

Oberhausen-Holten, den 11. April 1939.

100013

001363

Herrn Prof. Martin,  
Herrn Dr. Hagemann,  
Herrn Dir. Alberts,

je besonders.

Betr.: Bericht über Versuche zur Herstellung von Paraffingatsch für die Seifenfabrikation aus Hartparaffin.

Hartparaffin aus der Fischer-Synthese mit einem Schmelzpunkt von  $91^{\circ}$ , einem Stockpunkt von  $82^{\circ}$  und einem Siedebeginn von ca.  $475^{\circ}\text{C}$  wurde durch Cracking in Autoklaven in handelsüblichem Paraffingatsch (Kochpunkt  $320-460^{\circ}\text{C}$ ) übergeführt. Es wurden folgende 4 Versuchsreihen ausgeführt:

- 1.) rein thermische Behandlung.
- 2.) Spaltung in Gegenwart von grobporigen Kontakten und Wasserdampf.
- 3.) Spaltung in Anwesenheit von  $\text{H}_2$ .
- 4.) Spaltung in Wasserstoffatm. Gegenwart von Kontakten.

1.) Ca. 2-3 kg Hartparaffin wurden in Autoklaven 3 Stunden auf  $370^{\circ}$  erhitzt. Der Erstarrungspunkt sank von  $82^{\circ}$  auf  $68^{\circ}$ . Es entstanden 24 % Spaltprodukte, von denen 16,5 % unter  $320^{\circ}$  siedend, 83,5 % siedend zwischen  $320$  und  $460^{\circ}$ . Die Jodsahl dieser Fraktion liegt bei 37, bei einem Mol-Gewicht von  $\sim 360$  durchschnittlich entspricht dies ungefähr 50 % Olefinen. Eine Gasabspaltung wurde nicht beobachtet. (Siedekurve)

2.) Dem Crackgut wurden 10 Gew% Granocell und 10 % Wasser zugesetzt. Das Material wurde je 3 Stunden auf  $300, 320, 340$  und  $370^{\circ}$  erhitzt, dabei stieg der Druck bis 40 atü an. Der Erstarrungspunkt fiel in den ersten Versuchen auf  $81$  und  $80^{\circ}$  und erst beim Erhitzen auf  $370^{\circ}$  auf  $68^{\circ}$ . Ingesamt wurden 40 % aufgespalten von den 30 % zwischen  $250$  und  $320^{\circ}$  und 70 % zwischen  $320$  und  $460^{\circ}$  siedend. Die Jodsahl dieser Fraktion liegt bei 30 entsprechend  $\sim 40$  % ungesättigte. Verluste

durch Vergasung traten auch hier nicht ein. (Siedekurve 2)

3.) In der dritten Versuchsreihe wurde mit einem  $H_2$  Vordruck von 30 atü gearbeitet ohne Anwesenheit von Kontakten. Es wurde bei 370 - 380 und 390° gespalten. Erst bei einer Temperatur von 390° trat eine nennenswerte Depression des Sockpunktes auf 65° ein. Es wurden hierbei 42 % Spaltgut erhalten, davon siedeten 43 % unterhalb 320°. Der Siedebeginn liegt hier bereits bei 140°. Innerhalb der gewöhnlichen Siedegrenzen gehen 50 % über mit einer Jodzahl von 23, entsprechend ca. 30 % Olefinen. (Siedekurve 3).

4.) Es wurde bei gleicher Versuchsanordnung wie vorher eine geringe Menge ( 2 Gew% ) Hydrierungskatalysator (Kobaltkontakt) zugesetzt und 3 Stunden auf 370° erhitzt. Der Erstarrungspunkt sank auf 69°. Es wurden 30 % aufgespalten, von denen nur 13 % unterhalb 320° siedeten mit einem Siedebeginn von ~ 280°. 87 % siedeten zwischen 320 und 460° und haben eine Jodzahl von 8,5, entsprechend ~ 10 % Olefine. Auch bei den letzten Versuchen traten keine Verluste durch Gasabspaltung auf. Die mit  $H_2$  betr. Prod. sind farblos. Sämtliche Paraffine wurden bei 10 - 15 mm Vakuum destilliert, die Angaben sind auf Normaldrucke umgerechnet. Die Siedekurven sind in der Anlage dargestellt.

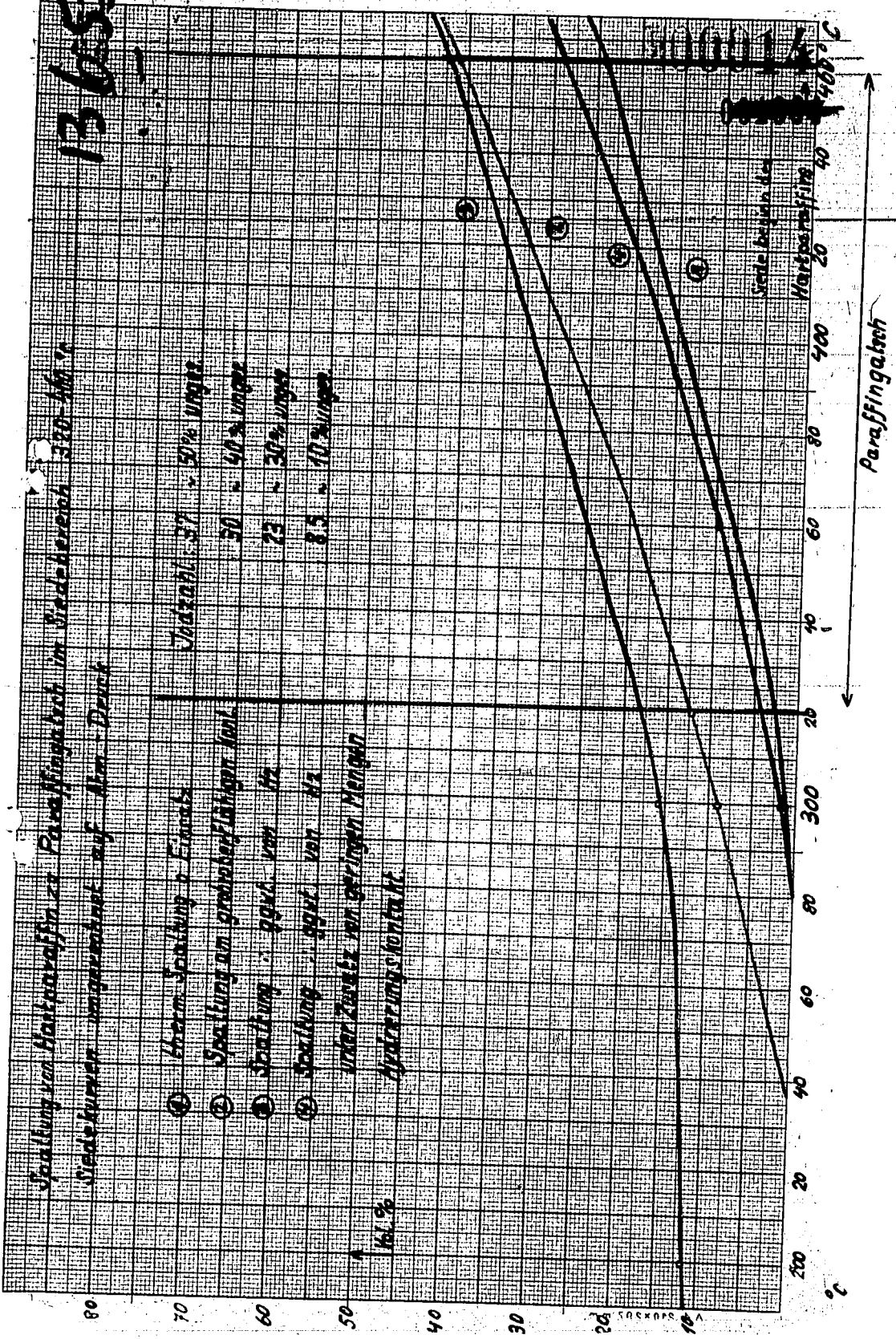
Dr. Franz Bahm

1365

Spaltung von Hartparaffin in  $\alpha$ -Paraffingas und im Siedebereich 320-400°C  
 Siedekurve im Vergleich mit dem Druck

- ① Erstem Spaltung  $\alpha$ -Ethers
- ② Spaltung an grobherföhligen Koll.
- ③ Spaltung: 99% von  $H_2$
- ④ Spaltung: 99% von  $H_2$

unter Zusatz von geringen Mengen  
 Wasserstoff



Paraffingas

Siedebereich des

Hartparaffins

°C

atm

200

20

40

60

80

300

40

60

80

400

20

40

400°C