

, den 23. März 1939.

V/Gr.

3441 - 30/5 01 - 43

Herrn Dr. B a h r !

000922

Betr.: Paraffin-Proben.

Die mir übersandten Proben aus der Druck-Versuchs-Anlage sind mit Hilfe der fraktionierten Destillation bei Normaldruck und anschliessend von 250° an bei vermindertem Druck zwischen 1,5 - 5mm auf ihren Siedeverlauf untersucht worden. Oberhalb 320° wurden die Destillate in 20°-Fraktionen aufgefangen und zur näheren Charakterisierung die Stockpunkte bestimmt. Zur technischen Durchführung sei bemerkt, dass die Druckmessung stets mit einem Leybold'schen Vakuumkop vorgenommen wurde, während die Umrechnung der Vakuum-Temperaturen auf die Temperaturen bei Normaldruck nach dem von Beale und Docksey herausgegebenen Komogramm durchgeführt worden ist. Zur Bestimmung des Stockpunktes wurde die galizische Methode am drehenden Thermometer benutzt, die nach unseren Untersuchungen sehr zuverlässige reproduzierbare Werte ergibt und vor allem bei Tafelparaffin mit dem nach der Shukoff'schen Methode gefundenen Schmelzpunkt gut übereinstimmt.

Zusammengefasst ergeben sich einschl. der Ofen-Daten, die in Anlage 1 aufgeführten Zahlen. Der Anteil an den zur Paraffin-Oxydation brauchbaren Fraktionen beträgt, auf das Paraffin bezogen, bei normaler Fahrweise ca. 72 - 73 %, steigt bei Kreislaufbetrieb auf 79% und hat den höchsten Wert bei einer Fahrweise von unten nach oben mit 100 %. In diesem Falle, es handelt sich um den Ofen VIII, liegt das Siedeende des Paraffins sogar schon bei ca. 410°. Absolut genommen ist der Paraffin-Anteil am höchsten bei den Ofen III und IV, die normal bei 5 und 6 atü betrieben werden. Er fällt etwas ab bei Ofen VIII, wahrscheinlich infolge der Fahrweise von unten nach oben, die entweder bereits Spaltung von hochsiedenden Paraffinen bewirkt oder sie nicht entstehen lässt und ist am geringsten bei Ofen II, der im Kreislauf betrieben wurde.

Durchschrift

Zum Vergleich folgen anschliessend noch die Ergebnisse der Paraffindestillation eines Produktes aus der Mitteldrucksynthese der Grossanlage:

Datum: 3.-5.III.39

Temperatur: 1. Stufe 193 }
2. Stufe 179 } 187,8 Druck: 7 atf

Betriebsstunden: 1. Stufe 123 }
2. Stufe 473 } 942 CO:H₂ = 1:1,95

Paraffinanfall 320 - 460°
bezogen auf Paraffin > 320° = 66,6 %

Der Anfall an den zur Oxydation brauchbaren Paraffinen ist bei den Versuchsofen etwas höher als bei der Grossanlage, die aber den gleichen Wert von 65 - 70 % ergab, der sich schon bei früheren Untersuchungen an Mitteldruckprodukten ergeben hatte und der auch von anderer Seite (bairische Seifenindustrie, Witten) s. Zt. bestätigt worden ist.

Der Gesamtanfall von Paraffin ist bei der untersuchten Probe etwas hoch, über 30 %, da jedoch diese Zahl im Widerspruch steht zu früheren Ergebnissen, muss die noch genauer überprüft werden.

Im einzelnen ist das Siedeverhalten der Paraffine im Siedebereich oberhalb 320° auf der Figur 1 dargestellt. Aus der Darstellung geht hervor, dass die Paraffine mit den höchsten Anteilen bis 460° auch das niedrigste Siedende haben, z. B. Ofen VIII 410° (vgl. oben) und Ofen II 530°. Ofen III und IV enthalten beide übereinstimmend etwa 10 % oberhalb 550° siedende Anteile. Zum Vergleich wurden in der Darstellung auch die Siedeanalysen von Tafelparaffin und von Hartparaffin übernommen. Über die Eigenschaften beider Produkte, soweit sie festgestellt wurden, vgl. Tabelle 2. Das Tafelparaffin zeigt einen Siedebeginn von ca. 340° und ein Siedende von 520 - 540°. Im Hartparaffin sind geringe Anteile von leichtsiedenden Produkten enthalten; im wesentlichen ist aber der Siedebeginn erst bei 440° und bis 530° sind ca. 45 % übergegangen, bis 580 ca. 70 %.

In Figur 2 sind ausser den Stockpunkten der einzelnen Destillate auch die Schmelzpunkte der geradkettigen Paraffin Kohlenwasserstoffe aufgetragen. Die Übereinstimmung der gefundenen Stockpunkte mit den Schmelzpunkten

der entsprechenden Paraffine ist z.T. sehr befriedigend, z.B. bei dem Tafelparaffin und bei Ofen VIII, dagegen weichen die 3 anderen Öfen, vor allem im unteren Bereich von der Normalkurve ab. Um Fehler in der Siedeanalyse kann es sich hierbei nicht handeln, da verschiedentlich bei doppelt ausgeführten Analysen übereinstimmende Zahlen sowohl für die Siedeanalysen als auch für die Stockpunkte gefunden wurden. Man muss also annehmen, dass die Paraffine z.T. verzweigte Kohlenstoffketten haben, die den Schmelzpunkt heruntersetzen. Für Ofen II besteht auch noch die Möglichkeit, daß der Olefingehalt der Paraffinfraktionen eine Rolle spielt, da die Olefin niedrigeren Schmelzpunkte haben als die entsprechenden Paraffine. Nähere Untersuchungen hierüber sollen gelegentlich noch durchgeführt werden.

Auf Grund des Siedeverhaltens der Paraffinkohlenwasserstoffe ergeben sich für Tafelparaffin, Hartparaffin und Paraffingatsch zur Fettsäureherstellung, etwa folgende C-Zahl-Bereiche:

- 1.) Paraffingatsch für Fettsäureherstellung 320-160°
C₁₉-C₃₀ einschl., Stockpunktsbereich: 28-66.
- ~~2.) Tafelparaffin: 340 - 530, C₂₀ - C₃₉
Stockpunktsbereich: 35 - 79.~~
- 3.) Hartparaffin V: oberhalb 430° und oberhalb C₂₈.
Stockpunktsbeginn: ca. 56°.

Ddr. H. Prof. Dr. Martin
H. Dir. Dr. Hagemann
H. Dir. Alberts
Betr. Labor I
Betr. Kontrolle

Paraffinbestimmung in Produkten der Druckversuchsanlage.

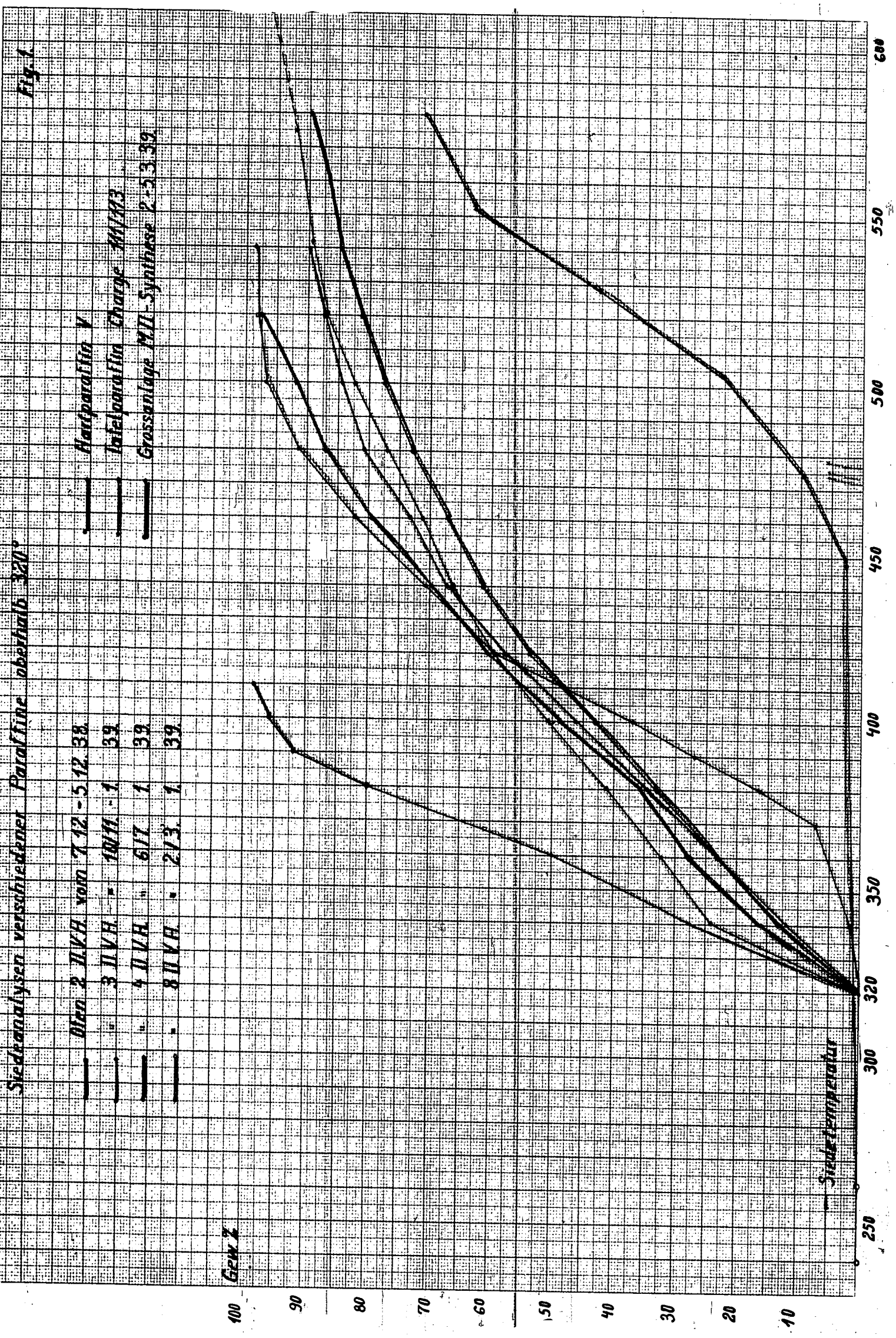
Tabelle 1.

000925

	Ofen II	Ofen III	Ofen IV	Ofen VIII
Datum der Probe:	7.-15.12.38.	10.-11.1.39	6.-7.1.39	2.-3.1.39
Temperatur:	216	189-191,5	192,7	199,5
Druck:	7 atü	6 atü	5 atü	5 atü
Gaszusammensetzung:	Wassergas	Sy-Gas 1:2	Sy-Gas 1:2	Sy-Gas 1:2
Kreislauf:	1 : 4	-----	-----	-----
Fahrweise:	v. oben n. unten	v. oben n. unten	v. oben n. unten	v. unten n. oben
Betriebsstunden:	1602 - 1774	1580	924	2144
Anfallverhältnis:				
A.K.-Benzin:	68,6 Gew. %	18,0 Gew. %	14,4 Gew. %	33,7 Gew. %
Ölkondensat:	28,8 "	43,1 "	32,7 "	34,6 "
Paraffin:	2,6 "	38,9 "	52,9 "	31,7 "
Paraffinanfall oberhalb 320 siedend:	8,9 %	26,0 %	26,2 %	16,4 %
Paraffinanfall 320 - 460	7,0 %	18,6 %	19,1 %	16,4 %
Paraffinanfall 320 - 460 bezogen auf Paraffin oberhalb 320	79 %	72 %	73 %	100 %

Tafelparaffin, Charge 111 u. 113 und Hartparaffin, V5

	<u>Tafelparaffin</u> <u>Charge 111 u. 113</u>	<u>Hartparaffin "V5"</u>
Fließpunkt: nach Ubbelohde	47,5°	96°
Tropfpunkt: nach Ubbelohde	48,6°	98°
Schmelzpunkt off. Kap.:	47,4°	85°
Schmelzpunkt geschl. Kap.:	—	92°
Stockpunkt am drehb. Therm.:	53,5°	93,0°
Stockpunkt nach Shukoff:	54,5°	93-94° (Aufenthalt un- deutlich)
Neutralisationszahl:	0,01	
Verseifungszahl:	0,08	



000928

V3 581x450 mm

Fig. 2

Abhängigkeit des Siedepunkts vom Siedepunkt für verschiedene Paraffine im Vergleich zum Schmelzpunkt der *n*-Paraffin (Siedepunkt bestimmt nach der galizischen Methode am drehenden Thermometer)

- Ofen 2 vom 7/12 - 15.12.38
- 3 - 10/11 1.39
- 4 - 6/7 1.39
- 8 - 2/3 1.39

— Tafelparaffin Charge 10/11/3

— Normal-Paraffine

— Grossanlage M.H. Synthese 2 - 5.3.39

Siedepunkt

100°C

90

80

70

60

50

40

30

20

10

250

300

350

400

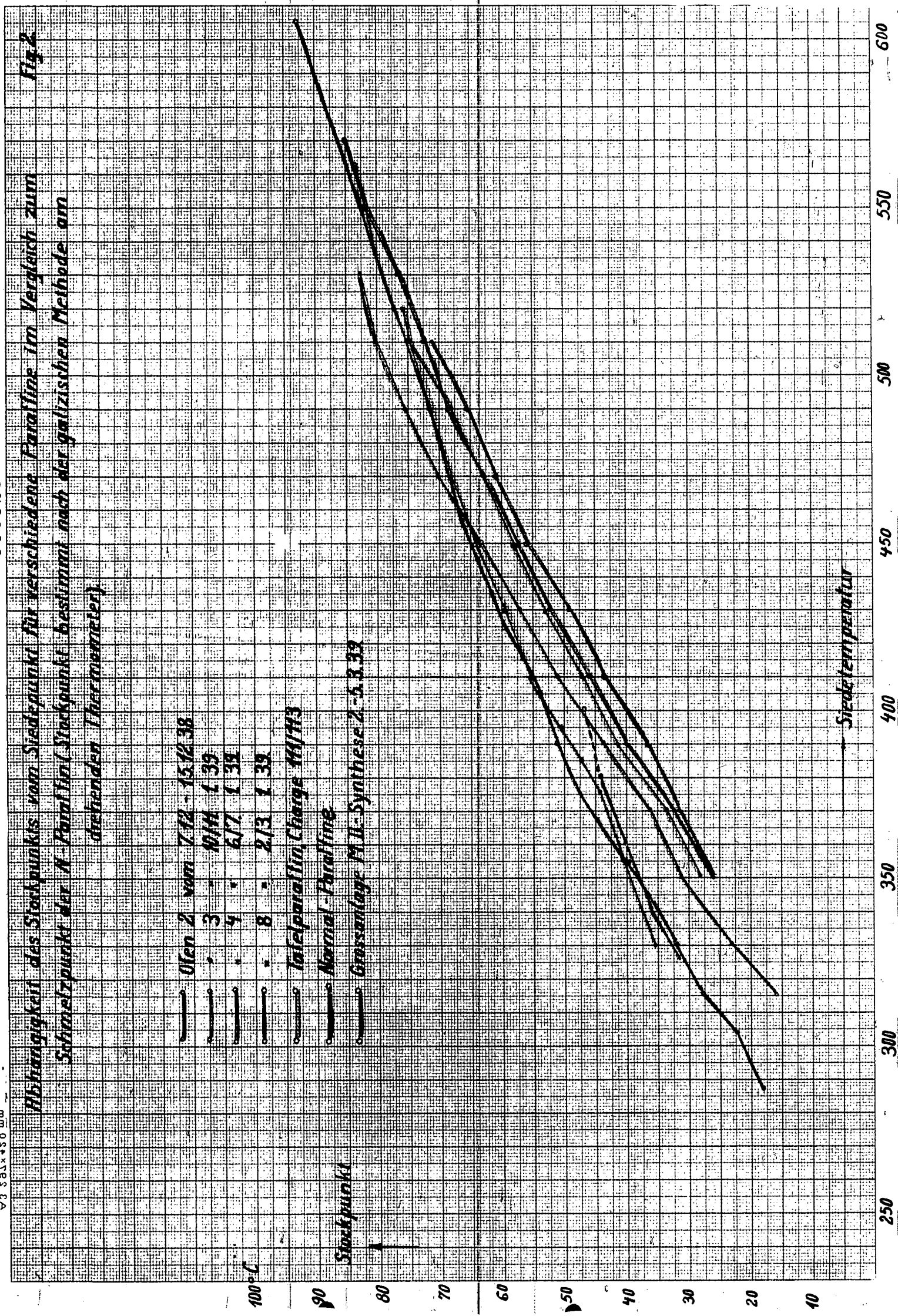
450

500

550

600

Siedetemperatur



000929

Ruehlorenz AG
Überhausen Holten
Betriebslabor I
F/Wcht.

Holten, den 3. Oktober 1938.

Herrn Dipl.-Ing. Neweling .

Betr.: Druckofen-Paraffin.

Das aus Druckofen 132 gewonnene Paraffin zeigte zeitweise starke Verfärbung. Diese ist allein auf die Z^{us}mischung von Kontaksubstanz in feinst^{er} ~~Teilung~~ ^{Ver}teilung zurückzuführen. In der beigegebenen Probe vom 29.9.38 wurden 2,76 g Cobalt/kg Paraffin festgestellt. Das vom Kontakt befreite Paraffin hat eine normale weiße Farbe, wie aus der zweiten Probe ersichtlich ist.

Eine Verunreinigung durch Kohlenstoffausscheidung kommt nach dieser Untersuchung also nicht in Frage.

2 Paraffinproben

Ddr. H. Dir. Alberts
Betriebskontrolle