

23.1.1943.

002111

Laboratoriumsspaltung von SpindelölgatschMuster von der Rhenania-Ossagvom 8.12.1943Analyse des Paraffins:

Dichte bei 70° 0,783
 Schmelzpunkt 40°
 Anilinpunkt 108°

Destillation bei 0,6 mm Druck:

	Dichte bei 70°	Schmelz- punkt	Anilin- punkt
bis 200° = 67,4 %	0,782	39°	107°
200 - 245° = 30,7 %	0,786	49°	118°
Rückstand = 0,6 %	---	67°	124°

Spaltung im Laboratorium:

In Spaltung genommenes Paraffin	1 907 g
Paraffin gespalten	1 324 g = 69,5%
Spaltrückstand	583 g
Flüssige Olefine	865 g = 65,2 %
Koks	ganz geringe Mengen
Gas	459 g = 34,8 %
Umsatz ; Durchsatz	10,9 %
Durchsatz	12 199 g
Temperatur	510°
	(bei den beiden letzten Malen 520°)
Durchsatz	400 ccm/Std. durch- schnittlich

- 2 -

Analysen des Spaltrückstandes:

Dichte bei 70°	0,804
Schmelzpunkt	30°
Anilinpunkt	95°
Asche	0,08 %

Destillation bei 0,6 mm Druck:

	Dichte bei 70°	Schmelz- punkt	Anilin- punkt
Beginn 75 - 150° = 20 %	0,783	13°	77°
150 - 200° = 55 %	0,801	34°	97°
200 - 275° = 16 %	0,821	41°	108°
über 275° = 8 %	0,913	78°	110°

Siedeanalyse der Olefine:

Dichte bei 20°	0,758
Bromzahl	118
Siedebeginn	42°

50°	1
60	2
70	5
80	9
90	14
100	18
110	21
120	25
130	28
140	32
150	36
160	40
170	43
180	46
190	50
200	54
210	57
220	63
230	66
240	69
250	72
260	75
270	78
280	80
290	82
300	85
310	87
320	91

Rückstand:
 Bromzahl 20
 Erstarrungspunkt $+ 30^{\circ}$

Polymerisation:

167 g Olefine	12,4 g Aluminiumchlorid	1/2 Std. 35°	
167 g Olefine	8,8 g "	1/2 Std. 35°	
167 g Olefine	8,8 g "	1/2 Std. 35°	Bromzahl 42
--	--	2 Std. 25°	" 32
--	--	2 Std. 60°	" 26

Ol abgegossen 428 g nichte bei $20^{\circ} = 0,353$
 Schlamm 102 g

Destillation des Oles:

1,7 % bis 200°	760 mm	Bromzahl 13
12,5 % bis 200°	2 mm	" 14
12,6 % bis $200 - 250^{\circ}$	2 mm	" 19,5

Rückstand 73,3 % Engler 99 = 5,20
 Richtungs-
 faktor = 3,01

H. Jellinek

17.3.1943.

Laboratoriumsspaltung von Schaffgotsch-Hartparaffin

10-kg-Muster eingegangen Februar 1943

Bei der Laboratoriumsspaltung zeigte das uns übersandte Muster recht gute Eigenschaften. Trotz hoher Siedelage des Paraffins war die Koksbildung sehr gering. Der Gasverlust ist für Laboratoriumsverhältnisse normal.

Der Spaltrückstand änderte sich bis zum Schluss kaum, sowohl in seinem Anilinpunkt wie in der Dichte. Die Brennzahl der Olefine war mit 127 recht hoch, dementsprechend war die Clausbeute mit fast 85% hervorragend, Viskosität und Richtungsfaktor des Oles sind als sehr gut zu bezeichnen, der Schlammanteil war niedrig.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,790
Anilinpunkt	128
Schmelzpunkt	83
Conradsonstest	0,0016 %

Destillation bei 0,5 mm

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
180° - 250°	10,0 %	0,774	116	53
250° - 300°	21,8 %	0,784	124	64
Rückstand	68,2 %	0,803	145	über 100°

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommenes Paraffin:	2 345 g	
Paraffin gespalten	1 947 g	= 83,0 %
Flüssige Olefine	1 193 g	= 61,3 %
Gasverlust	754 g	= 38,7 %
Umsatz/Durchsatz		18,2 %
Koks	3 g	= 0,15 % des gespaltenen Paraffins
Spaltrückstand	402 g	
Gesamtdurchsatz	10 694 g	
Temperatur	5000	
Durchsatz	440 cem	

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jeder Spaltung

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt
Vor der 1. Spaltung	0,790	128
Nach der 1. Spaltung	0,793	121
" " 2. "	0,785	120
" " 3. "	0,786	115
" " 4. "	0,784	117
" " 5. "	0,786	116
" " 6. "	0,785	115
" " 7. "	0,787	114
" " 8. "	0,785	111
" " 9. "	0,787	110
" " 10. "	0,785	109

Analyse des Spaltrückstandes
nach der 10. Spaltung

Dichte bei 70°	0,785
Anilinpunkt	109

Destillation bei 0,5 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
Beginn - 150°	25,98 \$	0,766	85°
150 - 200°	23,18 \$	0,776	99°
200 - 250°	32,89 \$	0,784	114°
250 - 300°	19,22 \$	0,798	122°
Rückstand	7,13 \$	—	—

Siedeanalyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,746
Bromzahl	127
Brechungsindex bei 20°	1,4203
Beginn	31°

50°	1 \$	160°	42 \$	266°	75 \$
60	3 "	170	45 "	270	78 "
70	6 "	180	51 "	280	80 "
80	10 "	190	57 "	290	83 "
90	15 "	200	60 "	300	85 "
100	20 "	210	62 "	310	86 "
110	26 "	220	64 "	315	90 "
120	29 "	230	67 "		
130	31 "	240	70 "		
140	34 "	250	75 "		
150	38 "				

Rückstand über 25°
Bromzahl 39

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 50 g Aluminiumchlorid wurden in 3 Stufen polymerisiert

1,5 Std. bei 35°	Bromzahl	45
5 " " 25°	"	32
2 " " 50°	"	29

Ol abgegossen 472 g

Schlamm 58 g

Gewaschenes Ol: Dichte bei 20° = 0,856

Destillation des Polymerisats

Bis 200°	2,90 %
bei 2 mm: bis 200°	7,51 %
bis 250°	6,55 %
Rückstand	82,93 %

Engler 100 = 7,95

" = 2,84

AG

Firma
 Georg Schütz,
 Frankfurt/Main,
 Grüneburgweg 101.

Dr.Htm/Wo. 24. 8. 1943.

Bearbeitung von Gatsch für die Schmierölsynthese.

Wie uns Herr Dr. Nichterlein am 20. d. Mts. mitteilte, besteht bei Ihnen eine Unklarheit über den von uns in unserem Schreiben vom 11. 8. 1943 gebrauchten Ausdruck: "Es wäre wünschenswert, den Gatsch noch etwas stärker auszuraffinieren". Wir haben hiermit sagen wollen, dass die von Ihnen angewandte Methode, nämlich unerwünschte Bestandteile aus dem Gatsch zu entfernen, noch etwas energischer durchgeführt werden soll. Wenn Sie also beispielsweise mit einem selektiven Lösungsmittel arbeiten, so wäre es notwendig gewesen, durch Abwandlung der äusseren Bedingungen einen etwas grösseren Teil des Gatsches in das Lösungsmittel zu bringen. Eine besondere Art der Raffination, etwas Behandlung mit Bleicherde, ist von uns nicht gemeint. Wir geben zu, dass der Ausdruck "ausraffiniert" von uns in einem anderen Sinne gebraucht wurde, wie er Ihnen vielleicht geläufig ist.

In der Anlage geben wir Ihnen die gewünschten Daten, die sich bei der Analyse Ihres Paraffins ergeben haben, auf. Wie Sie aus der Siedeanalyse ersehen, ist die Dichte des zwischen 145 - 225° und der zwischen 225 - 250° siedenden Anteeiles mit 0,788 bei 70° gleich, während Anilinpunkt und Schmelzpunkt in der 1. Fraktion niedriger liegen. Hieraus ist zu entnehmen, dass sich in der niedersten Fraktion noch ölige Anteile befinden, die wahrscheinlich der Klasse der Cyclo-Paraffine oder Aromaten angehören. Diese Anteile wirken sich bei der Verarbeitung in unserem Betrieb störend aus und es erscheint deshalb zweckmässig, sie vorher zu entfernen, und das ist es, was wir mit unserem Ausdruck "stärkere Ausraffination" gemeint haben.

Wir hoffen, dass wir Ihnen mit diesen Angaben dienen konnten. Mit Interesse erwarten wir, das in Ihrem Schreiben vom 6. d. Mts angekündigte Muster.

Heil Hitler!

NORDDEUTSCHE MINERALÖLWERKE STETTIN GMBH

Ø Herrn Dr. Nichterlein.

Herrn Dr. Hartmann

PK.

Ø Herrn Oberbaurat Dr. Grund,
 RWIM, Berlin.

Norddeutsche Mineralöelwerke
 Aktien G.m.b.H.

Anlage zum Schrb. v. 24.5.43
 an Pa. Schütz, Frankfurt/M.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,795
Anilinpunkt	124°
Schmelzpunkt	59°
n_D^{20}	1,4380

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
145 - 225°	16,2 %	0,788	113	51
225 - 250°	34,5 %	0,788	119	59
250 - 275°	27,0 %	0,796	124	63
275 - 300°	1,8 %	—	127	65
Rückstand	18,9 %	0,819	schwarz	
Verlust	1,6 %			

Eigenschaften des Pertizols

Zähigkeit bei 100°	51,2 cSt.
Richtungsfaktor	2,91
Conradson	0,20 %
Stockpunkt	- 27°

002119 *AB*

Laboratoriumsspaltung von raffiniertem Nerag-Gatsch(Schütz)
=====

5 kg-Muster Schmierölgatsch aus Neraggatsch 820 raffiniert
von Georg Schütz, Frankfurt/Main, eingegangen am 28. 7. 1943.

Bei der Analyse des Paraffins erscheint die Dichte des Paraffins
etwas höher als unsere Mindestanforderungen angeben; der Anilin-
punkt liegt ^{aber} ~~daher~~ wesentlich günstiger. Bei der fraktionierten
Destillation ist nur die erste Fraktion in der Dichte etwas höher,
die übrigen Fraktionen sind in Bezug auf Dichte und Anilinpunkt
besser als die Mindestanforderungen.

Bei der Spaltung wurde wegen zu hoher Spalttemperatur zweitweise
zu viel Gas gebildet. Die Koksbildung war jedoch gering. Der Spalt-
rückstand änderte seine Eigenschaften nicht allzusehr. Die Olefine
hatten eine hohe Bromzahl, deswegen wurde die Polymerisation auch
mit 7 % Aluminiumchlorid vorgenommen. Bei etwas erhöhtem Schlamm-
anfall wurde in sehr guter Destillationsausbeute ein ausreichend
zähes Öl erhalten, dessen Richtungsfaktor gut ist. Der Verkokungs-
test und Stockpunkt liegen innerhalb der zugelassenen Grenzen.

Das Paraffin ist in dieser Form für unsere Zwecke geeignet.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70° =	0,795
Anilinpunkt	124°
Schmelzpunkt	59°
n_D^{80}	1,4380

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelz- punkt
145 - 225°	16,2 %	788	113	51
225 - 250°	34,5 %	788	119	59
250 - 275°	27,0 %	796	124	63
275 - 300°	1,8 %	-	127	65
Rückstand	18,9 %	819	schwarz	
Verlust	1,6 %			

Spaltung des Paraffins

Paraffin eingesetzt	1482 g
" umgesetzt	1224 g = 82,6 %
Spaltrückstand	258 g
Verlust	607 g = 49,6 %
Flüssige Olefine	617 g = 50,4 %
Umsatz/Durchsatz	= 30,0 %
Koks	Spuren
Gesamtdurchsatz	4080 g
Temperatur anfangs	530° später 520° (zu hoch !)
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandesnach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 80
Vor der 1. Spaltung	0,795	123	1,4380
Nach " 1. Spaltung	0,798	123	1,4395
" " 2. "	0,800	114	1,4400
" " 3. "	0,802	112	1,4435
" " 4. "	0,809	108	1,4450
" " 5. "	0,813	108	1,4480

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Snilin- punkt	Schmelz- punkt
92 - 150°	5,8 %	0,780	742	flüssig
150 - 175°	7,2 %			
175 - 200°	9,2 %	0,798	102	47
200 - 225°	16,9 %			
225 - 250°	26,1 %	0,809	113	56
250 - 275°	10,1 %	0,819	119	60
275 - 300°	6,8 %			
Rückstand	16,4 %	0,828		
Verlust	1,5 %			

Analyse der Olefine

Dichte bei 20° 0,758
 Bromzahl 142
 n_D^{20} 1,4328

Siedebeginn: 78°

80°	0,5 %	120°	4 %	220°	59 %
100°	2 %	40°	15 %	40°	70 %
		60°	27 %	60°	83 %
		80°	40 %	80°	95 %
		200°	50 %		

Rückstand: Erstarrungspunkt + 28°
 Bromzahl 46,0

Polymerisation der Olefine

500 g wurden mit 35 g Aluminiumchlorid polymerisiert

1,5 Std. bei 35°
 5 " " 25°
 2 " " 80°
 Bromzahl 27
 Öl abgegossen 401 g
 Schlamm 134 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm Niederschlag	= 86,3 %
Zähigkeit bei 100°	= 51,2 cSt
Richtungsfaktor	= 2,91
Conradson	= 0,20 %
Stockpunkt	= - 27°

ly

002123

Nordd. Mineralölwerke
Stettin GmbH.

Pöhlitz, den 28.4.1943

Lab./H.

Eingetragen

* 20.10.1943 *

Beamt.

Laboratoriumsspaltung von Hoesch-Hartparaffin

Muster vom 15.3.1943

Das uns übersandte Muster Hartparaffin von Hoesch entspricht hinsichtlich seiner Analysendaten den von uns aufgestellten Mindestanforderungen in Bezug auf Dichte und Anilinpunkt. Der Koks nach Conradson liegt etwas zu hoch, was durch die Asche mit 0,03 % bedingt ist. Beim Spalten wurde fast kein Koks gebildet, obgleich die Spalttemperatur zeitweise etwas zu hoch lag, wodurch sich auch der etwas zu hohe Gasverlust erklären lässt. Die Polymerisation ergab normale Mengen Schlamm. Die Destillationsausbeute ist gut und ergibt ein Öl mit einer Zähigkeit von 7,3° Engler bei 100° und einen Richtungsfaktor von 2,9.

Analyse des Paraffins

Dichte	0,792/70°
Anilinpunkt	137°
Schmelzpunkt	99°
Asche	0,03 %
Conradson-Koks	0,06 %

Destillation bei 0,6 mm Druck

Beginn 192° bei 0,4 mm Hg

	%	Dichte b. 70°	Anilin- punkt °C	Schmelz- punkt °C
192 - 250°	14,4	0,779	122	60
250 - 257°	17,2	0,782	125	68
257 - 285°	19,6	0,791	132	72
285 - 300°	8,8	0,793	136	77
Rückstand	39,0	0,804	153	über 100

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommenes Paraffin	2 241 g
Paraffin umgesetzt	1 719 g = 76,7 %
Flüssige Olefine	1 042 g = 60,6 %
Verlust	677 g = 39,4 %
Umsatz/Durchsatz	25,2 %
Koks	geringe Mengen
Spaltrückstand	521 g
Gesamtdurchsatz	6 819 g
Temperatur	510°
Durchsatz	270 ccm/h.

Eigenschaften des Spaltrückstandes

nach jedem Durchsatz

	<u>Dichte bei 70°</u>	<u>Anilin-punkt °C</u>
Nach der 1. Spaltung	0,788	128
" " 2. "	0,789	127
" " 3. "	0,789	113
" " 4. "	0,789	112

Destillation des Spaltrückstandes

bei 0,3 mm Druck

	%	<u>Dichte b. 70° C</u>	<u>Anilin- punkt °C</u>	<u>Schmelz- punkt °C</u>
54 - 150°	23,7	0,760	87	flüssig
151 - 200°	12,7	0,777	110	46
201 - 250°	21,7	0,785	123	58
251 - 300°	19,7	0,797	131	66
Rückstand über 300°	22,0	0,821	148	72

Analyse der Olefine

Dichte 0,855/20°
 Bromzahl 131
 Brechungsindex 1,4254/20°

Siedeanalyse

Beginn 54°
 50 % bei 160°
 95 % bei 290°

-	-	120°	34 %	220°	74 %
-	-	140	43	240	79
60°	1 %	160	50	260	85
80	9	180	58	280	91
100	19	200	67	290	95

Erstarrungspunkt des Rückstandes + 30°

Bromzahl 47,5

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 30 g Aluminiumchlorid wurden in drei Stufen polymerisiert

1,5 Std. bei 35°
 5,0 " " 25°
 2,0 " " 60° Bromzahl 32

Öl abgegossen 455 g
 Schlamm 75 g

Dichte des gewaschenen Öls 0,859/20°

Destillation des Rohöls

Bei 760 mm Hg	bis 200°	2,7 %
" 2 mm Hg	" 200°	9,3 %
" 2	" 225°	1,7 %
Rückstand		86,3 %

Rohol von Hoesch

Zähigkeit 7,28°E/100°C

n 2,90

Verteiler:

Dr. Hartmann

Dr. Geplhaar

D.I. Voigtlander

18.3.1943.

H o e s e h - Hartparaffin

Muster vom 15. 3. 1943.

Original:

Dichte bei 70°	0,792
Anilinpunkt	137°
Schmelzpunkt	99°
Asche	0,03%

Destillation

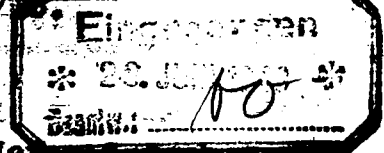
		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
Beginn 192°/0,4 bis 250°/0,6	14,4 %	0,779	122°	60°
250 - 257° /0,6	17,2 %	0,782	125	68
257 - 285° /0,6	19,6 %	0,791	132	72
285 - 300°	8,8 %	0,795	136	77
Rückstand	39,0 %	0,804	153	über 100

H. F.

002128

Norddeutsche Mineraloelwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Pölitz, 25. 6. 1943.
Dr. G./



Laboratoriumsspaltung von entöltem Nerag-Gatsch

2 Proben je 2 kg entölter Nerag-Gatsch

a) heiss extrahiert

b) kalt extrahiert

eingegangen am 16. Juni 1943.

Die Analysendaten des heiss extrahierten Paraffins sind in bezug auf Dichte zum Teil eben ausreichend, zum Teil etwas schlechter als unsere Mindestanforderungen vorschreiben, während der Anilinpunkt durchweg höher liegt.

Die Spaltung verlief durchaus normal, die Koksbildung ist nicht allzu gross. Der Spaltrückstand änderte seine Eigenschaften nur wenig. Die erhaltenen Olefine hatten eine hohe Bromzahl, deshalb wurde die Polymerisation mit 7 % Aluminiumchlorid vorgenommen. Die Schlammbildung hierbei ist grösser als bei Olefinen aus Hartparaffin. Es ergab sich in guter Destillationsausbeute ein Dicköl mit genügender Zähigkeit und mit einem Richtungsfaktor, der auf der zugelassenen Grenze liegt. Die Verkokungsprobe liegt ebenfalls hart auf der Grenze. Falls die Lieferung im Grossen nicht schlechter wird als die Probe, ist der heiss extrahierte Gatsch für uns gerade noch geeignet.

Der kalt extrahierte Gatsch liegt in der Dichte viel höher als unsere Anforderungen vorschreiben, der Anilinpunkt ist ebenfalls durchweg etwas zu niedrig.

Bei der Spaltung musste gegen Schluss die Temperatur erhöht werden wegen des zunehmenden Ölgehaltes des Paraffins, auch die Koksbildung war gegenüber dem heiss entölten Muster höher. Der Spaltrückstand fiel in seinen Daten am Schluss beträchtlich ab.

Die Olefine zeigten wohl ähnlich hohe Bromzahl, aber erhöhtes Brechungsvermögen, was auf weitgehende Verzweigung hinweist. Die auch hier mit 7 % Aluminiumchlorid vorgenommene Polymerisation ergab noch etwas mehr Schlamm und ein Dicköl, das weder in seiner Zähigkeit, noch in seinem Richtungsfaktor ausreichend ist. Die Verkokungsprobe ergab gleichfalls zu hohe Werte.

Ergebnis: Der kalt extrahierte Gatsch ist für uns nicht brauchbar.

Nerag-Gatsoch, heisse ExtraktionAnalyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,790
Anilinpunkt	119
Schmelzpunkt	
n _D 80	1,4396

Destillation bei 0,6mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
80 - 200°	22,5 %	0,784	116	54
201 - 225°	17,3 %	0,788	122	56
226 - 250°	39,0 %	0,791	128	63
251 - 300°	15,5 %	0,812	136	75
Rückstand	2,3 %	--	137	--
Verlust	3,5 %			

Spaltung des Paraffins

Angewandtes Paraffin	1 449 g
Umgesetztes Paraffin	1 088 g = 75,1 %
Verlust	369 g = 33,9 %
Flüssige Olefine	719 g = 66,1 %
Umsatz/Durchsatz	= 24,6 %
Koks	6 g = etwa 0,55 % V. Umsatz
Spaltrückstand	371 g
Gesamtdurchsatz	4 421 g
Temperatur	510°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 80
Vor	der 1. Spaltung	0,790	119	1,4396
Nach	" 1. "	0,791	114	1,4408
"	" 2. "	0,792	108	1,4435
"	" 3. "	0,798	103	1,4450
"	" 4. "	0,802	102	1,4480
"	" 5. "	0,805	98	1,4508

Destillation des Spatrückstandes
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
60 - 175°	25,2 %	0,790	78	flüssig
176 - 200°	17,7 %	0,800	99	42
201 - 225°	14,4 %	0,804	107	47
226 - 250°	25,2 %	0,810	112	53
Rückstand	13,8 %	0, —	ca. 105	—

Analyse der Olefine

Dichte bei 20° = 0,740

Bromzahl 148

Brechungsvermögen 1,4242

Siedebeginn 41°

60°	3 %	180°	60 %
80°	10 %	200°	68 %
100°	21 %	220°	77 %
120°	33 %	240°	86 %
140°	42 %	260°	86 %
160°	51 %	280°	90 %
		300°	95 %

Rückstand: Erstarrungspunkt + 19°
Bromzahl 54

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 35 g Aluminiumchlorid wurden polymerisiert

1,5 Std. bei 35° C

5 " " 25°

2 " " 80°

Bromzahl 26,4

Ol abgedampfen 398 g

Schlamm 137 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend = 83,3 %

Zähigkeit bei 100° 48,2 cst

Richtungsfaktor 3,02

Conradson 0,33 %

- 4 -

Nerag-Gatsch, kalte ExtraktionAnalyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,804
Anilinpunkt	110
Schmelzpunkt	44°
n _D 80	1,4466
Ölgehalt	

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
60 - 200°	21,0 %	0,790	105	41
201 - 225°	27,3 %	0,795	109	45
226 - 250°	20,0 %	0,806	116	48
251 - 275°	16,5 %	0,816	119	51
276 - 300°	8,3 %	0,830	120	53
Rückstand	1,8 %	—	124	—
Verlust	5,3 %			

Spaltung des Paraffins

Angewandtes Paraffin	1 600 g	
Umgesetztes Paraffin	1 362 g = 85,1 %	
Gasverlust	470 g = 34,5 %	
Flüssige Olefine	892 g = 65,5 %	
Umsatz/Durchsatz	= 22,4 %	
Koks	11,5 g = 0,84 % v. Umsatz	
Spaltrückstand	333 g	
Gesamtdurchsatz	6 086 g	
Temperatur	510° später 520°	
Durchsatz	400 ccm/std.	

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 80
Vor der 1. Spaltung	0,804	110	1,4466
Nach " 1. "	0,812	104	1,4481
" " 2. "	0,820	96	1,4542
" " 3. "	0,823	93	1,4569
" " 4. "	0,830	88	1,4610
" " 5. "	0,838	79	1,4678
" " 6. "	0,843	78	1,4692
" " 7. "	0,847	ca. 76	1,4700

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,5 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
45 - 175°	32,8 %	0,824	63	flüssig
176 - 200°	41,7 %	0,839	90	39
201 - 225°	20,6 %	0,874	98	46
Rückstand	4,8 %	—	—	—

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,761		
Bromzahl	145		
Brechungsvermögen	1,4367		
Siedebeginn 48°			
60°	0,5 %	200°	64 %
80°	2,0 %	220°	70 %
100°	8,9 %	240°	77 %
120°	21 %	260°	84 %
140°	34 %	280°	89 %
160°	45 %	305°	95 %
180°	52 %		

Rückstand:

Bromzahl	48
Eerstarrungspunkt	+21

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 35 g Aluminiumchlorid wurden polymerisiert

1,5 Std. bei 35°	
5 " " 25°	
2 " " 80°	
Bromzahl	27,2
Öl abgegossen	386 g
Schlamm	149 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend:	81,7 %
Zähigkeit bei 100°	34,4 cSt.
Richtungsfaktor	3,18
Conradson	0,8846

28

Laboratoriumsspaltung von entöltem Neraggatsch,
geliefert am 20.7.43. von den Norddeutschen
Ölmühlenwerken Hamburg.

Bei der Analyse des Paraffins war die Dichte sowohl des Produktes selbst wie auch die der einzelnen Fraktionen in allen Fällen wesentlich höher als wie in unseren Mindestanforderungen angegeben haben. Die Anilinpunkte von Fraktion 2, 3 u. 4 waren ebenfalls zu niedrig. Die Vermutung, daß Isoparaffine in größeren Mengen im Paraffin vorhanden sind, ergibt sich auch aus der zum Spalten nötigen höheren Temperatur. Der Spaltrückstand zeigte eine größere Zunahme der Dichte bei gleichzeitigem Fallen des Anilinpunktes.

Wegen höherer Bromzahl der Olefine mußte mit 7 % Al.Cl₃ polymerisiert werden. Bei rund 30 % Schlammanfall ergab sich ein Dicköl in genügender Destillationsausbeute und mit hinreichender Zähigkeit, aber völlig ungenügendem Richtungsfaktor (von $m = 3,10$). Die Koksprobe ist höher als zugelassen. Das Paraffin ist für uns nicht brauchbar.

Analyse des Paraffins.

Dichte bei 70°	0,808
Anilinpunkt	117°
Schmelzpunkt	50°
n_D^{80}	1,4440

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
135 - 200°	19,0 %	0,791	109	39
201 - 225	24,2 %	0,796	112	49
226 - 250	11,7 %	0,805	116	50
251 - 275	25,0 %	0,813	118	54
276 - 300	15,0 %	0,826	121	59
Rückstand	4,7 %	-	127	-
Verlust	0,5 %	-	-	-

Spaltung des Paraffins

Angewandtes Paraffin	1 496 gr
Umgesetztes	1 129 gr = 75,5 %
Spaltrückstand	366 gr
Verlust	390 gr = 34,5 %
Flüssige Olefine	739 gr = 65,5 %
Umsatz / Durchsatz	20,4 %
Koks	wenig
Gesamtdurchsatz	5 539 gr
Temperatur	530°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 80
vor der 1. Spaltung	0,808	117	1,4440
nach " 1. "	0,809	113	1,4471
" " 2. "	0,812	109	1,4491
" " 3. "	0,814	107	1,4519
" " 4. "	0,817	103	1,4551
" " 5. "	0,822	100	
" " 6. "	0,827	96	

Destillation des Spaltrückstandes b. 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelzpunkt
80 - 175°	26,3 %	0,811	73
176 - 200	18,0 %	0,818	92
201 - 225	19,7 %	0,821	104
226 - 250	15,7 %	0,832	109
251 - 275	14,3 %	0,841	111
Rückstand	6,0 %	-	87

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,752
Bromzahl	144
n _D 20	1,4301

Siedehöhentemp: 56°	180°	54 %
60 5,5 %	200	62
80 5	220	68
100 9	240	75
120 21	260	85
140 35	280	89
160 45	290	95

Rückstand: Erstarrungspunkt + 27
Bremszahl 48

Polymerisation der Glycerine

500 gr Glycerine und 35 gr Aluminiumchlorid wurden polymerisiert.

- 1,5 Std. bei 35°
- 5 " " " 25°
- 2 " " " 30°
- Öl abgezogen 380 gr
- Schlamm 155 gr

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend = 82,3 %
 Zähigkeit bei 100° 44,0 cSt
 Richtungskoeffizient 3,10
 Conradsonprobe 0,31 %
 Stockpunkt +16

ly

Norddeutsche Oelmühlenwerke G.m.b.H.,
 s.Hö. des Herrn Direktor Mohr,
Hamburg-Altona,
 Schlageterstr. 156/158.

Amt. Dir. 23.7.1943 21.7.1943 Dr. Htm/Wo. 29.7.1943.
 G.N./J.
 Analyse des Paraffinwaxers,
 eingegangen am 20.7.1943.

Wir haben in unserem Brief vom 21. d. Mts. leider übersehen,
 Ihnen die erbetene Analyse der Paraffinprobe vom 20.7.1943
 aufzugeben und bitten um Entschuldigung für dieses Versehen.

Die Daten der Probe sind folgende:

Dichte bei 70°	0,808
Anilinpunkt	117°
Schmelzpunkt	50°

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
135 - 200°	19,0 %	0,791	109°	39°
201 - 225°	24,2 %	0,796	112°	49°
226 - 250°	11,7 %	0,805	116°	50°
251 - 275°	25,0 %	0,813	118°	54°
276 - 300°	15,0 %	0,826	121°	59°
Rückstand	4,7 %	—	127°	—
Verlust	0,5 %			

Die Dichte des Produktes und auch der Fraktionen ist in allen
 Fällen wesentlich höher als wir in unseren Mindestanforderun-
 gen angegeben haben. Die Anilinpunkte von Fraktion 2, 3 und 4
 sind ebenfalls etwas zu niedrig.

Heil Hitler!

NORDEUTSCHE MINERALÖLWERKE STETTIN GMBH

Dr. Hartmann

Verl. Müller

002137

Laboratoriumspaltung von raffiniertem
Neraggatsch N von M' o h r .

Der bis 30° gepresste Neraggatsch N zeigt merkwürdigerweise bessere Eigenschaften als der bis 35° gepresste. Es muß schon angenommen werden, daß die Bezeichnungen beider Muster miteinander verrechnet worden sind.

Im Schreiben vom 24. August wurde erwähnt, daß bei der Pressung bei 30° = 39,1 % Öl erhalten wurden und bei 35° = 40,0 %. Diese Angaben erscheinen nicht recht glaubhaft, denn bei einer Differenz von 0,9 % in der Ölausbeute können nicht so große Unterschiede im Ölgehalt der Pressrückstände bzw. der Preßöle auftreten. Wir fanden Ölgehalte

bei 30°	Ausbeute lt. Schrb.	35°	Ausbeute lt. Schrb.
Preßrückst. 13%	60,9 %	Preßrückst. 22 %	60,0 %
Preßöl 38%	39,1 %	Preßöl 33 %	40,0 %
Ölgehalt im ursprünglichen Gatsch			
berechnet 22,8 %		26,4 %	

Die Dichte des Paraffins ist immer noch höher, als wir als Mindestforderung angegeben haben. Die fraktionierte Destillation des Paraffins wurde wegen zu geringer Paraffinmenge nicht ausgeführt.

Bei der Spaltung zeigt sich wieder besonders gegen Ende ein enormes Ansteigen der Dichte und der Brechung des Paraffins und Zurückgehen des Anilinpunktes wie wir es immer bei stark ölhaltigen Paraffinen gefunden haben. Auch die Olefine haben im Vergleich mit solchen aus einwandfreien Paraffinen ein höheres Brechungsvermögen; es werden verzweigte Olefine vermutet.

Bei der Polymerisation mit 7 % Aluminiumchlorid wurde viel Schlamm (29 %) gebildet.

Die Destillationsausbeute und Zähigkeit des Dicköls ist recht gut, aber der Richtungsfaktor bzw. die Polhöhe liegen über der Grenze. Der Conradsonstest ist wesentlich zu hoch.

Um für uns brauchbares Paraffin zu erhalten, müßte die Entölung des Paraffins noch etwas verbessert werden.

Analyse des Paraffins.

Dichte bei 70°	0,797
Anilinpunkt	117,0°
n_D^{80}	1,4392
n_D^{80} v. ölfreien Paraffin	1,4351
n_D^{80} v. Öl	13,0 %
Ölgehalt	1,76i

Spaltung des Paraffins

Eingesetztes Paraffin	1346 gr
Umgesetztes	1107 gr = 82,2 %
Spaltrückstand	239 gr
Verlust	386 gr = 34,8 %
Olefine	721 gr = 65,2 %
Umsatz / Durchsatz	25,6 %
Gesamtdurchsatz	4323 gr
Temperatur	530°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin-punkt	n _D 80
Vor d. 1. Durchsatz	0,797	117	1,4392
Nach d. 1. "	0,801	113	1,4410
" d. 2. "	0,800	109	1,4419
" d. 3. "	0,802	104	1,4442
" d. 4. "	0,810	103	1,4480
" d. 5. "	0,825	94	1,4590

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,6 mm Druck

	%	D. 70	A.P.	S.P.
50 - 175°	26,6	0,802	73	flüssig
175 - 200	17,5	0,810	95	38
200 - 225	19,9	0,812	103	46
225 - 250	16,5	0,820	110	53
250 - 275	9,2	0,833	113	54
Rückstand	9,2	-	-	-

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,755
Bromzahl	139
n _D 20	1,4305
Siedebeginn	47

60°	0,5 %	200°	63,0 %	
80°	4,0 %	220°	70,0 %	
100°	15,0 %	240°	77,0 %	
120°	28,0 %	260°	84,0 %	50 % - 170°
140°	39,0 %	280°	91,0 %	
160°	47,0 %	290°	95,0 %	
180°	54,0 %			

Rückstand: Erstarrungspunkt + 29°
 Bromzahl 42

Polymerisation der Olefine

500 gr Olefine wurden mit 35 gr Aluminiumchlorid polymerisiert

1,5 Std. bei 25°
 5 " " " 25°
 2 " " " 80°
 Bromzahl 22,8
 Öl abgegossen 382 gr
 Schlamm 153 gr = 28,5 %

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2mm = 81,3 %
 Zähigkeit bei 100° 44,0 cSt
 Richtungsfaktor 3,04
 Polhöhe 1,73
 Conradson 0,39

ly

Norddeutsche Mineralölwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Pölitz, den 10.9.43.
Dr.G/Kn.

Laboratoriumsverarbeitung von raffiniertem
Neraggatsch von Mohr.

Am 27.8.43. erhielten wir von der Firma Mohr folgende Proben:

- 1.) Pressöl vom Preßversuch 35°
- 2.) " " " " " 30°
- 3.) Presskuchen 35°
- 4.) Presskuchen 30°

Nach der Angabe von Herrn Mohr haben wir den Presskuchen 35° (das bessere Material) mit Benzin aufgeköcht, filtriert, und das Benzin abdestilliert. Dieses Produkt wurde zunächst verarbeitet. Die Ölgehalte betragen:

Extrahierter Presskuchen 35°	= 22 %
Pressöl 35°	= 33 %
" 30°	= 38 %

} aus Neraggatsch N.

Der uns aus Misburg am 15.8. eingesandte Gatsch N hatte einen Ölgehalt von 18 %. Es ist anzunehmen, daß Herr Mohr einen Gatsch erhielt, dessen Ölgehalt von vornherein höher lag, weil nach der Pressung der Ölgehalt des Paraffins im Kuchen noch etwas größer war als der, den wir erhielten von Neraggatsch N. Sie der Neraggatsch N, so ergibt auch das Produkt von Herrn Mohr infolge des etwa gleich hohen Ölgehaltes kein Dicköl, dessen Richtungsfaktor ausreichend ist. Die Paraffinanalyse selbst zeigt ungefähr gleich schlechte Daten, vor allem liegt die Dichte zu hoch.

Das Paraffin wurde bis zu 79 % gespalten. Der Umsatz ging im Laufe der Spaltung immer weiter zurück, weil der Ölgehalt im Rückstand zunahm. Dieser zeigte nach jedem Durchsatz rasch ansteigende Dichte und Brechungsvermögen bei fallendem Anilinpunkt. Die Spalttemperatur wurde aus diesen Gründen am Schluss erhöht.

Das Siedende der Olefine liegt zu hoch, von einer nochmaligen Destillation wurde wegen Materialmangel abgesehen.

Die Destillationsausbeute erscheint infolgedessen um einige Prozente zu niedrig, ebenso wäre die Zähigkeit, die ja ganz klein ist, wahrscheinlich etwas besser, doch ändert dies nichts Wesentliches an der Tatsache, daß das Produkt Öl mit zu schlechtem Richtungsfaktor und zu hohem Conradsontest ergibt.

Solange wir nicht von Herrn Mohr Paraffinproben erhalten, deren Ölgehalte um höchstens 6 % herum liegen, erscheinen weitere Versuche wenig aussichtsreich. Diese letzte Probe zeigt gegenüber dem uns am 20. Juli gesandten Muster nur ganz geringe Verbesserungen in den Analysedaten des Paraffins und beim erhaltenen Öl fast ganz gleichen Richtungsfaktor und Conradsontest.

Analyse des Paraffins.

Dichte bei 70°	0,800
Anilinpunkt	117
Schmelzpunkt	52
n _D 80	1,4426
n _D 80 v. ölfreiem Paraffin	1,4536
n _D 80 v. Öl	1,4747
Ölgehalt	22 %

Destillation bei 0,6 mm Druck

	%	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
163 - 200°	17,3	0,789 +	112	42
200 - 225	26,7	0,793 +	114	51
225 - 250	23,0	0,801 +	121	56
250 - 275	16,3	0,814 +	112	61
275 - 300	7,7	0,823	116	62
Rückstand	7,3	0,836	106	73
Verlust	1,7	-	-	-

Spaltung des Paraffins

Eingesetztes Paraffin	1353 gr
Umgesetztes	1067 gr = 78,9 %
Spaltrückstand	287 gr
Verlust	412 gr = 38,6 %
Ölfine	655 gr = 61,4 %
Umsatz/Durchsatz	20,0 %
Gesamtdurchsatz	5340 gr
Temperatur	520°, später 530°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	n _D 80
Vor d. 1. Durchsatz	0,800	117	1,4426
Nach d. 1. "	0,803	115	1,4445
" d. 2. "	0,804	109	1,4461
" d. 3. "	0,809	105	1,4498
" d. 4. "	0,814	104	1,4534
" d. 5. "	0,816	102	1,4569
" d. 6. "	0,824	98	1,4609
" d. 7. "	0,831	96	1,4660

Destillation des Spitzfraktionierendes

bei 4,5 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
85 - 175°	21,6	0,811	74
175 - 200	20,8	0,810	92
200 - 225	21,6	0,819	104
225 - 250	15,2	0,827	109
250 - 275	9,7	0,842	109
Rückstand	15,2	0,896	-

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,758
Bromzahl	135
n_D^{20}	1,4331
Siedebereich	70°

80°	2	220°	68
100	12	240	75
120	22	260	81
140	33	280	86
160	41	300	90
180	50	320	95
200	59		

Rückstand B.Z. 25,5

Polymerisation der Olefine

500 gr Olefine wurden mit 75 gr Aluminiumchlorid polymerisiert

1,5 Std.	bei 35°
5 "	" 25°
2 "	" 80°
Öl abgegossen	374
Schlamm	161
Bromzahl	24,1

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2mm siedend	78,5 %
Zähigkeit bei 100°	31,0 est.
Richtungsfaktor	3,12
Polyhöhe	1,73
Conradson	0,33

f

Laboratoriumsspaltung von Spindelalgatsch der HeragProben vom 12. 1. 1943Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,781
Anilinpunkt	99°
Schmelzpunkt	33°
Asche	0,010 %

Destillation bei 0,6 mm Druck

	%	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
Beginn bis 150°	45,4 %	0,780	94°	25°
150 - 200°	50,8 %	0,778	104°	35°
Rückstand	4,2 %	0,788	127°	62°

Spaltung im Labor

Paraffin zur Spaltung	2 744 g	✓
Spaltrückstand	538 g	
Paraffin gespalten	2 206 g	
Flüssige Olefine	1 410 g = 64,0 %	
Gas	796 g = 36,0 %	
Umsatz/Durchsatz		21,2 %
Gesamt-Durchsatz	10 488 g	
Temperatur	525°	durchschnittlich
Durchsatz	480 cem /Std.	

Dichten und Anilinpunkte nach jeder Spaltung

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt
Anfang	0,781	99°
1. Spaltung	0,783	96
2. "	0,791	96
3. "	0,795	91
4. "	0,802	88
5. "	0,810	86
6. "	0,817	83
7. "	0,824	81°

- 2 -

Analyse des Spaltrückstandes

Dichte bei 70°	0,824
Anilinpunkt	81°
Schmelzpunkt	flüssig b

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
Beginn bis 150°	28,2 %	0,804	69°	15°
150 - 200°	63,5 %	0,814	89°	27°
Rückstand	7,2 %	0,947	73°	59°

Siedeanalyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,756
Bromzahl	126
Siedebeginn	54°

70°	2 %	210°	61 %
80	5	220	65
90	11	230	68
100	16	240	70
110	20	250	72
120	26	260	75
130	32	270	78
140	35	280	81
150	38	290	83
160	42	300	85
170	45	310	89
180	50	320	90
190	53		
200	58		

Rückstand: Bromzahl 63
Stockpunkt - 25

Polymerisation der ClarineBromzahl

167 g Clarine	12,0 g Al Cl ₃	1/2 Std.	35°	
167 g "	8,8 g "	1/2 "	35°	
166 g "	6,8 g "	1/2 "	35°	36
	25 Std.		25°	45
	2 "		60°	27

Ol. abgegossen 424 g

Schlamm 106 g

Gewicht des abgegossenen Ol. Michte bei 20° = 0,859

Destillation des Polymerisats

			Dichte
1,2 g	bis 200°	/ 760 mm	—
5,3 g	bis 170°	/ 2 mm	0,810
5,3 g	195	/ 2 mm	0,814
5,7 g	205	/ 2 mm	0,816
5,5 g	215	/ 2 mm	0,824
6,7 g	250	/ 2 mm	0,849
70 g	über		0,871

Engler gg = 5,44

Nichtangefaktor = 3,11

002146

2.2.1943.

*Kittel*Laboratoriumsspaltung von Herag Paraffingatsch Nr. 835

Eingegangen: 12. 1. 1943.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,821
Anilinpunkt	109°
Schmelzpunkt	47°
Asche	0,018 %

Destillation

	β %	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
bis 300° / 760 mm	0 %	--	--	--
350°	0,7 %	--	--	--
150 - 200° / 0,6 mm	33,3 %	0,805	102°	38°
200 - 250°	42,6 %	0,824	109°	46°
250 - 300°	19,0 %	0,840	115°	57°
Rückstand	4,4 %	0,851	127°	64°

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommenes Paraffin:	3 165 g
Paraffin gespalten:	2 537 g = 80,2 %
Flüssige Glefine:	1 735 g = 68,5 %
Gas:	801 g = 31,5 %
Umsatz/Durchsatz:	18,4 %
Koks:	wenig laackartig auf den Eisenspänen
Spaltrückstand:	628 g
Gesamtdurchsatz	13 740 g
Temperatur:	520°
Durchsatz:	400 ccm/Std.

Dichte des Spaltrückstandes
nach 1. bis 8. Spaltung

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt
Ausgangsprodukt	0,821	109°
1. Spaltung	0,825	105°
2. "	0,827	102°
3. "	0,832	99°
4. "	0,839	93°
5. "	0,848	90°
6. "	0,857	84°
7. "	0,859	83°
8. "	0,872	83°

Analyse des Spaltrückstandes
nach der 8. Spaltung

Dichte bei 70°	0,872
Anilinpunkt	83°
Schmelzpunkt	47°
Asche	0,016 %

Destillation

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
bei 0,6 mm:				
bis 150°	17,8 %	0,852	58°	11°
150 - 200°	31,8 %	0,855	85°	31°
200 - 250°	31,5 %	0,866	92°	43°
250 - 300°	11,2 %	0,897	91°	53°
Rückstand über 300°	6,6 %	0,975	---	48°

Siedemessung der Olefine

Dichte bei 20° 0,872

Bromzahl 125

Beginn	47°		210°	57
	60	0,5 %	220	61
	70	1	230	64
	80	5	240	68
	90	9	250	71
	100	15	260	74
	110	22	270	78
	120	26	280	80
	130	29	290	82
	140	33	300	84
	150	36	310	86
	160	39	320	88
	170	43	330	90
	180	47	340	91
	190	51	350	92
	200	54	355	93

Rückstand: Bromzahl 38

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 30 g Aluminiumchlorid werden in 3 Stufen polymerisiert

1 1/2 Std.	bei 35°	Bromzahl	102
5	Std. " 25°	"	86
2	Std. " 60°	"	42
2	Std. " 60°	"	32
+ 6 g	Aluminiumchlorid		
3	Std. bei 60°	"	28,2

Öl abgegossen 396 g

Schlamm 140 g

Gewaschenes Öl: Dichte bei 20° = 0,870

Destillation des Polymerisats

	Dichte bei 20°	Brom- zahl	Anilin- punkt
3,33 % bis 200° / 760 mm	0,771	19	59°
5,33 % " 125° / 2 mm	0,806	23	62°
5,67 % " 175 / 2 mm	0,833	26	70°
5,33 % " 209 / 2 mm	0,844	27	80°
5,52 % " 226 / 2 mm	0,848	29	86°
5,33 % " 240 / 2 mm	0,855	32	90°
3,50 % " 250 / 2 mm	0,861	35	95°
52,2 % über 250 / 2 mm			

Engler 99 = 4,75
 Richtungs-
 faktor = 3,32

Handwritten signature

M

Gewerkschaft Neua Erdbräunerie
Herag-

r.Hd. des Herrn Dr. Weller,

Hannover 1-0,

Hindenburgstr. 27-29.

Dr. Hin/Wo.

29. 8. 1943.

Herag-Satzsch S und N für Schmierölsynthese.

Als Anlage übermitteln wir Ihnen die Ergebnisse unserer
Laboratoriumsuntersuchungen Ihrer Herag-Satzsch S und N
auf ihre Eignung für unsere Schmierölsynthese.

Wie uns Herr Oberbaurat Dr. Grund, Reichswirtschaftsmini-
sterium Berlin, mitteilte, wünschen Sie eine Aufstellung
der Mindestanforderungen, die wir an die Paraffine stellen,
die auf Schmieröle weiterverarbeitet werden sollen. Wir fügen
die erbetene Aufstellung diesem Brief bei.

Heil Hitler!

NORDDEUTSCHE MINERALÖLWERKE STETTIN GMBH

Dr. Kaufmann

AK

3 Anlagen

Ø Herr Oberbaurat Dr. Grund,
RWIM Berlin.

Hochschule Mineralölwerke
Städt. Hamburg

Stettin-Politz, 25. 5. 1943
Dr. Hm/WB.

Laboruntersuchung des Torag-Gatesches E.
eingesandt aus Mienburg am 4.8.1943.

Das Luster enthält noch 16 % Öl. Außerdem sind in ihm noch etwa 5 % leicht siedende Anteile enthalten, die bis 305° bei normalem Druck überdestillieren. Diese Anteile gehen ohne wesentliche Spaltung bei der Aufarbeitung mit den flüssigen Olefinen über und wirken sich bei der Polymerisation störend aus. Die Polymerisation der gekochten Olefine verläuft träger als bei anderen reinen Produkten. Die anfallenden Schmieröle besitzen einen ausreichenden Richtungsfaktor, jedoch eine ungenügende Zähigkeit und einen zu hohen Conradson-Test. Das Paraffin ist für uns nicht brauchbar, wenn der Ölgehalt, der die genannten nicht ausreichenden Eigenschaften verursacht, beseitigt wird.

Analysen des Paraffins

Dichte bei 70°	0,783
Anilinpunkt	101°
Schmelzpunkt	99°
n _D 20	1,4295
Schwefelgehalt	0,05 %
Ölgehalt	15,9 %
n _D 20 vom Ultrafein Paraffin	1,4234
n _D 20 vom Öl	1,4617

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
85 - 175°	45,8 %	0,785	97°	flüssig
175 - 200°	42,5 %	0,781	104°	44°
200 - 225°	10,3 %	0,785	110°	50°
Rückstand	1,5 %	—	148°	—

Eigenschaften des Fertigöls

Zähigkeit bei 100°	38,2 cSt.
Richtungsfaktor	2,96
Conradson-Test	0,37 %

Herzögelecher Mineralölwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Edlitz, 25. 8. 1943.
Dr. Hum/10.

Laboruntersuchung des Verarg-Gatesches N.
eingegangen aus Hiesburg am 15. 8. 1943.

Das von dem Verarg-Gatesch S. Gesagte gilt in verestärktem Masse auch für den Verarg-Gatesch N. Die hieraus hergestellten Öle sind in ihrer Eignigkeit, ihrem Richtungsfaktor und Conradson-Test ungenügend. Auch in diesem Fall muss zur Gewinnung eines brauchbaren Paraffins der Ölgehalt heruntergesetzt werden.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,806
Anilinpunkt	116°
Schmelzpunkt	51°
n _D 20	1,4450
Schwefelgehalt	0,17 %
Ölgehalt	18 %
n _D 20 vom ölfreien Paraffin	1,4360
n _D 20 vom Öl	1,4860

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
150 - 200°	16,7 %	0,782	107°
200 - 225°	27,0 %	0,797	112°
225 - 250°	28,0 %	0,807	115°
250 - 275°	18,3 %	0,816	120°
Rückstand	10,2 %	0,831	124°
			40°
			41°
			56°
			58°
			63°

Eigenschaften des Fertigöls

Zähigkeit bei 100°	39,2 est.
Richtungsfaktor	3,12
Conradson-Test	0,28 %

002153

Laboratoriumsspaltung von Neraggatsch 5

5 I Muster, eingegangen 4.8.43. von Misburg

Das Muster, welches noch 16 % Öl enthält, entspricht in keiner Weise unseren Mindestanforderungen. Zunächst sind noch 5 % leichtflüchtige Anteile vorhanden, die bis 305 überdestillieren, diese Anteile gehen ohne wesentliche Spaltung bei der Aufarbeitung in die Olefine über und erniedrigen die Bromzahl bei gleichzeitiger Erhöhung der leicht siedenden Anteile. Bei der Polymerisation bewirken diese gesättigten Anteile eine Verreinigung der Ausbeute an Rückstandsöl.

Bei der fraktionierten Destillation des Paraffins zeigt sich der größere Ölgehalt in der Dichte, die dadurch zu hoch, und im Anilinpunkt, der zu tief liegt.

Die Polymerisation verläuft träger als normal. Trotz langer Reaktionsdauer liegt die Bromzahl noch reichlich hoch. Das Dicköl hat eben ausreichenden Richtungsfaktor, aber ungenügende Zähigkeit. Der Conradsontest liegt zu hoch. Ohne Reinigung ist das Paraffin für unsere Zwecke nicht gut geeignet.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,783
Anilinpunkt	101°
Schmelzpunkt	39°
n_D^{20}	1,4295
Schwefelgehalt	0,05 %
Ölgehalt	15,9 %
n_D^{20} 80 v. ölfreien Paraffin	1,4234
n_D^{20} 80 vom Öl	1,4617

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelzpunkt Stärke
85 - 175°	45,8 %	0,785	97	flüssig
175 - 200	42,5 %	0,781	104	44
200 - 225	10,3 %	0,785	110	50
Rückstand	1,5 %	-	118	-

Spaltung des Paraffins

Paraffin eingesetzt	1582 gr
" umgesetzt	1214 gr = 76,7 %
Spaltrückstand	370 gr
Verlust	443 gr = 28,3 %
flüssige Olefine	773 gr = 63,7 %
Umsatz/Durchsatz	12,7 %
Gesamtdurchsatz	9504 gr
Temperatur	510°, später 530°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz.

	Dichte bei 70°	Anilin-punkt	Bsp. Bol-
Vor d. 1. Durchsatz	0,783	101	1,4295
Nach d. 1. " "	0,781	104	1,4333
" d. 2. " "	0,781	102	1,4330
" d. 3. " "	0,783	100	1,4350
" d. 4. " "	0,786	99	1,4350
" d. 5. " "	0,785	100	1,4345
" d. 6. " "	0,784	97	1,4360
" d. 7. " "	0,786	97	1,4379
" d. 8. " "	0,792	96	1,4410
" d. 9. " "	0,795	93	1,4441
" d. 10. " "	0,799	92	1,4462

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin-punkt	Schmelz-punkt
85 - 140 10,5 %	0,788	75	flüssig
140 - 165 12,2 %			
165 - 190 25,3 %			
190 - 215 42,8 %			
215 - 230 5,2 %	0,795	99	34
Rückstand 3,9 %	-	schwarz	-

Analyse des Chlorins

Dichte bei 20° 1,156
 Bromzahl 118
 n_D^{20} 1,4232
 Siedebereich 61°

80	1,5	%	180	47	%	280	90	%
100	5	%	200	53	%	295	95	%
120	14	%	220	65	%			
140	27	%	240	74	%			
160	39	%	260	81	%			

Polymerisation des Chlorins

500 gr wurden mit 50 gr Aluminiumchlorid polymerisiert

1,5 Std. bei 35°
 " 5 " " 25°
 " " " 80°
 Bromzahl 27,5
 Cl abgezogen 432
 Schlamm 98

Destillation des Rohöls

~~mit 100 mg Natriumacetat als Stabilisator~~

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend = 73,3 %
 Zähigkeit bei 100° 38,2 cSt
 Richtungsfaktor 2,96
 Conradson 0,37 %

f

Norddeutsche Mineralölwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Pölitz, den 24.8.43. *h*
Dr. G./Kn.

Laboratoriumspaltung von Neraggatsch N

5 kg Muster aus Misburg, eingegangen am 15.8.1943

Ölschmelz
Die Dichte des Gatsches liegt bereits wesentlich höher als wir als Mindestgrenze angegeben haben. Bei der fraktionierten Destillation sind die Dichten der Destillate ebenfalls durchweg zu hoch; der Anilinpunkt von 18 % ist entschieden zu gross.

Bei der Spaltung mußte gegen Schluß die Temperatur wegen zunehmenden Ölgehaltes erhöht werden, um noch genügenden Umsatz zu erzielen.

Der Spaltrückstand nimmt aus dem gleichen Grund am Schluß in der Dichte und im Brechungsvermögen enorm zu, bei gleichzeitigem Fall des Anilinpunktes. Die Olefine sind reich an niedersiedenden Anteilen; bei Berücksichtigung dieser Tatsache erscheint die Dichte und Brechung recht hoch. Die Polymerisation verlief normal; die Schlammmenge ist etwas erhöht.

Die Destillation ergab in guter Ausbeute ein Öl mit unzureichender Zähigkeit und zu schlechtem Richtungsfaktor (3,12). Der Conradson-test liegt etwas über der zugelassenen Grenze.

Ohne Entölung lassen sich aus diesem Paraffin keine Öle herstellen, die uns abgenommen werden.

Analyse des Paraffins.

Dichte bei 70°	0,806
Anilinpunkt	116
Schmelzpunkt	51°
n_D 80	1,4450
n_D 80 v. ölfreiem Paraffin	1,4360
n_D 80 v. Öl	1,4860
Ölgehalt	18 %
Schwefelgehalt	0,17 %

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
180 - 200°	16,7 %	0,782	107	40
200 - 225	27,0 %	0,797	112	41
225 - 250	28,0 %	0,807	115	56
250 - 275	18,3 %	0,816	120	58
Rückstand	10,2 %	0,831	124	63

Spaltung des Paraffins

Paraffin eingesetzt	1754 gr
" umgesetzt	1410 gr = 81,3 %
Spaltrückstand	314 gr
Verlust	522 gr = 37,0 %
Olefine	888 gr = 63,0 %
Umsatz/Durchsatz	14,1 %
Gesamtdurchsatz	9983 gr
Temperatur	anfangs 515 später 530°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 80
Vor dem 1. Durchsatz	0,806	116	1,4450
Nach " 1. "	0,807	111	1,4453
" " 2. "	0,808	109	1,4465
" " 3. "	0,809	107	1,4478
" " 4. "	0,813	104	1,4496
" " 5. "	0,817	103	1,4522
" " 6. "	0,822	100	1,4531
" " 7. "	0,827	98	1,4612
" " 8. "	0,839	97	1,4675
" " 9. "	0,842	96	1,4722
" " 10. "	0,869	92	1,4782

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
65 - 175	19,6 %	0,819	68	flüssig
175 - 200	24,9 %	0,837	86	30
200 - 225	20,0 %	0,840	97	41
225 - 250	15,3 %	0,852	100	47
250 - 275	10,5 %	0,869	103	50

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	= 0,756
Bromzahl	= 138
n_D^{20}	= 1,4292
Siedebeginn	= 58°

80°	1 %	200°	60 %
100°	6 %	220°	73 %
120°	20 %	240°	80 %
140°	34 %	260°	86 %
160°	48 %	280°	95 %
180°	56 %		

Rückstand; Erstarrungspunkt + 27°

Bromzahl 41,0

Polymerisation der Olefine

500 gr wurden mit 35 gr Aluminiumchlorid polymerisiert.

1,5 Std. bei	35°
5 " "	25
2 " "	80

Bromzahl 24,5

Ol abgegossen 405 gr

Schlamm 130 gr

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2mm siedend = 81,3 %

Zähigkeit bei 100° 39,2

Richtungsfaktor 3,12

Conradsonstest 0,28 %

Stockpunkt - 18°

g

[Handwritten signature]

Werk: Wasser - Dampf
Werk: Wasser - Dampf
Werk: Wasser - Dampf

10. 1. 1941.

Wasserdampfdruck.

Auf Anweisung des Holzhofes (für Mineralöl) erhalten wir
laufend von Ihnen den Luftdruck.

Für Inhalt der Messungen soll 100 g, der am 31.12.40 für versch.
verfügb. beide Eigenschaften, die das Paraffin für unsere
Zwecke ungeeignet sind, wurde folgendes festgestellt:

Dichte bei 15°	0,788
Schmelzpunkt	127°
Siedepunkt	300°
Asche	0,02 %

Destillation

760 mm	Gewichts- prozent	Dichte bei 15°	Anfrier- punkt	Schmelz- punkt
Beginn 150 - 200°	15,7 %	0,741	92°	flüssig
300 - 350° / 0,6 mm	1,9 %	0,754		
350 - 400°	5,2 %	0,775	111°	36°
400 - 450°	24,4 %	0,777	121°	60°
450 - 500°	28,6 %	0,765	132°	72°
Rückstand über 500°	24,6 %	0,801	156°	120°

Das Paraffin enthält 15,7 % Anteile, die bis 200° C (760 mm)
überdampfen. Der Anteil, der über 300° C (0,6 mm) überdampft, ist
mit 24,4 % sehr hoch. Der Aschegehalt mit 0,02 % wesentlich zu
hoch. Wir bitten Ihnen dankbar, wenn Sie dafür sorgen könnten,
dass die an uns zum Verkauf gelangenden Paraffine Eigenschaften
von dieser Art, die durch das Paraffin entsprechen, besitzen.

002160

150 m. l. l.

Stettin, d. 1. 1. 1943.
Dr. G. W.

Eingegangen
* 1. JAN 1943 *
Lsg.

Alteswerner

Betrifft: Paraffin der Firma Krupp, Wanne-Eickel.

Das uns von der Firma Krupp, Wanne-Eickel, zur Zeit angelieferte Paraffin ist für unsere Zwecke nicht besonders geeignet, und zwar aus folgenden Gründen:

- 1.) Es enthält 15,7 % bis 300° (760 mm) siedende Anteile, die, obwohl sie keinen Olefincharakter haben, beim Durchgang durch die Spaltanlage vollständig zu den Olefinen hinüberdestillieren und somit deren Qualität verschlechtern (Bromzahl erniedrigen).
- 2.) Der über 300° 0,6 mm siedende Anteil ist mit 24,4 % relativ hoch. Diese hochsiedenden Paraffine sind ebenfalls unerwünscht, da sie entweder in flüssiger Phase spalten oder hochsiedende Olefine bilden, die vom Paraffin nicht abgetrennt werden können und somit in die Spaltzone zurückkehren, wo sie sekundär polymerisieren und Koks bilden können.
- 3.) Der Aschengehalt (Hydrierungskatalysator) ist mit 0,09 % zu hoch.

Proben aus Kesselnagen 581947
von 11.12.1942 / *Stettin*

Suppl. 1063

Dichte bei 70°	0,783
Anilinpunkt	127°
Schmelzpunkt	88°
Asche	0,09 %

3305 1/4 43
Lp 2 112 958

Destillation

X 760 mm

Destillation	Anteil in Prozente	Dichte bei 70°	Anteil- punkt	Schmelz- punkt
Beginn 150° - 300°	15,7 %	0,741	93°	flüssig
300 - 150° / 0,6 mm	1,9 %	0,764		
150 - 200°	5,5 %	0,773	111°	36°
200 - 250°	4,4 %	0,777	124°	59°
250 - 300°	20,6 %	0,789	132°	72°
Reststand über 300°	24,4 %	0,801	156°	120°

R. Z.

Herrn Dr. Hartmann

Herrn Dipl.-Ing. Voigtlander

002162 (K)

Dichte bei 70°

0,787

Laboratoriumspaltung von Zeitzer Paraffingatsch

Gehalt: (nicht hydriert)

Lieferung aus Kesselwagen v. 21. 6. 43.

Das uns in Kesselwagen gelieferte Paraffin entspricht unseren Mindestanforderungen. Der Ölgehalt könnte aber noch geringer sein.

Die Spaltung verlief ganz normal. Das Paraffin wurde bis auf 87 % gespalten; dabei reicherte sich doch allmählich das Öl im Rückstand an.

Die Olefine hatten ausreichende Bromzahl. Der Gehalt an niedersiedenden Anteilen war recht hoch.

Bei der Polymerisation mit 7 % Aluminiumchlorid wurde fast 25 % Schlamm gebildet.

Das Rohöl ergab in guter Ausbeute ein Öl mit fast ausreichender Zähigkeit und einem Richtungsfaktor, der an der zugelassenen Grenze liegt.

Das Paraffin ist an sich brauchbar, es zeigte aber gegenüber dem hydrierten Produkt den Nachteil, dass sich im Spaltrückstand allmählich Öl anreichert, was beim hydrierten Paraffin nicht der Fall ist. Die Zähigkeit des Öles aus hydriertem Paraffin liegt aber noch wesentlich höher.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,787	
Anilinpunkt	117°	
Schmelzpunkt	45°	
n _D 80	1,4355	
n _D 80 v. diffreien Paraffin	1,4310	1,4315
n _D 80 vom Öl	1,4715	1,4352
Ulggehalt	6,1 %	1,4368
		1,4772
		1,4781
		1,4303

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
155 - 200°	30,5 %	0,779	112	48
200 - 225°	14,8 %	0,781	117	53
225 - 250°	26,0 %	0,782	120	57
250 - 275°	20,0 %	0,782	124	60
275 - 300°	6,3 %	0,796	126	62
Rückstand	3,0 %	0,784	129	
	20,0 %	0,793		

Spaltung des Paraffins

Paraffin eingesetzt	1610 g
" umgesetzt	1396 g = 86,7 %
Spaltrückstand	214 g
Verlust	505 g = 36,2 %
Olefine	891 g = 63,8 %
Umsatz/Durchsatz	21,1 %
Gesamtentw. 20°	0,8619 g
Temperatur	138 - 530°
Durchsatz	1,4800 ccm/Std.

	Siedebeginn				
40°	120	21 %			
80	40	43 %			
100	50	49 %			
	60	58 %			
	200	68 %			
	50				
Rückstand					
Breakpoint					

**Eigenschaften des Spaltückstandes
nach jedem Durchsatz**

Polymereisation der Acrylnitrile

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n_D^{20}
Vor	1. Durchsatz	0,787	117	1,4375
Nach	1. Durchsatz	0,786	116	1,4352
"	2. " "	0,786	118	1,4368
"	3. " "	0,789	114	1,4372
"	4. " "	0,791	112	1,4381
"	5. " "	0,791	108	1,4393
"	6. " "	0,793	107	1,4411
"	7. " "	0,802	94	1,4492

Destillation des Spaltückstandes bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelzpunkt
78 - 175°	31,1 %	0,784	86	flüssig
175 - 200°	20,0 %	0,793	101	43
200 - 225°	25,0 %	0,799	106	51
225 - 250°	10,0 %	0,812	116	55
250 - 275°	4,4 %	0,837	113	54
Rückstand	7,2 %	-	104	-
Verlust	2,2 %			

Analyse der Olefine

	Dichte bei 20°			0,753	
	Bromzahl			138	
	n_D^{20}			1,4250	
	Siedebeginn			51°	
60°	1 %	120	51 %	220	72 %
80	5 %	40	43 %	40	30 %
100	16 %	60	49 %	60	87 %
		80	58 %	80	93 %
		200	65 %	85	95 %
		50 %	-	152 %	
	Rückstands	Erstarrungspunkt + 28°			
		Bromzahl		47	

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine wurden mit 15 g Aluminiumchlorid polymerisiert.

1,5 Std. bei 75°	25%
2 " " " 75°	45%
Ol. abgezogen	405
Schlamm	110
Brinnöl	20,4

Destillation des Rohöl

Siedepunkt über 225° bei 2 mm siedend = 84,6 %
 Schmelze bei 100° = 42,4 cSt
 Mischungsgradfaktor = 2,96 g

4

Spezialanalyse des Paraffins.

002166

AK

**Laboratoriumsspaltung von Zeitscher Paraffingatsch
in Ludwigshafen hydriert**

Muster entnommen aus Kesselwagen v. 25. 6. 1943.

Die Analyse des Paraffins zeigt wesentlich bessere Daten als wie als Mindestanforderung angegeben haben. Der Ölgehalt ist, trotzdem das Paraffin rein äußerlich betrachtet ölig erscheint, sehr niedrig. Auch bei der Spaltung trat infolge des fehlenden Ölgehaltes praktisch überhaupt keine Änderung der Rückstandsdaten ein, selbst nicht einmal bei dem Brechungsvermögen, obgleich das Paraffin bis 52 % durchgepalten wurde.

Die Olefine waren in Ordnung; bemerkenswert ist das niedrige Brechungsvermögen.

Bei der Polymerisation mit 7 % Aluminiumchlorid ging die Bromzahl sehr stark zurück. Es wurde 24 % Schlamm gebildet. Das Rohöl gab in guter Ausbeute ein Diesel mit grosser Zähigkeit und gutem Richtungsfaktor.

Gegenüber dem nicht hydrierten Matsch sind die Ergebnisse mit diesem Paraffin doch erheblich günstiger.

Analyse des Paraffins.

Dichte bei 70°	0,776
Anflinpunkt	115°
Schmelzpunkt	55°
n _D 80	1,4300
n _D 80 v. ölfreien Paraff.	1,4298
n _D 80 vom Öl	1,4483
Ölgehalt	1,1 %

Siedeanalyse bei 0,6 mm Druck.

	Dichte bei 70°	Anflinpunkt	Schmelzpunkt
95 - 200°	18,2 %	0,767	109
200 - 225°	36,5 %	0,774	117
225 - 250°	27,9 %	0,779	121
250 - 275°	14,7 %	0,786	126
Rückstand	2,0 %	-	135

Spaltung des Paraffins.

Angewandtes Paraffin	1650 g
Paraffin umgesetzt	1328 g = 81,5 %
Spaltrückstand	302 g
Verlust	443 g = 27,4 %
Olefine	885 g = 66,6 %
Durchsatz/Durchsatz	22,4 %
Gesamtdurchsatz	5952 g
Temperatur	520° später 530°
Durchsatz	460 cm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz.

		Dichte bei 70°	Anilin-punkt	Schmelz-punkt
Vor d. 1. Durchsatz		0,776	115	1,4500
Nach " 1.	"	0,776	115	1,4299
" " 2.	"	0,776	113	1,4300
" " 3.	"	0,776	113	1,4501
" " 4.	"	0,776	108	1,4501
" " 5.	"	0,776	108	1,4501
" " 6.	"	0,776	108	1,4510

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,6 mm Druck.

		Dichte bei 70°	Anilin-punkt	Schmelz-punkt
78 - 175°	26,0 %	0,768	86	flüssig
175 - 200°	25,6 %	0,772	104	40
200 - 225°	29,0 %	0,777	116	51
225 - 250°	9,5 %	0,786	120	55
250 - 260°	3,8 %	0,803	121	57
Reststand	5,0 %	"	104	"
Verlust	1,1 %			

Analyse des Chlorins

	Dichte bei 20°			0,752		
	Brennahl			142		
	n_D^{20}			1,4233		
	Siedehöhen			42°		
60°	1,5 %	120°	32 %	220°	70 %	
80	0 %	10	40 %	40	76 %	
100	20 %	60	47 %	60	81 %	50 % = 170°
		80	54 %	80	89 %	
		200	81 %	300	93 %	
	Rückstand	Erstarrungspunkt + 26				
		Brennahl		42		

Polymerisation des Chlorins

500 g Chlorin wurden mit 95 g Aluminiumchlorid polymerisiert.

1,5 Std.	bei	55°
5 "	"	25°
2 "	"	80°
Brennahl		27,4
Cl abgezogen		407 g
Schlamm		128 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend	=	81,5 %
Zähigkeit bei 100°		57,5 cSt
Richtungsfaktor		2,05

002169

Eigenschaften von nicht hydriertem Zeitscher Paraffinwach
vor und am Ende der Spaltung in der Kammer B.

Vor der Spaltung

Dichte bei 70°	0,787
Anilinpunkt	117
Schmelzpunkt	45°
n_D^{20}	1,4535
Ölgehalt	6,1 %

Destillation bei 0,5 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
155 - 200°	30,5 %	0,779	112	48
200 - 225°	14,8 %	0,781	117	53
225 - 250°	26,0 %	0,782	120	57
250 - 275°	20,0 %	0,789	124	60
275 - 300°	6,3 %	0,796	126	62
Rückstand	3,0 %	-	129	-

Am Ende der Spaltung (27.8. 1943)

Dichte bei 70°	0,813
Anilinpunkt	106
Schmelzpunkt	44
n_D^{20}	1,4561
Ölgehalt	25 %

Distillation bei 0,5 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkte	Conradson	As- phalte	70° 80
127 - 175°	17,0 %	0,792	92	33,1	1,4447
175 - 200°	17,0 %	0,798	102	28,6	1,4454
200 - 225°	35,0 %	0,802	111	24,2	1,4472
225 - 250°	15,0 %	0,812	119	24,4	1,4507
250 - 300°	6,8 %	0,870	114	15,9	1,4975
Überstand über 300°	7,2 %	0,866	-	13 %	25°
Verlust	1,0 %				

4

Laboratoriumsspaltung von raffiniertem Weichparaffin von R o s s i n

10 kg Muster von A.S.W. Hopenhain v. März 1943

Das uns überhandte Muster raffiniertes Weichparaffin von Rosin verhielt sich beim Spalten normal. Der Gasverlust war nicht allzu gross, die Kokebildung unmerklich gering. Der Spalt-rückstand änderte sich in der Dichte und im Anilinpunkt nur wenig, nur das Brechungsvermögen nahm im Laufe der Spaltung zu. Infolge der niedrigen Siedelage des Paraffines waren die erhaltenen Olefine reich an niedersiedenden Anteilen. Die Bromzahl war infolgedessen hoch.

Die Polymerisation mit 6 % Aluminiumchlorid ergab nur 78 % eines Oeles mit einer Viskosität von 5,4 Engler bei 100°. Die Ausbeute könnte vielleicht durch Polymerisation mit mehr Aluminiumchlorid etwas erhöht werden. Der Richtungsfaktor liegt infolge des hohen Gehaltes an niedersiedenden Teilen der Olefine über 3, so dass unsere Lieferbedingungen mit Öl aus diesem Paraffin nicht eingehalten werden können.

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,774
Anilinpunkt	105
Schmelzpunkt	35
Conradsontest	2,4555

Destillation bei 0,6 mm

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
98 - 150°	0,4 %	0,761	97	24
150 - 182°	41,0 %	0,761	104	34
182 - 190°	33,8 %	0,770	105	39
190 - 212°	20,5 %	0,784	107	42
212 - 250°	1,2 %	0,804	108	40
Rückstand	8,0 %	-	97	-

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommene Paraffin:	2 500 g
Ungetrenntes Paraffin	2 145 g = 85,8 %
flüssige Olefine	1 365 g = 54,2 %
Gasverlust	450 g = 18,0 %
Wasser/Durchsatz	25,2 %
Koks	geringe Spuren
Spaltrückstand	425 g
Gesamtdurchsatz	3 175 g
Temperatur	515°
Durchsatz	320 con/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Conrad- sonnet <i>M.P.</i>
Vor der 1. Spaltung	0,774	102	1,4555
Nach der 1. Spaltung	0,774	100	-
" " 2. "	0,774	100	-
" " 3. "	0,775	100	1,4400
" " 4. "	0,777	100	1,4422
" " 5. "	0,779	98	1,4435
" " 6. "	0,780	97	1,4452
" " 7. "	0,785	97	1,4476
	-	97	1,4480

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,5 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt	Conrad- sonnet <i>M.P.</i>
90 - 150°	0,770	86°	Flüssig.	1,4400
150 - 175°	0,775	91°	32°	1,4442
175 - 200°	0,791	98°	36°	1,4502
200 - 225°	0,818	100°	39°	1,4635
Rückstand	-	-	-	-

Stoßanalyse von Olefine

Nichte bei 20°		0,761	
Brenzinh.		130	
Berechnungen			
bei 20°		1,4200	
Resten		45°	
60°	9 %	200°	89 %
80	13	220	66
100	23	240	71
120	32	260	75
140	39	280	79
160	46	300	81
180	53	310	85

Rückstand = 14

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 20 g Aluminiumchlorid wurden in
3 Stufen polymerisiert.

Nach 1,5 Std.	35°	Brenzinh.	95
" 5 "	25°	"	42
" 2 "	50°	"	27,8

Öl abgegossen: 432 g

Schlamm: 68 g

Gewichtenes Öl: Nichts bei 20° = 0,854

Destillation des Polymerisats

bis 200°	1,33 %
bei 2 mm: bis 300°	13,60 %
bis 200°	6,00 %
Rückstand	77,67 %

Engler 100 = 5,21

" = 5,08

002174

10. 9. 1949.

Paraffin, raffiniert, von der Essochem-Gesellschaft

Farbe: durchsichtig und weiß
 Dichte bei 70° 0,775
 Anilinpunkt 117°
 Schmelzpunkt 55°

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
152 - 176°	87,2 %	0,766	114°	45°
177 - 186°	29,2 %	0,770	118	53
187 - 213	25,9 %	0,774	120	57
214 - 240	21,8 %	0,779	122	62
Rückstand	—	—	—	—

Paraffin A.B.W., roh

Dichte bei 70° 0,775
 Anilinpunkt 115°
 Schmelzpunkt 48°

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
117 - 189°	27,1 %	0,766	113°	48°
190 - 200	24,9 %	0,770	116	53
201 - 215	25,4 %	0,774	119	60
216 - 245	21,9 %	0,780	121	64
Rückstand	0,8 %	—	—	—

002175

17.3.1943.

Schleimgerüstlin ResulteOriginal Sub

Dichte bei 70° 0,776
 Anilinpunkt 102°
 Schmelzpunkt 37°

Destillation bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
76 - 145°	11,5 % 0,751	99°	24°
146 - 165°	26,0 % 0,760	102	31
166 - 178°	26,0 % 0,766	105	37
179 - 216°	26,5 % 0,783	106	39
217 - 244°	0,5 % 0,806	101	40
Rückstand	1,5 %	etwa 90	

Schleimgerüstlin Resulte, raffiniert

Dichte bei 70° 0,777
 Anilinpunkt 103°
 Schmelzpunkt 35°

Destillation bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
98 - 150°	5,4 % 0,761	97°	24°
150 - 162	21,0 % 0,761	104	34
163 - 190	35,8 % 0,770	105	39
191 - 212	20,6 % 0,784	107	42
213 - 250	12,0 % 0,804	103	40
Rückstand	0,8 %	97	

1/3

Laboratoriumsspaltung von Hartparaffin roh von Resits (A.S.W.)5kg-Muster vom März 1943

Das uns übersandte Muster Hartparaffin roh von den A.S.W. entspricht hinsichtlich seiner Analysendaten den von uns aufgestellten Mindestanforderungen in Bezug auf Dichte und Anilinpunkt.

Beim Spalten wurde fast kein Koks gebildet, trotzdem die Spalttemperatur zeitweise etwas zu hoch lag. Hieraus erklärt sich auch der etwas zu hohe Gasverlust. Der Spaltrückstand änderte sich in seiner Dichte und Anilinpunkt sowie Brechungsvermögen kaum, so dass angenommen werden kann, dass das Paraffin vollständig ohne nennenswerten Rückstand spaltbar ist. Die Bromzahl der Olefine ist recht hoch, obgleich bei der Trennung der Olefine vom Paraffin etwas Paraffin mit übergegangen ist.

Die Polymerisation ergab normale Mengen Schlamm. Die Destillationsausbeute ist hervorragend und ergibt ein Öl mit einer Zähigkeit von 5,2 Engler bei 100° und einen brauchbaren Richtungsfaktor von 2,94. Nach den Laboratoriumsversuchen erscheint das Paraffin für uns recht gut geeignet zu sein, bedenklich ist aber der hohe Stockpunkt des Dicköls.

Analyse des Paraffins:

Dichte bei 70°	0,772
Anilinpunkt	116
Schmelzpunkt	48

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
117° - 189°	27,1 %	0,766	115	48
190° - 200°	24,5 %	0,770	116	53
201° - 215°	25,4 %	0,774	119	60
216° - 245°	21,9 %	0,780	121	64
Rückstand	0,8 %			

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommene Paraffin:	2 451 g	
Paraffin umgesetzt:	1 991 g	= 82,1 %
Flüssige Olefine	1 183 g	= 59,3 %
Verlust	827 g	= 41,4 %
Umsatz/Durchsatz		27,7 %
Koks		geringe Spuren
Spaltrückstand	435 g	
Gesamtdurchsatz	720 g	
Temperatur	520 - 25°	
Durchsatz	650 cem / Std.	

Eigenschaften des Spaltrückstandes nach jedem Durchsatz

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	ND 50°
Vor der 1. Spaltung:	0,772	116	-
Nach der 1. Spaltung:	0,773	117	1,4382
" " 2. "	0,773	113	1,4391
" " 3. "	0,773	110	1,4392
" " 4. "	0,773	106	1,4397
" " 5. "	0,773	104	-

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
447 - 125°	16,67 %	790	74 flüssig
126 - 150°	9,00 %	761	80
151 - 175°	15,00 %	767	100
176 - 200°	19,67 %	770	109
201 - 225°	31,33 %	776	116
Rest über 225°	14,33 %	804	122

Charakteristika des Olefins

Dichte bei 20° 0,705
 Brechzahl 1,41
 Brechzahl bei 20°
 Dispersionswert 1,1170
 Siedebeginn 40°

40°	4,5	120°	30 %	220°	74 %
50°	7	40	46	40	81
60	12	60	53	60	85
80	18	80	61	80	88
100	31	200	67	100	92
				210	95

Nichtand ober 34°
 Brechzahl 1,37

Polymerisation des Olefins

500 g Olefine und 30 g Aluminiumchlorid wurden in 3 Stufen polymerisiert

1. St. bei 75° Brechzahl 28
 5 " " 25°
 2 " " 60°

Cl abgegeben 496 g

Schleim 74 g

Dichte des gewonnenen Olen 0,57

Refraktion des Olefins

bei 200° 1,33 %
 bei 2 mm bei 200° 1,33 %
 bei 200° 1,33 %
 Refraktanz 65,5 %

Temper 100 = 5,21

" " = 2,94

(Siedepunkt plus 14)

Laboratoriumsuntersuchung von raffiniertem Tafelparaffin von der Eselsmann-Gesellschaft.

Das durchscheinend weisse Tafelparaffin, raffiniert von der Eselsmann-Gesellschaft war in den Analysendaten besser als unsere Mindestanforderungen verlangen. Anteile über 250 bei 0,5 mm Hg. sind nicht vorhanden.

Bei der Spaltung wurde kein Koks gebildet, die Gembildung war etwas höher als bei dem synthetischen Hartparaffinen. Der Spaltungsrückstand änderte sich bis zum Gehalt selbst im Brechungsvermögen nicht nennenswert. Die Olefine sind reich an niedersiedenden Anteilen als beim Hartparaffin; die Drossel entsprechend höher.

Die Polymerisation ging auch mit 5 % Aluminiumchlorid an. Der Schmelzfall ist etwas höher als bei Syntheseparaffinen. Die Destillationsausbeute ist mit fast 98 % als sehr gut zu bezeichnen, das Öl ist mit 6,2 % bei 100°C hinreichend sauer, der Richtungsfaktor mit $n = 2,90$ ausreichend.

Nach den Laboratoriumsversuchen scheint sich das Tafelparaffin für die Schmelzherstellung sehr gut zu eignen.

Tafelparaffin, raffiniert, von der Eselsmann-Gesellschaft

Farbe	durchscheinend weiss
Dichte bei 70° C	0,778
Schmelzpunkt	117° C
Schmelzpunkt	55° C
<u>Destillation bei 0,5 mm Hg</u>	

	%	Dichte, 70°	Schmelzpunkt	Schmelzpunkt
135 - 175 °	27,8	0,766	114°	45°
177 - 190	20,2	0,770	118	50
197 - 213	25,9	0,774	120	57
214 - 242	21,4	0,775	122	59
Rückstand	—	—	—	—

Spaltung des Paraffins :

Zur Spaltung genommenes Paraffin	1 477 g
Paraffin umgesetzt	1 071 g = 72,5 %
Flüssige Olefine	624 g = 58,5 %
Verlust	447 g = 41,7 %
Gewichtsdurchsatz	26,3 %
Koks	Keine Bildung von Koks
Spaltstückend	447 g
Gesamtdurchsatz	4 068 g
Temperatur	515° C
Durchsatz	325 cc ³ /h.

Abtrennung des von Benzolrückständen nach Nothmann Durchgangs :

Dichte bei 70° Anilinpunkt bei 80°

Vor der 1. Spaltung	0,775	117°	1,4277
Nach der 1. Spaltung	0,775	115	1,4280
" " 3. "	0,774	114	1,4280
" " 3. "	0,774	113	1,4280
" " 4. "	0,775	112	1,4290

Destillation des Spaltrückstandes bei 0,8 mm Druck :

	g	Dichte b. 70°	Anilinpunkt	Schmelzpunkt
Beginn = 175°	26,0	0,765	105°	39°
176 = 200	32,0	0,770	111	47
201 = 225	25,0	0,777	119	55
229 = 250	7,0	0,786	128	58
Rückstand über 250°	10,0	0,810	155	54

Siedeanalyse der Olefine :

Dichte bei 20° 0,735
 Bromzahl 138

Siedeanalyse :

Beginn	42°				
60°	2%	120°	35%	220°	76%
80°	11%	40°	44%	40°	85%
100°	24%	60°	52%	60°	87%
		80°	59%	80°	91%
		100°	70%	100°	95%
Rückstand	+ 28°				
Bromzahl	48				

158° = 60%

Polymerisation der Olefine :

500 g Olefine und 50 g Aluminiumchlorid wurden in 3 Stufen polymerisiert

1,5 Stdn. bei 38°
 5,0 " " 25°
 2,0 " " 60° Bromzahl 27
 Öl abgegossen 441 g
 Schlamm 89 g

Destillation des Kohls

bei 200° 1,0%
 bei 2 mm bei 200° 0,4%
 " " 250° 5,8%
 Rückstand 67,0%
 C, 16% bei 100°C
 Richtungskoeffizient n = 2,80

Handwritten signature