

Oberhausen-Holten, den 15. April 1946.
Hg./Rtz.

04792

7a

Sekretariat Hg.	
Datum:	17.4.46
Uw. Nr.:	315
Beauf.:	

Herrn Dir. Dr. H e g e m a n n .

Betrifft: 15. Wochenbericht (8. - 13.4.46.)

1. Versuche mit Daurag-Gatsch Z.

Nach Durchführung der notwendigen Änderungen an der neuen Spritz- und Desillationsapparatur wurde ein weiterer Vorversuch mit Gatsch Z gefahren. Die Spaltung war zu stark, daher auch die Gasbildung zu gross. Der Olefingehalt der Spaltprodukte lag zwar bei 70 - 80 %. Nach etwa 6 Stunden Versuchsdauer musste der Versuch abgebrochen werden, da der Spaltrohreintritt verkokt war. Nach Ausbau des Strippers zeigte sich, dass auch hier eine erhebliche Verkokung stattgefunden hatte. Vermutlich war die Temperaturmessung im Stripper nicht exakt, sodass eine starke Spaltung schon im Stripper eingesetzt hatte.

2. Versuche zur Salbenherstellung.

Die Chlorierung im Eisengefäss hatte nicht den erwarteten Erfolg. Doch zeigte sich, durch weitere Versuche im Glasgefäss, dass dies offenbar nicht so sehr durch das Fehlen des Lichtes bedingt war, sondern dass bei diesem Versuch die pro kg und pro Stunde eingesetzte Chlormenge zu gross gewesen war. Auch in Glasgefässen waren z.B. bei 300 g Cl₂/h/kg Paraffinur etwa 95 % des Chlors verarbeitet. Weitere Versuche zur Klärung dieser Angelegenheit sind in Vorbereitung.
Herstellung von Mustern von Salben und Cremes. Die Farben der Cremes sind nicht ganz weiss, die aus undestilliertem, oxidierten Weichparaffin hergestellt sind. Die aus oxidierten Hartparaffin und hydriertem Spindelöl bereiteten Cremes dunkeln in der Luft stark nach, wahrscheinlich weil das Spindelöl nicht vollständig hydriert war.

3. Bleichung des Hartparaffins aus Witten.

Verschiedene Proben des in Witten destillierten Hartparaffins von Hoesch und von RCK wurden mit steigenden Mengen Bleichgemisch behandelt. Es ergab sich, dass gegenüber früher üblichen Zahlen jetzt erheblich mehr Bleichmittel angewendet werden muss, um dieselbe Aufhellung zu erzielen. Wie sich u.a. bei dem Vergleich der Bleichung eines aus 4 Kesselwagenproben im Labor destillierten Hartparaffinrückstandes mit dem aus demselben Rohmaterial in Witten destillierten Hartparaffin ergibt, dürfte die Gesamtverschlechterung gegenüber früher zu etwa 50 % durch die lange Lagerung der Produkte in den Tanks und zu etwa 50 % durch eine zusätzliche Verschmutzung in der Wittener Destillation bedingt sein. Wahrscheinlich haben sich Nisenseifen gebildet.

4. Allgemeines.

- a. krank: Borns
- b. Urlaub: Luft, z.T. Geiser.

Holmeyer

8. April 1946

64793

Herrn Dir. Dr. Haagemann!

Gez. Kost 119.	
Empf. 9.4.46	
110 270	
Spezial	

Betr.: 14. Wochenbericht (1.4. - 6.4.46)

1. Spaltung

Vorversuche mit der neuen Apparat. Verschiedene Änderungen waren erforderlich.

2. Destillation

Herstellung der Fraktion über 360° aus Weichparaffin.

3. Oxidierung

In der Schüttelmaschine noch einige Fraktionen von Crocolgasol Wisburg, im Autoklaven Oxidierungen von Weichparaffin.

4. Chlorierung und Entchlorung

Umzug des Labors Geiser nach Unten. Verschiedene Bleichversuche mit Weichparaffin. Chlorierung von Weichparaffin im Eisengefäß.

5. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Herstellung von Salbe aus 80 % Weichparaffin (20 % Chloraufnahme) und 20 % Hartparaffin (10 % Chloraufnahme) und Bereitung von Creme. Die Creme ist im Gegensatz zu der früher hergestellten etwas fettiger, vielleicht weil der Weichparaffin-Alkohol nicht wie damals ein Destillat 360 - 460° ist, sondern jetzt auch Polyenteile enthält.

6. Allgemeines

- a) Krank: Borns, Stiebling
- b) Urlaub: z.T. Conrad
- c) An Abteilung Gubin abgegeben: Klammr

Hollman

70a

04794

1. April 1946

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n

Sekretariat Hg.	
Eingang:	2.4.46.
Lfd. Nr.:	275
Beauf.:	

Betr.: 13. Wochenbericht (25.3. - 30.3.46)

1. Spaltung

Die Montage der neuen Apparatur wurde beendet.

2. Destillation

Auch die Apparatur zur kontinuierlichen Vakuumfeindestillation wurde fertiggestellt. Herstellung der Fraktion über 360° aus Weichparaffin, Destillation von 2 Proben entchlorter Weichparaffinfraktion und Herstellung von Benzin für die Sanitätsstelle.

3. Oxidierung

In der Schüttelmaschine: Beendigung der letzten Oxoversuche mit Deureg-Spaltfraktionen.
Im Autoklaven Oxidierungen von Weichparaffin und von C₁₀-Fraktion bis zum Aldehyd für die Versuche zur Veresterung.

4. Chlorierung und Entchlorung

Chlorierung und Entchlorung von Weichparaffinfraktion 360 - 460 und über 560°. Entchlorungen vergleichsweise in Eisen- und Glasgefäßen.

5. Allgemeines

a) Krank: z.T. Dr. Gottschall, Jacob, Klammr, Borns, Stiebling, Reiffert

Ab Mittwoch im Betriebslabor Ch tätig:
Dr. Kolling, Geiser

Hörning

7a
G4805
25. März 1946

Sekretariat 11g.
Energie: 276.3.46
Lfd. Nr.: 148
Beaufw.:

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n

Betr.: 12. Wochenbericht (18. - 23.3.46)

1. Spaltung

Bau der neuen Apparatur.

2. Destillation

Bau der kontinuierlichen Destillation.
Herstellung der Fraktion 360 bis 460° aus Weichparaffin.

3. Oxidierung

In der Schüttelmaschine Fraktion des Spaltversuches K 5 und 3 Proben entschwefelten Crackgesölles von Misburg. Im Autoklefen Oxidierung von Weichparaffin mit verschiedener Chloraufnahme und von C₈-Fraktion bis zum Aldehyd für die Versuche zur Veresterung.

4. Chlorierung und Entchlorung

Schwierigkeiten mit nicht destilliertem Weichparaffin, das offenbar vor der Chlorierung nicht stark genug gebleicht war. Bei der Entchlorung entstehen schwarz gefärbte Produkte, die sich nicht aufhellen lassen. Durch eine vorsichtige Bleichung des gechlorten Produktes vor der Dechlorierung oder anscheinend auch durch Zusatz von etwas Kohle bei der Dechlorierung, gelingt es auch hier helle Produkte zu erzielen.

5. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Die vor einigen Wochen aus oxiertem Weichparaffin hergestellten Cremes haben Wasser abgeschieden, während die aus oxiertem Weichparaffin hergestellten Cremes bisher unverändert geblieben sind. Es sind also zur Herstellung von Cremes die auch als Salbengrundlagen bisher am besten geeigneten Mischungen von ca. 20 % oxiertem Hartparaffin mit ca. 80 % oxiertem Weichparaffin zu empfehlen.
Herstellung von 2 Proben Salbengrundlage und 3 Proben Creme als Muster.

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: -
- b) Krank: Jacob, Klamme,
z.T. Güll, Borns

11/11/46

7a

04806

16. März 1946

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Geheimhalt. Hg.	
Umsatz	4813,46
Lfd. Nr.	222
Beleg	

Betr.: 11. Wochenbericht (11. - 16.3.1946)

1. Spaltung

Bau der Apparatur für kontinuierliche Spaltversuche in der Gasphase.

2. Destillation

Herstellung der Fraktion 360 - 460° und der Fraktion über 360° von ~~weich~~ Weichparaffin für Chlorierungsversuche. Destillation einer entchlorten Fraktion 360 - 460°.

Bau einer kontinuierlichen Vakuumdestillationsapparatur für die Spaltapparatur.

3. Oxierung

In der Schüttelmaschine Fraktionen des Spaltversuches D 2 und des Spaltversuches K 5 (Einsatz RGH-Hartparaffin)
Im Autoklaven Oxierungen von Hartparaffin mit 10 % Chloraufnahme.

4. Chlorierung und Entchlörung

Entchlörungen von Hart- und Weichparaffin mit 10 - 20 % Chloraufnahme. Auch die Entchlörung von Weichparaffin verläuft in flüssiger Phase unter Durchleiten von etwas Stickstoff vollständig. Die Temperatur braucht sowohl bei Hart- wie bei Weichparaffin 300° nicht zu übersteigen. Nach bisherigen Ergebnissen ist beim Einsatz der Fraktionen 360 - 460° der Anteil der Polyprodukte über 460° bei der Flüssigphasendechlorierung nicht höher als bei der Entchlörung in der Gasphase. Auch der Chlorgehalt der Endprodukte ist nicht größer als früher.

5. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Oxiertes Hartparaffin über 460° mit 15 % Chloraufnahme gibt mit 40 % Spindelöl oder in Mischung mit ca. 80 % oxiertem Weichparaffin 360 - 460° mit 20 % Chloraufnahme eine gute Salbengrundlage.

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: -
- b) Krank: Jacob,
z.T. Dr. Kolling, Geiser, Klamma

11. März

7a
9. März 1946

04807

Sekretariat Hg.	
Empfangs-Nr.	11.3.46
Lfd. Nr.	211
Beaufw.	

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Betr.: 10. Wochenbericht (4.3. - 9.3.1946)

1. Spaltung

Bau der Apparatur für kontinuierliche Spaltversuche in der Gasphase.

2. Destillation

Destillation von Hartwachs über 460° nach der Entchlörung, Herstellung der Fraktion $360 - 460^{\circ}$ und der Fraktion über 360° von Weichparaffin.

3. Oxidierung

In der Schüttelmaschine Fraktionen des Spaltversuches D 2. $C_9 - C_{13}$ -Fraktionen von D 1 mit einem Olefingehalt von ca. 70 % geben 65 - 70 % Oxidierung der Olefine.

Im Autoklaven Oxidierung von Hartparaffin über 460° mit 15 % Chloraufnahme und von normalem Hartparaffin mit 20 % Chloraufnahme.

4. Chlorierung und Entchlörung

Entchlörungen von Hartparaffin mit 10 - 20 % Chloraufnahme in flüssiger Phase bei 320° unter Durchleiten von Stickstoff. Produkte werden gelbbraun. Der Anteil der Spaltprodukte unter 460° bei Hartparaffinfraktion über 460° betrug 6%.

Bau einer Entchlörungsapparatur aus Eisen. Gleiche Ergebnisse wie in der Glasapparatur.

5. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Oxiertes Hartparaffin mit 20 % Chloraufnahme gibt mit 20 - 30 % Spindelöl eine gute, vaselineartige Salbengrundlage. Das Spindelöl kann ersetzt werden durch oxiertes Weichparaffin $360 - 460^{\circ}$ mit 20 % Chloraufnahme. Mischverhältnis 25 - 30 % Hartparaffin mit 70 - 75 % Weichparaffin. Nimmt man oxiertes Weichparaffin $360 - 460^{\circ}$ mit 10 % Chloraufnahme, so erhält man zu feste Produkte. Es ist aber wahrscheinlich, daß man auch oxiertes Weichparaffin mit 10 % Chloraufnahme verwenden können, aus dem man, nicht wie im vorliegenden Falle die Polyprodukte über 460° abdestilliert hat.

6. Verschiedene Arbeiten

Hydrierung von Spindelöl zur Herstellung von Salben.
Montage und Inbetriebnahme der Vakuumdestillationsapparatur bei Henkel in Düsseldorf.

7. Allgemeines

- a) Stromausfall; -
- b) Krank; Jacob,
z.T. Dr. Gottschall, Geiser

11/11/11

17a
4. März 1946

04808

Sekretariat Hg.	
Eingang:	4.3.46
Lfd. Nr.:	193
Beauf.:	

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n l

Bétr.: 9. Wochenbericht (25.2.-2.3.1946)

1. Spaltung

Aufarbeitung des Versuches D 2. Versuch D 3 bei 500°.
Es zeigt sich, daß bei den D-Versuchen der Einfluß der Spaltung im Rohr gegenüber der Spaltung im Stripper zu gering ist, es ist erforderlich, ein neues größeres Spaltrohr zu bauen. Auch die Konstruktion des Strippers muß für Dauerversuche geändert werden.

2. Destillation

Herstellung der Fraktion 360 - 460° aus Weichparaffin für Chlorierungsversuche. Destillation einer neuen Durchchnittprobe aus Tank 10.

3. Oxidierung

In der Schüttelmaschine Fraktionen des Spaltversuches D 1. Die Ergebnisse der Autoklavenversuche mit den Mischfraktionen C₈/9, C₁₀/11, C₁₂/13, C₁₄/15 und C₁₆/17 der V-Spaltversuche liegen bei einem Olefingehalt von 40 - 45 % bei ca. 55 % Oxidierung der Olefine auf Grund der OH-Zahlen. Bei dem bei den Spaltversuchen bei Normaldruck (K-Versuche) erzielten Olefingehalt von 50 - 55 % dürfte die Oxidierung auf 60 - 65 % gesteigert werden können, da bei den Versuchen mit der Schüttelmaschine eine derartige Abhängigkeit der Oxidierbarkeit der Olefine von der Höhe des Olefingehaltes festgestellt wurde. Die Dichten der gewonnenen Oxoalkohole sind höher als die für die n-pr-Alkohole in der Literatur bekannten (z.B. 0,855 gegen 0,833), die Stockpunkte liegen etwa 40° tiefer als die der n-pr-Alkohole, etwa 20° tiefer als die der Oxo-Alkohole aus RCH-Produkten. Der Anteil des Dicköles vom gesamt oxidierten Produkt fällt mit steigender C-Zahl von ca. 25 % (bei C₈/9) auf ca. 10 % (bei C₁₆/17), er ist wie auch bei früheren Oxo-Versuchen bei RCH-Produkt im Autoklaven verhältnismäßig hoch.

4. Chlorierung und Entchlorung

Wiederholung der Chlorierung von Hartparaffin mit 15 und 20 % Chloraufnahme, da bei den Entchlorungen der ersten Chargen keine hellen Produkte entstanden waren.

Es ist gelungen, Hartparaffine mit mehr als 5 % Chloraufnahme durch eine Entchlorung in flüssiger Phase bei 320° auf gelb- bis gelb-braune Produkte aufzuarbeiten. Durchleiten von Stickstoff verbessert die Ergebnisse.

5. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Hartparaffin mit 6 % Chloraufnahme (50 % Alkoholgehalt) gab mit 60 % Spindelöl eine Salbengrundlage M. 2, die noch etwas zu kristallin war und beim Emulgieren mit Wasser im Verhältnis 1 : 1 eine nicht ganz stabile Creme bildete, aus der sich etwas Wasser ausschied. Mischt man 25 % dieses oxidierten Hartparaffins mit 75 % eines oxidierten Weichparaffins mit 20 % Chloraufnahme (71 % Alko-

4808 A

holz), so erhält man eine M 2 mindestens gleich gute Salbengrundlage mit EP 58°, die aber den Vorzug besserer Emulgationsfähigkeit hat, ihre Mischung mit Wasser im Verhältnis 1 : 1 ist eine gute Creme. Man kann also mit Vorteil das Paraffinöl durch oxidiertes Weichparaffin ersetzen.

6. Verschiedene Arbeiten

Hydrirung von Spindelöl für die Herstellung von Salben. Hydrirung von Crackbenzin für die Sanitätsabteilung. Demontage und Überholung der Destillationsapparatur für Henkel.

7. Allgemeines

- a) Strömausfall: -
- b) Krank: Jacob, Gull,
z.T. Schmitz, Borns, Klamma

9/verm

25. Februar 1946

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Spezialat 119.
Empfangs: 25.2.46
Lfd. Nr.: 176
Bearbeitet:

Betr.: 8. Wochenbericht (18.-23.2.1946)

1. Spaltung

Spaltversuch D 1 in der Gasphase bei 440° und Normaldruck nach Abscheidung des Asphaltes in einem Stripper bei 400° unter Zugabe von Stickstoffträgergas. Aufenthaltszeit im Rohr bei 440° ca. 5 sek. Bei praktisch gleicher Ausbeute an Dieselöl wie bei den früheren Versuchen Steigerung der Olefinwerte auf 65 - 70 %.
Spaltversuch D 2 bei 470°. Hier nach einigen Stunden Verlegung des Crackrohres mit Paraffinkohlenstoffgemisch am verengten Ausgang des Rohres.

2. Destillation

Destillation von Spaltücklauf der V-Versuche, von Hartparaffin und von oxierten Produkten der Mischfraktionen C₈/C₉, C₁₂/C₁₃ und C₁₄/C₁₅. Herstellung von Reinstbenzol.

3. Raffination

Wiederholung des Raffinationsversuches mit Gatsch ZD bei Verdünnung mit Schwerbenzin und Schwefelsäureraffination nach vorheriger Bleichung des Gatsches mit Tonsil.

4. Oxierung

In der Schüttelmaschine als Abschluß der bisherigen Versuchsreihen weitere C-Fraktionen der Spaltversuche K 1 bis K 3.
Im Autoklaven Oxierung von chlorierter und destillierter Weichparaffinfraktion 360 - 460 und von Hartparaffin mit 20 % Chloraufnahme.

5. Chlorierung und Entchlorung

Chlorierung von Hartparaffin mit 15 und 20 % Chloraufnahme und von Hartparaffin über 460° mit 15 % Chloraufnahme.
Entchlorungen von Hartparaffin im Rohr über Stuttgarter Masse mit verschiedener Strömungsgeschwindigkeit und mit Verdünnung mit Schwerbenzin. Bisher gelang es nicht, Hartparaffine mit einer Chloraufnahme über 5 % so zu entchloren, daß nach der Bleichung helle Produkte anfallen. Weitere Versuche zur Entchlorung in der flüssigen Phase (Rührversuch) scheinen bessere Ergebnisse zu versprechen.

6. Herstellung von Salbengrundlage und Creme

3 oxierte Weichparaffinfraktionen 360 - 460° (mittlere C-Zahl C₂₄) mit Chloraufnahmen von 5 %, 10 % und 20 % entsprechend 40 %, 80 % und 120 % Olefingehalt nach der Entchlorung, wurden mit 50 % bzw. 20 % Spindelöl vermischt und diese Proben, bzw. z.T. auch das oxierte Weichparaffin ohne Ölzusatz, mit Wasser im Verhältnis 1 : 1 ver-

04810

rührt. Die Stockpunkte der oxidierten Weichparaffine liegen bei 39 - 45°.

Das Produkt mit 20 % Chloraufnahme wird schon beim Verrühren ohne Öl dickflüssig, das Produkt mit 10 % Chloraufnahme wird hierbei breiig, nach Zusatz von 20 % Öl zu weich, das Produkt mit 5 % Chloraufnahme ist mit 20 % Ölzusatz in der Konsistenz gut, bei mehr Ölzusatz entstehen auch hier zu weiche Produkte. In Gegensatz zu den aus Hartparaffin hergestellten Salbengrundlagen gibt also das Weichparaffin zu weiche Produkte, die nur mit höherem Paraffingehalt (5 % Chloraufnahme) vielleicht als Salbengrundlage zu benutzen wäre, jedoch dann hier eher die kristalline Art der Paraffine zeigen. Wegen des ausgezeichneten Emulgationsvermögens der oxidierten Weichparaffine könnte man gegebenenfalls daran denken, sie als Zusatz zu aus Hartparaffin hergestellten Salben zu verwenden.

Mit Wasser lassen sich alle Produkte mit und ohne Ölzusatz gut emulgieren und geben beständige Emulsionen. Hierbei sind allerdings die Proben, die aus den mit Öl vermengten Produkten hergestellt wurden, etwas zu weich und geben vor allem einen etwas öligen Glanz. Die ohne Ölzusatz hergestellte Probe aus dem Produkt mit 20 % Chloraufnahme ist ebenfalls noch zu weich, dagegen gibt das Produkt mit 10 % Chloraufnahme ohne Zusatz von Öl eine ausgezeichnete Creme mit Mattglanz und das Produkt mit 5 % Chloraufnahme ohne Zusatz von Öl eine gute Mattcreme. Zur Herstellung von Creme eignen sich also die oxidierten Weichparaffine sehr gut und können hierfür gleich ohne Zusatz von Öl oder Paraffinumliquidum verwendet werden.

7. Allgemeines

a) Stromausfall: am 20.2. 6⁰⁰ - 9^{00h}
 15⁴⁵ - 16^{30h}
 17⁰⁰ - 20^{00h}
 am 22.2. 17¹⁵ - 18^{15h}

b) krank: 1 z.T. Gull
 Urlaub: z.T. Hoff

Hollman

Challengerhoff 250 - 11.1/100h

Wasserpumpen 50 - 11.1/100h

2 x 10 6 dfls 5.40 11.1
(22.11.1948)

Klemm, D. 100 - 11.1

Baumg. 40 - 11.1 - 11.1 - 11.1 - 11.1 - 11.1

1 25 - 11.1

*27
34*

18. Februar 1946

04811

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Sekretariat Hg.	
Empfang:	18.2.46
l. No. Nr.:	157
Bezug:	

Betr.: 7. Wochenbericht (11.-16.2.1946)

1. Spaltung

Aufarbeitung des Spaltversuches K 5.
Umbau der Spaltapparatur für Spaltversuche in der Gasphase nach
Abscheidung des Asphaltrückstandes.

2. Destillation

Destillation von Asphaltückständen und entchlorten Weichparaffinfraktionen. Herstellung von Reinsbenzol und von reinem C-Zahlen C₆ - C₁₀ aus RCH-Spaltbenzin.

3. Refination

Refination von Gatsch Z₀ bei Verdünnung mit gesättigtem Schwerbenzin mit 20 und 40 % konz. Schwefelsäure bei ca. 45°. Bessere Abscheidung von Säureteer als ohne Benzinverdünnung. Die Produkte sind hellgelb bis weißgelb gefärbt und haben noch etwas niedrigere Dichten als bei der normalen Refination. Die Verluste sind anscheinend auch etwas geringer.

4. Oxidierung

In der Schüttelmaschine Fraktionen von K 3 und von entchlorten Weichparaffinen. Der nicht oxydierte Kohlenwasserstoffrest des Versuches A (C₁₆, C₁₇) mit Restjodzahl 22 gibt bei erneuter Oxidierung eine OH-Zahl von 7 (theoretische OH-Zahl 213) und eine Jodzahl von 13. Im Autoklaven Oxidierung einer Mischprobe C₁₄/C₁₅ der bisherigen Spaltversuche, von entchlorten und destillierten Weichparaffinen 360 bis 460° und von C₇-Fraktion aus Spaltbenzin bis zum Aldehyd für die Versuche zur Herstellung von Estern.

5. Chlorierung und Herstellung von Salbengrundlagen

Chlorierungen und Entchlorungen von Hartparaffin mit verschiedener Chloraufnahme. Der Chlorgehalt der entchlorten und mit Zinkoxyd und Tonsil behandelten Hartwachs vor der Oxidierung beträgt ca. 0,2 %, entsprechend etwa 3 % Gehalt an Monochlorprodukt, nach der Oxidierung geht der Chlorgehalt auf 0,05 % herunter.

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: am 13.2.11³⁰ - 12^h
- b) Krank: E.T. Jacob

H. H. H. H.

7a
11. Februar 1946

04812

Sekretariat Hg.

Eingang: 11.2.46

Lfd. Nr.: 138

Beaufw.:

Herrn Dir. Dr. Hagemann!

Betr.: 6. Wochenbericht (4.2.-9.2.1946)

1. Spaltung

Aufarbeitung der Spaltversuche K 3 und K 4. Bei K 4 (Einsatz Spalt-
rücklauf von K 1) statt 30 % nur noch ca. 15 % Aufspaltung, Ausbeu-
te an Dieselöl jedoch höher. Olefinwerte bei K 3 und K 4 zwischen
50 und 55 %, in den Benzinfractionen sogar über 60 %.
Spaltversuch K 4 mit ROH-Hartparaffin.

2. Destillation

Destillation von Spaltrückständen und von ROH-Hartparaffin.

3. Raffination

Laugung verschiedener Mischproben von Fraktionen der Spaltversuche
für die Oxidierung. Schwefelsäureraffination von Gatach P auch mit
40 %, 50 % und 70 % konz. Schwefelsäure sowie ebenfalls bei Verdün-
nung mit Cetan 1.: 1 und 40 %, 50 % und 70 % konz. Schwefelsäure
nicht möglich, es scheidet sich kein Säureteer ab, das gesamte Pro-
dukt wird bechartig. Auch nach Filtration des Gataches P mit Tonsil
(dabei Aufhellung der Farbe) bleiben die Verhältnisse bei der Schwef-
elsäureraffination die gleichen.

4. Oxidierung

Bei den Versuchen mit der Schüttelmaschine geben die Fraktionen von
K 1 und K 2 mindestens gleich gute Ergebnisse wie die des Versuches
V 18, obwohl keine Schwefelsäureraffination eingeschaltet war, also
der Schwefelgehalt höher lag als dort. Vielleicht geht die Oxidierung
umso besser, je höher der Olefingehalt der Produkte ist oder aber
werden durch die Spaltung unter Druck gerade die besonders aktiven
(vielleicht endständigen) Olefine polymerisiert.
Im Autoklaven Oxidierung des Spalt rücklaufes von K 1 (Weichparaffin:
Siedebeginn 320°, 75 %-Punkt 480°, 35 % Olefingehalt) und von Misch-
proben der Spaltversuche (C₈/C₉ und C₁₂/C₁₃).

5. Chlorierung und Herstellung von Salbengrundlage und Creme

Entchlorung eines chlorierten Weichparaffins.
Hartwachs mit 12 % Chloraufnahme (6 % Chloraufnahme müßte theoretisch
100 % Olefine ergeben) gab nach der Entchlorung 100 % Olefingehalt
und bei der Oxidierung 95 - 100 % Oxidierung der Olefine (A 5), bei 6 %
Chloraufnahme wurde ein Produkt mit 75 % Olefingehalt erhalten, des-
sen Olefine sich zu 91 % oxidieren lassen (A 9). Bei Mischung mit Spin-
delöl im Verhältnis 1 : 1 gab A 5 eine vaserartige Salbengrundlage,
A 9 war noch etwa zu paraffinisch-kristallinisch. Beide Salben ließen
sich gut emulgieren und gaben in Mischung mit Wasser 1 : 1 eine gute
Creme.

Der oxidierte Spalt rücklauf ergab zu dünnflüssige Salbengrundlage,
vermutlich hätten die niedrigsiedenden Bestandteile vor der Oxidierung

04813

- 2 -

abgetrennt werden müssen (20 % bis 360°).

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: am 4.2.19 - 20^h
am 8.2. 6 - 17^h
- b) Urlaub: Stiebling

13. H. v. v. v.

70
4. Februar 1946

04814

Sekretariat Hg.

Eingang: 4.2.46

Lfd. Nr.: 110

Bearbeitet: 6

Herrn Dir.: Dr. H a g e m a n n !

Betr.: 5. Wochenbericht (28.1.-2.2.1946)

1. Spaltung

Der Spaltrücklauf (Fraktion über C₁₈) von K 1 hat 35 % Olefingehalt im Gegensatz zu dem Spaltrücklauf der bei 20 atü durchgeführten Spaltversuche, die Herstellung von olefinischem Weichparaffin aus Hartparaffin durch destillative Spaltung erscheint also aussichtsreich.

Spaltversuche I 3 mit Raffinat von Gatsch Z/N und K 4 mit Spaltrücklauf von K 1 und K 2. Bei K 3 kein Koks- und Pechrückstand im Kolben wie bei K 1 und K 2.

2. Destillation

Destillation von Raffinat von Gatsch Z/N, von Einsatzprodukt für die Chlorierungsversuche, von Spaltrücklauf von K 3 und von Oxierungsprodukten A 6 und A 7. Herstellung von Reibenzol.

3. Raffination

Schwefelsäureraffination von Gatsch Z D mit 20 % konz. Schwefelsäure, 10 Minuten Rührdauer bei 70° bzw. 150°. Raffinationsverluste 17 % bzw. 16 %, also wie bei Gatsch Z/N. Farbe des Raffinates bei 70° hellgelb, bei 150° braun. Der Gatsch P gibt bei der Behandlung mit 20 % konz. Schwefelsäure ein pechertiges Produkt, keine Abtrennung von Säureteer möglich, wahrscheinlich mehr Säure erforderlich.

4. Oxierung

In der Schüttelmaschine weitere Fraktionen von V 18 und Fraktionen von K 1. V 18 (Raffinat) deutlich besser als die übrigen Versuche.

Im Autoklaven Oxierung von Hartwachs und nach Reparatur des Rührwerkes Oxierung einer Mischung von C₁₆ und C₁₇ aus Crackversuchen V 1 bis V 17 (A 7). Ergebnis des Versuches A 6 (C₁₀ und C₁₁-Fraktion der Versuche V 1 bis V 17)

aus der Gesamt-OH-Zahl 65 % Oxierung der Olefine

aus Siedekurve und Dichtewerten ca. 75 % Oxierung der Olefine.

Ergebnis des Versuches A 7:

aus der Gesamt-OH-Zahl 46 % Oxierung der Olefine

aus Siedekurve und Dichtewerten ca. 70 % Oxierung der Olefine.

In beiden Fällen also wesentlich bessere Ergebnisse für die Oxierung der Erdöleolefine als aus den Versuchsergebnissen mit der Schüttelmaschine.

5. Chlorierung

3 Versuche zur Chlorierung von Weichparaffin 360 - 460° mit 5 Gew. % 12 Gew. % und 20 Gew. % Chloraufnahme und Entchlorung von 2 dieser Versuche. Durch Bleichung der entchlorten Hartwachs vor der Oxierung, Filtration des Kobaltkontaktes nach der Oxierung und

04815

anschließende Bleichung mit Tonsil und Aktivkohle gelingt es, einen gelblich-weißen Oxalkohl über C₃₀ zu gewinnen, während das vor der Oxidierung nicht gebleichte Produkt bestenfalls nur dunkelgraue Produkte ergibt.

6. Allgemeines

- a) Stromausrüstung: am 30.1. 6⁰⁰ - 7⁰⁰h
- b) krank: Schmitz, z.T. Notthoff
Urlaub: z.T. Hoff

Hollm

70
28. Januar 1946

04816

Herrn Dir. Dr. P e l l e g e m a n n

Sekretariat Hg.	
Eingang:	28.1.46
Lfd. Nr.:	84
Beantw.:	

Betr.: 4. Wochenbericht (21.1.-26.1.1946)

1. Spaltung

Aufarbeitung der Produkte der Versuche der V 18 und Y 1, bei beiden wesentliche Erhöhung der Olefinwerte, bei V 18 (Versuch mit H_2SO_4 -Raffinat) außerdem geringe Schwefelwerte (bei C₁₄ z.B. statt 0,44 %, 0,14% S). Crackausbeute bei der destillativen Spaltung (K 1) nicht sehr von der Druckversuche verschieden. Nach Verbesserung der Apparatur zur destillativen Spaltung Versuch K 2.

2. Destillation

Herstellung von Reindenzol. Destillation der Rückstände der Spaltversuche. Destillation einer Durchschnittsprobe aus Tank 10 und Gewinnung von 3 Liter Schwerbenzin aus diesem Produkt (für den Betrieb). Arbeiten zur Fertigstellung der zweiten Paraffindestillationsapparatur.

3. Refinement

Laugung von Fraktionen der Spaltversuche. Schwefelsäurereffination von Gatsch Z/N bei Temperaturen von 30°, 40°, 60° und 150°, zum Teil bei Verdünnung mit Ceten.

4. Oxidierung

In der Schüttelmaschine Oxidierung von Produkten der Versuche V 17 und V 18 mit verschiedenen Kontakten, von nachentchlorter Fraktion 300 - 400° und von Hartwachs. Im Autoklaven Oxidierung von chloriertem Hartwachs und einer Mischung von C₁₀ und C₁₁ aus bisherigen Crackversuchen.

5. Chlorierung

Entchlorigung chlorierter Hartwachs und Versuche zur Refinement der entchlorteten Hartwachs und der gewonnenen Oxalkohole über C₃₀.

6. Allgemeines

a) Stromausfall: am 25.1. 10³⁰ - 12h

b) Krank: Blochel, z.T. Hoff, Schmitz

Hollmann

21. Januar 1946

04817

Sekretariat Hg.	
Eingang:	21.1.46
Lfd. Nr.:	68
Besetz.:	

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Betr.: 3. Wochenbericht (14.1.-19.1.46)

1. Spaltung

Versuch V 18 mit Raffinat von Gatsch Z/N bei 20 atü. Vorversuche und Versuch K 1 mit Spaltrücklauf von Gatsch Z/N in der Destillationsspaltapparatur.

2. Destillation

Weiter Herstellung der Fraktion 360° - 460° aus Weichparaffin für Chlorierungsversuche und Gewinnung reiner olefinischer C-Fractionen aus Spaltbenzin. Herstellung von Reibenzol aus Rohbenzol für die analytische Abteilung.

3. Raffination

Laugung der Fraktionen der Spaltversuche V 1 - V 9 und V 17.

4. Oxidierung

Oxidierung gelaugter Fraktionen von V 1 - V 9, V 17 und V 18 in der Schüttelapparatur. Im Autoklaven Oxidierung einer C 6-Fraktion aus Spaltbenzin bis zum Aldehyd (zur Veresterung) sowie Hydrierung von Benzin für die Sanitätsabteilung.

5. Chlorierung

Chlorierungen von Hartwachs mit verschiedener Chloraufnahme und Entchlorung dieser Produkte. Nachbehandlung der entchlorten Fraktion 300° - 400° mit Zinkoxyd und Tonell als Versuch zur Entfernung der letzten Halogenreste.

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: am 15.1. 11 - 13^h
am 16.1. 10 - 13^h
- b) Krank: Blochel

H. Blochel

14. Januar 1946

04818

Sekretariat Mg.	
Eingang:	AKA 46
Lfd. Nr.:	227
Beschw.:	

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n!

Betr.: 2. Wochenbericht (7.-12.1.1946)

1. Spaltung

Vollständige Verkokung der Spaltapparatur bei Senkung des Spaltdruckes auf 5 atü. Reinigung der Apparatur. Versuch V 17 mit Gatsch Z/N bei 20 atü und 460°. Bau einer Apparatur für Spaltversuche von Hartwachs zu Weichparaffin durch Destillation.

2. Destillation

Herstellung größerer Mengen der Fraktion 360 - 460° aus Weichparaffin für Chlorierungsversuche. Fraktionierung von Kreislaufspaltbenzin zur Gewinnung verschiedener reiner C-Fractionen für Ox- Versuche. Bau einer zweiten Vakuumfeindestillation für Paraffine.

3. Raffination

Fertigstellung von 10 kg Raffinat aus Gatsch Z/N. Laugung der Fraktionen des Spaltdieselöles (Versuche V 1 - V 9) zur Beseitigung der teilweise hohen VZ/NZ-Zahlen.

4. Oxierung

Oxierung der Spaltdieselölfractionen von Henkel (Ausbeute: wie bei unseren Versuchen ca. 50% Oxierung der Olefine) und eines teilweise entschwefelten Crackdieselöles von Miesburg in der Schüttelapparatur. Oxierung der chlorierten Fraktion 300 - 400° im Rührautoklaven.

5. Chlorierung

Entonierungsversuche der Fraktion 360 - 500° im senkrechten Rohr mit Stuttgarter Masse bzw. Quarzscherben. Chlorierung von Hartwachs.

6. Allgemeines

- a) Stromausfall: am 7.1. 6 - 14^h
 am 8.1. 11.30 - 14.30^h
b) -Urlaub: Kühnel
 krank: Blochel, Westhoff

Hollmann

Ja 64819
7. Januar 1946

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n !

Sekretariat Hg.	
Eingang:	7.1.46
Lfd. Nr.:	11
Beantw.:	

Betr.: 1. Wochenbericht (2.-5.1.1946)

1. Spaltung

Überholen und Reinigen der Spaltapparatur, Einbau eines neuen Spaltrohres. Versuch V 16: Einsatz Durag-Gatsch, Druck 10 atü, 1. Versuch mit der Einsatzpumpe.

2. Destillation

Fertigstellung und Inbetriebnahme einer Vakuum-Feindestillation für Paraffine, Herstellung von Ausgangsprüfung für Chlorierungsversuche.

3. Raffination

Herstellung von 10 kg mit Schwefelsäure raffiniertem Durag-Gatsch (noch nicht beendet).

4. Oxidierung

Noch keine weiteren Versuche in der kleinen Schüttelapparatur, da Analysen von etwa 10 Versuchen noch ausstehen. Fertigstellung eines Rührautoklaven für größere Chargen.

5. Chlorierung

Einrichtung und Säuberung (Kerzenfabrikation) des Labors. Entchlorung der bereits chlorierten Fraktion 360 - 500 im waagerechten Eisenrohr über Stuttgarter Masse, Vorbereitung zur Entchlorung im senkrechten Duranglasrohr über Quarzscherben.

6. IT-Anlage

Fertigstellung des Kittraumes (Türen, Fenster), Transport der beiden Kneten, Verkleidung der Fenster in der vorderen Halle der Anlage.

7. Allgemeines

- a) Stromausfall; am 2. und 3.1. kein Kraftstrom, eine Phase defekt.
- b) Urlaub: Dr. Noeske, Kühnel
krank: Blochel

H. H. H.