

14. September 1943

00005

Sekretariat 110

Herrn Prof. Dr. Martini

18.10.43

1154

Betr.: Untersuchung von Hartparaffin aus der Eisensynthese

Bevor die Anführung der einzelnen Ergebnisse der Arbeit vorgenommen werden soll, möge die Methode der Bewertung und die Bewertung von Hartparaffin selbst eingehender erläutert werden. Da jedes Hartparaffin ein Konglomerat von KW-KW darstellt, von Ölen und ganz niedrig schmelzenden Paraffinen bis zu hochschmelzenden Produkten mit E.P. über 100° und diese selbst auch wieder ganz verschiedene Eigenschaften haben, kann nur eine Zusammenfassung einzelner Individuen zu Körperklassen bei einer Bewertung zum Erfolge führen. Es hat sich nun im Laufe der Zeit herausgestellt, daß die vorteilhafteste Aufteilung eine solche ist, bei der man nachstehend beschriebene 3 Produkte nach prozentualer Menge und nach ihrem E.P. angibt.

Das sogenannte Weichwachs, d.h. alle Anteile von den "Ölen" angefangen bis heraus zu solchen mit einem E.P. von ungefähr 65° ist, je nachdem nun in dieser ersten "Großfraktion" der Gehalt an weichen und schmierigen Stoffen oder der an festen und "trockenen" Paraffinen vorwiegt, weniger oder mehr wertvoll. Für manche Zwecke ist auch der Gehalt an 50°-Fraktionen, d.h. an echtem Tafelparaffin wertvoll, für andere Zwecke der Gehalt an "verzweigten" KW-KW, welche diese Gruppe in die Nähe der Petrolate mit relativ niedrigem E.P. bringen. Das gemeinsame aller Komponenten dieser Gruppe ist ihre Löslichkeit in kaltem Benzol, besonders wenn sie in feinverteiltem Zustand vorliegen.

2. Ist man gewohnt von der sogenannten "Mittel-Fraktion" (M.F.) zu sprechen, welche umfaßt die KW-KW mit einem E.P. von über 65 bis zu 80 - 81°. Auch hier sind wieder vertreten neben KW-KW mit gerader Kette solche mit verzweigter Kette und diese Fraktion ist umso wertvoller, je mehr von letzterer Art darin vorhanden sind. Alle Mitglieder dieser Gruppe sind in warmem Petrolbenzin mit den Siedegrenzen 80 - 110 (genannt Extraktionsbenzin) bei einer Temperatur desselben bis zu ungefähr 50° löslich, in Heptan bis zu solchen von 40/50°. Im übrigen gehören die "verzweigt-kettigen" Anteile in dieser hohen Lage des E.P. mit zu den wertvollsten Bestandteilen eines Hartparaffins.

3. Die nun folgenden Anteile der dritten Gruppe, das sogenannte Superwachs, stellen ein Gemisch dar der höchstschmelzenden Anteile mit E.P. von über 85 - 110 und darüber bis manchmal 130°. Sie sind gewöhnlich ganz springharte Körper, die sich eben gerade noch in Extraktionsbenzin lösen; bei Verwendung von siedendem Heptan kann es vorkommen, daß trotz vorliegender Feinstverteilung derselben, also dem Vorzug größter Angreifbarkeit, sie sich nicht vollständig in diesem L.M. lösen. Von dem L.M. befreit, zeigen sie eine stark ausgeprägte Kontraktion beim Übergang vom flüssigen in den festen Zustand und als ganz charakteristische Eigenschaft die der elektrischen Aufladung.

Der handels-technische Wert dieser 3 "Großfraktionen" im Unterschied von evtl. noch andersgearteten "Kleinfraktionen" verhält sich ungefähr von VW über M.F. zu Super wie 1:4:9, besonders wenn sie genügend rein dargestellt sind, d.h. keine Verunreinigungen von nebenliegenden Fraktionen zeigen.

20000

Der Verwendungszweck dieser "Teilprodukte" eines Hartpar. ist ein verschiedener und hauptsächlich bedingt durch den E.P.

Während das WW technisch benutzt wird, wo Paraffingatsch bekannterweise eingesetzt wird, wie z.B. bei Lederfetherstellung oder sonstigen Lederölen, ist es auch zur Oxyd. und Dest. sehr geeignet. Gut "schält", oder gut von den schmierigen Produkten befreit, kann es trotz der nicht mit Tafelparaffin identischen Schmelzpunktspanne überall an dessen Stelle treten, wie z.B. in Schuhputzmitteln und Bohnerwachs.

Da aber die M.P. (besonders im Gegensatz zu dem Super) gewöhnlich stark L.M.-zurückhaltende Eigenschaften (Retention) besitzt, ist ihr Verwendungszweck überall gegeben, wo trockene ozokeritartige Körper verlangt werden, Evtl. noch durch die sogenannte "Hochfraktion" echter Petrolate, die selbst nur niedrige E.P. aufweisen, in dieser Eigenschaft verstärkt, kann man Handelsprodukte daraus herstellen, die an das amerikanische Exportprodukt: Superla-Wachs heranreichen und die ein Maximum an L.M.-Retention (bei Abwesenheit jeglicher weicher Anteile) besitzen. (Superla-Wachs ist ein Petrolat mit Schmelzpkt. 76°.)

Die Superfraktion selbst stellt das beste Härtemittel für Kerzen oder auch die besten glanzgebenden Produkte dar, wie wir wieder die Schuhputzmittel- und Bohnerwachsindustrie verlangen. Allerdings ist nach allem vorhergesagten leicht verständlich, daß durch die feste Relation von WW zu M.P. zu Super in dem originalen Hartpar. sich ein erheblicher Nachteil bei seiner Verwendung für alle die vorgenannten Zwecke ergibt. Oder speziell auf die oben angeführten Produkte eingegangen: In einem Lederfett wird man keine Superanteile brauchen können und in einem Kerzenhärtungsmittel jedes Prozent WW unrationell. Ist in einer Schuhcreme zu viel Super, so wird sie bröckeln und ist darin zu viel M.P. darin vorhanden, so wird sie bis zum Bürsten nicht trocken sein. Deswegen wird also immer der wachsverarbeitenden Industrie eine Benutzung so aufgeteilter Fraktionen weit dienlicher sein, als das Angebot des Konglomerats, in dem ein Anteil die Vorzüge eines anderen Anteile immer zwangweise ungünstig beeinflussen muß.

Auf Grund dieser Erkenntnisse wurden nun nicht nur verschiedene Muster von Hartpar., angefallen bei der Synthese mit Fe-Katalysator, untersucht, sondern diese auch in Verbindung gesetzt zu RB-Hartwachs, dem analogen Produkten aus Co-Katoren.

Es waren in einzelnen: I. Ein Hartpar., erhalten mit paraffinbildenden Fe-Kator, aus Ofen 15 von 25.8. - 21.9.42. (72. - 713. Betr.Std.) und bezeichnet mit:

1a: HAKK das "Gesamtpar." 1b: der Rückstand, erhalten bei der Dest. nach Abtrennung aller Anteile bis 450° siedend, also nach Entfernung des Weichpar., als 100 Teile angesprochen.

1c: ist identisch mit 1a, nur daß zwecks Vergleich mit 1b, 1a mit 150 Teilen angesprochen wurde, 1b auf 100 Teile reduziert ist um alle weiteren untersuchten Substanzen damit vergleichen zu können.

II. Nr. 2 ist eine Probe, wie sie aus dem Ofen 11 mit einem T.T.-Kontakt im Juni 43 (1. Betriebemont) anfiel. Mit Durchschnitt

ist bezeichnet eine Probe, die darstellt den ϕ aus Ofen 14a von 18./19.1.42 bis 18./19.5.42, aber bei beiden Proben ebenfalls nur der Rückstand bei der Abtrennung der Anteile, die unter 450° siedeln!

Wohl auch die ersten angeführten, aber besonders dieses Durchschnittsmuster wurde nun in Vergleich gesetzt zu drei analogen Produkten, erhalten mit Dr-Kator, also dem gewöhnlichen RB-Hartwachs und zwar:

- 2a erhalten im Juni 1943
- 2b erhalten im Dezember 1942
- 2c erhalten 1939

Die von allen diesen Produkten nach der Methode der selektiven Aufteilung erhaltenen Werte sind nun zusammengestellt in Anlage 1.

Am unteren Rande befinden sich die für die drei Fraktionen: WW, MF und Super erhaltenen Werte, die zwecks leichteren Vergleichens graphisch dargestellt worden sind auf Anlage 2.

Was ergibt sich nun bei dem Vergleich aller dieser Werte und zwar:

- 1.) Von 1b und Durchschnitt? Probe Nr. 2 bleibt zweckmäßigerweise außerhalb dieser Betrachtung, da es sich hierbei um einen nicht paraffinbildenden Kontakt - im Gegensatz zu den beiden anderen Proben - handelt. Man sieht sehr leicht aus der Größe der umrandeten oder schraffierten Fläche in Gelb, in Grün und in Rot, daß die jeweiligen Anteile an

WW, MF und Super außerordentlich variieren und zwar:

	<u>Durchschnitt</u>	
bei WW von 27 % und bis	48 %	also stark voneinander abweichen, desgleichen
bei MF von 20 % dagegen aber auch auf	40 %	anwachsen
bei Super 25 % aber auf	12 %	heruntergehen können.

Man kann diese Werte nur so erklären, daß z.B. beim Anlaufen des Ofens fast die Hälfte des entstandenen Hartpar. hochschmelzendes Super ist, daß dies aber sehr bald auf niedrigste Werte und sogar ganz auf 0 zurückgehen wird, um solch niedrige Werte wie 12 % Anteile an Super im Durchschnitt zu ergeben.

Mit dieser Verminderung an Super ist wohl (theoretisch durch das Verhältnis davon in 100 Teilen) ein Ansteigen an MF und WW verbunden, aber, daß dieses Verhältnis in 1b: ungefähr 1:1, auch im "Durchschnitt" bleibt, ist sehr verwunderlich. Man müßte eigentlich annehmen, daß ein Abbau von MF zu WW mit der Laufzeit des Ofens eintritt, da ein solcher von Super zu MF ganz bestimmt anzunehmen ist.

- 2.) Von 1b und 2

Bei Nr. 2 ist besonders charakteristisch der sehr viel höhere Gehalt an WW gegenüber 1b und die entsprechende sehr viel geringere Menge an Super. Da beide Produkte etwa dem gleichen Betriebsstand entsprechen, kann man daraus nur schließen, daß paraffinbildende Kontakte, bzw. blindende Kontakte, sich nicht nur hinsichtlich der Zusammensetzung

00008

im Großen unterscheiden, sondern, daß auch tiefergehende Unterschiede in der

Man vergleicht man aber nun zuerst einmal die Werte der drei aus ganz verschiedenen Jahren erhaltenen RB-Hartwachse, so ist nicht nur festzustellen: der ganz bedeutende Rückgang im gleichen Ausmaß an Superanteilen, aber auch das Anwachsen der am wenigsten wertvollen VW-Fraktion auf das Doppelte! Setzt man in dieses Verhältnis die oben erwähnte Relation von 1:4:9 in Bezug von WF, MF und Super ein, so kommt man zu einer "inneren" Wertverminderung des RB-Hartwachses von 100 auf 80 zum Beispiel.

Und ergibt sich für das Hartpar. mit Te-Kator zu dem mit Ob-Kator (1943), aus derselben Relation ein Verhältnis von 100 zu ungefähr 75!

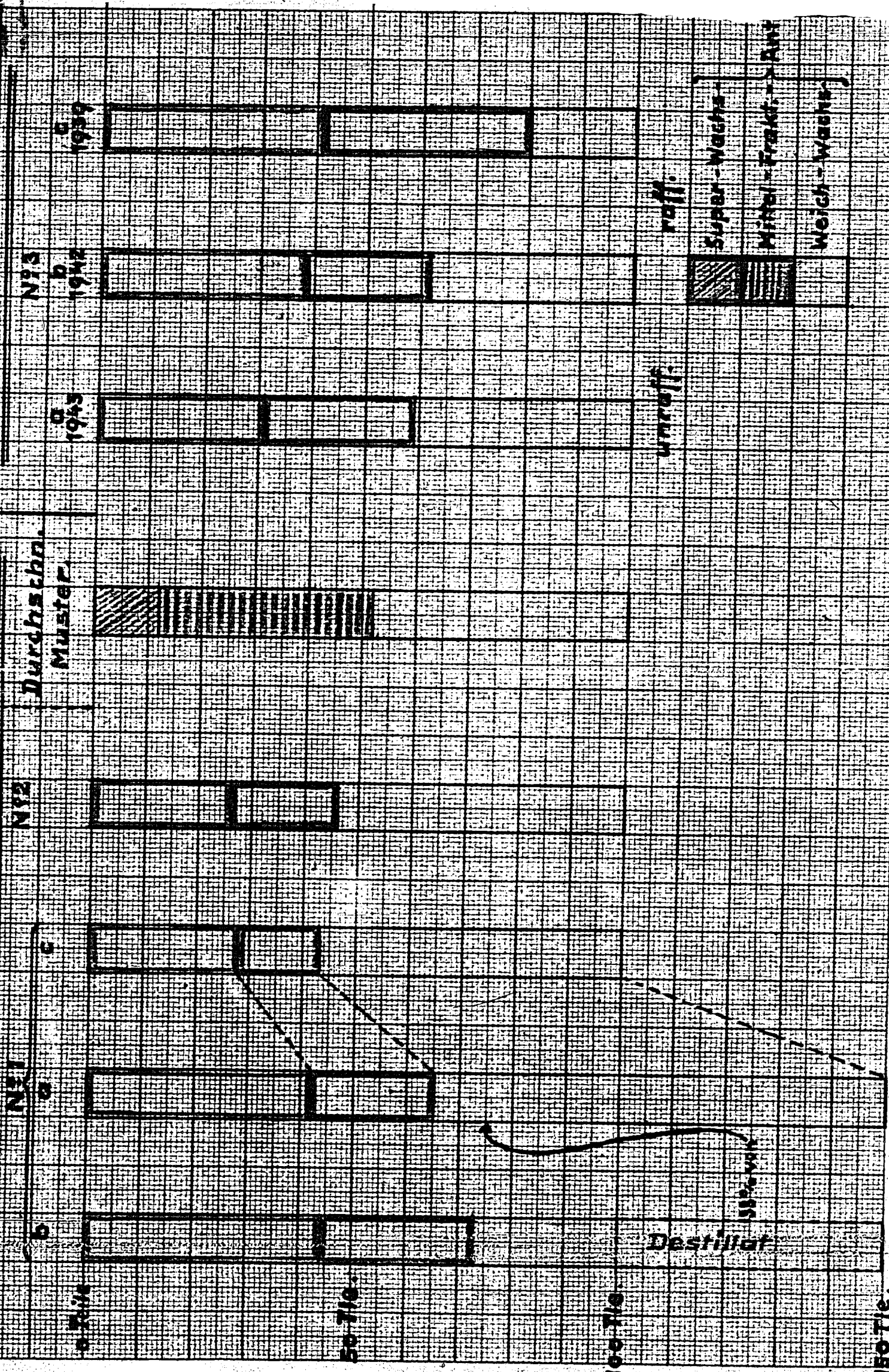
Jedoch ist dieses Urteil z.B. für die Geresinindustrie einer Berücksichtigung zu unterziehen. Denn ihr wird die erhöhte Menge der MF bei Eisenparaffin wertvoller dünken, als die verminderte Menge an Super. Bei einem Land jedoch, wie Italien, in dem sonst an Hartwachsen wie Super nicht viele zur Verfügung stehen, würde sich dieser Nachteil aber schon fühlbarer machen, andererseits wird man aber bemüht sein müssen, und dies auch sicher leicht können, durch Entfernen von bligen und schmierigen Anteilen aus dem WW, die den gleichen Zwecken wie Tafelpar. dienen, trockene Par. mit nicht allzu hohem E.P. auszunutzen und ergäbe dies eine nicht unbeträchtliche Erhöhung von "gewöhnlichen" Par. von 50/52 E.P. aus dem Hartpar. mit Te-Katoren.

[Handwritten signature and notes]

		Nr. 1			Nr. 2			Nr. 3					
		b	a	c	p.			a	b	c			
%	E.P.	%	%	E.P.	%	E.P.	%	E.P.	%	E.P.			
			7,9	41,8	15,5				4,4	41,0			
			6,2	42,2									
			9,8	45,0					4,5	46,0			
			7,6	47,4	14,5	47,0							
		1a:	6,9	49,0									
		1a:	5,1	52,0				7,2	52,0				
		150:	2,2	53,6	6,5	54,0		10,5	53,0	3,9	53,0		
		100	5,7	55,0	3,4	56,0				4,5	55,4		
			1,1	57,4	6,6	57,0	41,0	58,2	8,1	57,0	3,4	55,8	
			0,9	59,6	3,0	57,5					7,7	57,5	
20,7	60,0		0,6	62,0	1,8	60,0			6,0	60,0	22,7	60,0	
			1,0	63,2	2,6	62,5			4,7	63,0			
5,4	69,0						7,1	68,4	3,3	64,0	6,3	64,0	
W.W.	26,1		85,5	56,9		53,9		48,1	39,8		37,9	19,7	
									3,4	67,5	10,4	71,0	
											2,8	71,5	
											4,0	72,5	
											3,4	73,5	
											6,6	73,0	
											8,7	74,5	
5,5	76,0				19,8	76,0	7,5	76,0	11,0	77,5	1,5	77,0	
											4,3	77,0	
											7,0	78,0	
			11,2	79,2					7,3	80,0	5,3	79,0	
			2,6	82,0			31,7	85,4	12,5	81,5			
33,0	89,0												
M.F.	28,5		21,7	13,8		19,8		39,2	26,9		22,6	38,7	
											4,3	83,0	
									3,3	87,0			
											3,5	85,0	
											7,5	90,0	
											3,0	87,1	
											9,7	91,0	
											8,7	92,1	
											5,6	95,5	
42,0	99,0		27,8	98,5			11,3	100,0	17,5	97,0	7,5	98,0	
											8,9	101,0	
											12,0	101,0	
											17,6	106,0	
											1,1	112,0	
											9,5	116,0	
0,7	112,0												
												6,2	115,0
Super	42,7		41,7	27,8		26,4		12,4	30,3		39,2	39,7	
W.W.	26		85	57		54		48	40		38	20	
M.F.	28		22	14		20		39	27		23	39	
Super	43		42	28		26		12	30		39	40	

100000
R.D. - Harward's

Har. Paraffine aus Synth. M. B. - Kator



N/S

Durchschn. Mustep.

N/S

N/S

N/S

N/S

N/S

N/S

N/S

Destillat

Reflux

Heizung

Super-Wasche
Mittel-Wasche
Weich-Wasche

150°C

100°C

50°C

0°C