

Rudolfbenzin Aktiengesellschaft
Betriebslaboratorium XI

den 9. Juli 1938.

V/Gr.

3445 - 30/5.01 - 94

Herrn Dr. Schuffl

001318

Betr.: Ihr Schreiben vom 20. I. 38 über die Löslichkeit von Paraffin in verschiedenen Primärprodukten.

Die Löslichkeit wurde für 2 Paraffinsorten bestimmt: Tafelparaffin mit einem Schmelzpunkt von 52 - 54° und Hartparaffin mit einem Schmelzpunkt von 87°. Als Lösungsmittel wurde Schwerbenzin von der A.K.-Anlage, Schwerbenzin von der Fraktionierung, Dieselöl von der Fraktionierung, Spaltbenzin und als bekanntes Lösungsmittel Tetrachlorkohlenstoff angewandt.

Die Versuche wurden nach 2 verschiedenen Methoden durchgeführt: einmal statisch, indem man überschüssiges Paraffin bei konstanter Temperatur stehen liess (Versuche bei Zimmertemperatur und bei annähernd 40° im Trockenschrank) und 2. dynamisch dadurch, dass in einer Umlaufapparatur (vergl. Abbild. 1) das Lösungsmittel dauernd durch eine hohe Schicht von Paraffin zirkulierte und sich dabei mit Paraffin anreicherte. Diese Versuchsanordnung hatte den Vorzug, dass man mit einer kleinen Apparatur auskam, durch die Temperatur des Heilmittels beliebige Versuchstemperaturen einstellen konnte und die Zeitdauer bis zur Erreichung der Anreicherung - dadurch dass das Lösungsmittel in dauernder Bewegung war - abgekürzt wurde. Auch die Entnahme einer Probe gestaltete sich verhältnismässig einfach, da man am unteren Ablaufrohr eine entsprechende Menge in eine gewogenes Gefäss ablassen konnte.

Die Paraffinbestimmung im anreicherten Lösungsmittel wurde durch Ausfällung mittels Aceton durchgeführt und durch Vergleichsversuche für die notwendigen Korrekturen die Löslichkeit in Aceton und im betreffenden Lösungsmittel bei verschiedenen Fälltemperaturen festgestellt. Die analytischen Daten der Lösungsmittel und die Zahlen für die Löslichkeit sind in Tabelle I - III und Figur 2 u. 3 zusammengestellt. Wesentliche Unterschiede bestehen bei den Syntheseprodukten nicht. Sogar das Spaltbenzin fällt fast vollständig mit dem Schwerbenzin aus der A.K.-Analyse zusammen.

001319

Nur das Schwerbenzin aus der Fraktionierung zeigt bei erhöhter Temperatur für 87er Paraffin eine etwas geringere Löslichkeit als die übrigen Lösungsmittel. Im Gegensatz zu den Syntheseprodukten hat Tetrachlorkohlenstoff bei 60° eine bemerkenswert gute Löslichkeit für 87er Paraffin. Die Gründe, die für die schlechte Löslichkeit des Schwerbensins aus der Fraktionierung sprechen, sind noch ungeklärt, evtl. könnte das Fehlen der leichtsiedenden Anteile dafür verantwortlich gemacht werden. Dagegen spricht aber die gute Löslichkeit der Diesel-Fractionen.

Zur Feststellung, inwieweit eine selektive Löslichkeit stattfindet, wurden die Schmelzpunkte des ungelösten mit dem Schmelzpunkt des gelösten und mit Aceton ausgefallenen Produktes verglichen. Die Bestimmung wurde wegen der zur Verfügung stehenden kleinen Menge nicht in der üblichen Shukoff'schen Apparatur durchgeführt, sondern der Tropfpunkt nach Ubbelohde bestimmt, da es bei diesen Untersuchungen ja nur darauf ankommt, unter sich vergleichbare Werte zu erhalten. Bei den Versuchen mit 52er Paraffin wurde der Tropfpunkt, ähnlich wie der normale Schmelzpunkt zu 53° gefunden, während das 87er Paraffin einen Tropfpunkt von 97° hatte. Die Untersuchungen der verschiedenen Tropfpunkte ergab nun, dass fast bei allen Versuchen mit dem Tafelparaffin das gelöste Produkt den gleichen Schmelzpunkt wie das Ausgangsmaterial, etwa 53°, hatte, während sich für das 87er Paraffin deutlich eine selektive Löslichkeit zeigte, derart, dass die Tropfpunkte in den gelösten Produkten zum Teil erheblich tiefer lagen, als der Tropfpunkt des Ausgangsmaterials und dementsprechend die Tropfpunkte des ungelösten Produktes oberhalb des angewandten Paraffins waren. Bezüglich dieser Frage sind die Versuche also noch nicht als restlos erschöpfend zu betrachten, obwohl versucht wurde, diese Erscheinung dadurch auszugleichen, dass der Behälter für Paraffin bis zum Schluss durch Nachfüllen stets gefüllt blieb.

In ganzen gesehen ist die Löslichkeit, soweit es sich um Primär- oder Spaltprodukte der Benzinsynthese handelt, weniger von der Art des Lösungsmittels als von dem Schmelzpunkt des Paraffins und von der Lösungstemperatur abhängig.

Durchschrift

Ruhrlötlungsgesellschaft
Oberhausen-Stollan

- 1 -

~~SECRET~~

~~SECRET~~

weitere Untersuchungen wären erforderlich einerseits mit ausgeschnittenen Fraktionen, um die Unterschiede zwischen Schwerbenzin, A.K.- und Schwerbenzin Fraktionierung aufzuklären und andererseits mit dem ungelösten Paraffinen der Lösungsversuche, um die Abhängigkeit vom Schmelzpunkt des Paraffins genauer festzulegen.

001320

Dr. H. Dir. Dr. Hagemann
H. Dir. Alberts
H. Henschling
H. Dr. Feibt
H. Lüben
~~Str. Kontrolle~~

Ruhrbergische Aktiengesellschaft
Essen

Tabelle I

Paraffinlösungsmittel.

Konstanten	Schwerbenzin der A.K.Anl. 27. I. 38	Schwerbenzin der Fraktionie rung. Vol. 15 27. I. 38.	Dieselöl Vorl. 16 27. I. 38	Spaltbenzin, roh stabil. Vorl. 20 27. III. 38.
Spez. Gewicht	0,7165	0,7365	0,765	0,722
Olefine %	25,5	21,0	13,5	60,0
Säurezahl mg KOH/g	0,0470	0,461	0,468	-
Destillation:				
Beginn	99	153	190	Beginn 37°
100	Spur			40° 0,5 %
110	3,0 %			50 3,5
120	14,0			60 10,0
130	37,5			70 18,0
140	63,0			80 25,0
150	80,0			90 31,5
160	90,0	15,0		100 37,0
170	94,5	73,0		110 43,0
180	96,5	95,0		120 49,5
190	97,5	98,5		130 55,5
200	98,0		5,0	140 62,0
210			15,0	150 69,5
220			31,0	160 77,0
230			44,0	170 84,0
240			55,0	180 90,5
250			66,0	190 94,5
260			75,0	
270			81,0	
280			87,5	
290			92,0	
300			95,0	
310			97,0	
320				
Endpunkt:	203°/98%	197°/98,5%	317°/98%	196° = 97,0 %
K.S.	137	166	241	120
Nachlauf	0,5 %	0,5 %	0,5 %	0,5 %
Dest. Rückstand	1,0 %	0,5 %	1,5 %	1,0 %
Verlust	0,5 %			1,5 %
				Anilinpt.: 38°
				Dampfdr.: 0,60
				Jodzahl: 148

001321

Reinheit von 2er Paraffin

~~CONFIDENTIAL~~

1.) Schwabenzia A.K.-Anlage

Bestimmungsmethode	Temperatur	g Paraffin/100 cm ³ Lösungsmittel	Tropfpunkt	
			selbst	unverleitet
statisch	18,9°	4,8		
Umlaufapparatur	30,0	35,0	53	
statisch (Trocken- schrank)	39,1	86,2	53,5	

2.) Schwabenzia Fraktionierung

statisch	18,9°	5,1		
Umlaufapparatur	30,0	26,2	53	70
statisch (Trocken- schrank)	39,1	69,0	53	

1.) Gessli Fraktionierung

statisch	18,9°	4,1		
statisch (Trocken- schrank)	39,1	63,0	53	

001322

Eigenschaft von 57er-Paraffin.

1.) Schwerbrenn A.K. Anlage.

Bestimmungsmethode	Temperatur	g Paraffin/100 cm ³ Lösungsmittel	Tropfpunkt	
			gelöst	ungelöst
statisch	18,9°	2,0		
Umlaufapparatur	29,0	7,3		
statisch (Trocken- schrank)	40,0	11,0		100
Umlaufapparatur	60,0	20,0	70	104

2.) Schwerbrenn Fraktionierung

statisch	18,9°	2,1		
Umlaufapparatur	30,0	5,7		
statisch (Trocken- schrank)	40,0	10,1		
Umlaufapparatur	60,0	15,6	71,5	106

3.) Gasöl Fraktionierung

statisch	20,0°	1,3		
Umlaufapparatur	30,0	4,5		100
statisch (Trocken- schrank)	40,0	9,1	71,5	
Umlaufapparatur	57,0	19,0	68,0	101,5

4.) stabilisiertes rohes Spaltbenzin

Umlaufapparatur	35,0°	9,0	69,0	104
Umlaufapparatur	50,0	15,4	71,0	107
Umlaufapparatur	57,0	18,1	72,0	110

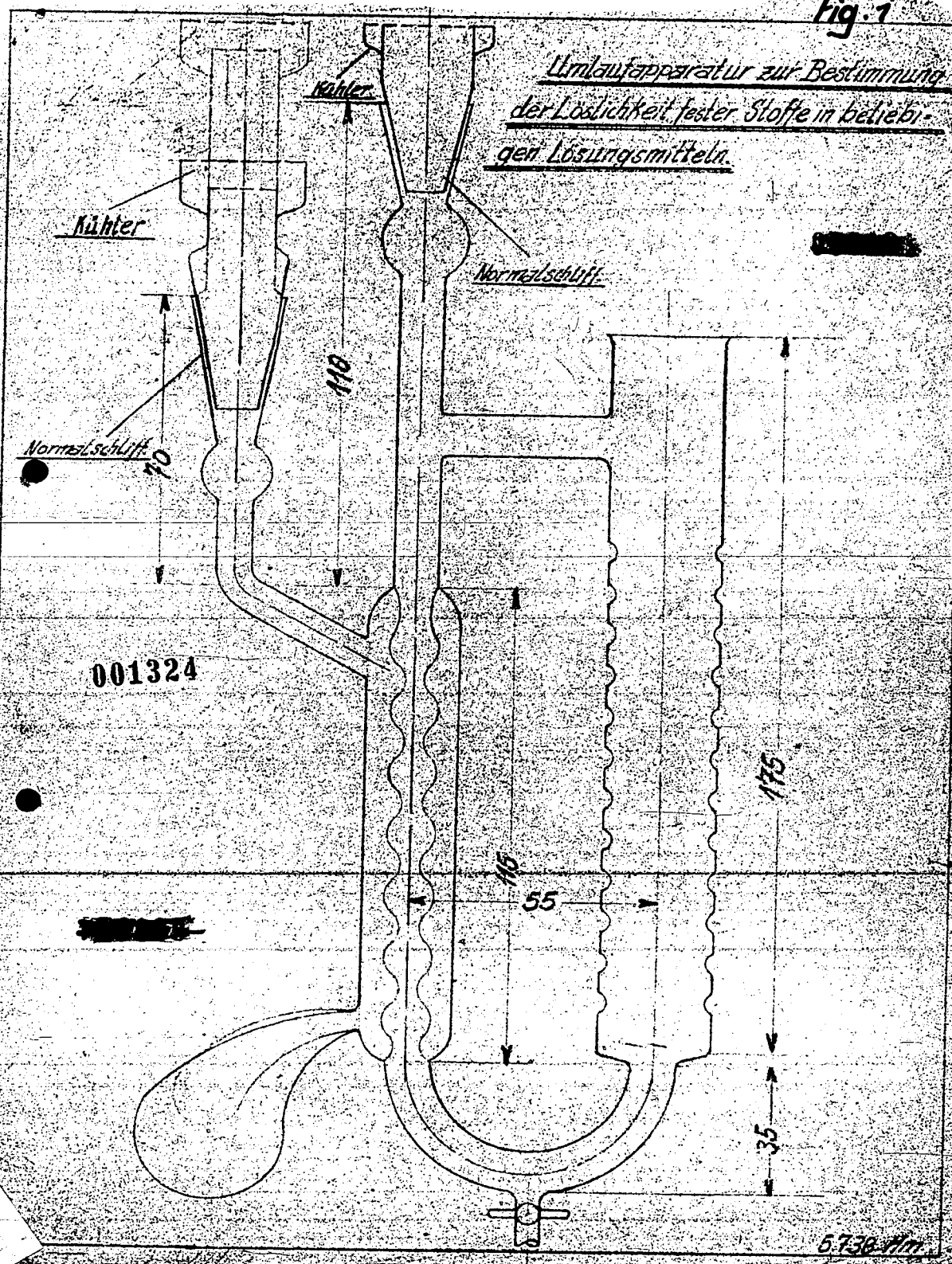
5.) Tetrachlorkohlenstoff

Umlaufapparatur	27,0°	7,1	66,0	109
Umlaufapparatur	65,0	30,5	79,0	112

001323

Fig. 1

Umlaufapparatur zur Bestimmung
der Löslichkeit fester Stoffe in beliebigen
Lösungsmitteln.



5730 mm.

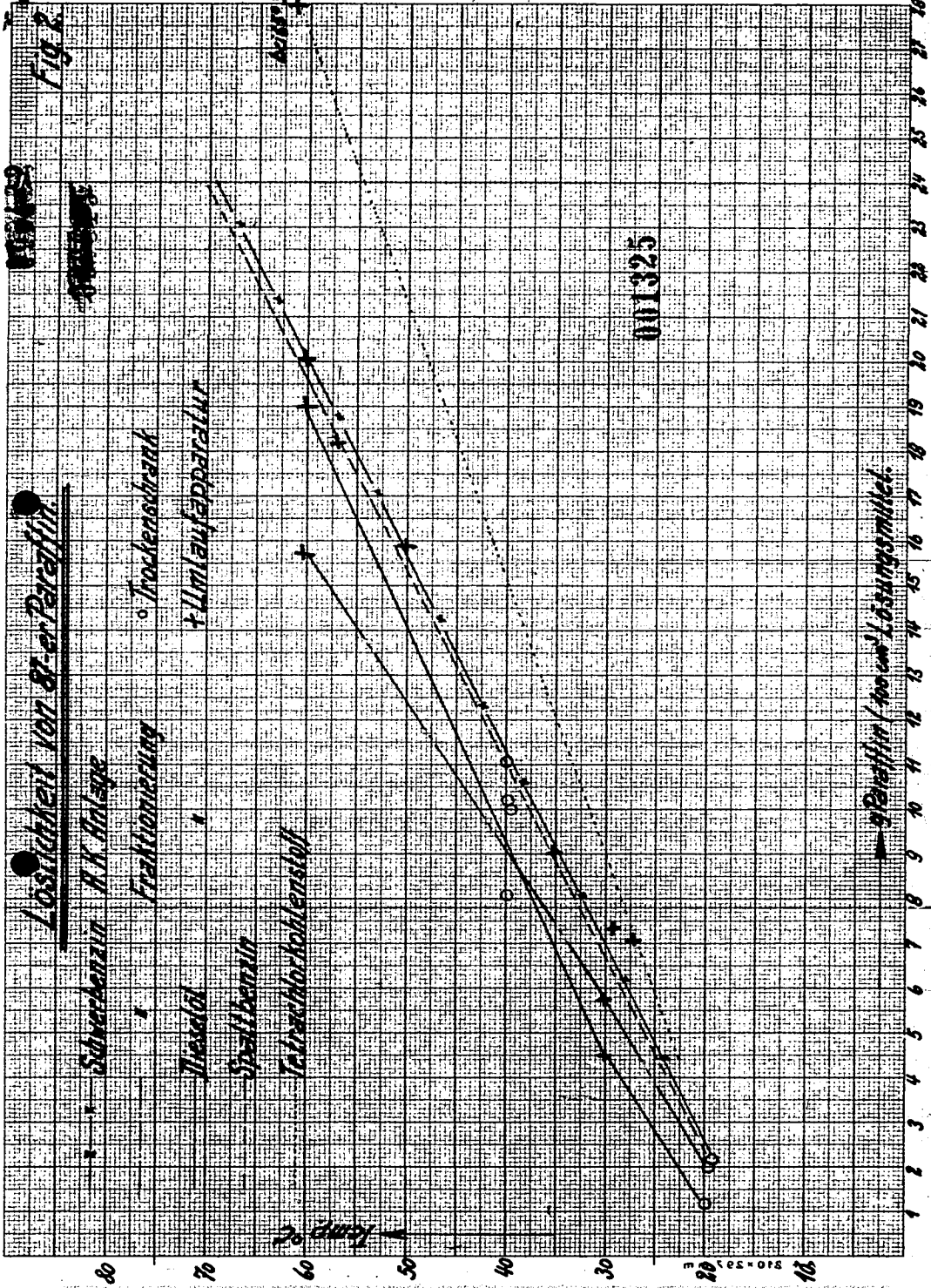


Fig. 3

● Löslichkeit von C_{25} -a-Paraffin

Schwermetall-Fraktionierung + Umlaufapparat

AK

Flasche Fraktionierung

○ Flusssäure

001326

Temp. °C

→ g Paraffin / 100 cm³ Lösungsmittel

