

25. April 1941

BL II V/Sche

3445 - 30/5.01 - 82

Herrn L u b e n .

Betrifft : Raffination von Hartparaffin , vergleichs Bericht vom
23. 12. 1940.

In meinem Bericht vom 23. 12. 1940 war bereits festgestellt worden, daß es grundsätzlich möglich war, die Ergebnisse der Laborraffination des Hartparaffins mit denen der Betriebsraffination zu vergleichen. Als Vergleichsgrundlage wurde für die Laborraffination die Farbe des Paraffins nach einer Behandlung mit 2 mal 5% Tonsil gewählt und für die Betriebsraffination der Tonsilverbrauch. Die dadurch sich ergebende Reihenfolge stimmte in etwa überein.

In einer Besprechung war festgestellt worden, daß noch weitere Raffinationen im Labor durchgeführt werden sollten, um noch mehr Zahlenmaterial zu sammeln. Die inzwischen angesetzten Proben wurden am 21. 4. 1941 einem erneuten Vergleich unterzogen. Als Vergleichsgrundlage wurde wieder auf der einen Seite die Farbe des raffinierten Paraffins und auf der anderen Seite der Tonsilverbrauch in % des Paraffins gewählt.

Die vorhandenen Paraffine wurden dazu in sieben Gruppen eingeteilt von denen jede Gruppe ungefähr den gleichen Farben bei der Laborraffination ergeben hatte. Aus den Feststellungen der Paraffinanalyse über den Tonsilverbrauch konnte ebenfalls eine ansteigende Linie festgelegt werden. Bei einem Vergleich der nach beiden Methoden für die einzelnen Chargen sich ergebenden Reihenfolge ergab sich eine ungefähre Übereinstimmung der Raffinationswirkung. Im Einzelnen wurden folgende Zahlen gefunden.

001173

001174

Betriebsrefraktion .

Charge	§ Tonsil und Kohleverbrauch	Farbe des raff. Prod.	Reihenfolge bei Tonsilverbrauch.
1999	22	elfenbein	15
1111	20,5	weiß	11
1162	19,5	weiß elfenbein	9
1152	11,5	weiß	1
1200	15,7	weiß	3
1207	14,1	weiß	2
1231	16	weiß	4
1256	18	weiß	5
1287	20	weiß	10
1301	19,6	elfenbein hell	7
1323	18	weiß	5
11	18	elfenbein hell	6
20	19	elfenbein hell	8
41	21,7	elfenbein hell	12
56	24,2	elfenbein	13
68	22,1	weiß	14
53	22,7	weiß	16
92	23,4	weiß	17
93	21,2	weiß	12

In der folgenden Tabelle ist die Gruppeneinteilung der Paraffine direkt kombiniert mit der Reihenfolge, die sich aus den Betriebsproben ergab.

Gruppe	Zahl	Chargen Nr.	Betriebsproben	
			Reihenfolge bei Tonsilverbrauch	Einzelstellen
1	3	1182-1323-1200	1-3-5	3
2	2	1162-1231	4-9	6,5
3	4	1207-1287-11-83	2-10-6-11	11
4	3	1301-92-93	7-17-12	12
	3	1256-1111-66	5-11-14	10

Gruppe	Zahl	Chargen Nr.	Erprobungen	
			Reihenfolge bei Tonsilverbrauch Einzelzahlen	Ø
5	3	1256-1111-68	5-11-14	10
6	2	1099-41	15-13	14
7	2	20-36	8-18	13

Wenn auch im Einzelnen die Ergebnisse etwas schwanken, so geben doch die Gruppendurchschnitte im wesentlichen eine ansteigende Linie für den Tonsilverbrauch. Dadurch kann man also mit großer Sicherheit sagen, daß die Ergebnisse der Laborrefinierung voraussichtlich über den Bleicherdenverbrauch in der Paraffinanlage Aufschluss geben.

Aus den vorhandenen Proben wurden daher 12 verschiedene Farbtöne mit ansteigender Tonsilmenge zu einer Skala vereinigt. Man kann nun folgendermaßen verfahren.:

Die rohen Hartparaffine werden in üblicher Weise im Labor raffiniert und das Raffinat mit der Iserokal verglichen. Man kann dann ungefähr auf den Tonsilverbrauch schliessen. Diese Methode kann aber nur in Ausnahmefällen angewendet werden, da sie viel zu zeitraubend und unständig ist; es sollen deshalb noch weitere Methoden ausprobiert werden, vor allem ein Vergleich der Farbtöne flüssiger Paraffine. Die er Vergleich läßt sich aber nur mit Hilfe eines Photometers durchführen zu dessen Beschaffung die erforderlichen Schritte bereits eingeleitet sind.

001175

Reihbenzin Aktiengesellschaft
Eckhausen-Holten

000153

000156

Reihenfolge der Paraffinproben.

Nr. Gleichherdverbrauch
(Kessel + Kohle.)

1	15	2
2	18	2
3	19	2
4	20,5	2
5	21	2
6	21,5	2
7	22,5	2
8	23,5	2
9	24,2	2
10	25	2
11	25	2
12	25	2

001176

B.L.II V/Sche

001177

, den 23. Dezember 1940.

Herrn L ü b e n i

~~000177~~

Betrifft : Raffinationseinsatzprodukt, Paraffinanlage.

In meiner Zusammenstellung vom 5. 12.1940 habe ich die ersten Ergebnisse der Laborraffinationsversuche zusammengestellt. In einer gemeinsamen Besprechung am 9.12.40. haben wir den bei Ihnen festgestellten Tonsilverbrauch mit den entsprechenden Ergebnissen der Laborversuche verglichen. Es wird dazu angenommen, daß die Raffination im Betrieb immer bis zum gleichen Farbton durchgeführt wird, sodaß der Tonsilverbrauch ein direktes Maß für die Raffinationsgeschwindigkeit ergibt ; für die Laborversuche bei denen stets auf der gleichen Tonsilmenge gearbeitet wurde , ist ein Vergleich durch die Farbe der raffinierten Proben möglich. Dabei ergibt sich für die Laborversuche folgende Reihenfolge :

1 Charge	1043
2 "	1061
3 "	1091
4 "	1047
5 "	1052
6 "	1068
7 "	1062
8 "	1058
9 "	1084

Jede Charge besteht bei Ihnen aus $4,8 \text{ m}^3$ entsprechend ca. 65 t. Der bei Ihnen ermittelte Verbrauch an Tonsil ist folgender :

Charge		kg Tonsil
1043	100 + 300	" "
" 1047	200 + 400	" "
" 1052	400 + 300	" "
" 1058	200 + 650	" "
" 1061	150 + 750	" "
" 1162	200 + 450	" "
" 1068	300 + 300 + 250	" "
" 1084	100 + 600 + 300	" "
" 1091	300 + 450	" "

Daraus ergibt sich folgende Reihenfolge :

1	Charge	1043
2	"	1047
3	"	1062
4	"	1052
5	"	1091
6	"	1058
7	"	1068
8	"	1061
9	"	1084

Vergleicht man nun die Ergebnisse aus Labor und Betrieb miteinander, so ergibt sich nachstehende Gegenüberstellung:

Charge	Labor	Paraffinfabrik
1043	1	1
1047	4	2
1052	5	4
1058	8	6
1061	2	8
1062	7	3
1068	6	7
1084	9	9
1091	3	5

Im großen und ganzen ist die Übereinstimmung befriedigend, da die Zahlen etwa auf zwei Einheiten übereinstimmen, lediglich zwei Zahlenpaare fallen heraus, die Chargen 1061 und 1062; dazu ist allerdings zu sagen, daß speziell 1061 im Betrieb deutlich weitgehender raffiniert wurde, als die anderen Proben, sodaß der Ton-silberverbrauch höher ist, als es dem Material entspricht. Die Versuche werden zunächst fortgesetzt, um weiteres Vergleichsmaterial zu sammeln.

Ddr. Herrn Dir. Alberts
Herrn Dr. Schuff

001178

Ruhlebongin Aktiengesellschaft
Essen-Holten

5. Dezember 1940

BL. II/Wk

001179

Herrn L u b e n i

Betr.: Raffinations-Einsatzprodukt (Paraffinanlage)
gebleicht mit 2 x 5 % Tonsil

Datum	Charge	NE	VZ	IZ	Farbe		
					Original	1 x 5 %	2 x 5 %
23.11.40	1043	0,15	1,73	-	grau-hell braun	weiß-gelb- stichig	weiß
24.11.40	1047	0,15	1,92	-	grau- braun	gelblich- braun	weiß- gelb- stichig
25.11.40	1052	neu- tral	1,92	-	"	"	"
26.11.40	1058	"	2,12	-	"	-	rosa- weiß
27.11.40	1061	0,45	1,22	-	grau	weiß-gelb- stichig	weiß
28.11.40	1062	0,20	0,81	-	grau-dun- kelbraun	gelblich- weiß	weiß- gelb- stichi
29.11.40	1068	0,20	0,89	-	grau- braun	"	"
2.12.40	1084	0,18	2,12	2,2	-	-	-
4.12.40	1091	0,30	3,72	2,5	-	-	-
Roheinsatzprodukt aus Tank A							
29.11.40	-	0,20	1,10	-	schwarz- braun	braun	gelblich braun
<u>Fraktionierungsrückstand, Produkt - 460° C</u>							
28.11.40	-	0,15	0,51	-	hell- braun	gelblich	weiß- gelb- stichig

Aschegehalt aus Tank A = 0,33 Gew. %

Das Produkt reagiert schwach-sauer

Dr. H. Dir. Alberts
H. Dr. Schuff

020470
Oberh.-Helten, den 13. Juli 1940

001180

Herrn Dir. Alberts!

Betr.: Herstellung von gerucharmen Tafelparaffin

Da sich das Tafelparaffin durch den Wasserdampf im Betrieb von dem ihm anhaftenden Geruch nicht befreien und auch mit Tonsil nicht raffinieren ließ, wurden einige Laborversuche mit dem Betriebswasserdampf durchgeführt.

Zur Reinigung des Wasserdampfes wurde dieser durch eine mit grobem Granosil gefüllte Röhre geleitet, die so hoch erhitzt wurde, daß keine Kondensation eintreten konnte. Nach Einleiten dieses gereinigten Dampfes bei 120° in raffiniertes Tafelparaffin, behielt dieses seine weiße Farbe bei. Außerdem war das Produkt fast geruchfrei. Macht man denselben Versuch mit rohem Tafelparaffin, so erhält man nach dem Einleiten von Betriebswasserdampf und nach der Raffination mit Tonsil ebenfalls ein rein weißes, sehr gerucharmes Produkt. Man kann auch mit demselben Erfolg das Einleiten des Dampfes in einem Eisengefäß vornehmen.

Eine Probe dieses fast geruchfreien Tafelparaffins, das durch Einleiten von Betriebswasserdampf in rohes Tafelparaffin und anschließende Raffination hergestellt worden war, gelangte zum Versand an die Firma Beyersdorf in Hamburg.

D^r. H. Lüben

Lüben

, den 28. März 1940

001181

Herrn Dir. Alberts!

Metr.: Raffination von Hoesch-Paraffin

die ersten von Hoesch übersandten Paraffinproben wurden bei mir auf ihre Raffinierfähigkeit untersucht mit folgendem Ergebnis:

- Probe 1 im Original rosa-weiß
Raffinat grau-weiß
- Probe 2 im Original gelb-weiß
Raffinat gelblich-weiß
- Probe 3 im Original gelb-braun
Raffinat dunkel-braun
- Probe 4 Rückstand der Vakuumdestillation der Paraffinfabrik R. B.
Raffinat weiß bis schwach grau.

Die Produkte wurden in folgender Weise aufgearbeitet:
Der Original-Gatsch wurde im Vakuum bei 10mm bis 307° abdestilliert entsprechend den Destillationsbedingungen der Paraffinfabrik; auf Normaldruck bezogen sind das etwa 480°. Der erhaltene Rückstand wurde dann zweimal mit je 5 % Tonsil 1/2 Stunde auf 120° erhitzt. Das zweite Filtrat zeigte dann die oben näher angegebenen Eigenschaften, aus denen zusammenfassend sich ergibt, daß auch die im Original rosa-weiße Probe von Hoesch nicht ganz so gut ist wie unser Paraffin. Nach Angabe von Herrn Dr. Ohme ist die gelb-weiße und die rosa-weiße Probe direkt am Ofen entnommen und stellt das gesamte Paraffin 320° dar. Die gelb-braune Probe ist dem Tanklager entnommen und enthält nicht näher zu definierende Rückstände.

Am 27. März wurden mir noch einige weitere Proben von Herrn Dr. Ohme übermittelt, die so schnell wie möglich ebenfalls aufgearbeitet werden.

Ddr. Herrn Lüben

, den 27. Januar 1941

Betrieblabor II
V/Scha

Herrn Dir. Albert

Betrifft: Raffination von Hartparaffin durch Hydrierung.

In meinem Bericht vom 21.12.1940 habe ich die Versuche zusammen-
gestellt die mit dem Vakuumrückstand der Paraffinfabrik bei ver-
hältnismäßig niedrigem Wasserstoffdruck beziehungsweise Normal-
druck durchgeführt worden sind. Diese Versuche haben ergeben, daß
bei 150° und 5 atü Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch bei Anwendung
eines Nickelkontaktes 8 Stunden Hydrierungszeit erforderlich wäre,
um ein brauchbares Material zu erhalten. Die weiteren Versuche
wurden vorwiegend mit hohem Druck ausgeführt und auch auf Hart-
paraffin aus der Gas-Kreislauf-Synthese und Hartparaffin in der
Eisensynthese ausgedehnt.

1.) Vakuumrückstand der Paraffinfabrik, filtriert.

Stockpunkt 95° . Penetrometerzahl 4,6

Als Hydrierungskontakt wurde diesmal 10 % Kobaltkontakt benutzt,
der aus der Katorfabrik bezogen wurde. Hydrierungsgas war stets
Stickstoff-Wasserstoff mit 75 % H₂. Die Ergebnisse sind folgende:

Nr.	Reaktions- gefäß	Temp.	Druck	Laufzeit	Farbe des filtrierten Hydrierungs- produktes.
1	Autoklav	150°	5 atü.	3 Std.	weiß
2	Autoklav	150°	125 atü	1 Std.	weiß
3	Autoklav	150°	Normal	4 Std.	weiß

Stockpunkt und Penetrometerzahl des Paraffins haben sich während
der Hydrierung nicht verändert. Das Paraffin kann auch bei
gewöhnlichem Druck hydriert werden.

001182

- 2 -

2.) Hartparaffin > 460° von Ofen 10 „D.V.A.“

Die Versuche wurden in der gleichen Weise durchgeführt wie bei 1. Die Kontaktmengen waren wieder 10 % Kobaltkontakt, Hydrierungs-gas war Stickstoff-Wasserstoff. Die Farbe des Originalparaffins war braun. Die Ergebnisse der Versuche sind folgende:

Nr.	Prod.Tag des Paraffins	Reaktions-gefäß	Temp.	Druck	Lauf-zeit	Farbe des fil-trierten Hydrie-rungsproduktes
4	9./10.12.40.	Autoklav	200°	Normal	4 Std.	gelb-braun
5	9./10.12.40.	Autoklav	200°	Normal	8 Std.	gelb
6	1./2.10.40.	Autoklav	200°	100 atü	1 Std.	weiß-gelb
7	1./2.10.40.	Autoklav	200°	100 atü	2 Std.	weiß, schwach-gelblich
8	1./2.10.40.	Autoklav	200°	100 atü	4 Std.	weiß
9	1./2.10.40.	Autoklav	200°	5 atü	4 Std.	hellgelb
10.	1./2.10.40.	Autoklav	200°	10 atü	4 Std.	hell weißgelb

Zur Erreichung eines genügend durchhydrierten Raffinations-Materials ist die Anwendung von Druck erforderlich, der mindestens 10 atü beträgt. Die Laufzeit läßt sich auch durch Anwendung von hohen Druck nicht unter 3 - 4 Stunden herunterdrücken.

3.) Hartparaffin von Ofen 11 > 460°.

Versuchsdurchführung wie bei Ofen 10.

Nr.	Prod.Tag des Paraffins	Reaktions-gefäß	Temp.	Druck	Lauf-zeit	Farbe des fil-trierten Hydrie-rungsproduktes
11	8./9.11.40	Autoklav	200°	Normal	4 Std.	braun
12	8./9.11.40	Autoklav	200°	Normal	8 Std.	gelb-braun
13	8./9.11.40	Autoklav	200°	100 atü	1 Std.	hellgelb
14	8./9.11.40	Autoklav	200°	100 atü	2 Std.	weiß-gelb
15	8./9.11.40	Autoklav	200°	100 atü	4 Std.	hell, wecker-gelb

A/5 25000 10 40 0 2100 0 0000 Das Eisenparaffin läßt sich, ebenso wie das aus Wassergas Kreislauf, nicht mehr bei Normaldruck durch Hydrierung voll ausraffi-

nieren. Auch bei 100 atü und einer Laufzeit von 4 Stunden ist keine vollständige Durchhydrierung erreicht worden, da die filtrierten Proben am Licht nachdunkelten. Daher entspricht keine der oben zusammengestellten Proben den üblichen Anforderungen an Hartwachs. Die Versuche mußten mit dem Eisenparaffin infolge Materialmangels vorläufig abgebrochen werden. Es ist anzunehmen, daß es durch Verlängerung der Hydrierungszeit gelingt, ein stabil weißes Paraffin herzustellen. Es ist vorgesehen, weitere Hydrierungsversuche auch auf das gesamte > 320° siedende Material auszudehnen; dabei soll festgestellt werden, ob durch Hydrierung Menge und Eigenschaften des Tafelparaffins beeinflusst werden.

Klein

001184



~~1940~~
den 25. Juni 1940

V/Sche

Herrn

Dir. Alberts!

Betrifft: Extraktion von gebrauchtem Tonsil aus der Paraffin-
anlage.

Zur Vorbereitung der Extraktion von gebrauchtem Tonsil zwecks Rückgewinnung des Hartparaffins wurde von mir eine größere Menge gebrauchten Tonsils mit verschiedenen Lösungsmitteln behandelt zur Bestimmung von Menge und Aussehen der löslichen Bestandteile. In Tabelle I ist das Ergebnis dieser Untersuchung zusammen gestellt. Es ist überraschend, daß sämtliche Lösungsmittel die gleichen Mengen Paraffin heraus lösen, während die Farbe des Extraktes von hell gelb bis dunkel braun schwankt, es folgt also daraus, daß die färbenden, verharzenden Bestandteile nur in außerordentlich geringer Menge vorliegen.

Zur Bestimmung des im Tonsil zurückbleibenden Paraffins wurde der unlösliche Rückstand verglüht und unter Berücksichtigung des Glührückstandes aus Original-Tonsil die in Tabelle II zusammengestellten Zahlen ermittelt. Im Durchschnitt sind etwa 10 % des insgesamt aufgenommenen Paraffins im Tonsil zurück geblieben. Das Aufnahmevermögen des Tonsils ist mit zirka 65 % Paraffin sehr hoch, sodaß eine Rückgewinnung löhnend sein dürfte. Zur Zeit sind weitere Untersuchungen im Gange, um die Eigenschaften von mit Gasöl aus Tonsil herausgelösten Paraffinen zu untersuchen, und außerdem ihre Raffinierfähigkeit zu prüfen.

Ddr. H. Lüben
Betriebskontrolle

001185

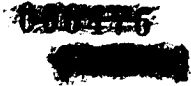


Tabelle I

Betrifft: Extraktion von gebrauchtem Tonsil aus der Paraffin-
anlage.

Lösungsmittel:	gel. Menge %	Farbe des Extraktes
Benzol	58,0 %	braun
Chloroform	58,3 %	dunkel braun
Leichtbenzin	58,6 %	dunkel gelb.
Tr.-Athylen	59,5 %	braun
Normal-Bi.	60,5 %	hell gelb
Schwerbenzin+Petrol	62,2 %	hell braun
Gasöl	62,2 %	gelb
Extraktions-Schwer- benzin	64,0 %	dunkel gelb

001186

~~12.11.77~~

T a b e l l e II

**Betrifft: Aschebestimmung von gebrauchtem Tonsil aus der Paraffin-
anlage.**

Paraffin
Lösungsmittel löslich unlöslich Original-Tonsil

Benzol	58,0 %	4,2 %	37,80
N.Benzin	60,5 %	4,85 %	34,65
Tr.-Äthylen	59,5 %	5,1 %	35,40
Chloroform	58,3 %	4,85 %	36,85
Gasöl	62,2 %	6,0 %	31,80
Extraktions Schwerbenzin	64,0 %	8,3 %	27,70
Schwerbenzin + Petrol	62,2 %	8,25 %	29,55
Leichtbenzin	58,6 %	5,75 %	35,65

-001187-

Salzen in Alltagschemie
Eberhausen-Hollern
B.L. II V/Sche

21. April 1941

~~001178~~
~~000000~~

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betrifft : Paraffinhaltige Bleicherde für Waldenburg.

Unsere ausgebrauchte Bleicherde hat ungefähr folgende Zusammen-
setzung:

Benzol löslich	41,5 %
Benzol unlöslich, brennbar	8,2 %
SiO ₂	37,0 %
Fe ₂ O ₃	10,8 %
Co	0,23 %
Verlust	2,17 %
	<hr/>
	100,00 %

Aus dieser Zusammen- setzung ist nicht zu erkennen, weshalb die
bekanntesten Erscheinungen in Waldenburg aufgetreten sind.
Bei einer Rücksprache mit Herrn Lüben machte mich dieser auf
folgende Erscheinung aufmerksam; er beobachtet bei der Fühlung
des raffinierten Hartwaxes eine starke elektrische Aufladung,
die unter Umständen zu einer Entladung führen kann. Er hält es
für sehr wahrscheinlich, daß es sich in Waldenburg um ähnliche
Erscheinungen gehandelt hat, die dann durch den anwesenden Staub
zur regulären Staubexplosionen geführt haben. Da der Kobaltge-
halt außerordentlich gering ist, sodaß man nicht annehmen kann,
daß er die Ursache der Entzündungen sein könnte, erscheint mir
diese Erklärung mit elektrischer Entladung sehr wahrscheinlidi

001188