

20. August 1943

die v. Hoffmann-La Roche  
AG, Basel, Schweiz

Sekretariat/fg.	
Eingang	26.8.43
Lfd. Nr.	824

Herrn L ü b e n !

Betr.: Raffinierfähigkeit von Hartparaffin-

Die von Ihnen beobachtete Erscheinung, daß Hartparaffin aus der Hoesch-Produktion sich häufig besser raffinieren läßt als Hartparaffin der Ruhrchemie-Produktion, war die Veranlassung, um auf breiter Grundlage zu überprüfen, ob auch im Laboratorium diese Unterschiede auftreten. Es wurde daher unraffiniertes Hartparaffin der Hoesch-Produktion, der Ruhrchemie-Produktion und der Schaffgotsch-Produktion beschafft, dazu die entsprechenden Ofenparaffine die im Laboratorium auf den Hartparaffinartigen Rückstand abdestilliert werden sollten. Darüberhinaus beschaffte ich mir noch von der Ruhrchemie die Zwischenglieder zwischen Ofenparaffin und unraffiniertem Hartparaffin und zwar Einsatz Topanlage und Rückstand Topanlage. In Anlage 1 bis 3 sind die Siedeanalysen der Produkte zusammengestellt.

Die verschiedenen Hartparaffine bzw. die oberhalb 450° zurückbleibenden Rückstände wurden nun raffiniert und zwar mit insgesamt 10 % Tonsil-Kohle-Mischung (67 % Tonsil, 33 % Esbit-Entfärbungskohle) und zwar in zwei Portionen zu je 5 %.

Die Vakuumdestillation ist zunächst in üblicher Weise vorgenommen worden, wobei der Kolben im Lufttrichter mit offener Flamme erhitzt wird. Da sich Zweifel darüber erhoben, ob bei dieser Arbeitsweise nicht Aufspaltungen eintreten, wurden verschiedene Destillationen zum zweiten und dritten Mal durchgeführt, wobei zur Aufheizung ein Ölbad angewandt wurde.

Mitte Juni war plötzlich das Hartparaffin der Ruhrchemie besonders gut raffinierbar geworden. Wir zogen daher sofort Proben, um zu prüfen, ob sich diese Beobachtung im Laboratorium bestätigen ließe.

Es wurden so insgesamt 17 Hartparaffine raffiniert, die im einzelnen in nachstehender Tabelle angegeben sind:

- VI 1) RCH HW unraff. vom 4.6.43
- IX 2) Schaffgotsch HP unraff. vom 10.3.43
- I 3) Hoesch HP unraff. vom 10.3.43
- XIV 4) RCH Ofenp. vom 4.6.43 > 450° Feuer dest.
- XV 5) Schaffgotsch Ofenp. vom 10.3.43 > 450° Feuer dest.
- V 6) Hoesch Ofenp. vom 10.3.43
- XII 7) RCH Topereinsatz vom 4.6.43
- XI 8) RCH Toprückstand vom 4.6.43
- VII 9) RCH Ofenp. vom 4.6.43 > 450° Ölbad (kl. Probe ~ 150 g)
- XVI 10) Schaffgotsch Ofenp. vom 10.3.43 > 450° Ölbad (kl. Probe)
- XVII 11) Schaffgotsch Ofenp. vom 10.3.43 Feuer dest. (kl. Probe)
- VIII 12) RCH Ofenp. vom 4.6.43 > 450° Ölbad (gr. Probe 5 kg)
- III 13) RCH HW roh vom 20.7.43 (im Betr. gut raff.)
- XIII 14) RCH HW roh vom 9.6.43 (schlecht pyridierbar in P.O.-Anlage)
- II 15) RCH Ofenp. vom 22.7.43 > 450° Ölbad
- X 16) RCH Toprückstand vom 22.7.43 > 450° Ölbad
- IV 17) RCH Topereinsatz vom 22.7.43 > 450° Ölbad

00012

Um einen möglichst einwandfreien Vergleich zu ermöglichen, wurde nunmehr die Reihenfolge der Raffinierbarkeit aufgestellt, derart, daß die mit 10-% Tonsil raffinierten Proben nach ihrer weißen Farbe registriert wurden. Die in der obigen Tabelle mit roter Farbe und römischen Zahlen angegebenen Bezeichnungen stellen diese Rangordnung dar.

Man kann die Proben nun nach verschiedener Richtung zusammenstellen:

### 1. Vergleich Ruhrchemie - Schaffgotsch - Hoeschparaffin

Bei den unraffinierten Hartparaffinen ist die Reihenfolge der Raffinierbarkeit eindeutig: Hoesch, Ruhrchemie, Schaffgotsch. Dabei ist das Hoeschparaffin bei weitem am besten raffinierbar, so daß die mit bereits 5 % Tonsil/Kohle raffinierte Probe heller war als sämtliche anderen mit 10 % Tonsil raffinierten Paraffine. Bei den Ofenparaffinen ist die Reihenfolge ebenfalls: Hoesch, Ruhrchemie, Schaffgotsch, dabei ist aber zwischen dem Ruhrchemie-Ofenparaffin und dem Schaffgotsch-Ofenparaffin kein so großer Unterschied wie im Falle der unraffinierten Hartparaffine. Diese Beobachtung kann natürlich auch mit der Labordestillation in Zusammenhang stehen. (Vgl. die Proben 1-6)

### 2. Vergleich Ölbaddestillation gegen die Destillation mit freier Flamme

Es zeigte sich, daß offenbar bei der Destillation mit freier Flamme, auch wenn sie noch so vorsichtig vorgenommen wird, Überhitzungen unvermeidlich sind, da im Falle des Ofenparaffins der Ruhrchemie ganz eindeutig das im Ölbad destillierte Produkt besser raffinierbar war als das über freier Flamme destillierte. Der gleiche Versuch bei dem Schaffgotsch-Paraffin brachte nicht so eindeutige Ergebnisse, vielleicht weil das Produkt so schlecht raffinierbar ist, daß auch durch die Ölbaddestillation keine Verbesserung erzielt werden kann. (Vgl. die Proben 4, 9, 10, 11)

### 3. Destillation einer kleinen Menge und Destillation einer großen Menge

Bei dem Ruhrchemie-Ofenparaffin wurde untersucht, ob die Destillation von etwa 150 g die gleichen Ergebnisse hat wie Destillation von beispielsweise 5 kg. Unterschiede ergaben sich nicht. (Vgl. die Proben 9, 12)

### 4. Vergleich der Ruhrchemie-Produkte, Ofenparaffin, Toprückstand, unraff. Hartparaffin

Wenn auf dem Wege, den das Paraffin in der Anlage nimmt, durch die verschiedenen Destillationen eine Paraffinveränderung hervorgerufen wird, so müßte das Ofenparaffin am besten raffinierbar sein vor dem Hartparaffin aus dem Rückstand der Topanlage bzw. dem Hartparaffin aus dem Betrieb. In einem Fall konnte diese Reihenfolge überhaupt nicht bestätigt werden, im anderen Fall war zwar das Hartparaffin aus Ofenparaffin am besten raffinierbar, das unraff. Hartparaffin kam aber schon an zweiter Stelle, am schlechtesten war das Hartparaffin aus dem Rückstand der Topanlage. Es ließ sich also nicht eindeutig klären, ob eine Veränderung des Produktes im Verlaufe der Destillationen eintritt. (Vgl. die Proben 1, 4, 7, 8 u. 13, 15, 16, 17)

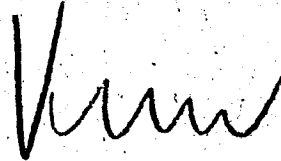
00013

### 5. Vergleich zwischen schlecht und gut raffinierbarem Hartparaffin

Wie schon bei früheren Untersuchungen über die Raffinierfähigkeit im Labor und Betrieb konnte wieder gefunden werden, daß ein im Betrieb gut raffinierbares Hartparaffin auch bei der Labomaffination günstige Ergebnisse bringt. (Vgl. die Proben 1, 13, 14)

Auf Grund der vorliegenden Untersuchungen müßte man zu dem Schluß kommen, daß die Hoesch-Paraffine besser raffinierbar sind als die Ruhrchemie-Paraffine, wobei die Gründe sowohl bei der Art der Destillation als auch in der Primärerzeugung zu suchen wären. Vor einem endgültigen Schluß nach einer Seite hin müssen aber noch weitere Proben untersucht werden. Dies erscheint umso wichtiger, als z.Zt. die Hoesch-Paraffine bei weitem viel schlechter raffinierbar sind als die Ruhrchemie-Paraffine.

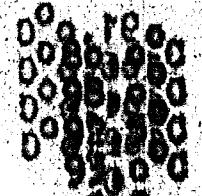
Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann  
H. Dr. Schuff





Bohrergeruch-Einheitsprodukt

Erstarrungspunkt r.Th.  
 Schmelzpunkt g.K.  
 Fließpunkt  
 Tropfpunkt  
 NZ  
 VZ  
 JZ  
 PZ  
 Geruch



Vakuumdestillation bei 0,6 - 0,8 Torr

Vakuumdestillation bei 0,6 Torr

Rückstand: 0,585, 0,0  
 S.B. 1280 / 3750

Unger. Temp. auf 760 mm	Abgel. Temp. bei 0,6 mm	Abgel. Temp. bei 0,6 mm	F.P. Temp. mm 0,6
350,0	180,0	16,62	35,00
380,0	165,0	15,19	40,50
400,0	170,0	14,09	46,50
420,0	190,0	13,00	52,00
440,0	200,0	11,84	57,50
460,0	220,0	10,64	63,00
480,0	240,0	9,52	68,00
500,0	250,0	8,44	72,00
520,0	270,0	7,40	75,00
540,0	280,0	6,38	78,00
560,0	300,0	5,30	81,00

Rückstand:  
 Rückstand:

29,50 Gew. %  
 7,90  
 6,94  
 5,90  
 4,88  
 3,88  
 2,88  
 1,88  
 0,88

Rückstand:  
 Rückstand:  
 102,00

1 kg Produkt im Vakuum bis 450° destilliert.  
 Rückstand > 450° 39,8 Gew. %  
 Rückstand < 450° 59,8 Gew. %



Hoesch-Ofenparaffin

Erstarrungspunkt r.Th.	74,50°C
Klarschmelzpunkt	92,00°C
Fließpunkt	80,50°C
Tropfpunkt	81,60°C
NZ	0,75
VZ	0,98
JZ	2,00
PZ	73,0
Farbe	weiß
Geruch	sauerlich

Vakuum-Siedeanalyse bei 0,6 Torr

Siedebeginn bei 0,6 Torr

<u>Unger.Temp.</u> auf 760 mm	<u>Abgel.Temp.</u> bei 0,6 mm		<u>E.P.</u>
280°C	300°C	4,70 Gew.-%	
300°C	320°C	5,20 " "	
320°C	340°C	6,90 " "	
340°C	360°C	7,20 " "	
360°C	380°C	7,80 " "	
380°C	400°C	8,80 " "	
400°C	420°C	9,50 " "	
420°C	440°C	10,00 " "	
440°C	460°C	11,00 " "	
460°C	480°C	12,00 " "	
480°C	500°C	13,00 " "	
500°C	520°C	14,00 " "	
		15,00 " "	
		16,00 " "	
		17,00 " "	
		18,00 " "	
		19,00 " "	
		20,00 " "	
		21,00 " "	
		22,00 " "	
		23,00 " "	
		24,00 " "	
		25,00 " "	
		26,00 " "	
		27,00 " "	
		28,00 " "	
		29,00 " "	
		30,00 " "	
		31,00 " "	
		32,00 " "	
		33,00 " "	
		34,00 " "	
		35,00 " "	
		36,00 " "	
		37,00 " "	
		38,00 " "	
		39,00 " "	
		40,00 " "	
		41,00 " "	
		42,00 " "	
		43,00 " "	
		44,00 " "	
		45,00 " "	
		46,00 " "	
		47,00 " "	
		48,00 " "	
		49,00 " "	
		50,00 " "	
		51,00 " "	
		52,00 " "	
		53,00 " "	
		54,00 " "	
		55,00 " "	
		56,00 " "	
		57,00 " "	
		58,00 " "	
		59,00 " "	
		60,00 " "	
		61,00 " "	
		62,00 " "	
		63,00 " "	
		64,00 " "	
		65,00 " "	
		66,00 " "	
		67,00 " "	
		68,00 " "	
		69,00 " "	
		70,00 " "	
		71,00 " "	
		72,00 " "	
		73,00 " "	
		74,00 " "	
		75,00 " "	
		76,00 " "	
		77,00 " "	
		78,00 " "	
		79,00 " "	
		80,00 " "	
		81,00 " "	
		82,00 " "	
		83,00 " "	
		84,00 " "	
		85,00 " "	
		86,00 " "	
		87,00 " "	
		88,00 " "	
		89,00 " "	
		90,00 " "	
		91,00 " "	
		92,00 " "	
		93,00 " "	
		94,00 " "	
		95,00 " "	
		96,00 " "	
		97,00 " "	
		98,00 " "	
		99,00 " "	
		100,00 " "	
		101,00 " "	
		102,00 " "	
		103,00 " "	
		104,00 " "	
		105,00 " "	
		106,00 " "	
		107,00 " "	
		108,00 " "	
		109,00 " "	
		110,00 " "	
		111,00 " "	
		112,00 " "	
		113,00 " "	
		114,00 " "	
		115,00 " "	
		116,00 " "	
		117,00 " "	
		118,00 " "	
		119,00 " "	
		120,00 " "	
		121,00 " "	
		122,00 " "	
		123,00 " "	
		124,00 " "	
		125,00 " "	
		126,00 " "	
		127,00 " "	
		128,00 " "	
		129,00 " "	
		130,00 " "	
		131,00 " "	
		132,00 " "	
		133,00 " "	
		134,00 " "	
		135,00 " "	
		136,00 " "	
		137,00 " "	
		138,00 " "	
		139,00 " "	
		140,00 " "	
		141,00 " "	
		142,00 " "	
		143,00 " "	
		144,00 " "	
		145,00 " "	
		146,00 " "	
		147,00 " "	
		148,00 " "	
		149,00 " "	
		150,00 " "	
		151,00 " "	
		152,00 " "	
		153,00 " "	
		154,00 " "	
		155,00 " "	
		156,00 " "	
		157,00 " "	
		158,00 " "	
		159,00 " "	
		160,00 " "	
		161,00 " "	
		162,00 " "	
		163,00 " "	
		164,00 " "	
		165,00 " "	
		166,00 " "	
		167,00 " "	
		168,00 " "	
		169,00 " "	
		170,00 " "	
		171,00 " "	
		172,00 " "	
		173,00 " "	
		174,00 " "	
		175,00 " "	
		176,00 " "	
		177,00 " "	
		178,00 " "	
		179,00 " "	
		180,00 " "	
		181,00 " "	
		182,00 " "	
		183,00 " "	
		184,00 " "	
		185,00 " "	
		186,00 " "	
		187,00 " "	
		188,00 " "	
		189,00 " "	
		190,00 " "	
		191,00 " "	
		192,00 " "	
		193,00 " "	
		194,00 " "	
		195,00 " "	
		196,00 " "	
		197,00 " "	
		198,00 " "	
		199,00 " "	
		200,00 " "	
		201,00 " "	
		202,00 " "	
		203,00 " "	
		204,00 " "	
		205,00 " "	
		206,00 " "	
		207,00 " "	
		208,00 " "	
		209,00 " "	
		210,00 " "	
		211,00 " "	
		212,00 " "	
		213,00 " "	
		214,00 " "	
		215,00 " "	
		216,00 " "	
		217,00 " "	
		218,00 " "	
		219,00 " "	
		220,00 " "	
		221,00 " "	
		222,00 " "	
		223,00 " "	
		224,00 " "	
		225,00 " "	
		226,00 " "	
		227,00 " "	
		228,00 " "	
		229,00 " "	
		230,00 " "	
		231,00 " "	
		232,00 " "	
		233,00 " "	
		234,00 " "	
		235,00 " "	
		236,00 " "	
		237,00 " "	
		238,00 " "	
		239,00 " "	
		240,00 " "	
		241,00 " "	
		242,00 " "	
		243,00 " "	
		244,00 " "	
		245,00 " "	
		246,00 " "	
		247,00 " "	
		248,00 " "	
		249,00 " "	
		250,00 " "	
		251,00 " "	
		252,00 " "	
		253,00 " "	
		254,00 " "	
		255,00 " "	
		256,00 " "	
		257,00 " "	
		258,00 " "	
		259,00 " "	
		260,00 " "	
		261,00 " "	
		262,00 " "	
		263,00 " "	
		264,00 " "	
		265,00 " "	
		266,00 " "	
		267,00 " "	
		268,00 " "	
		269,00 " "	
		270,00 " "	
		271,00 " "	
		272,00 " "	
		273,00 " "	
		274,00 " "	
		275,00 " "	
		276,00 " "	
		277,00 " "	
		278,00 " "	
		279,00 " "	
		280,00 " "	
		281,00 " "	
		282,00 " "	
		283,00 " "	
		284,00 " "	
		285,00 " "	
		286,00 " "	
		287,00 " "	
		288,00 " "	
		289,00 " "	
		290,00 " "	
		291,00 " "	
		292,00 " "	
		293,00 " "	
		294,00 " "	
		295,00 " "	
		296,00 " "	
		297,00 " "	
		298,00 " "	
		299,00 " "	
		300,00 " "	
		301,00 " "	
		302,00 " "	
		303,00 " "	
		304,00 " "	
		305,00 " "	
		306,00 " "	
		307,00 " "	
		308,00 " "	
		309,00 " "	
		310,00 " "	
		311,00 " "	
		312,00 " "	
		313,00 " "	
		314,00 " "	
		315,00 " "	
		316,00 " "	
		317,00 " "	
		318,00 " "	
		319,00 " "	
		320,00 " "	
		321,00 " "	
		322,00 " "	
		323,00 " "	
		324,00 " "	
		325,00 " "	
		326,00 " "	
		327,00 " "	
		328,00 " "	
		329,00 " "	
		330,00 " "	
		331,00 " "	
		332,00 " "	
		333,00 " "	
		334,00 " "	
		335,00 " "	
		336,00 " "	
		337,00 " "	
		338,00 "	

00018

Anlage 3

RB-Hartwachs unraffiniert  
IZOT f ted notvaffiteebm

Erstarrungspunkt r.Th.  
Schmelzbeginn  
Schmelzpunkt o.K.  
Schmelzpunkt g.K.  
Fließpunkt  
Tropfpunkt  
NZ  
VZ  
JZ  
PZ  
Farbe

87,50  
68,00  
88,50  
105,00  
98,00  
99,00  
101,70  
2,09  
7,0  
6,8

schmutzig-gelb

Vakuumdestillation bei 0,6-0,8 Torr

S.B. 163° / 380°

Umger.Temp.  
auf 760 mm

Abgel.Temp.  
bei 0,6 mm

R.P.(S)

400°  
420°  
440°  
460°  
480°  
500°  
520°  
540°  
560°  
580°

178°  
193°  
208°  
222°  
238°  
257°  
271°  
286°  
300°  
315°

31,85  
37,90  
41,52  
8,25  
9,45  
8,25  
8,90  
7,45  
5,45

Gew. %  
5,39  
5,09  
24,61  
32,86  
42,31  
50,56  
59,46  
66,61  
71,76

41,00  
46,50  
52,00  
57,50  
62,00  
65,50  
69,50  
73,00  
76,50  
79,50

Nachlauf:  
Rückstand:

0,80 Gew. %  
27,44 Gew. %

98,00

b.w.



