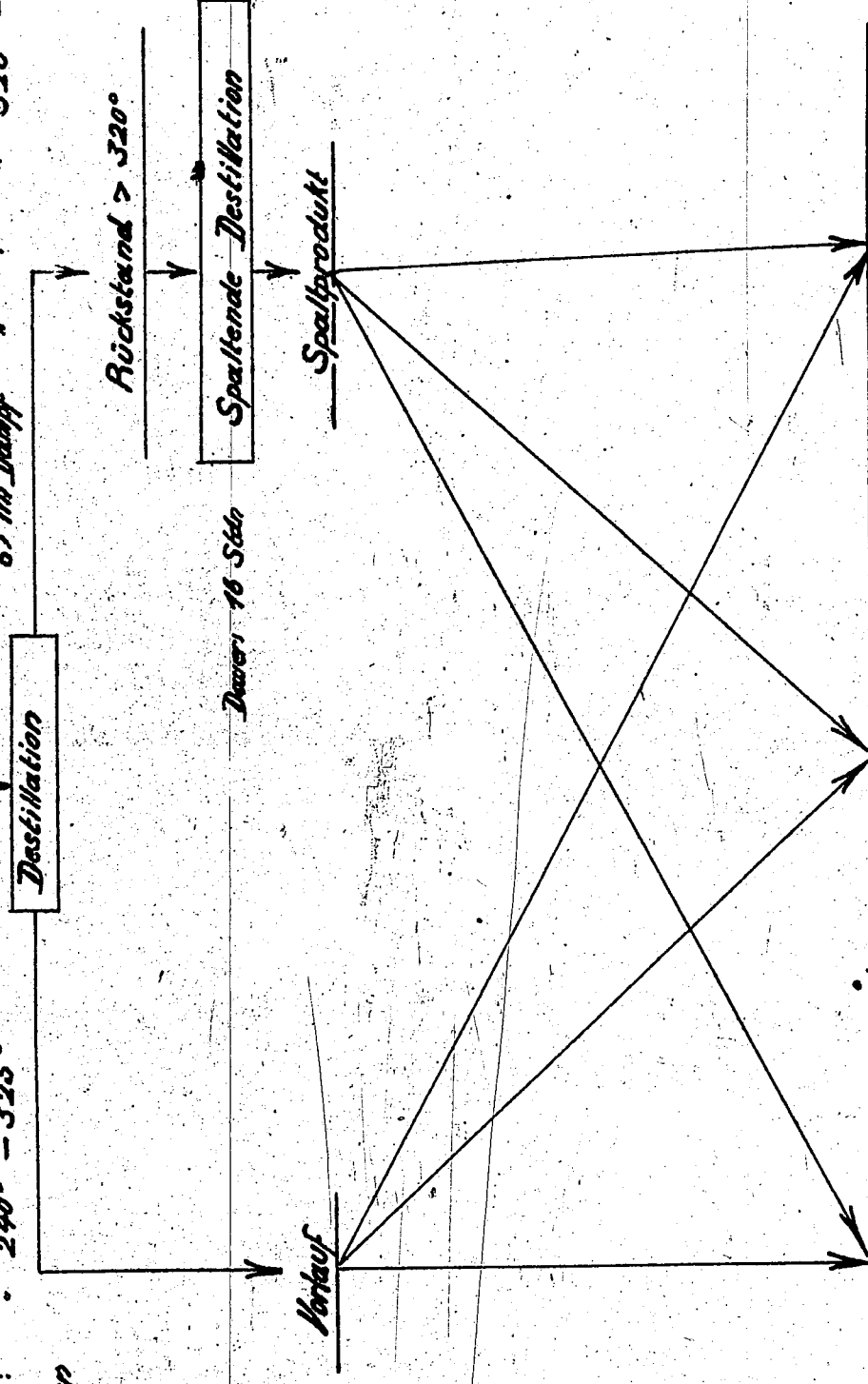
a) im Öl gemessen: von 290° - 365°  
 b) im Dampf " : " 240° - 325°

Dauer: 10 Stunden

Rückstand > 320°

Dauer: 16 Stdn

Rückstand: 9,0 Gew. %



Siedeanalyse des Vorlaufs:

| S. Beginn | 170° C       |
|-----------|--------------|
| - 180°    | = 9,5 Vol. % |
| 90°       | " 1,0 "      |
| 200°      | " 3,0 "      |
| 10°       | " 5,0 "      |
| 20°       | " 8,0 "      |
| 30°       | " 12,5 "     |
| 40°       | " 18,5 "     |
| 250°      | " 27,0 "     |
| 60°       | " 39,0 "     |
| 70°       | " 50,5 "     |
| 80°       | " 65,0 "     |
| 90°       | " 76,5 "     |
| 300°      | " 87,0 "     |
| 10°       | " 93,0 "     |
| 20°       | " 98,0 "     |

Siedeanalyse des Spaltproduktes:

| S. Beginn | 75° C        |
|-----------|--------------|
| - 90°     | = 1,0 Vol. % |
| 100°      | " 2,0 "      |
| 10°       | " 3,0 "      |
| 20°       | " 4,0 "      |
| 30°       | " 5,0 "      |
| 40°       | " 6,5 "      |
| 150°      | " 8,0 "      |
| 60°       | " 9,5 "      |
| 70°       | " 11,0 "     |
| 80°       | " 12,5 "     |
| 90°       | " 14,5 "     |
| 200°      | " 16,0 "     |
| 10°       | " 18,0 "     |
| 20°       | " 20,0 "     |
| 30°       | " 22,5 "     |
| 40°       | " 25,0 "     |
| 250°      | " 28,5 "     |
| 60°       | " 30,5 "     |
| 70°       | " 34,0 "     |
| 80°       | " 38,0 "     |
| 90°       | " 43,0 "     |
| 300°      | " 48,0 "     |
| 10°       | " 56,0 "     |
| 20°       | " 65,0 "     |
| 30°       | " 72,5 "     |
| 40°       | " 80,5 "     |
| 350°      | " 88,0 "     |
| 60°       | " 93,0 "     |
| 300°      | " 95,0 "     |

|                    | Benzin - 200° |               | Dieselöl 200° - 320° |              | Paraffin > 320° |               |
|--------------------|---------------|---------------|----------------------|--------------|-----------------|---------------|
|                    | aus Vorlauf   | aus Spaltung  | aus Vorlauf          | aus Spaltung | aus Vorlauf     | aus Spaltung  |
| Menge              |               |               |                      |              |                 |               |
| C. Gehalt          |               |               |                      |              |                 |               |
| H. Gehalt          |               |               |                      |              |                 |               |
| Ausbeute in Gew. % | 14            | 12,0 + 1,0 AK | 28,0                 | 30,2         | 1,1             | 22,1          |
| d 15               | 0,7429        | 0,7249        | 0,7693               | 0,7860       |                 | 23,2          |
| Stockpunkt         | - 38°C        | < - 50°C      | + 4°C                | + 2°C        |                 | + 28°C + 30°C |
| Olefine in Vol. %  | 24,0          | 55,7          | 12,0                 | 40,2         |                 |               |
| Octanzahl          |               | 42            |                      |              |                 |               |
| Summe              |               | 14,4          |                      | 58,2         |                 |               |

10.11.37

Re. Rosen

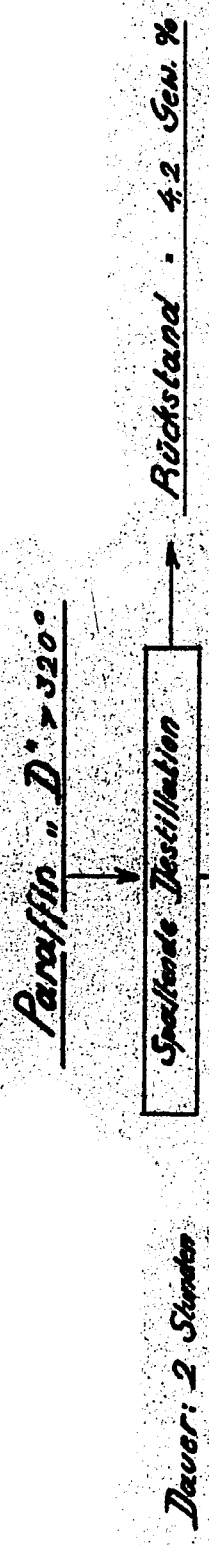


Aufarbeitung von Paraffin "D" auf flüssige Produkte (Dieselöl, Benzin) durch spaltende Destillation. Druckversuch

Einsatz: 1,335 kg Paraffin "D" > 320°; Ausgangsdruck: 0 Atü; Druck während des Versuches: 28 Atü. Dieser Druck liess sich dadurch konstant einstellen, dass während des Versuches dauernd Gas und Deldämpfe in dem Maße abgelassen wurden wie sie sich neu bildeten. Die Deldämpfe wurden in einem Kühler kondensiert und analysiert, das Gas wurde aufgefangen und ebenfalls analysiert. Versuchstemperatur: 430°

000904

Anlage Nr.: J  
EVA: J. Nov. 19. 17. 37



Dauer: 2 Stunden

Siedeanalyse des Spaltproduktes.

| S-Beginn | - | 45°C | Vol. % |
|----------|---|------|--------|
| 60°      | - | 10   | .      |
| 70°      | - | 30   | .      |
| 80°      | - | 50   | .      |
| 90°      | - | 75   | .      |
| 100°     | - | 110  | .      |
| 110°     | - | 135  | .      |
| 120°     | - | 170  | .      |
| 130°     | - | 205  | .      |
| 140°     | - | 240  | .      |
| 150°     | - | 285  | .      |
| 160°     | - | 345  | .      |
| 170°     | - | 335  | .      |
| 180°     | - | 320  | .      |
| 190°     | - | 410  | .      |
| 200°     | - | 440  | .      |
| 210°     | - | 460  | .      |
| 220°     | - | 575  | .      |
| 230°     | - | 540  | .      |
| 240°     | - | 580  | .      |
| 250°     | - | 605  | .      |
| 260°     | - | 640  | .      |
| 270°     | - | 685  | .      |
| 280°     | - | 710  | .      |
| 290°     | - | 740  | .      |
| 300°     | - | 770  | .      |
| 310°     | - | 795  | .      |
| 320°     | - | 815  | .      |
| 330°     | - | 825  | .      |

|                                       | Benzin - 200° |           | Dieselöl<br>210° - 320° | Paraffin<br>7 320° | Rückstand |
|---------------------------------------|---------------|-----------|-------------------------|--------------------|-----------|
|                                       | 45-110°       | 110-200°  |                         |                    |           |
| Menge                                 | 106,6 L       | 45-200°   |                         |                    |           |
| C-Gehalt                              | 143,9         | 45-200°   |                         |                    |           |
| H-Gehalt                              | 36,4,9        | 45-200°   |                         |                    |           |
| Ausbeute in Gew. %                    | 13,5          | 29,2      | 28,6                    | 22,0               | 4,2       |
| d 15                                  | 0,6955        | 0,7535    | 0,7934                  |                    |           |
| Stockpunkt                            | 2 - 50°C      | 2 - 50°C  | - 16°C                  | + 35°C             | + 12°C    |
| Olefine in Vol. %                     |               | 36,4      | 35,0                    |                    |           |
| Octanzahl                             |               | 45,5      |                         |                    |           |
| Ausbeute auf Paraffin "D" umgerechnet | 11,5          | 24,9      | 24,4                    | 18,8               |           |
|                                       |               | + 1,5 Atü |                         |                    |           |
|                                       |               | 12,0      |                         |                    |           |

000905

Herrn Prof. M a r t i n.

Betr.: Paraffin-Spaltung.

Die bisherigen Versuche über die Spaltung des Paraffines aus der Druck-Synthese (oberhalb  $320^{\circ}$  siedend) haben zusammenfassend folgendes Bild ergeben:

Im Autoklaven wurde das Paraffin bei  $390^{\circ}$  innerhalb angemessener Versuchszeit nur unbedeutend angegriffen; bei  $420^{\circ}$  trat eine weitgehende Aufspaltung ein unter gleichzeitiger Bildung von Gas, Benzin und Mittelöl; Mittelöl und Benzin entstanden zu ungefähr gleichen Teilen, die Gasbildung war beträchtlich (10 - 20 %). Offenbar war die Erhitzungsdauer in dem verwendeten Autoklaven zu lange. Die primär entstandenen Produkte wurden infolgedessen in unerwünschter Weise weiter aufgespalten.

Unterwirft man das Paraffin einer gemäßigten Spaltung bei etwa  $395^{\circ}$  und setzt die ungespaltenen Anteile erneut wieder ein, so läßt sich der Mittelölanteil gegenüber dem Benzinanteil erhöhen; z.B. gab ein Versuch mit dreimaliger Behandlung rund 15 % Benzin und 40 % Mittelöl, allerdings aber auch fast 20 % Gas bei 75 %iger Gesamtumwandlung.

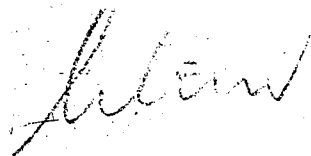
Aus diesen Versuchen ergibt sich, daß man bemüht sein muß, die Primärprodukte möglichst rasch aus dem Reaktionsraum zu entfernen, d.h. die Spaltung in Form einer Zersetzungsdistillation durchzuführen. Ein in dieser Richtung bei Atmosphärendruck ausgeführter Versuch hatte folgendes Ergebnis: 1,2 kg Paraffin (aus der Drucksynthese, oberhalb  $320^{\circ}$  siedend) wurden aus einer Eisenblase in mehrtägiger Dauer so langsam abdestilliert, daß die Temperatur der übergelassenen Dämpfe unter  $320^{\circ}$  blieb. Es erfolgte eine 87 %ige Umwandlung des Paraffines in unterhalb  $320^{\circ}$  siedende Produkte unter bevorzugter Bildung von Mittelöl. Es

wurden erhalten

14 % Benzin,  
65 % Mittelöl (200 - 320°),  
13 % Schweröl.

Die Gasbildung einschließlich Verlust konnte auf 8 gehalten werden. Der Stockpunkt des Mittelöls lag bei + 2°C, d.h. für Dieselöl noch zu hoch.

Auf Grund der vorliegenden Ergebnisse beabsichtigen wir, die Versuche über die Zersetzungsdestillation fortzusetzen und zwar unter Druck. Hierdurch hoffen wir, eine Beschleunigung der Zersetzung zu erzielen und zu einem Öl mit niedrigerem Stockpunkt zu gelangen.



Ddr.: Hr. Dir. Zaibel

" Dr. Bahr.