

3451-30/5.01-6

SYNTHETIC PARAFFIN WAX
(GENERAL)

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
die Entparaffinierungsversuche
im Laboratorium der Firma
Wegelin und Hübner
in Halle - Saale vom 6.-14. 1. 1936.

Anwesend:

Lüben

Verfasser: Lüben

Durchdruck an:

He. Prof. Martin

" Dir. Waibel

" " Alberts

Zeichen:

Datum:

Abt. EVA Lüben/wd. 7. 2. 1936.

Betrifft: Entparaffinierungsversuche mit einer Universal-Extraktions-
VersuchsfILTERPRESSE.

Bei der Verarbeitung des anfallenden Rohmaterials zu Tafelparaffin wird die Gleichmässigkeit der Produktion in qualitativer und quantitativer Hinsicht von der Beschaffenheit des Ausgangsmaterials (des Gatsches) in hohem Masse beeinflusst.

~~Der Gatsch muss nach Möglichkeit ölfrei und von gleichbleibender Zusammensetzung sein. Dieses kann durch sorgfältige Destillation des Rohmaterials und durch eine bei stets gleichen Bedingungen durchgeführte Entparaffinierung der Rückstände über +285° C erreicht werden. Besonders wichtig bei der Entparaffinierung ist die Einhaltung einer bestimmten Temperatur. Da das Syntheseöl im Gegensatz zu Braun-Kohlenschwelterprodukten bzw. Erdöl eine homologe Reihe der gesättigten Kohlenwasserstoffe darstellt (abgesehen von geringen Beimengungen von Fettsäuren, Aldehyden und Ketonen), so ist in diesem Falle eine Trennung in Oel und festes Paraffin nur insofern möglich, als man die bei gegebener Temperatur bereits gestockten Paraffine von den noch flüssigen trennt.~~

Daraus erklärt sich, dass

- 1.) schon geringe Schwankungen der Temperatur bei dem Entparaffinieren, ungleichmässige Ausbeuten bedingen,
- 2.) die qualitative Gleichmässigkeit der Gatsche von der Einhaltung einer bestimmten Temperatur beim Entparaffinieren abhängig ist.

Beim Entparaffinieren mit der zur Verfügung stehenden Zentrifuge war es nicht möglich, bestimmte Temperaturen einzuhalten. Es war daher notwendig, das Verhalten des Materials beim Entparaffinieren mittels einer Filterpresse zu beobachten.

Im Laboratorium der Firma Wegelin und Hübner wurde eine Reihe von Entparaffinierungsversuchen mit einer Universal-Extraktions-Versuchsfilterpresse durchgeführt. Diese Presse konnte während der Versuchszeit beliebig lange auf einer bestimmten Temperatur gehalten werden. Man erhielt auch stets fast ölfreie Gatsche, und wenn die Ausbeuten auch kleine Abweichungen zeigen, so ist dieses auf schnelles oder langsames Arbeiten zurückzuführen.

Die Universal-Extraktions-Versuchsfilterpresse ist so eingerichtet, dass man nach Belieben sie als eine normale Rahmenfilterpresse, oder unter Luftabschluss mit geschlossenem Auslaufe verwenden kann.

Diese Einrichtung macht die Presse auch zur Verwendung für Filtrationen leichtflüchtiger Flüssigkeiten geeignet. Ferner kann die Presse geheizt oder gekühlt und beliebig lange auf einer konstanten Temperatur gehalten werden. Da die Presse mit Auslaug- und Ausdampfvorrichtungen versehen ist, kann sie als ein bequemer Extraktionsapparat benutzt werden. Auch in diesem Falle ist es möglich, die Arbeiten unter Luftabschluss vorzunehmen.

Die Resultate der Versuche sind in folgender Tabelle zusammengefasst:

Ausgangsmaterial Rückst. über +285°C	Angew. Menge kg	Temperatur °C	Dauer stü.	Druck Atü.	Zahl der Kamern	Ausbeute				Ölgehalt des Gatsches % der angew. Menge	Stockpunkt des Gatsches °C
						Oel l.	kg	Gatsch kg.	% der angew. Menge		
Ofenparaffin	6,7	+15	1/2	10	2	5,5	4,2	2,55	38	Spuren	+ 42
Ofenparaffin	11,1	+15	1	10	4	8,0	6,3	4,8	43	"	+ 41
2 Teil Kondens.											
1 Teil Ofenparaf.	11,6	+15	1	15	4	8,5	6,7	4,9	42	"	+ 43
desgl.	14,6	+15	1 1/2	10	4	12,3	9,7	4,9	33	"	+ 45
desgl.	15,0	+15	1 1/2	10	4	12,8	10,1	4,9	32,7	"	+ 45
desgl.	bei + 0°C bei 12°C nicht pumpbar										
desgl.	8,5	+13	1 1/2	15	2	5,9	4,8	3,7	41	Ultratig	+37,5
desgl.	6,8	+12	1 1/2	10	2	5,0	3,8	3,0	44	"	+36,5

bei + 19°C dünnflüssig

Ferner wurde versucht, den abgepressten Gatsch in einem Arbeitsgang gleich in der Presse abzuschwitzen, indem man die Temperatur der Presse langsam steigerte. Gleichzeitig wurde der Kuchen mit warmer Pressluft unter Druck gehalten. Diese Arbeitsweise ist sonst nicht üblich. Die Versuche führten zu keinem genauen Resultat. Sobald die Temperatur etwa + 45°C erreichte, wurde der Kuchen sehr weich und sackte zusammen. Auch ein Versuch, an Stelle der Pressluft warmes Wasser zu verwenden, gelang nicht. Es ist daher zu berücksichtigen, dass die Firma Wegelin und Hübnner nur in Tagesschicht arbeitet, und somit nur eine Zeit von höchstens 12 Stunden für diese Versuche zur Verfügung standen. Man musste die Temperatur schnell steigern, was beim Schwitzen sehr nachteilig ist.

Die Schwitzversuche sind in folgender Tabelle zusammengefasst :

	Versuch I	Versuch II	Versuch III	Versuch IV
Ausgangsmaterial	2 Teile Kondensat + 1 Teil Ofenparaffin (Rückstände über + 285°C)			
Angewandt	9,8 kg	24,6 kg	16,0 kg	16,0 kg
Temperatur bei der Entparaffinierung	+ 17°C	+ 18°C	+ 15°C	+ 15°C
Druck	15 Atu	15 Atu	15 Atu	15 Atu
Dauer der Entparaffinierung	2 Std.	2 Std.	1 1/2 Std.	1 1/2 Std.
Ausbeute Öl/Gatsch = %	7 kg/2,8 kg = 29%	19,9 kg/4,7 kg = 25%	nicht bestimmt	11,0 kg/5 kg = 31,5%
Ölgehalt und Stockp. des Gatsches	Spuren + 41°C		Spuren	
Schwitzdauer	9-18h/9 Std.	10-19h/9 Std.	15-18h/9 Std.	9-19h/10 Std.
Temperatur der Presse	+17°C + 30°C 1 Std.	+18°C bis +30°C 1 Std.	+15°C bis +30°C 1 Std.	+15°C bis +30°C 1 Std.
	+30°C bis +60°C 8 Std.	+30°C bis +65°C 8 Std.	+30°C bis +40°C 2 Std.	+30°C bis +65°C 9 Std.
Druck	2 Atu abfallend 0,1	1 Atu	2 - 5 Atu	4 - 5 Atu
Druck				
Rücklauf	61 %	60 %	52 %	55 %
Schwitzgut	39 %	40 %	48 %	45 %
Stockpunkt des Schwitzgutes	+45°C	+46°C	+41°C	+44°C

Die zur Verfügung gestellte Versuchspresse kann auch für Extraktionen aller Art verwendet werden. Sie kann so gesteuert werden, dass die Extraktionsmittel nirgends mit der Luft in Berührung kommen. Dieses gestattet, auch niedrigsiedende Flüssigkeiten ohne Verluste zu verwenden. Die Versuche, das Hartparaffin aus Benzollösung durch Abkühlen und nachfolgender Filtration zu gewinnen, misslangen, da man in keinem Fall einen Presskuchen erhalten konnte. Es ist anzunehmen, dass Benzol ein ungeeignetes Medium ist. Da das aus Benzol oder Benzolalkoholmischung auskristallisierte Hartparaffin sich leicht filtrieren lässt, so ist zu erwarten, dass man auch in der Filterpresse einen gut kristallisierten Presskuchen erhalten wird, welcher einer nachfolgenden Extraktion mit geeigneten Lösungsmitteln keine Schwierigkeiten

bereiten wird.

Die Vorzüge einer Filterpresse gegenüber einer Zentrifuge bestehen in der Hauptsache darin, dass die Erstere eine Paraffinierung bei konstanten und beliebigen Temperaturen gestattet. Ferner erreicht man eine bessere Entölung des Gatsches. Ausserdem ist die Filterpresse von Aussentemperaturschwankungen unabhängig (In der wärmeren Jahreszeit ist die Entparaffinierung mit einer Zentrifuge mit Schwierigkeiten verbunden). Bei der Verwendung einer Filterpresse zur Entparaffinierung kann der Druck in bestimmten Grenzen beliebig verändert werden, dagegen ist man bei der Verwendung einer Zentrifuge stets auf die gegebene Tourenzahl angewiesen. Ausserdem ist die Filterpresse auch als ein bequemer Extraktionsapparat zu verwenden.

Die Anschaffung einer Versuchsfilterpumpe mit 6 Kammern im Preise von etwa 1.500,00 RM ist somit zu empfehlen.-

Roe

Aktennotiz

über die ~~Besprechung mit~~
Besichtigung der Paraffingewinnungsanlage des Riebeck Montan A. G. Werkes, Gerstewitz,

in Gerstewitz am 29. 4. 19 37.

Anwesend:

Von der Riebeck Montan A.G.:

Herr Dirk Dr. Rasche,
" Dr. Klingenberg,

von der Ruhrbenzin A.G.:

Herr Dir. Alberts,
" Lüben.

Verfasser: Lüben

Durchdruck an:

Herrn Prof. Martin,

" Dir. Alberts,

" " Waibel,

" Dr. Roelen,

" Lüben.

Zelchen:

Datum:

Lü./Hm.

18. 5. 37.

Betrifft:

Am 29. 4. 37 wurde die Paraffingewinnungsanlage des I.G. Mineralölwerkes Gerstewitz (Riebeck Montan A.G.) durch die Herren Dir. Alberts und Lüben besichtigt.

Zweck der Besichtigung war, das Benzol-Alkoholwaschverfahren kennen zu lernen unter Berücksichtigung der Anwendungsmöglichkeit bei der Gewinnung der synthetischen Paraffine.

Nachdem die Herren Dir. Alberts und Lüben in großen Zügen anhand einer Schemazeichnung durch Herrn Dir. Dr. Rasche theoretisch über die Arbeitsweise des Benzol-Alkoholwaschverfahrens unterrichtet waren, wurde die Paraffinanlage des Gerstewitzer Werkes unter Führung der Herren Dr. Rasche und Dr. Klingenberg besichtigt.

Die Paraffinproduktion des Werkes ist etwa 350 t monatlich. Etwa 160 t werden in der eigenen Kerzenfabrik verbraucht, der Rest kommt in den Handel.

Arbeitsweise. (Siehe Schema)

Der Schmelzer wird aus gusseisernen Blasen (Retorten) scharf destilliert. Die Anwendung dieser an sich primitiven Art zu destillieren ist notwendig, um fettsäurefreie, gut kristallisierende Paraffine zu erhalten. Die hohe, paraffinhaltige Fraktion wird in einem Neumann Kristallisator langsam gekühlt und dann durch Kältpressen weitgehend von Öl befreit. Man erhält Paraffinschuppen, die neben Phenolen, Kresotolen und Asphaltin noch etwa 10-15% Öl enthalten. Diese Paraffinschuppen werden zerkleinert, mit einer 5-7 fachen Menge Benzol-Alkoholgemisches gedeckt und bei möglichst 0 ° C angemischt. Als Deckmittel wird ein Gemisch aus etwa 4 Teilen 90er Benzol und 6 Teilen absol. Äthylalkohol angewandt. Die Temperatur beim Anmischen soll nach Möglichkeit 5 ° C nicht übersteigen. Bei einer höheren Temperatur wird das kristallisierte Paraffin gelöst und lässt sich von den Verunreinigungen nicht mehr trennen. Die Mischung wird in einer kontinuierlich arbeitenden Haubold-Zentrifuge abgeschleudert. Das Paraffin wird herausgeschält und zur weiteren Reinigung mit frischer Benzol-Alkoholmischung gedeckt, angemischt und abgeschleudert.

Das Lösungsmittel aus der zweiten Wäsche wird unverändert zum Decken der noch nicht behandelten Paraffinschuppen verwandt und erst dann nach dem Abschleudern regeneriert. (2-malige Wäsche im Gegenstrom) Das so gewonnene Öl-, asphalt- und phenolfreie Paraffin wird durch vorsichtige Destillation mit direktem Dampf von den Resten des Deckmittels und den außerdem noch darin enthaltenen geringen Resten stark riechender Bestandteile befreit. (Niedrige Fettsäuren, Aldehyde und Acrolein). Daraufhin wird das Paraffin mit Bleicherde und Aktivkohle behandelt und in Tafeln gegossen.

Das verbrauchte Deckmittel wird zwecks Regenerierung zunächst mit direktem Dampf destilliert, wobei der phenolhaltige, wässrige Alkohol und das ölhaltige Benzol als Destillat übergehen, während der kreosothaltige Asphalt als Rückstand abgezogen wird. Durch die Verdünnung des Alkohols mit dem Kondenswasser trennt sich das Destillat in zwei Schichten, und zwar die obere Öl-Benzolschicht und die untere wässrige Phenol-Alkoholschicht. Die beiden Schichten werden leicht in einem Ölabscheider getrennt und jede für sich fraktioniert destilliert, wobei man wieder reines Benzol und durch weitere Rektifikation absoluten Alkohol gewinnt. Die regenerierten Benzol- und Alkohol werden im erforderlichen Verhältnis gemischt und dem Waschprozess von neuem zugeführt.

Durch das Decken und Anmischen der Paraffinschuppen mit dem Benzol-Alkoholgemisch wird folgendes erzielt:

Die Öle und Asphalte werden durch Benzol, die Phenole und Kreosote durch Alkohol herausgelöst. Die kristallisierten Paraffine werden bei tiefen Temperaturen durch das Lösungsmittel (-gemisch) nicht angegriffen und leicht durch Zentrifugieren von den gelösten Asphalten, Ölen und Phenolen getrennt. Bei Braunkohlenschwelparaffinen ist diese Arbeitsweise besonders vorteilhaft, indem die Behandlung der Paraffinschuppen mit Natronlauge, das Schwitzen derselben und die Raffination der geschwitzten Paraffine mit Schwefelsäure wegfallen. Die Nachteile bestehen darin, daß man gezwungen ist, den Schmelteer scharf zu destillieren um die Fettsäuren zu zerstören, wobei man auch übermäßig viel Paraffin zerstört. Ferner ist es schwierig, das Lösungsmittel zu regenerieren, wobei Benzol- und Alkoholverluste entstehen.

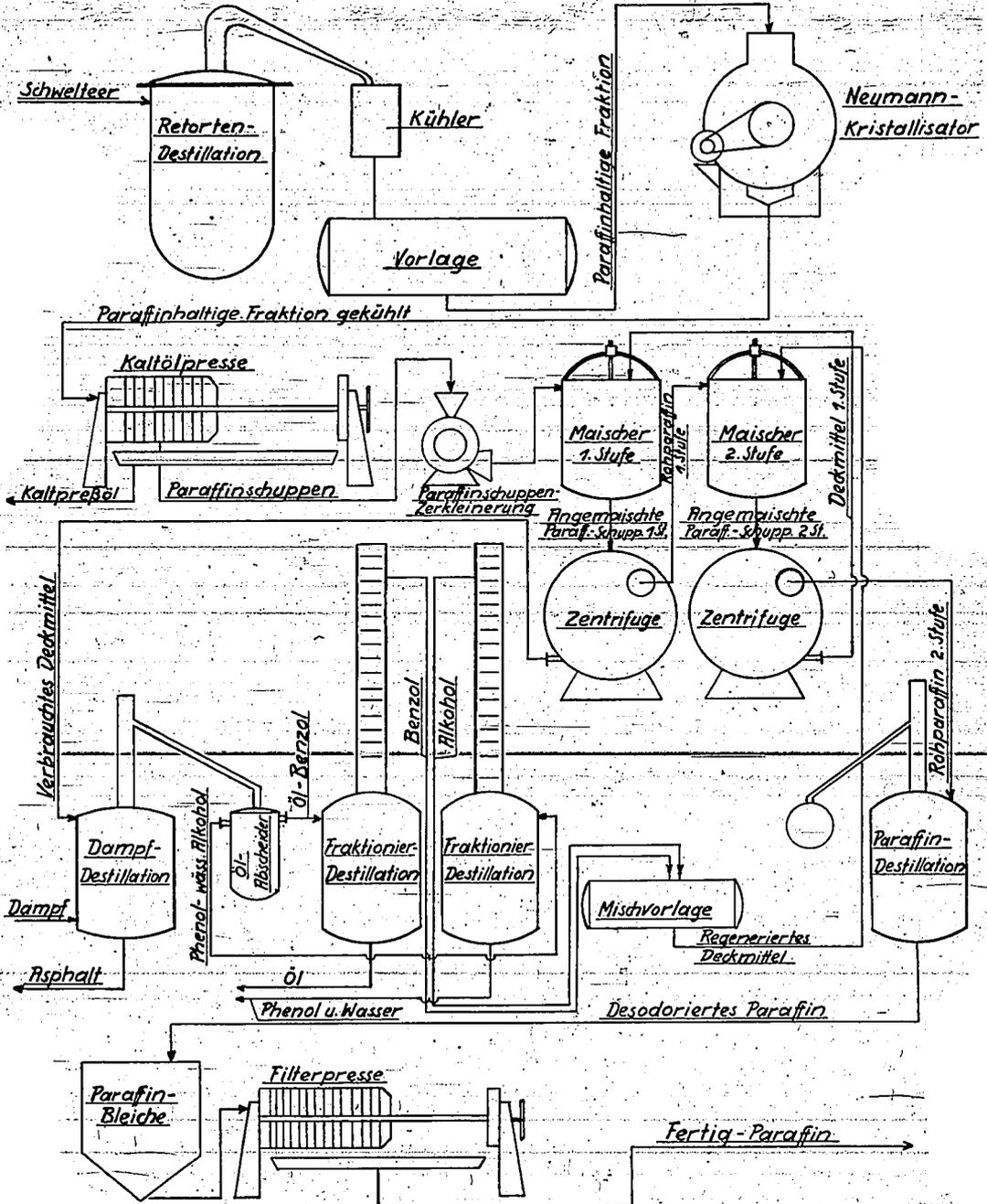
Beider Gewinnung der synthetischen Fischer-Paraffine würde die Anwendung des Benzol-Alkoholwaschverfahrens nicht zum gewünschten Ziele führen, allein schon aus dem Grunde, weil man gezwungen ist bei tiefen Temperaturen zu arbeiten.

Die Paraffinschuppen aus dem Braunkohlenteer bestehen in der Hauptsache aus 4 Komponenten:

- 1) gesättigte Paraffine,
- 2) ungesättigte Öle,
- 3) Phenole und Kreosote,
- 4) Asphalte.

Die synthetischen Fischerparaffine bilden dagegen eine homologe Reihe der primären, gesättigten Paraffine. Bei der Aufarbeitung der Braunkohlenparaffine kommt es darauf an, diese von den Verunreinigungen quantitativ zu trennen, dagegen müssen bei den synthetischen Paraffinen die einzelnen Glieder der homologen Reihe von einander getrennt werden, also fraktioniert. Dieses wird am besten durch Schwitzen erreicht, wobei durch die Abwesenheit von Asphalten und Phenolen der Prozess begünstigt wird.

Bemerkung:



Aktennotiz

über die Besprechung mit

Maschinenfabrik Heckmann, G.m.b.H.

in Breslau am 9.-17.9.19
23.9.-30.9.36

Anwesend:

Dipl.-Ing. F. Heckmann
Dr.-Ing. J. Heckmann
Lüben Ruhrbecken

Verfasser:

Durchdruck Lüben

Martin,
Waibel,
Alberts,
Roelen,
Jung,
Lüben.

Zeichen:

Datum:

Lu/Ar.

10. Oktober 1936.

Betrifft:

Paraffinvakuumdestillationsversuche in der Versuchsanlage der
Firma Maschinenfabrik Heckmann, G.m.b.H., Breslau.

Die Versuche dienten zur Klärung folgender Fragen:

- 1) Kann das Ausgangsmaterial für Tafelparaffingewinnung (Destillationerückstand über 320° C) so vorbehandelt werden, daß eine Kälteölanlage entbehrlich ist?
- 2) Kann das Extraktionsparaffin (Hartparaffin aus der Kontaktmasse) vom Extraktionsöl quantitativ getrennt werden und dann darüber hinaus von Weichparaffinteilen befreit werden?

Zu 1) Für diese Versuche wurden von der Fa. Braunkohle Benzin, Werk Ruhland größere Mengen Destillationerückstand über 320° C zur Verfügung gestellt.

Zunächst wurde festgestellt, daß dieses Material sich wesentlich von dem uns aus unserer Versuchsanlage zur Verfügung stehenden unterschied. Es hatte folgende Eigenschaften:

spez. Gewicht d64	0,765
" " d20	0,796
Stockpunkt D	ca 43° C
Siedebeginn	303° C
bis 320° C	2,60%
" 360° C	ca 15%
Säurezahl	0,011
Struktur	nicht Kristallin (amorph).

Unter diesen Umständen ist eine Aufarbeitungsmethode über eine Kälteölanlage, die bis jetzt in der Erdöl- und Braunkohlenindustrie üblich ist, nicht möglich.

Es war also notwendig, durch eine Heißwasservakuumdestillation (das ist die schonenste) das Material einerseits in direkt schmelzbare Anteile zu zerlegen, andererseits in eine kristallisierende Form überzuführen.

Die Versuchsanlage der Fa. Heckmann in Breslau besteht im wesentlichen aus 3 Blasen, wovon eine mit einer Glockenbündelkolonne, die beiden anderen mit Fräblechaufsetzern versehen sind. Das Destillationsma-

terial wird kontinuierlich der ersten Blase zugeführt, wo es über die Heißwasserschlangen rieselt. Der Destillationsrückstand aus der ersten Blase tritt kontinuierlich in die zweiten Blase und aus der zweiten Blase in die dritte. Dadurch wird bei schonender Behandlung eine gute Fraktionierung des Materials erreicht. Die Destillate sowie der Rückstand aus der letzten Blase werden kontinuierlich durch besondere Pumpen in die unter normalen Druck stehenden Vorlagen übergeführt. Als Heizmittel dient überhitztes Wasser, welches in einem besonderen Ofen erwärmt wird. Der Gelauf des Wassers ist durch die Thermosiphonwirkung bedingt.

Es wurde eine Reihe Destillationsversuche durchgeführt. Die Ergebnisse sind in beiliegender Tabelle zusammengestellt.

Die besten Resultate sind bei dem Versuch IV erreicht worden. Die Mischungen aus den Fraktionen I und II ergibt ein gutes kristallisiertes, direkt schmelzbares Produkt.

Der Versuch V diente zur Klärung der Frage ob man durch Redestillation der Fraktion I aus dem Versuch IV auch ein für sich gut schmelzbares Material erhalten kann. Dieser Versuch mißlingt insofern, als zu der Fraktion I 10 bis 15% Rohmaterial (Destillationsrückstand über 320°C) aus Versehen hinzukam. Aus Zeitmangel war eine Wiederholung des Versuches nicht mehr möglich, sie hat sich auch erübrigt, da man, wie bereits erwähnt durch Mischen der beiden Destillate aus Versuch IV durchaus befriedigendes Material erhalten hat.

Bei allen Versuchen wurde festgestellt, daß der Destillationsrückstand, der etwa 5% betrug, in seiner Beschaffenheit dem Hartparaffin entspricht. Die dunkle Färbung der vorliegenden Mutter rührt von Verunreinigungen aus der Destillationsanlage, her.

Somit kann die erste Aufgabe als befriedigend gelöst betrachtet werden.

Zu 2). Auch für diese Versuche wurde von der Fa. Braunkohle-Benzin, Werk Ruhland, eine größere Menge Versuchsmaterial zur Verfügung gestellt. Es wurden 2 Versuche gemacht.

Versuch 1. (Destillation VI)

Es wurde nur aus einer Blase mit Glockenbodenkolonne unter Vacuum von 10 mm Hg destilliert. Die Trennung des Extraktionsöles vom Paraffin ging sehr leicht und quantitativ vor sich. Das Öl destillierte bereit bei 100°C - 130°C über. Eine Trennung der Reichparaffinanteile von den hochstockenden Anteilen gelang aber nicht.

Der Rückstand (5 - 7 %) hatte eine Stockpunkt D von ca 80°C und entspricht in seiner Beschaffenheit etwa dem Hartparaffin, welches man durch Extraktion mit Benzol erhält.

Versuch 2. (Destillation VII).

Das Material wurde aus zwei Blasen mit Prällblechaufsätzen unter Vacuum von 10 mm Hg destilliert und verfiel sich genau wie bei Versuch 1.

Die zweite Aufgabe ist demnach nur zum Teil gelöst. Man ist zwar in der Lage, das Extraktionsöl quantitativ abzutrennen, die Fraktionierung des Hartparaffins gelingt jedoch nicht. In beiden Fällen erhielt man 5 - 7 % Rückstand. (Eine genaue Messung war nicht möglich) Das Extraktionsöl siedet schon zwischen 140° und 200°C .

Tabelle zum Bericht über die Schmelzdestillationsversuche bei der Firma
 Maschinenfabrik H e c k m a n n, G.m.b.H., Breslau.

Destillat	Fraktion 1.			Fraktion 2.			Fraktion 3.			Destillationsrückstand		Vergleich
	Angabe des Destillates	Beschaffenheit.	Temperatur der Dampfablässe	Beschaffenheit.	Temperatur der Dampfablässe	Beschaffenheit.	Temperatur der Dampfablässe	Beschaffenheit.	Temperatur der Dampfablässe	Prozent	Beschaffenheit.	
I	47	gut kry-stallis. eiert, ölrig.	220 340	46 47	Kry-stal-lisiert, kaum ölrig	260 360	-	-	6 78	nicht kry-stall-	20	
II	10	gut kry-stallis. stark ölrig	200 320	50 50	gut kry-stallis. wenig ölrig	220 340	35	55	5 79	dito	20	
III	15	gut kry-stallis. stark ölrig	220 260	50 50	gut kry-stallis. wenig ölrig	240 300	30	52	5 78	dito	10	
IV	47,5	gut kry-stallis. stark ölrig	240 300	47,5 53	kry-stall-kaum ölrig	260 320	-	-	5 79	dito	10	
V	20	kry-stallis. ölrig	230 270	-	-	-	-	-	80 45	kry-stall-wenig ölrig	10	

Aktennotiz

über die Besprechung mit
der Bamag, Berlin NW 87

in Berlin am 15.2. 1938

Anwesend:

Herr Zdanaky Bamag
Dir. Dr. Hagemann RE
Laschmann

Verfasser: Laschmann

Durchdruck an:

Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Waibel
Dir. Alberts
Güben

Zeichen:

Datum:

Abt. Vk. L/Pn.

21.2.1938

Betriff: Hartparaffin mit hohem Schmelzpunkt.

Der Besuch erfolgte auf Grund der schriftlichen Anfrage der Bamag nach einem Hartparaffin mit einem Schmelzpunkt von ca. 140 bis 160 °C.

Herr Zdanaky ist der Leiter der Konstruktionsabteilung für Elektrolyseure. Die bisher von der Bamag gebauten Elektrolyseure, System Zdanaky, bestanden aus eisernen Zellen. Zur Zeit wird eine Neukonstruktion erprobt, bei der das Eisen weitgehend durch ein Isolier-Pressmaterial "Eternit" ersetzt ist, nicht nur aus Gründen der Eisensparnis, sondern auch aus funktionellen Gründen. Dieses Eternitmaterial ist jedoch nicht ganz dicht und soll mit einem Isolierstoff getränkt werden. Da bei dem Betrieb der Elektrolyseure Temperaturen in der Gegend von etwa 80 °C auftreten, muss das Material möglichst hochechmelzend sein. Man hatte davon Kenntnis, dass bei der Fischer-Tropsch-Synthese Paraffin mit sehr hohen Schmelzpunkten gewonnen wird. Diese Paraffine werden auch deshalb anderen wachsartigen Isolierstoffen vorgezogen, weil sie voraussichtlich als rein paraffinische Stoffe weitgehend indifferent sein werden. Man sucht aber ein Material, welches seinen zwischen 100 - 130 °C liegenden Schmelzpunkt hat, dabei aber bis etwa 100 °C noch ziemlich fest bleibt. Andererseits soll das Material aber bis zu diesem untersten Erweichungs-

punkt nicht springhart sein, damit bei Temperaturveränderungen keine Rissbildung auftritt.

Die Tränkung der Eternitrahmen soll bei mässigen Temperaturen im Vacuum vorgenommen werden. Da der gesamte Eternitrahmen auch im Inneren mit dem flüssigen Paraffin getränkt wird und es sich bei diesen Rahmen um Elemente mit einer Stärke von ca. 1,5 - 2 cm handelt, scheint eine genügende Isolierwirkung auch dann gegeben zu sein, wenn der Schmelzpunkt des Paraffins sich auf ein geringes Intervall von einigen Graden erstreckt.

Die Herren erklärten, dass von Seiten des Göring-Antes und überhaupt aus allgemein wirtschaftlichen Erwägungen heraus die Beschaffung eines geeigneten Isoliermaterials für diesen Sonderzweck grosse Bedeutung beigegeben wird. Die neuartige Elektrolyseurkonstruktion hat, falls die Versuchsergebnisse günstig ausfallen, insbesondere auch im Export grosse Aussichten.

Für die Durchführung der ersten Versuche wäre eine Menge von etwa 50 - 100 kg hochschmelzenden Paraffins erforderlich. Der künftige Gesamtbedarf lässt sich nur schwer abschätzen. Nach Ansicht von Herrn Zdaneky würden Mengen in der Gegend von jährlich 5 t in Frage kommen.

Unsererseits wurde erklärt, dass wir gerne bereit seien, an der Zurverfügungstellung eines geeigneten Paraffins mitzuwirken.

In dem hier gewonnenen Rohprodukt sei allerdings nur ein verhältnismässig kleiner Teil eines hochschmelzenden Hartparaffins enthalten, den wir bisher für sich allein noch nicht in grossen Masse zu gewinnen beabsichtigt hätten. Es beständen aber Möglichkeiten, durch wiederholte Lösungsmittel-Behandlung diese hochschmelzenden Anteile in mehr oder weniger scharfer Abtrennung nach Schmelzpunkten zu gewinnen. Laboratoriumsmässig hätten wir bereits Paraffin mit Schmelzpunkten von etwa 100° erhalten.

Wir erklärten uns bereit, zu überlegen, welche Kosten uns durch Gewinnung von je 50 kg folgender Sorten entstehen würden:

- A) Ein Hartparaffin mit einem Schmelzpunkt von ca. 120° C, unterste Erweichungsgrenze 100° C.
- B) ein Hartparaffin im Schmelzpunktbereich von 105° - 115° C, unterste Erweichungsgrenze ca. 100° C.

Die Kosten der Herstellung würden wir dann der Bawag aufgeben und anfragen, ob wir sie zu diesen Kosten für die Bawag herstellen

sollen. Gleichzeitig würden wir eine Preisidee für Lieferung in Ausmasse von 5 t jährlich zu ermitteln versuchen.

Die Probe soll möglichst fett säurefrei sein. Die Produkte müssten gegen Atzkali beständig sowie auch gegen atomalen Sauerstoff bei Temperaturen in der Gegend von 84 - 85 °C beständig sein. Gleichzeitig wünscht die Bamag Angabe des spezifischen Gewichts derartigen Stoffe. Wir haben Herrn Zdansky baldige Mitteilung über die Liefermöglichkeit in Aussicht gestellt.

Für untergeordnete Isolierzwecke, Abdichten von Flanschenverbindungen bei den bisherigen Elektroliseuren verwendete die Bamag bisher Bitumen für die Tränkung der Dichtungen. Dieses Material hat aber verschiedene nachteilige Eigenschaften und es erscheint denkbar, dass es durch ein paraffinisches Produkt vorteilhaft ersetzt werden kann. Die Bamag bittet uns, ihr zu diesem Zweck unser Hartparaffin-Rohprodukt mit ca. 90 - 95 °C Schmelzpunkt zu bemustern. Sie wollen dann Versuche machen, in welchem Ausmasse das bisher verwendete Bitumen durch unser Produkt ersetzt werden kann.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Maschinenbau-Akt.-Ges.
Golzern-Grimma

in Grimma (Sachsen) am 3. Juni 1938

Anwesend:

He. Dir. Wonneberger } Golzern-
Dipl. Ing. Werner } Grimma

He Lüben, }
Wilke, } RB.

Verfasser: Wilke

Durchdruck an:

He. Dir. Alberts,
" Lüben,
" ~~Wilke.~~

Zeichen:
Wlk/Rf.

Datum:
7.6.38.

Betritt: Bau O330 Kristallisator.

Der zu beschaffende Kristallisator muss der Leistung der Vacuum-Destillation entsprechen. Diese liefert $22 - 25 \text{ m}^3$ Destillate je Tag. Diese werden mit $50 - 60^\circ$ zur Kühlung eingesetzt um bis auf etwa 16° C herabgekühlt zu werden. Die Hauptkristallisation erfolgt bei etwa 31° C . Die Kristallisationswärme beträgt 40 WE/kg . Die Kühlleistung des zu beschaffenden Kristallisators müsste demnach rund 100000 WE in 24 Stunden betragen. Bei Golzern-Grimma liegen keine eigenen Betriebserfahrungen über die Leistung der von G-G gelieferten Kristallisatoren für die Braunkohlen-Industrie vor. Aus Mitteilungen ihrer Kunden entnehmen sie, dass 1 Kristallisator von 100 m^2 bei Schlusskühlung mit Sole von -15° C 20 Tonnen ~~XXXX~~ Braunkohlen-Paraffinöl in 24 Stunden durchsetzt, entsprechend einer Wärmeleistung von ungefähr 800000 WE . Nach den Betriebserfahrungen in unserer Paraffinfabrik mit dem ^{enp} Kleinparaffinkühler ergibt sich folgendes:
Die Kühlfläche beträgt hier 9 m^2 . Die Leistung des Apparates 4 m^3 Einsatz in 24 Stunden, d.h. je m^2 Kühlfläche werden $0,45 \text{ m}^3$ Material in 24 Stunden durchgesetzt. Das ist doppelt soviel als den Angaben von G-G entspricht.

Mangels besserer Unterlagen mussten die eigenen Werte für die Bemessung des Kristallisators herangezogen werden. Der

normale Typ von G-G ist 100 m^2 Kühlfläche. Der Apparat ist bei RB nicht unterzubringen. Es wurde die Abmessung eines Kühlers mit 75 m^2 Kühlfläche festgelegt, der eine Gesamthöhe vom oberen Einsteigflansch einschliesslich Ausflusshahn von rund $2\ 500 \text{ mm}$ hat. Der Kühlplattendurchmesser beträgt dabei $1\ 600 \text{ mm}$ die Kühlplattenzahl ist 21. Der Kesseldurchmesser beträgt 2 m , das Gewicht des Apparates dürfte bei 15 t liegen. Bei Zugrundelegung der Betriebsergebnisse unseres Kleinkühlers müsste dieser Kristallisator etwa 33 m^3 in 24 Stunden durchsetzen können, d.h. er würde wesentlich mehr wie unsere Destillation leisten können. Seine Leistung würde jedoch den Schwitzkammern entsprechen. Von der 24 Stundenleistung sind 2 Stunden abzuziehen für Auffüllung und Entleerung. Zweckmässig wird das gekühlte Material in eine mit Rührwerk versehene Vorlage gepumpt und von da aus über 2 Filterpressen von je 320 Liter Inhalt gedrückt.

Mit G-G wurde folgendes besprochen:

Die Änderung von der normalen Grösse von 100 auf 75 m^2 macht nicht viel Konstruktionsarbeit. Die Konstruktion der Schaber ist nicht vollkommen, da die Einstellung zu den Platten in der einen Achse nicht einwandfrei ist. Sie sind auch zu schwer. Da die Platten nicht nach oben ausgebaut werden können, muss der Kristallisator wenigstens an einem Ende einen angeflanschten Deckel erhalten. Antrieb und Austragung müssen auf einer Seite liegen. Kesselstühle sind für RB nicht erforderlich. G-G wird einen Rührbehälter für 25 m^3 Inhalt $d = 2000 \text{ l} = 8\ 000$ konstruieren. Das Rührwerk wird von der Welle des Kristallisators angetrieben. RB kann für den Antrieb Reduziermotor $2,2 \text{ kW}$ $n = 65$ zur Verfügung stellen, der ausreicht. Die Herstellungsdauer nach Eintreffen der hauptsächlichsten Materialien wird mit 10 Wochen bei normaler Arbeitszeit angegeben. Bei Zahlung einer Prämie kann diese Zeit noch herabgesetzt werden. Es wurden für beide Apparate Materialauszüge^{SS} gemacht. Die Beschaffung aus Lagerbeständen wird sowohl von G-G wie von RB versucht.

Kostenanschlag:

1 Kristallisator, Gewicht 15 t	Preis RM	15 000.--
1 Rührwerksbehälter " 5 t	" RM	4 000.--
2 Filterpressen 320 l Inhalt 12 atü	" RM	9 000.--
1 offene Kreiselpumpe mit Motor	" RM	1 100.--
2 Plungerpumpen mit Motor	" RM	2 975.--
Isolierung von Kristallisator und Behälter	RM	3 000.--
Fracht- und Montagekosten	RM	2 500.--
Rohrleitungen und Armaturen	RM	1 500.--
Bauliche Arbeiten	RM	1 000.--
Unvorhergesehenes	RM	2 000.--

	RM	42 075.--

Aktennotiz

Über die Besprechung mit Herrn Prof. Dr.
Graefe, Dresden.

in Oberh.-Holten am 16.9. 1938

Anwesend:

Prof. Dr. Graefe
Dir. Dr. Hagemann)
Dir. Waibel) RCH
Lassmann)

Verfasser: Lassmann

Durchdruck an: die Herren

Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Waibel
Dir. Alberts
Lüben

Zeichen: Datum:

Abt. Vkl. L./Wtz. 23. Sept. 1938

Betritt: Hartparaffin.

Zusammenfassung.

1. Stockpunkt und Penetration als Kennzeichen der besonderen, wertvollen Eigenschaften der synth. Hartparaffine.
2. Veränderung der Penetrometerzahl des Hartparaffins "V" durch Extraktion mittels Benzol-Alkohol.
3. Lösungsmittelhaltbarkeit und Penetration.
4. Verwendungsmöglichkeiten.
5. Verschiedene.

Einzelheiten.

Herr Prof. Graefe, der von uns schon verschiedene Muster unserer synth. Hartparaffins erhalten hat, besuchte uns, um uns gewisse Anregungen zur Verwertung derartiger Hartparaffine zu geben.

1. Es ist seine Ansicht, dass der Schmelz- oder Stockpunkt derartiger Hartparaffine allein als Güteerkennzeichen nicht ausreicht, weil die kristallinische Struktur solcher Hartparaffine oftmals einen wesentlich höheren Stockpunkt und damit eine grössere Härte vortäuscht als sie in Wirklichkeit vorhanden ist. Als geeignete Methode zur Bestimmung des Werte eines derartigen Produktes bezeichnet Herr Prof.

Graefe die Ermittlung der sogenannten "Penetration" mittels eines Penetrometers. (Hersteller: Hugo Keyl, Dresden, Marienstrasse). Die mit diesem Instrument ermittelte Penetrometerzahl soll einen besseren Anhalt für die Bewertung der Eigenschaften unserer Hartparaffine ergeben als lediglich der Stockpunkt und Schmelzpunkt. Herr Prof. Graefe verweist hierzu auf sein Schreiben vom 31. August 39, sowie auf eine von ihm im Jahre 1902 in der Ozeaniker-Zeitung veröffentlichte Arbeit über die in der Kerzenindustrie gebräuchlichen Hartungsmittel, in der die wissenschaftlichen Grundlagen der Anwendung derartiger Hochschmelzender Stoffe ausführlich dargelegt seien.

Herr Prof. Graefe erwähnt, dass z. B. unser Hartparaffin "VD" in der Form, wie wir es ihm bezweifelt haben, an und für sich eine sehr niedrige Penetrometerzahl, also eine verhältnismäßig grosse Härte besitzt, während das Hartparaffin "V" mit gleicher oder sogar höherem Stockpunkt eine 10- bis 20-fache Penetrometerzahl ergibt, damit sich als wesentlich weniger hart erweist.

2. Durch Extraktion mittels Benzol-Alkohol hatte Herr Prof. Graefe aus dem Hartparaffin "V" ein Produkt erhalten, welches in seiner Penetration dem "VD" nahe kommt. Er will damit beweisen, dass es durch geeignete Massnahmen möglich wäre, aus dem Hartparaffin "V" ein in seinen Eigenschaften dem "VD" ähnliches Produkt zu gewinnen. Dieses "VD" sieht Herr Prof. Graefe als besonders wertvoll und ausfassend verwendbar an.
3. Die Lösungsmittelhaltbarkeit sei, so behauptet Herr Prof. Graefe, praktisch eine Funktion der Penetration; er erklärte dies damit, dass ein Produkt, welches nur wenig sogenannte Weichanteile enthält, umso mehr Lösungsmittel aufnehmen kann.

(Im Jahre 1936 hat Herr Prof. Graefe in der Zeitschrift "Petroleum" eine Arbeit veröffentlicht, in der er insbesondere die Lösungsmittelhaltbarkeit eines von ihm genannten deutschen Cercosins gegenüber Ozokerit und Bernsteinsäure untersucht hat.)

(Paraffin)

Demals lag ihm jedoch ein etwa unserem "V" entsprechendes Hartparaffin vor; das neuerdings erhaltene "VD" hat er in Bezug auf seine Lösungsmittelhaltbarkeit bisher noch nicht näher untersucht, er will diese Untersuchung aber alsbald vornehmen und uns darüber noch berichten.

4. Über die Verwendungsmöglichkeiten für unser Hartparaffin kann sich Herr Prof. Graefe erst ein Bild machen, wenn er über die Preise

die wir für dieses Material zu erzielen wünschen, einigermaßen im Bilde ist. Es wurden uns die Preisnotierungen für die Gresinfabriken ungefähr genannt, wobei wir darauf hingewiesen haben, dass es sich hierbei um solche Verkaufspreise handelt, die wir ungeprobenen Verarbeitungsarbeiten einschließen möchten, dass aber beim Verkauf an unmittelbare Verbraucher höhere Preise gelten müssten, die sich immerhin in der Höhe von RM 1,- je kg bewegen würden.

Herr Prof. Graefe hält diese Preise für durchaus günstig und keineswegs prohibitiv. Er will sich zunächst überlegen, welche Verwendungszwecke er gegebenenfalls bei einer derartigen Preislage für unser Produkte neu erschließen kann. Er wird uns entsprechende Vorschläge machen und uns gegebenenfalls Interimsvorschläge machen. Als bemerkenswerten Verwendungszweck führt er insbesondere die Herstellung von hochwertigen Autopolierraffinen, Kerzenhärtemitteln und Passendeschutzmitteln an. Seiner Meinung nach ist das Hartparaffin "V" sogar in der rohen Form zur Herstellung von Schuhcreme unbedingt brauchbar, auch zur Herstellung von flüssigen Bahnrassen wohl ausreichend das gelbraffinierte "V" ausreichend sein.

In Gegensatz zu unserer Auffassung, dass für die Herstellung von Bahnrassen, Schmelzfliegenmitteln, Polierpasten usw. nur verhältnismäßig geringe Mengen unserer Hartparaffine erreicht werden können, ist Herr Prof. Graefe der Auffassung, dass die Verwendbarkeit für diese Produkte in den genannten Arbeitsgebieten recht beträchtlich sein kann. Nach den Erfahrungen die wir bisher bei den Bahnrassen-Firmen gemacht haben, ist jedoch die Ansicht von Herrn Prof. Graefe sehr angreifbar.

Herr Prof. Graefe zeigte uns ein sehr weisses hochschmelzendes Hartparaffin, welches von den Unterschrifteten sofort als ein aus der Produktion Brabag stammendes Ofenparaffin erkannt wurde. Dieses Material hatte trotz seines hohen Schmelzpunktes von über 100° eine sehr hohe Penetration und ist demnach unseren "V" und "VD" weit unterlegen. Seine Bleichung ist allerdings vollständig, und es ist besonders bemerkenswert, dass dieses Ofenparaffin von der Brabag allgemein in dieser weisseraffinierten Qualität geliefert werden soll.

Herr Prof. Graefe erwähnte ausserdem noch, dass sich die Firma Eduard Müller u. Co., Halle a. Saale, für den Bezug von Hartparaffin interessiert und zwar zur Verwendung als Kerzenhärtemitteln in der dieser Gesellschaft zugehörigen Kerzenfabriken der Konzerne Werrachen-Weissenfels und Riebeck-Montan.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit den Herren

Lindner
Dr. Steinberg
von P. Beiersdorf & Co. A. G., Hamburg

Hamburg-Elmsbüttel am 24.7. 1940

Anwesend:

die Herren

Lindner)
Dr. Steinberg) Beiersdorf
Laßmann RB

Verfasser: Laßmann

Durchdruck an:

Dir. Wabel
Dir. Alberts
Lüben

Zeichen:

Datum:

Abt. Vrk. L/p.

26.7.40.

Betrifft: Tafelparaffin 50/52° / RB-Hartwachs raffiniert.

1. Desodorisierung von Tafelparaffin durch Wasserdampfbehandlung.

Die Herren konnten uns nichts besonderes über die Arbeitsweise der von ihnen vorgenommenen Behandlung unseres mit einem schwachen Geruch behafteten Tafelparaffins mit Wasserdampf zur Desodorisierung sagen. Die Behandlung werde in einem großen Seifenkessel von 15 cm Inhalt einige Stunden lang durchgeführt. Fernmündlich befragt, erklärte der sachbearbeitende Techniker, er halte es für möglich, daß bei der Durchführung dieser Behandlung im Vakuum mit besonders hochgespanntem Dampf dieselben Resultate auf schnellerem Wege erhalten würden. Besondere Kniffe würden von Beiersdorf bei der Behandlung durchaus nicht angewendet.

Im übrigen sei aber die Geruchlosigkeit unseres Tafelparaffins für Beiersdorf mit Rücksicht auf die besonderen Anforderungen seiner Fabrikation eine unerläßliche Forderung. Gerade die jetzt wieder in Vorbereitung befindliche Sonderfabrikation (auf Grund einer Auflage der Heeresverwaltung) erfordert unbedingt eine geruchfreie Ware, weil ein für pharmazeutische Zwecke verwendetes Produkt hergestellt werden müsse, welches nicht parfümiert werde.

Ich betonte, daß wir damit Bechen, Beiersdorf auch unter normalen Verhältnissen zu unseren regelmäßigen Tafelparaffin-Abnehmern zählen zu dürfen und deshalb der von Beiersdorfs aufgeworfenen Frage vollste Aufmerksamkeit zuzuwenden.

2. Tafelparaffin-Lieferungen im allgemeinen.

Herr Lindner wies darauf hin, daß sich heute die Produktion von Beiersdorf im wesentlichen auf besondere Produktionsaufgaben beschränke, deren Anlaufen

Blatt

zur Aktennotiz vom 28.7.40.

aber ziemlich unregelmäßig und unbestimmt sei. So sei das Programm, nach welchem Beiersdorf bei uns monatlich 5 t Tafelparaffin zu beziehen gehabt hätte, vorübergehend zurückgestellt worden, es komme aber wohl demnächst zur Durchführung. Ich machte die Herren darauf aufmerksam, daß wir vor Ausführung irgendwelcher Lieferungen die erforderlichen Genehmigungen haben müßten, wie sie durch die Ausführungsbestimmungen zur Anordnung Nr. 34 der Reichsstelle für Mineralöl vorgeschrieben seien. Den Herren ist diese Tatsache bekannt und sie werden rechtzeitig die erforderlichen Anträge beantragen.

3. RB-Hartwachs raffiniert als Austauschstoff für Carnaubawachs.

Das betreffende Fabrikationsgebiet hat unter den gegenwärtigen Verhältnissen nur einen beschränkten Umfang, so daß der etwaige Bedarf an RB-Hartwachs für diesen Zweck vorläufig nur gering sein wird. Es ist aber nicht ausgeschlossen, daß sich das Anwendungsgebiet später auch mengenmäßig günstig entwickelt, so daß auch die Hartwachs-Bezüge beträchtlicher werden könnten. Ich machte darauf aufmerksam, daß u. Zt. der unmittelbaren Belieferung die bekannten Schwierigkeiten entgegenstellten, wenn es sich um Bezüge handelt, die an die Stelle von bisherigen Bezügen bei der Ceresinindustrie treten sollen. Die Firma Beiersdorf habe jedoch, so erklärten die Herren, bisher nur in geringem Umfang von der Ceresinindustrie bezogen, da für sie die Verwendung von vorbereiteten Kompositionen nicht in Frage komme. Mit der kürzlichen Probelieferung von 30 kg ist der augenblickliche Bedarf für Versuchszwecke zunächst gedeckt und wir sollten inzwischen die weitere Entwicklung dieser Angelegenheit ruhig abwarten.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Herrn Dir. Alberts

am 24. Juli 19 41

Anwesend:

Dir. Alberts, Ruhrbenzin A.G.
Dr. Schuff, " "
Dr. Goethel, " "

Verfasser: Dr. Goethel

Durchdruck an:

Herrn Dir. Alberts,
Herrn Dr. Schuff,
Herrn Lüben.

Zeichen:

Datum:

Goe./Rl.

30.7.1941

Betrifft:

In der ersten Hälfte des Monats Juli wurde die Füllung der Schwitzkammer auf zwei Arten vorgenommen.

Eingesetzt wurde

1. der nach Vorbehandlung im Kristallisor in der Ölprese erhaltene Filterkuchen mit Destillat II und III als Ausgangsprodukt.

2. die Destillate II und III im Verhältnis 2:1 (9 m^3 : $4,5\text{ m}^3$)

In der Tabelle I sind die bis zum 9.7. erhaltenen Ergebnisse zusammengestellt. Um die erhaltenen Tafelparaffinmengen vergleichen zu können, muß man bedenken, daß aus den Destillaten der abgepreßte Kuchen in einer Menge von ca. 57 % laut Tabelle II erhalten wurde. Aus $23,6\text{ m}^3$ Destillaten wurden über die Kuchenmenge von $13,5\text{ m}^3$ im Durchschnitt $5,9\text{ m}^3$ Tafelparaffin erhalten. Das sind zur Ausgangsmenge 25 %, während im Falle 2 im Durchschnitt $5,2\text{ m}^3$ Tafelparaffin in einer Ausbeute von 38,5 % anfiel. Aus dieser Gegenüberstellung ergibt sich klar der Vorteil der 2. Arbeitsweise.

Auf Grund dieser Betriebsergebnisse wurde von Herrn Alberts die Entscheidung getroffen, die Station der Kaltölpresserei stillzusetzen. Der in den Schwitzkammern vorhandene Raum reicht für die Aufarbeitung der Destillatmengen von der

zur Zeit bestehenden Primärproduktion vollkommen aus. Die freige-
wordenen Arbeitskräfte werden Herrn Döring für den Generatoren-
betrieb überwiesen.

Die Schwitzkammerergebnisse vom 10.7. bis zum 24.7. sind
in Tabelle III zusammengestellt. Sie fielen aus dem bisherigen Rahmen
vollkommen heraus. Das in geringerer Menge gebildete Tafelparaffin
wurde schwieriger ölfrei, wie es die höheren Ausfuhrstockpunkte
zeigen. Aus dem Mengenverhältnis der einzelnen Destillations-
Produkte und aus den Stockpunkten der Destillate war keine Verände-
rung zu erkennen, wie es aus Tabelle 4 hervorgeht. Eine Veränderung
der Beschaffenheit des Destillats 2 ergab sich aber aus dem Aussehen,
das am 10.7. eine graue Färbung zeigte. Herr Alberts wies auf den
Einfluss der Destillation hin, bei der eine Krackung des Materials
stattgefunden hat. Die Temperaturen und die Drücke der Heizschlange
im Ofen 2 waren während dieser Periode nicht normal, wie die zusammen-
gestellten Werte der Tabelle V zeigen. Die Destillation mußte am
17.7. zum 2. Male wegen der Schlange 2 abgestellt werden, nachdem sie
am 10.7. abgedrückt und überprüft worden war. In der Zeit vom 15.7.
schwankte die Temperatur im Gebiet von 260 bis zu 400°C. bei einem
Druckabfall von 70 bis auf ca. 50 atü. Unter diesen Destillations-
bedingungen hat ohne Zweifel eine Spaltung stattgefunden, die sich
störend im Schwitzkammerprozess durch einen geringen Anfall an
Tafelparaffin und in einer verschlechterten Kristallisationsfähig-
keit bemerkbar gemacht hat. Die in Tabelle 3 zusammengestellten
Kammerfüllungen mit Destillaten können aus diesem Grunde nicht mit
den Gruppen 1 und 2 der Tabelle I verglichen werden.



Tabelle II.

Einige Kristallisations-Eigenschaften in der Zeit von 17. 6. - 6. 7. 1931.

Datum	Destillat 1			Destillat 2			Destillat 3			Zwischenlauf			Gesamt			Kochen			Auffall			
	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	
17.6.	2,0	5,0	3,5	3,5	6,0	1,5	18,0	10	58,5	6,0	14,5											
18.6.	2,5	5,0	3,5	5,5	18,0	10,6	58,5	7,4	41,5													
20.6.	-	8,0	3,8	6,0	-	17,8	9,9	56,0	7,9	44,0												
27.	-	5,0	2,5	4,0	1,5	13,0	6,0	61,0	5,0	39,0												
27.	-	9,0	3,0	5,0	-	17,0	10,0	58,0	7,0	42,0												
6.7.	-	10,0	2,5	5,0	-	17,5	9,2	52,5	8,3	47,5												
Im Durchschnitt														57,0%							43,0%	

Tabelle III

Schrittkammersergebnisse

Ufd. Nr.	Schrittkammer Nr.	Eingangsmittel	Material nach Kauf	Dat.	Stockpunkt bis auf	Abgang	Bestand	Rechnung	Rechnung	Rechnung	Rechnung	Rechnung	Rechnung
661	3	10.7.	1.5	-	13.5	45.00	22.74 ⁰⁰	11.7.21 ⁰⁰	4172	3.8	45.00	22.74 ⁰⁰	45.00
662	4	11.7.	-	-	-	46.50	16.7.4 ¹⁵	11.7.21 ⁰⁰	5274	2.5	45.00	16.7.4 ¹⁵	45.00
663	3	13.7.	-	-	-	47.00	17.7.5 ⁰⁰	11.7.21 ⁰⁰	4972	5.0	46.50	17.7.5 ⁰⁰	46.50
664	1	13.7.	-	-	-	47.00	17.7.2 ⁰⁰	21.7.21 ⁰⁰	68	2.4	45.00	17.7.2 ⁰⁰	45.00
667	2	13.7.	7	-	8	47.50	13.7.15 ⁰⁰	21.7.21 ⁰⁰	9	2.5	45.00	13.7.15 ⁰⁰	45.00
668	4	21.7.	-	-	-	46.00	22.7.	21.7.19 ⁰⁰	2	5.5	47.50	22.7.	47.50
669	2	23.7.	-	-	13.5	47.50	23.7.17 ⁰⁰	21.7.21 ⁰⁰	91	4.2	50.00	23.7.17 ⁰⁰	50.00
670	3	27.7.	-	-	13.0	47.50	23.7.12	21.7.15	1374	5.2	46.00	23.7.12	46.00

**Einsatz u. Stockpunkte
in der Vakuum-Destillation.**

	28.6.	29.6.	30.6.	1.7.	2.7.	3.7.	4.7.	5.7.	6.7.
Destillat I	11 490	12 860	10 990	9 910	13 000	12 890	13 690	13 640	12-660 1
" II	11 960	13 320	12 850	12 980	11.920	13 610	12 270	14 600	13 540 1
" III	7 800	7 900	8 500	8 000	7 300	9 600	8 000	6 300	7 000 1
Rückstand	21 200	20 800	21 100	19 600	19 200	20 500	22 100	19 900	19 800 1
Ges.Einsatz	52 450	54 940	53 440	50 490	51 420	55 900	56 060	54 440	52 800 1

	7.7.	8.7.	9.7.	11.7.	10.7.	12.7.	13.7.	14.7.	15.7.
Destillat I	13 000	15 300	14 400	-	1 900	8 000	7 000	9 970	8 200 1
" II	13 000	13 000	10 500	-	2 000	2 700	7 400	10 280	9 070 1
" III	7 800	8 600	7 500	-	1 100	8 200	3 800	6 630	6 000 1
Rückstand	20 000	18 400	12 000	-	3 700	9 900	11 000	16 620	13 660 1
Ges.Einsatz	53 800	55 300	44 400	-	8 700	28 800	29 200	43 500	36 930 1

=====
16.7.
Destillat I 6 770
" II 5 360
" III 8 200
Rückstand 19 670
Ges.Einsatz 40 000
=====

Stockpunkte.

	28.6.	29.6.	30.6.	1.7.	2.7.	3.7.	4.7.	5.7.	6.7.	7.7.	8.7.	9.7.
Destillat I	30,5	30,7	31,0	31,0	31,0	30,0	30,0	29,5	29,0	29,0	29,0	29,0 °C.
" II	42,5	42,5	43,0	43,0	43,0	42,5	42,5	43,0	43,0	42,5	41,5	40,5 "
" III	53,0	53,0	53,0	53,0	53,2	53,0	53,0	53,0	52,5	52,5	52,5	52,5 "

	10.7.	11.7.	12.7.	13.7.	14.7.	15.7.	16.7.
Destillat I	29,0	-	29,0	31,5	30,0	32,0	32,0
" II	41,0	-	39,0	42,5	42,5	43,0	43,0
" III	52,5	-	52,5	53,0	53,5	53,5	53,0

Aktennotiz

über die Besprechung mit
Herrn Dr. Zink von der Firma
Schlofhorst Chemische Werke GmbH
Hamburg
Hamburg

in am 30.8. 1941

Anwesend:
Herr Dr. Zink, Schlofhorst
Herr Dr. Velde Ruhrbenzin

Verfasser: Dr. Velde

Durchdruck an: die Herren
Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Weibel
Dir. Alberts
Lüben /

Zeichen:

Datum:

BL II ,V/Sehe

12. Sept. 41

Betrifft: Oxydationsprodukte in der Schmierfetherstellung.

Die in der Besprechung am 2.8.1941 in Hamburg vereinbarten Proben waren rechtzeitig bei der Firma Schlofhorst eingegangen, sodass die Ergebnisse der Prüfungen zur Herstellung von Schmierfetten bei meinem zweiten Besuch am 30.8.1941 bereits vorlagen. Es waren übersandt worden je 3 kg der aus Hartwachs und Tafelparaffin hergestellten Fettsäuren und eine Mischung beider Produkte unter den Bezeichnungen OP-III, OP-IV und OP-V.

Die mit Hilfe unserer Fettsäuren in üblicher Weise durch Verseifung und Ölzusatz hergestellten Staufferfette waren nach Angabe von Herrn Zink ganz ausgezeichnet. Die Kalkfette haben bei OP III einen Tropfpunkt von 91° und bei OP V 99° . Die Tropfpunkte der Natriumfette lagen für OP III bei 172° , für OP IV bei 136° und für OP V bei 153° bzw. 174° . Zur Herstellung von Fetten sollen sich die von uns übersandten Fettsäuren besser eignen, als das zur Zeit benutzte Zmalgierwachs P der I.G., das bekanntlich auch durch Oxydation von Hartparaffin hergestellt wird.

Demgegenüber lassen sich nach den bisherigen Versuchen aus unseren Produkten keine Bohrfette und Bohrstöle herstellen, das heißt, man erhält bei Ölzusatz keine in Wasser klarflüssige Emulsionen.

Ein Grund hierfür lässt sich an Hand der Eigenheiten bei der kurzen Diskussion nicht finden; es könnte immerhin sein, dass die vorwiegend aus Kalkparaffin hergestellten Sulfonsäuren eine andere Konstitution aufweisen als solche aus Hartwachsbergesterlen Produkte. Eine weitere Möglichkeit wäre noch, dass durch die Expansion mit Luft, die vornehmlich von der I.S. durchgeführt wird, eine starke Aufspaltung der Moleküle eintritt, sodass Fettsäuren entstehen die sehr leicht an niedrigeren Molekülen bis verestert sind und infolgedessen besser wasserlöslich sind. Falls die Erwählung zutrifft, würden allerdings unsere aus Kalkparaffin hergestellten Fettsäuren besser als Schmierfette und Schmieröle geeignet sein, als zu hohen Molekulargewichten, darüber sind aber entschieden noch keine Versuche gemacht worden und ich wollte auch keine weiteren Versuche veranlassen, um nicht selbst vielleicht übersehen zu werden. Falls sich Herr Zink als würdevoll interessiert für zukünftige Projekte, niedriger Schmelzpunkt der Fettsäuren bei gleichen oder höheren Neutralisationszahlen.

Auf meine Frage ob wohl auch unter Friedensbedingungen eine Verwendung unserer Produkte möglich wäre, meinte Herr Zink, dass wohl aus preislichen Gründen eine Verwendung für Formulatordifferenzialverfüllung nicht in Frage komme, dass aber eine ganze Reihe von Spezialfetten wie des Verat, speziell Kugellagerfette und Kugellagerfette, für die hohe Preise erzielt werden können, sodass man auch für das Ausgangsmaterial einen hohen Preis erlangen kann. Eine besondere Eigenschaft der aus unseren Produkten hergestellten Fette wäre zweifellos, dass sie stärker wasserabweisend wären, als die aus Seifenfettäuren hergestellten Fette, da die Molekulargewichte der hochmolekularen Säuren weniger wasserlöslich wären, als die der niedriger-molekularen.

Herr Zink wäre sehr daran interessiert, weitere Untersuchungen an unseren Produkten vorzunehmen, wenn er noch mehr etwas größere Mengen bekommen könnte. (So und mehr kg.)

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
Continental Gummi-Werke
Hannover

in Hannover am 27.10. 1938

Anwesend:

Müller,
Leiter der chem. Abteilung
Dr. Schadendorf, Continental
Chemiker

Niemann RB

Verfasser: Niemann

Durchdruck an: die Herren:

Prof. Dr. Martin

Dir. Dr. Hagemann

Dir. Wübel

Dir. Alberts

Dr. Tramm

Lüben

Zeichen: Datum:

Vk. B./Pa. 7.11.1938

Betrifft: Synth. Schmieröl als Weichmachungsmittel in der Gummi-Industrie

Die Aussprache mit den maßgebenden Fachleuten der Firma hatte den Zweck, in Erfahrung zu bringen, ob

1. die bisher verwendeten Weichmachungsmittel bei der Gummibereitung in ihren Eigenschaften völlig befriedigen bzw.
- ~~2. wenn dieses nicht der Fall sei, welche speziellen Eigenschaften von einem idealen Weichmacher verlangt werden und ob~~
3. die Firma gegebenenfalls Interesse hätte, Versuche mit synth. Ölen vorzunehmen.

Herr Müller bestätigte, dass die z.Zt. zur Verfügung stehenden Weichmachungsmittel keineswegs befriedigten und zwar deswegen nicht, weil solche Mittel neben der weichmachenden Eigenschaft gleichzeitig auch dem Gummi einen möglichst weitgehenden Alterungsschutz geben sollen. Die jetzt zur Verfügung stehenden Mittel, in der Hauptsache Pflanzöle, (hiervon am geeignetsten Sojaöl) und gewisse Spezialmittel der I.G. erfüllen aber diese beiden Bedingungen nur zum Teil. Normale Mineralöle, die zu diesem Zweck seitens der Gummiindustrie untersucht wurden, haben, namentlich in Bezug auf Alterungs-

schuts, dem Gummi gegenüber versagt. Herr Müller erklärt, dass die Erforschung dieses für die Gummi- und besonders für die Buna-Fabrikation wichtigen Gebietes heute noch in den ersten Anfängen stehe und z.Zt. niemand sagen könne, worauf das teilweise Versagen der bisherigen Mittel beruhe bzw. wie ein idealer Weichmacher für diesen Zweck aufgebaut sein müsse. Man sei in Gegenteil vorläufig auf reine Tastversuche angewiesen. Zur Erläuterung ging Herr Müller ziemlich eingehend auf die Methoden der Gummibereitung ein und sprach sich auch an Hand verschiedener Gummiprüben über die Weise aus, in der vermutlich eine Alterung des Gummis vor sich gehe, betonte aber dabei, dass auch hier die Erkenntnisse leider noch mangelhaft seien.

Nach diesen Ausführungen halte ich es für denkbar, dass es nicht das alterungsbeständigste Öl ist, welches dem Gummi den besten Alterungsschutz gibt, ebenso wenig wie ein Öl, das zu stark zu Sauerstoffaufnahme neigt, wie beispielsweise die fetten Öle. Es ist vielmehr möglich, dass gerade ein Öl mit einem bestimmten beschränkten Anteil an Ungesättigten, welches in der Lage ist, in beschränktem Umfange Sauerstoff aufzunehmen und diesen so für das Gummi-Molekül unschädlich zu machen, dem Gummi einen gewissen, wenn auch beschränkten Alterungsschutz zu geben vermag. Vorausgesetzt natürlich, dass sich hierbei keine Alterungsprodukte bilden, die ihrerseits wieder nach Art und Menge geeignet sind, das Gummigefüge ungünstig zu beeinflussen, wie dieses bei den Pflanzenölen der Fall ist.

Die Herren zeigten ein grosses Interesse, verschiedene synth. Öle dar. u. hin zu prüfen und beten um Übersendung von entsprechenden Proben in verschiedener, un- geeignet erscheinender Bearbeitung. Mit diesen Ölen als Weichmachungsmitteln sollen dann verschiedene Gummiprüben hergestellt werden, die im Vergleich zu Gummiprüben mit anderer Weichmachungsmitteln Alterungsversuchen unterworfen werden sollen.

Im Hinblick auf unser Interesse an nutzbringenden Absatz von Spindelöl ist für diese Versuche die Schmier 1-Fraktion $V_{50} = 2 - 3^{\circ}E$ in Aussicht genommen und zwar in folgender Bearbeitung:

1. Normal, unbehandelt.
2. Nachbehandelt mit Bleicherde.
3. Behandelt mit Schwefel.

Um auch im Vergleich hierzu ein günstigere Öle bei dieser Gelegenheit zu prüfen, soll ausserdem noch ein Destillat des

Kaltressbles aus der Paraffinfabrik benutzert werden.

Der Verbrauch an Weichmachungsmitteln dieser Art allein bei Continental wurde mir auf Grund der letzten Besüge mit rund 20.000 kg im Monat angegeben.

Die Preise sind bei den verschiedenen Mitteln sehr unterschiedlich. Die teuersten Mittel, die angeboten werden, sollen etwa RM 1.- je kg kosten, was aber als zu teuer für die Gummi-Fabrikation bezeichnet wird - zumal, da auch diese Mittel nicht befriedigen.

Synth-Paraffin als Lichtschutzmittel.

Ein anderes noch ungelöstes Problem in der Gummi-Bereitung, welches uns interessiert, betrifft die Mittel zum Schutz des Punnis gegen Risse, die durch Witterungseinflüsse - namentlich durch Feinstrahlung mit Sonnenlicht - entstehen. Auch dieses anscheinend sehr komplizierte Gebiet ist noch sehr wenig erforscht, sodass auch hier die Gummi-Industrie nach wie vor auf die Durchführung praktischer Versuche angewiesen ist.

Es sind verschiedene Mittel herausgefunden worden, die eine solche Wirkung hervorbringen, ohne dass man sich aber völlig darüber im klaren ist, worauf diese Wirkung beruht. Selbst über den Grad der Brauchbarkeit gehen innerhalb der Gummi-Industrie die Meinungen auseinander, und es hängt im wesentlichen z.T. von der Art der übrigen benutzten Hilfsmittel und von den Erfahrungen der mit der Gummibereitung betrauten Werkmeister ab, welches Schutzmittel von einer Gummi-Fabrik benutzt wird. So bevorzugt man z.B. in Amerika gewisse Wachse als Grundkörper mit einer Beimischung bestimmter Alterungsschutzmittel. Bei Continental werden dagegen Ozokerite bestimmter Herkunft verarbeitet, wobei aber ausdrücklich darauf hingewiesen wurde, dass die Schutzwirkung der Ozokerite sehr verschieden sein kann. Das Schutzmittel selbst wird, genau wie das Weichmachungsmittel, ~~eingesetzt~~ ~~an~~ ~~auf~~ ~~den~~ ~~Mischmaschinen~~ ~~bestimmt~~, in den Kautschuk eingearbeitet. Die Arbeitstemperatur bei diesem Vorgang liegt ungefähr bei 70 °C, was für die Auswahl des Tropfpunktes wichtig sein soll.

Auf einen Hinweis der Überwachungsstelle für Mineralöl hin hatte sich Continental im Jahre 1936 an uns um Überlassung von Pa-

Paraffinproben gewandt. Siehe Aktennotiz des Herrn Dr. Roelen vom 12.8.36. Die von uns damals gesandten Proben Hartparaffin mit den Tropfpunkten 70° , 80° und 90°C ("V") sind von Continental einer lang andauernden Bewitterungsprüfung während der Sommermonate unterzogen worden. Das Ergebnis war negativ. Die bezusterten Qualitäten erwiesen sich als unbrauchbar.

Eine Wiederholung der Versuche mit neuen Proben:

Hartparaffin "V",

"VD",

Tafelparaffin $60/62^{\circ}$

dagegen hat zu einem anderen Ergebnis geführt und zwar haben sich diese Paraffine in Bezug auf den Schutz gegen Lichtriese gut bewährt. Dabei war bei den entsprechenden Gussproben oft eine intensivere Verfärbung durch Alterung festzustellen.

Es sollen nun nochmals Versuche mit unseren Paraffinen vorgenommen werden und zwar in Verbindung mit verschiedenen Weichmachern und Alterungsmitteln. Wegen der erwähnten Arbeitstemperatur wird zwar ein Tropfpunkt von nicht über 70°C gewünscht. Trotzdem ist aber von uns in Aussicht genommen, zunächst je 1 Muster Hartparaffin "V" und "VD" zu senden, da wir an Absatz dieser beiden Produkte vorläufig am meisten interessiert sind und sich diese beiden Produkte bei den letzten Versuchen als Lichtriesechutzmittel gut bewährt haben.

Der Bedarf an solchen Produkten beträgt bei Continental allein etwa 15.000 kg im Monat.

Über die Preise ist vorläufig weder von Continental noch von uns etwas erwähnt worden.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Heckmann und Langen mit der Firma
Busch

in am 19

Sterkrade 24.10. 41
Anwesend:

die Herren
Iwand (Heckmann und Langen)
Busch (Sterkrade)
Krauel
Sewing) RB

Verfasser:

Sewing

Durchdruck an:

die Herren

Dir. Alberts

Dr. Goethel

Dipl. Ing. Stuhlpfarrer

Krauel

Pabst

Zeichen:

Datum:

RB, Abt. TB, Sw/Hom 27. Okt. 41.

Betrifft:

Hochvacuumdestillation.

Beim letzten Besuch unseres Herrn Direktor Alberts in Breslau wurde angeregt, daß verschiedene Teile der von uns bestellten Anlage im Westen des Reiches bei kleineren Firmen untergebracht werden könnten. Dieserhalb war Herr Iwand hier, um die Angelegenheit zu besprechen.

Es wurde mit Herrn Pabst die Materialliste durchgesehen um festzustellen, wo wir durch unseren Magazinbestand gegebenenfalls durch schnellere Lieferung durch uns befreundete Firmen eingreifen können.

Anschließend wurde in Gegenwart des Herrn Dr. Goethel und Herrn Anßlinger die genaue Lage der Vacuumdestillation festgelegt. Hier zu folgendes:

Der Heißwasserofen wird mit dem bestehenden Heißwasserofen der Lurgi - Anlage verbunden. Da nun der Heißwasserofen der Firma Heckmann höher ist als der Lurgi - Ofen, wird das Dach desselben höher gezogen und als ein Dach über beide Öfen ausgebildet. Die Zeichnungen hierfür gehen uns noch zu.

Die Größe der Vacuumdestillation ist mit 11.10 mm Bodenfläche festgelegt. Die einzelnen Apparate werden so verschoben, daß wir den Ausgang der bestehenden Lurgi - Anlage in der Paterre frei halten.

Die erste Bühne in 3 m Höhe bleibt wie gezeichnet 11000-14100 mm bestehen, die Bühne in 6 m Höhe bleibt ebenfalls bestehen. Es wurde angeregt, diesen Raum durch Mauerwerk einzufassen. Die obere Bühne wird in Beton ausgeführt. Bei dieser Anordnung muß der Kondensator (5) um ca. 30 cm tiefer gesetzt werden, da sonst die Flanschen im Beton liegen.

Herr Iwani hatte Bedenken darüber das wir die Luftpumpen in der Paraffinanlage unterbringen wollen, da dadurch die zulange Leitungsführung des Vacuum erheblich herabgesetzt wird. Es wird nur ein Vorschlag gemacht, daß die Pumpen unmittelbar neben der Vacuumanlage in dem noch zu errichteten Bau des Pumpenhauses der Atmosphärendestillation unterzubringen. Es werden 2 Pumpen aufgestellt.

Anschliessend die Besprechung bei Busch & Söhne in Sterkrade. Es wurden die Behälter durchgesprochen und festgestellt, daß sämtliche Materialien vorhanden sind. Die Böden sind bei der GHH sofort zu bekommen. Die Firma Busch macht über diese Behälter ein Angebot an die Firma Heckmann sodaß wir innerhalb acht Tagen Bescheid haben, ob die Ausführung der Firma Busch übertragen wird. Ausserdem wurden die 4 Kondensatoren die für die Paraffinanlage dringend benötigt werden ebenfalls bei Busch angefragt. Das Material für diese Behälter ist vorhanden.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Herrn **S i g n a r d**
von der **Manufacture Royale des Bougies de la Cour**

in **B r u s s e l** am **7. Januar** 19 **42.**

Anwesend: **die Herren**

S i g n a r d (Bougies de la Cour)
Peters, zeitweise (SULFUR)
Lassmann (RB)

Verfasser: **Lassmann**

Durchdruck an:

die Herren

Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Weibel
Dir. Alberts
L ü b e n
Dr. V e i d e

Zeichen: Datum:

Abt. Vh. L/Vch. 30. Januar 1942.

Betrifft:

**RB-Hartwachs raff. / Weichparaffin 30/35⁰ g
für die Kerzenherstellung.**

Die Bougies de la Cour waren zwar nur der drittgrößte Paraffinverbraucher unter den belgischen Kerzenfabriken, nach der Kerzenproduktion selbst standen sie aber wohl an der Spitze; als Stearinerzeuger verwenden sie auch für die Kerzenherstellung besonders viel Stearin.

Bei den ersten Versuchen zur Verwendung von Hartwachs in der Kerzenherstellung hatten die Bougies de la Cour noch gewisse Schwierigkeiten in der technischen Behandlung dieses neuen Einsatzstoffes. Diese Schwierigkeiten sind heute überwunden. Es werden einwandfreie Kerzen aus 60 Teilen Hartwachs und 40 Teilen Weichparaffin hergestellt, die unter Verwendung der heute erhältlichen Dochte auch einwandfreie Verbrennungseigenschaften zeigen. Die Bougies de la Cour könnten viel mehr Hartwachs und Weichparaffin gebrauchen, als die SULFUR ihnen bisher anteilen konnte.

Herr Signard gab seiner Überzeugung Ausdruck, daß nach dem Kriege, wenn geeignete Baumwolle für die Herstellung von Dochten zur Verfügung steht oder Zellwolle docht entsprechend Beschaffenheit entwickelt sein werden, es für sie ein leichtes sein werde, das Problem der Herstellung reiner Hartwachskernen zu lösen, die befriedigende Verbrennungseigenschaften aufweisen. Die aus diesem Material hergestellten Kerzen zeigten nach der Ansicht der Bougies de la Cour die günstigsten

Eigenschaft einer langen Brenndauer bei genügender Leuchtstärke. Das jetzt bei reinen Hartwachskerzen beobachtete starke Tropfen sei lediglich eine Dochtfrage.

Herr Sigard würde es sehr begrüßen, wenn wir in bezug auf die Frage der Schaffung geeigneter Dochte mit den Bougies de la Cour zusammenarbeiten würden, und er will seinerseits uns gerne jede geeignete Unterstützung zuteil werden lassen.

Bei dem Weichparaffin interessiert die Bougies de la Cour vor allen Dingen auch der 51ige Anteil, der sich bei einer bestimmten niedrigen Temperatur von dem festen Paraffinbestandteilen durch Dekantieren abtrennen läßt. Dieser Ölanteil des Weichparaffins, d.h. also Paraffinkohlenwasserstoffe oberhalb der Dieselölfraktion mit Stockpunkten, die zwischen 1 und 20° liegen müßen, wünschen die Bougies de la Cour zur Verwendung auf dem Gebiet der Textilhilfsmittel zu besitzen. Die Bougies de la Cour sind auch Hersteller von Olein. Offenbar soll dieses Paraffinöl zur Streckung der bedeutenden Oleinmengen dienen, über die die Bougies de la Cour heute noch verfügen. Ich habe Herrn Sigard erklärt, daß es für uns im Augenblick noch völlig ungewiß ist, ob wir eine derartige Fraktion getrennt herstellen können und ob wir vor allen Dingen auch die Ausfuhrbewilligung für Lieferung nach Belgien bekommen. Er hat sich aber, ihm wenigstens schon einmal eine entsprechend abgetrennte Fraktion in einer Menge von etwa 10 ltr. zusenden.

[Handwritten signature]

Aktennotiz

Über die Besprechung mit ~~xxx~~ bei der Firma
Th. Goldschmidt A.-G., Essen,

in E s s e n am 24. März 1942

Anwesend: die Herren

Dr. Schrader	}	Goldschmidt A.-G.
Meissner		
Dr. Stahl		
Voas		
Lasemann	}	Ruhrbenzin A.-G.
Dr. Valde		

Verfasser: Lasemann

Durchdruck an:

die Herren

Prof. Dr. M-a-r-t-i-n
Dir. Dr. H a g e m a n n
Dir. W a i b e l
Dir. A l b e r t s
L ü b e n
Dr. V e l d e

Zeichen:

Datum:

Abt. Vk. L/Kch. 15. April 1942.

Betrifft:

RB-Hartwachs raff. / RB-Hartwachs raff. (plastisch) /
Weichparaffin 30/35°C.

(Über den Verlauf der Besprechung bezüglich der Oxydations-
produkte usw. berichtet Herr Dr. Valde getrennt.)

Veranlassung zu der Besprechung mit den Herren von Goldschmidt war die Tatsache, daß wir infolge einer unfreiwilligen Indis-
~~cretion der Reichsstelle für Mineralöl-davon-Kennnis-erhalten-~~
hatten, daß die Byk Guldenwerke, Berlin, an die Th. Goldschmidt A.-G., Essen, für die Herstellung von Teginprodukten ein Erzeug-
nis liefern, zu dessen Herstellung sie von der RfM unser Weich-
paraffin 30/35°C freigestellt erhält. Es ergab sich, daß dieses
Produkt aus Hamburg an die Th. Goldschmidt A.-G. geliefert wird.
Da wir im Auftrage der Byk Guldenwerke sowohl Weichparaffin 30/35°C
als auch RB-Hartwachs raff. an die Eidelstedter Extraktions- und
Fischmehlwerke Lübeck & Co., Hamburg-Eidelstedt, liefern, lag die
Vermutung nahe, daß es sich bei dem Produkt, welches die Byk
Guldenwerke an Goldschmidt liefern, nur um eine Mischung aus
unserem Weichparaffin 30/35°C und unserem RB-Hartwachs raff. han-
delte. Es war unser Bestreben, dieser Sache auf den Grund zu
kommen.

Die Firma Th. Goldschmidt A.-G., Essen, hatte früher schon hin

und wieder gewisse Mengen RB-Hartwachs raff. mit Genehmigung der RfM direkt von uns bezogen. Auch hat sie schon, ebenfalls mit Genehmigung der RfM, kesselwagenweise Weichparaffin 30/35° von uns erhalten. Auf Grund dieser Tatsache hatten wir ihr vor kurzem auch unser RB-Hartwachs raff. (plastisch) bemustert, welches bei Herrn Dr. Stahl, dem Betriebsleiter der Teginabteilung, grosses Interesse gefunden hat.

Die Besprechung verfolgte gleichzeitig den Zweck festzustellen, ob es für Goldschmidt nicht möglich wäre, mit Produkten auszukommen, die aus unserer Erzeugung stammen, seien es nun Mischungen unseres RB-Hartwachses mit Weichparaffin 30/35°, die wir herstellen oder die bei Goldschmidt hergestellt werden, oder z.B. statt dessen unser RB-Hartwachs raff. (plastisch).

Herr Dr. Stahl zeigte uns eine Anzahl von Mustern von Produkten der Ceresinindustrie, die in der letzten Zeit von Goldschmidt dorthin bezogen worden sind, und zwar waren es im wesentlichen Produkte der Byk Guldenwerke und der Lüneburger Wachswerke. Aus dem blossen Anschein dieser Produkte ergab sich nicht eindeutig, ob es sich um Original-Syntheseprodukte handelt oder um Mischungen unter Zusatz von Stoffen anderer Herkunft. Eine der uns vorgewiesenen Proben schmelte in gewissem Masse dem vorübergehend von Krupp abgelieferten weissen Hartwachs mit erheblichen Weichanteilen.

Herr Dr. Stahl gab uns ausserdem eine Probe des zuletzt von den Byk Guldenwerken ab Hamburg bezogenen Produktes zur Untersuchung mit. Herr Dr. Valde hat darüber inzwischen schon berichtet, daß es sich bei diesem Produkt wahrscheinlich um eine Mischung aus sehr viel Weichparaffin 30/35° und wenig RB-Hartwachs handelt. Ein genauer Untersuchungsbefund liegt noch nicht vor.

Das RB-Hartwachs raff. (plastisch) interessiert, wie schon erwähnt, Goldschmidt sehr. Auf Grund der oberflächlichen Versuche, die mit dem von uns gesandten kleinen Muster gemacht werden konnten, hat sich sehr wohl eine gewisse Verwendbarkeit für die Herstellung der Teginprodukte ergeben. Man möchte aber diese Versuche auf etwas breiterer Basis weiter durchführen, weshalb die Zurverfügungstellung einer weiteren Menge von 10 kg dieses Produktes durch uns vereinbart wurde. Von dem Ergebnis dieser Versuche wird man uns sobald wie möglich verständigen.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Herrn Dipl.chem. E m i l i u s
(Compes & Cie. A.-G., Düsseldorf)

In ~~xx~~ fernmündlich am 4. Mai 1942

Anwesend:

Verfasser: Lassmann

Durchdruck an:

die Herren

Dir. Dr. Hagemann

Dir. Waibel

Dir. Alberts

Lübén

Dr. Velde

Zeichen:

Datum:

Abt. Vk. L/Kch. 6. Mai 1942.

Betrifft:

RB-Hartwachs raffiniert / Kupferempfindlichkeit.

Zusammenfassung!

- 1) Herr Dipl.chem. Emilius (Compes & Cie.) teilt mit, daß eine Elektrofirma das mit unserem RB-Hartwachs raff. hergestellte Kabelwachs wegen seiner Peroxybildung beanstandet.
- 2) Nachprüfung dieser Angaben durch Herrn Dr. Gottschalk, dessen Resultate ebenfalls ergeben, daß sich bei Verwendung von RB-Hartwachs Peroxyde bilden.
- 3) Herr Dr. Gottschalk stellt weiter fest: keine Peroxybildung bei Versuchen mit "OP 4".
- 4) Herr Emilius teilt mit, daß auch bei Kontaktparaffin eine Peroxybildung nicht stattfindet.
- 5) Compes will nachhören, ob die Reklamation bezüglich der Peroxybildung auf Grund von Versuchen oder auf Grund praktischer Ergebnisse erfolgte.
- 6) Weitere Versuche werden bei Compes vorgenommen und auch durch uns bei der AEG und Siemens veranlaßt.

Herr Dipl.chem. Emilius von der Firma Compes & Cie. A.-G., Düsseldorf hat uns in einer fernmündlichen Unterredung zunächst mit Herrn Dr. Roelen und dann mit Herrn Lübén Mitteilung davon gemacht, daß ein von Compes unter Verwendung von RB-Hartwachs raff./hergestelltes Kabelwachs von einem Unternehmen der Elektroindustrie kürzlich beanstandet worden sei, und zwar habe das betreffende Produkt dem in der Elektroindustrie üblichen Kupfertest nicht standgehalten. Dieser Test wird

angeblich so durchgeführt, daß in das geschmolzene Wachs ein blanker Kupferstreifen eingehängt wird, der normalerweise unverändert blank bleiben soll. Diese Probe ist gemeinhin eine Prüfung auf Schwefelwasserstoffbildung, die sich durch Schwarzfärben des Kupferstreifens bemerkbar macht. Bei der betreffenden Firma wurde ebenfalls Schwarzfärbung des Kupferstreifens festgestellt und die Vermutung daran geknüpft, daß das betreffende Wachs Schwefelverbindungen enthält. Da diese Vermutung auch nach Ansicht von Compes von vornherein ausgeschieden musste, hat Herr Emilius zunächst selbst die Ursache der Schwarzfärbung des Kupferstreifens nachgeprüft und dabei festgestellt, daß sich Peroxyde gebildet hatten, die eine Oxydation des Kupferstreifens hervorriefen. Auf die Komponenten des Kabelwachses angewandt, ergab sich, daß unser RB-Hartwachs raff. allein diese ~~Veränderung~~ des Kupferstreifens hervorrief.

Veränderung

Herr Dr. Gottschalk hat auf Veranlassung von Herrn Lüben diese Angaben nachgeprüft und festgestellt, daß in der Tat Peroxyde gebildet werden, und zwar um so mehr, je höher die Temperatur war, bei der der Test vorgenommen wurde. Bei einer Temperatur von etwa 100° C blieb der Kupferstreifen praktisch unverändert, bei etwa 120° C zeigte sich eine starke Braunfärbung, bei etwa 140° C eine sehr deutliche Schwarzfärbung. Ausserdem ergaben die Versuche von Herrn Dr. Gottschalk, daß sich die Peroxyde anscheinend unter der kabeltechnischen Wirkung des Kupfers in Gegenwart von Luftsauerstofftest bilden. Bei Durchführung des Versuchs in einer Stickstoffwasserstoff Atmosphäre fand keine Peroxydbildung statt.

Herr Dr. Gottschalk hat den Kupfertest auch bei unserem Oxydationsprodukt OP 4 durchgeführt. Bei diesem Produkt fand keine Peroxydbildung statt, obwohl dieses Oxydationsprodukte noch gewisse Anteile an nichtoxydiertem Hartwachs enthalten. Der Schluß liegt nahe, daß die fettsäuren Bestandteile des Oxydationsproduktes eine gewisse Schutzwirkung ausüben.

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen wurden von dem Unterzeichneten mit Herrn Emilius besprochen. In dieser Fernunterredung bezeichnete Herr Emilius das von der betreffenden Elektrofirma beanstandete Produkt nicht ausdrücklich als Kabelwachs, sondern als Ceresin. Er führte ausserdem an, daß bei dem Kontaktparaffin, welches von Compes von anderer Seite bezogen wird, die Erscheinung der Peroxydbildung nicht eintritt. Ob dieses darauf zurückzuführen ist, daß in dem unraffinierten Kontaktparaffin noch gewisse saure Bestandteile oder Olefine enthalten sind, die die gebildeten Peroxyde unter Bildung von Fettsäure reduzieren, wäre noch zu prüfen. Es wäre interessant, festzustellen, wie groß der Gehalt an Fettsäuren wäre, der notwendig ist, um die Peroxydbildung zu unterdrücken.

Es steht auch noch nicht einwandfrei fest, ob die Reklamation der betreffenden Elektrofirma nur auf Grund der schematischen Anwendung des Testes oder auf Grund von praktischen Fabrikationsergebnissen erfolgt ist. Compes wird sich zunächst dieserhalb an seinen Abnehmer wenden und um entsprechende Aufklärung vor allem auch darüber bitten, ob die durch die Peroxydbildung verursachte Oxydation des Kupfers genau so sehr beanstandet wird wie das Auftreten von Schwefelwasserstoff.

Der Unterzeichnete gab ausserdem zu bedenken, daß unser Produkt ~~bisher~~ schon vielfach von den maßgebenden Elektrofirmen angewandt

und untersucht worden ist, ohne daß jemals eine derartige Beanstandung erfolgt war, im Gegenteil wurden die dielektrischen Eigenschaften des Hartwachses besonders hervorgehoben. Nach Angaben von Emilius soll die Beanstandung der Elektrofirma sich auf die Erhöhung des Obefflächenwiderstandes kupfernen Leiters bezogen haben. Es wurde auch darauf verwiesen. Es wurde auch darauf verwiesen, daß bei den früher von Compes zur Herstellung von Kabelsachsen und derartigen verwendeten Rezepturen Componenten mit verwendet wurden, die vielleicht die Peroxydierung gehemmt oder unterdrückt haben und daß bei der jetzigen Komposition möglicherweise solche Bestandteile fehlten. Herr Emilius erklärte, daß er seine Versuche auch noch einmal in dieser Richtung durchzuführen beabsichtigte.

Von unserer Seite aus wurde erklärt, daß wir noch folgendes veranlassen wollen:

1. Durchführung des Kupfertestes an Kontaktparaffin und unraffinierten Hartwachs.
2. Durchführung einer entsprechenden Untersuchung bei einer uns befreundeten großen Elektrofirma.

Zu 2. werden wir uns sowohl an die AEG als auch an Siemens wenden und diesen entsprechende Proben zur Untersuchung einsenden.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Schuff

Durchdruck an: Anwesende

in Köln am 10.12.19 41

Anwesend: die Herren:
Alberts,
Lübén,
Schuff

Zeichen: Schu/Edo Datum: 18.12.41

Betrifft: Fragen der Paraffinproduktion.

1.) Verfügbares Einsatzprodukt. Unter Berücksichtigung der Bestandsbewegungen ergeben sich im November als Rückstandsmengen aus der Topanlage $1,25 \text{ m}^3/\text{h}$ und aus der Fraktionierung $0,75 \text{ m}^3/\text{h}$ bei einer Flüssigproduktion von ca. 3300 moto im Mitteldruckteil und 1800 moto im Normaldruckteil, zusammen ca. 4900 moto.

2.) Verarbeitung. Die seit August durchgeführte getrennte Verarbeitung vom Mitteldruckprodukt = Toprückstand einerseits und Normaldruckprodukt einschl. Extraktionsparaffin beider Synthesenanlagen = Fraktionierungsrückstand andererseits geschieht nunmehr seit 19.11. auch apparativ getrennt in 2 Destillationsgruppen zu 2 Kolonnen. Von da ab wird Destillat 2 des Toprückstandes allein auf Tafelparaffin verarbeitet, während Destillat 2 des Fraktionierungsrückstandes als Zusatz zum Hartwachs dient bzw. als Weichparaffin abgesetzt wird.

3.) Aufteilung in der Vakuumdestillation. Aus Zahlen von Oktober, November und Dezember ergibt sich:

	<u>Dest. 1</u>	<u>Dest. 2</u>	<u>Rückstand</u>
Toprückstand (T)	17,1	28,4	54,5 %
Fraktionierungsrückstand (F)	22,0	33,0	45,0 "

Es muss dabei berücksichtigt werden, dass diese Zahlen grösseren Schwankungen unterworfen sind, was wohl hauptsächlich auf die schwankende Fehlleitung von Druckparaffin zum Kontaktparaffin (Mitreissen von Paraffin in das Öl der Druckkondensation) und auf die mit der Extraktion der Kontakte schwärende Zusammensetzung des Extraktionsölrückstandes, der in der Fraktionierung nachgeschritten wird und damit zum Kontaktparaffin geht, zurückzuführen ist.

Die Tafelparaffinausbeute aus Destillat 2 T ist ca. 45 - 50 %, bezogen auf den Einsatz in die V-Destillation also ca. 13 %. Die erwähnten Schwankungen bringen es mit sich, dass Destillat 2 T auf 22,5 % und damit die Tafelparaffinausbeute auf 10 % zurückgehen kann.

Die Ausbeute an ölfreiem Weichparaffin 44° für die Herstellung von Plastikwachs beträgt nach bisherigen Schwitzversuchen mit Destillat 1 T ca. 33 % oder bezogen auf den Einsatz in die V-Destillation 5,6 %. Entsprechende Versuche mit Destillat 1 F werden in Kürze durchgeführt.

4.) Plastikwachs. Ein geeignetes Produkt wird erhalten durch Mischung von 70 % Weichparaffin 44° mit 30 % raffiniertem Hartwachs. Bezogen auf den Einsatz an Toprückstand in der V-Destillation erhält man ca. 8 % Plastikwachs.

Es wird festgestellt, dass bei der derzeitigen Herstellung von Tafelparaffin allein aus Mittelrückprodukt, abgesehen von den heissen Sommermonaten für mindestens 8 Monate im Jahr genügend Schwitzkammerraum frei ist, um das erforderliche Weichparaffin 44° herzustellen. Es muss dann so auf Lager gearbeitet werden, dass die an sich geringen Mengen Plastikwachs gleichmässig über das ganze Jahr zum Versand bereit stehen.

Es wird vereinbart, schon jetzt laufend kleinere Mengen Plastikwachs herzustellen, um sein Verhalten beim Verpacken, Lagern etc. zu studieren und um den Interessenten Muster zur Verfügung stellen zu können, die der betriebsmässigen Herstellung entsprechen.

5.) Rechnungsmässiges Ausbringen der Paraffinanlage.

Aus den unter 1.), 3.) u. 4.) angegebenen Unterlagen ergibt sich folgende Übersicht:

Aus Mitteldruckprodukt:

Einsatz V-Destillation II	1,25 m ³ /h =	650 moto
Ausbringen Hartwachs roh	54,5 % =	355 "
Hartwachs raff.		= 320 "
Tafelparaffin	13,0 % =	85 "
Weichpar. 44°	5,6 % =	36 "
Weichpar. unter 44°	25,9 % =	175 "

Für Plastikwachs gehen 16 t Hartwachs raff. ab, sodass 304 moto Hartwachs raff. und 52 moto Plastikwachs anfallen.

Aus Normaldruckprodukt einschl. Extraktionsparaffin:

Einsatz V-Destillation II	0,75 m ³ /h =	410 moto
Ausbringen Kent.-Par. roh	45 % =	185 "
Destillat 1	22 % =	90 "
Destillat 2	33 % =	135 "

6.) Vermehrte Weichparaffingewinnung. Aus einer Bilanz, die das Paraffinausbringen bis zur Primärproduktion zurück verfolgt, ergab sich für den Oktober, dass ca. 300 t oberhalb 320° siedende Anteile infolge der unexakten Schnittverhältnisse in den Destillationsanlagen in den Spalteinsatz für die Schmierölanlage gelangen. Da im gleichen Monat etwa dieselbe Menge für den Versand zur Verfügung stand, so heisst das, dass ca. 600 t oberhalb 320° siedende Kohlenwasserstoffe neben Tafelparaffin und Hartwachs zu gewinnen sind, was aus verschiedenen Gründen von Interesse ist.

Man kann nun so verfahren, die Rückstände der Top- u. Fraktionierungsanlage tiefer als heute zu schneiden z.B. bei 320° statt 340 bis 350° und diesen Mehranteil in der V-Destillation mit dem Destillat 1 abzutrennen. Es würde vereinbart, einen diesbezüglichen Versuch zunächst mit dem Fraktionierungsrückstand vorzunehmen, wobei der Durchsatz von 0,75 - 1,50 m³/h gesteigert werden soll, um festzustellen, ob auch die weit grösseren Toprückstandsmengen ab 320° siedend ohne Nachteil für die Qualität der zur Weiterverarbeitung bestimmten Fraktionen in der V-Destillation durchgesetzt werden können.

7.) Erörtert wurden die Ursachen für die häufigen Rohrreisser im Heisswasserofen im Gegensatz zu dem der Schmierölanlage. Es ist u.U. legiertes Mo-haltiges Material zu verwenden. Inhand einer Zeichnung werden die Rohrleitungsänderungen zur wahlweisen Schaltung der 4 Kolonnen durchgesprochen.

Holteln, den 27.6.42

Betrifft: Unterlagen für einen neuen Vorschlag in der Paraffin-
 Verarbeitung (s. Aktennotiz v. 27.6.42.)

Fraktionierprodukt.

1.) Destillat 1	9,3 m ³ /Tg.	= 7,1 tato	213 moto
Destillat 2	6,1 " "	= 4,7 " "	140 " "
Rückstand	6,2 " "	= 4,8 " "	144 " "
			<u>497 moto</u>

2.) Topprodukt.

Destillat 1	10,0 " "	= 7,7 " "	230 " "
Destillat 2	7,8 " "	= 6,0 " "	180 " "
Rückstand	13,3 " "	= 10,2 " "	305 " "
			<u>715 moto</u>

3.) Hartwachsproduktion.

Rückstand V-Dest. aus Topprodukt			305 " "
Raffinationsverlust 10%			<u>30 " "</u>
Für Plastikwachs			275 moto
			<u>30 " "</u>
			245 moto

4.) Neues Ceresinprodukt.

Rückstand + Destillat 2 a. Fraktionier. Prod.			284 " "
Raffinationsverlust 10%			<u>28 " "</u>
dazu Dest. 2 a. Topprodukt			256 moto
			<u>180 " "</u>
			436 moto

5.) Plastikwachs,
 Schwitzprodukt aus Dest. 1 Topprod.
 dazu Hartwachs raff. 70 moto
 30 "

6.) Weichparaffin 100 moto

a) Zugang aus Fraktionierung u. Topanlage 1 202 "

b) Abgang f. Hartwachs 305 "

f. neues Ceresinprodukt: Kontaktpar. 144 "

g. " " a. Dest. 2 Fraktionier. 140 "

h. " " a. Dest. 2 Topprod. 180 "

f. Plastikwachs a. Dest. 1 Topprod. 70 "

839 moto

Es verbleiben somit als Weichparaffin 373 moto

Aktennotiz

über die Besprechung mit ~~xxx~~

in Holten am 17.5.42

Anwesend:

die Herren:

Alberts

Liben ✓

Schuff

Verfasser:

Dr. Schuff

Durchdruck an:

Waibel

Anwesende

Zeichen:

Datum:

Schu/Pr.

27.6.42

Betrifft:

Paraffinverarbeitung.

In Zukunft sollen laufend 300 - 400 moto Weichparaffin in die Schmierölanlage eingesetzt werden. Es war zu überlegen, ob der durch entstehende Erlösverlust von etwa 15 Pf./kg gegenüber dem bisherigen Verkaufspreis durch Erhöhung der Erzeugung eines besser bewerteten Produktes wie z.B. Plastikwachs oder durch Schaffung einer neuen hochwertigen Wackskombination wieder ausgeglichen werden kann, u.U. unter Mitverwendung des gesamten Tafelparaffins, dessen Erzeugung dann wegfallen würde.

Die Herstellung von Plastikwachs neben Tafelparaffin konnte bisher nur in bescheidenem Umfang erfolgen, da die Kapazität der Schwitzkammern insbesondere in der heißen Jahreszeit unzureichend ist. So wurde bei der Aufnahme der Plastikwachs-erzeugung angenommen, dass aus dem genannten Grunde mindestens 4 Sommermonate ganz auscheiden. Soll die Plastikwachs-erzeugung gesteigert werden, so geht dies nur auf Kosten der Tafelparaffinerzeugung. Ein Umgehen der Schwitzkammern zur Herstellung der Plastikwachs-komponente z.B. durch Auskristallisieren des Ausgangsmaterials (Destillat 1 aus Topprodukt) und Abpressen ist nicht möglich, da die Kühlwasser-verhältnisse unzureichend hierfür sind und im Gegensatz zum Schwitzprozess ein ölhaltiges, also minderwertigeres Material anfällt.

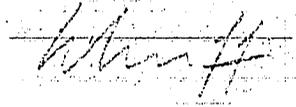
Liben schlägt nunmehr folgende Arbeitsweise vor:

1. Die Tafelparaffinproduktion wird eingestellt. Die Schwitzkammern werden frei für die Verarbeitung des gesamten Anfalls an Destillat 1/Topprodukt auf Plastikwachs, dessen Menge sich dadurch von bisher 30-40moto auf mindestens 100 moto erhöht. Der dazu benötigte Hartwachsanteil (raffiniert) beträgt 30%.
2. Das gesamte Kontaktparaffin und das Destillat 2, beide aus dem Fraktionierungsprodukt, werden raffiniert und durch Zumischung des bisher für die Tafelparaffingewinnung benutzten Destillates 2/Topprodukt zu einem neuen Verkaufsprodukt von Ceresincharakter

- umgearbeitet, hiervon fallen etwa 430 moto an.
- 3) Es verbleibt aus dem Topprodukt nach Abzug der Raffinationsverluste und der für Plastikwachs benötigten Menge eine Hartwachsproduktion von 245 moto.
 - 4) Es verbleibt eine Weichparaffinmenge von etwa 375 moto, die der Schwefelanlage als Spalteinsatz zugeführt werden soll.

Setzt man für das neue ceresinartige Produkt zunächst den Hartwachspreis ein, so führt die neue Arbeitsweise nicht nur zu einem Ausgleich des anfangs genannten Erlösverlustes, sondern auch zu einem beträchtlichen Mehrerlös.

Wie aus einer Zusammenstellung über die Verteilung des Tafelparaffins an die verschiedenen Kunden hervorgeht, ist es nicht ausgeschlossen, dass 75% der bisherigen Tafelparaffinlieferungen auch in Form des neuen Ceresinproduktes erfolgen kann. (In den Monaten Januar/Mai bezog allein Brand-Hamburg 46%, die Ausfuhr nach Italien betrug 31%, der Rest verteilt sich auf verschiedene kleinere Bezieher). Kleiner Mengen Tafelparaffin bis zu 20 moto könnten falls erforderlich jeder Zeit nebenbei hergestellt werden.



Aktennotiz

über die Besprechung mit Herrn Dr. Heinrich von der Hoesch-Benzin G.m.b.H., Dortmund,	Verfasser: Lassmann
in Oberh.-Holteln am 15. Sept. 42	Durchdruck an: die Herren
Anwesend: die Herren	Prof. Dr. Martin Dir. Dr. Hagemann Dir. Waibel Dir. Alberts
Dr. Heinrich (Hoesch)	Lüben
Lassmann (RCH)	
	Zeichen: Datum:
	Abt.Vk. L/Koh. 22.Sept.1942.
Betrifft: Verarbeitungskosten für die Raffination von Rohhartwachs.	

Anlässlich einer Aussprache über die Schlußabrechnung mit Hoesch für das vergangene Geschäftsjahr wurde auch die Höhe unserer Betriebskosten im einzelnen diskutiert und als Vergleich die schon vor längerer Zeit von Hoesch gefertigte Kostenübersicht herangezogen. Herr Dr. Heinrich räumte ein, daß die Grundlagen für die seinerzeit von ihm angefertigte Kostenübersicht sich in der Zwischenzeit zum großen Teil völlig verschoben hätten und daß man selbstverständlich während des Krieges den praktischen Verhältnissen weitgehend Rechnung tragen müsse. Gleichwohl hält er es für erforderlich, die einzelnen Kostenpositionen von Zeit-zu-Zeit miteinander zu besprechen, und wir erklärten uns bereit, dies auch jeweils gern zu tun. Im einzelnen waren es besonders die Positionen der Löhne, der Dampfkosten und des Raffinationsmasseverbrauchs, die in unserer Abrechnung für das vergangene Halbjahr von Hoesch besonders kritisch betrachtet worden sind. Unsere Gesamtausgaben für Löhne sind nicht in dem Maße zurückgegangen, wie dies bei der starken Verminderung des Durchsatzes hätte angenommen werden können. Von uns wurde darauf hingewiesen, daß der Einsatz ausländischer Arbeitskräfte, insbesondere ukrainischer Frauen, verhältnismäßig höheren Aufwand verursacht hat. Die Erhöhung der Dampfkosten im Vergleich zum Durchsatz wurde von uns damit begründet, daß der Dampfaufwand im letzten Halbjahr wegen der bis einschließlich April herrschenden Kälte besonders hoch gewesen ist, und ferner damit, daß die zum Aufhitzen der verschiedenen Behälter erforderliche Dampfmenge nicht wesentlich niedriger wird, selbst wenn sich nur jeweils die Hälfte an Inhalt in den Behältern befindet. Außerdem sei kriegsbedingt eine allgemeine Verteuerung unserer Dampfkosten festzustellen.

Beim Raffinationsmassverbrauch wurde darauf hingewiesen, daß wir eine teurere Kohle verwenden, deren Vorteil jedoch in der Verringerung der Verluste liege.

Ferner kam noch zur Sprache, daß wir bisher überhaupt noch keine Kosten für Forschung und Entwicklung berechnet haben, obwohl in unserem Entwicklungslabor für Hartwachs im allgemeinen laufend erhebliche Aufwendungen erfolgt sind. Herr Dr. Heinrich stellte anheim, daß wir solche Kosten ruhig aufgeben möchten, selbstverständlich unter der Voraussetzung, daß wir Hoesch in Rahmen der vertraglichen Vereinbarungen an den Ergebnissen unserer Arbeiten teilnehmen lassen, was zweckmäßigerweise durch Übersendung eines Laborberichtes geschehen könne. Er regte auch an, daß für bestimmte Arbeiten auf dem Gebiet der Hartwachsuntersuchung eine Zusammenarbeit zwischen unserem Labor und dem der Hoesch-Benzin G.m.b.H. zweckmäßigerweise eingeführt werden soll.

Aktennotiz

über die Besprechung mit **Besichtigung**
der V.-Destillation der Hoesch-
Benzin

Verfasser: **Lüben**

Durchdruck an:

die Herren **Dir. Alberts**
Dr. Schuff
Volk
Knöllinger

in **Dortmund** am **18. 12.** 19 **42**

Anwesend:

Herr Dr. Schuff	}	Ruhrchemie
" Volk		
" Knöllinger		
" Lüben		
" Zweidinger)	Hoesch-Benzin

Zeichen: **Lü./Bl.** Datum: **22. 12. 42.**

Betrifft: Besichtigung der Vakuum-Destillation der Hoesch-Benzin.

Am 18. 12. 42. haben die obengenannten Herren die Vakuumdestillation der Hoesch-Benzin (Bauart Lurgi) eingehend besichtigt. Es wurde dabei festgestellt, daß gewisse nicht unwesentliche Abweichungen der Fahrweise gegenüber der in der Vakuum-Destillation der Paraffin-Anlage der Ruhrchemie bestehen.

Es wird - wie auch bei uns - über 2 Kolonnen gefahren.

In folgenden sind die wichtigsten Momente parallel aufgezzeichnet.

	Hoesch-Benzin	Ruhrchemie
Bauart der Vakuum-Destillation	Lurgie	Heckmann
Zahl der Aggregate	2 Kolonnen	2 Kolonnen
Schnitt des Einsatzproduktes	320°C	340°C
Vorwärmung des Einsatzproduktes	120°C	160°C
Vakuumverhältnis im Vorwärmer	60 mm Hg S. v. absol. 15 mm Hg S. v. absol.	

A/eb. 3020, 4. 40. Kk. 66/ - G/1/40

	Hoesch-Bensin	Ruhrchemie
Temperatur des Materials in der ersten Kolonne	220°C	etwa 200°C
Vakuumverhältnis in der ersten Kolonne	12 mm Hg S v. absol.	15 mm Hg S v. absol.
Temperatur des Rückstandes im Augenblick des Verlassens der Kolonne	nicht über 280°C	300-310°C
Vakuumverhältnis in der zweiten Kolonne	10 mm Hg S v. absol.	15 mm Hg S v. absol.
Vakuumerzeuger	Dampfstrahler	Vakuumpumpe
Raffinierbarkeit des Rückstandes	ausserordentlich gut	schlecht
Anteile - 450°C im Rückstand	etwa 12%	6 - 8%
Stoßpunkt des Rückstandes	84 - 86°C	86 - 90°C

Nach Verlassen der Kolonne II wird bei der Hoesch-Bensin so gearbeitet, daß der Rückstand unmittelbar der Kühlwaise zugeführt wird. Bei der Ruhrchemie wird das Produkt eine ganze Weile in der Destillationsvorlage gelagert. Das Rohmaterial wird bei Hoesch bedeutend schonender als bei uns behandelt.

* Die Temperaturmessung des Produktes wird bei der Lurgi innerhalb der Kolonne, bei der Ruhrchemie etwa 1 1/2 m nach dem Verlassen der Kolonne vorgenommen. Es ist anzunehmen, daß die Temperaturen des Materials innerhalb der Kolonne (Ruhrchemie) etwa 20°C höher sind.

* * Auch für die II. Kolonne gilt das oben Gesagte.

* * * 10 mm Hg S vor absolut sind von Herrn Zweidinger angegeben. Herr Enßlinger hat jedoch festgestellt, daß das Vakuum etwa 2 mm Hg S vor absolut gewesen ist.

Aktennotiz

über die Besprechung mit Herrn Dr. Koch
von der Schaffgotsch-Benzingeseellschaft
m.b.H., Odertal O/S.
Über Vacuum-Destillation und
Raffination von Paraffin

in Odertal am 11.1. 19 43

Anwesend:

Dr. Koch von der Schaffgotsch
Benzin G.m.b.H.Odertal
Lüben von der Ruhrchemie
O.-Holten

Verfasser: Lüben

Durchdruck an:

Herrn Dir. Alberts
Dr. Schuff
Lüben

Zeichen:

Datum:

Lü./Rl.

19.1. 43.

Betrifft: Besichtigung der Vacuum-Destillation.

Am 11.1.43. wurde von mir die Vacuum-Destillation (Bauart Heckmann, Breslau) der Schaffgotsch-Benzin G.m.b.H. eingehend besichtigt. Die Destillation ist für etwa 2,5 t Stundendurchsatz gebaut. Im Gegensatz zu der Vacuum-Destillation der Ruhrchemie sind die einzelnen Aggregate nicht in einer Kolonne zusammengefasst sondern getrennt aufgebaut und zwar so, daß zu jedem Rieselumlaufdestillieraggregat je 2 Kondensatoren und Vacuumvorlagen gehören. Im Prinzip unterscheiden sich die beiden Destillationsanlagen nicht voneinander. Als wesentliches Merkmal bei der Schaffgotsch-Anlage ist zu bemerken, daß der Vacuum-Pumpe 2 Aktivkohlebehälter vorgelagert sind, die wechselweise befahren werden. Dadurch wird erreicht, daß weder Feuchtigkeit noch Paraffinbrüden in die Pumpen gelangen und so das erwünschte Vacuum ohne Schwankung gehalten werden kann. Ferner sind die Überholungsarbeiten an den Pumpen nur selten notwendig. In der Besprechung mit Herrn Dir. Alberts und Herrn Dr. Schuff ist beschlossen, den in unserer Vacuum-Destillation vorhandenen Koksbehälter mit Aktivkohle zu füllen um festzustellen, wie und in welchem Umfange sich diese Maßnahme auswirkt. Gegebenenfalls soll auch bei uns ein größerer Aktivkohlebehälter der Vacuumpumpe vorgelagert werden.

Die Schaffgotsch-Anlage wird mit einem Einsatzprodukt beschickt, welches wie folgt zusammengesetzt ist:

25 % eines über 320°C siedenden Rückstandes der Toppinganlage (Bauart Heckmann, Breslau) und 75 % aus Paraffinvorlagen mit 180 - 190°C Siedebeginn und etwa 22% bis 320°C.

Dieses Gemisch wird auf etwa 170°C vorgewärmt und verläßt das 1. Destillieraggregat mit etwa 220°C. Der Rückstand verläßt das 2. Destillieraggregat mit etwa 290°C. Die Anlage steht unter einem Vacuum von 2 mm Quecksilbersäule vor absolut. Demnach sind die Fahrbedingungen die gleichen wie bei uns. Gefahren wird nach der Penetrometersahl, die zwischen 5 u. 6. liegt. Der Vacuumdestillationsrückstand hat einen durchschnittlichen Stockpunkt von 94 - 95°C und etwa 25% Anteile unter 450°C, ist verhältnismäßig hell und von einer bräunlichen Tönung.

Die Raffination des Produktes wird mit 2 % Carboraffin in einem größeren Behälter, welcher mit einem Rührwerk versehen ist, vorgenommen. Die Filtration läuft über eine Filterpresse Bauart Dehne, Modell XIII. Es werden weder Baumwolltücher noch feines Filtrierpapier verwendet, sondern die Presse wird mit einem starken Rohzellstoffpapier belegt. Das Fertigprodukt ist sehr schön hell. Nach Aussage von Herrn Dr. Koch muß bei Anwendung von Kohle sehr darauf geachtet werden, daß das geschmolzene Produkt so wenig wie möglich mit der Luft in Berührung kommt. Das Raffinationsprodukt im Mischbehälter wird durch eine Kohlenäureschicht vor der Luft geschützt. Nach unsern Erfahrungen ist die Luft zum Rühren in Anwesenheit von Tonsil keinesfalls nachteilig, wenn die Temperatur des Produktes 130°C nicht übersteigt und die Einwirkungszeit nicht über 5 Stunden ausgedehnt wird. Zum Schluss wäre noch zu bemerken, dass das fertige Produkt an die gleiche Kundschaft wie bei uns zum Absatz gelangt und ein Teil des Rohwachses für die I.G. Farben nach Oppau versandt wird.



Aktennotiz

über die Besprechung mit **Herrn Dr. Koch**
von der **Schaffgotsch-Benzingeseellschaft**
m.b.H., Odertal O/S.
über Vacuum-Destillation und
Raffination von Paraffin

in **Odertal** am **11.1.** 19 **43**

Anwesend:

Dr. Koch von der **Schaffgotsch**
Benzin G.m.b.H.Odertal
Lüben von der **Ruhrchemie**
O.-Holtz

Verfasser: **Lüben**

Durchdruck an:

Herrn Dir. Alberts
Dr. Schuff
Lüben

Zeichen:

Datum:

Lu./Rl.

19.1.43.

Betrifft: Besichtigung der Vacuum-Destillation.

Am 11.1.43. wurde von mir die Vacuum-Destillation (Bauart Heckmann, Breslau) der Schaffgotsch-Benzin G.m.b.H. eingehend besichtigt. Die Destillation ist für etwa 2,5 t Stundendurchsatz gebaut. Im Gegensatz zu der Vacuum-Destillation der Ruhrchemie sind die einzelnen Aggregate nicht in einer Kolonne zusammengefasst sondern getrennt aufgebaut und zwar so, daß zu jedem Rieselumlaufdestillieraggregat je 2 Kondensatoren und Vacuumvorlagen gehören. Im Prinzip unterscheiden sich die beiden Destillationsanlagen nicht voneinander. Als wesentliches Merkmal bei der Schaffgotsch-Anlage ist zu bemerken, daß der Vacuum-Pumpe 2 Aktivkohlebehälter vorgelagert sind, die wechselweise befahren werden. Dadurch wird erreicht, daß weder Feuchtigkeit noch Paraffinbrüden in die Pumpen gelangen und so das erwünschte Vacuum ohne Schwankung gehalten werden kann. Ferner sind die Überholungsarbeiten an den Pumpen nur selten notwendig. In der Besprechung mit Herrn Dir. Alberts und Herrn Dr. Schuff ist beschlossen, den in unserer Vacuum-Destillation vorhandenen Koksbehälter mit Aktivkohle zu füllen um festzustellen, wie und in welchem Umfange sich diese Maßnahme auswirkt. Gegebenenfalls soll auch bei uns ein größerer Aktivkohlebehälter der Vacuumpumpe vorgelagert werden.

Die Schaffgotsch-Anlage wird mit einem Einsatzprodukt beschickt, welches wie folgt zusammengesetzt ist:

25 % eines über 320°C siedenden Rückstandes der Toppinganlage (Bauart Heckmann, Breslau) und 75 % aus Paraffinvorlagen mit $180 - 190^{\circ}\text{C}$ Siedebeginn und etwa 22% bis 320°C .

Dieses Gemisch wird auf etwa 170°C vorgewärmt und verläßt das 1. Destillieraggregat mit etwa 220°C . Der Rückstand verläßt das 2. Destillieraggregat mit etwa 290°C . Die Anlage steht unter einem Vacuum von 2 mm Quecksilbersäule vor absolut. Demnach sind die Fahrbedingungen die gleichen wie bei uns. Gefahren wird nach der Penetrometerszahl, die zwischen 5 u. 6. liegt. Der Vacuumdestillationsrückstand hat einen durchschnittlichen Stockpunkt von $94 - 95^{\circ}\text{C}$ und etwa 25% Anteile unter 450°C , ist verhältnismäßig hell und von einer bräunlichen Tönung.

Die Raffination des Produktes wird mit 2 % Carboraffin in einem größeren Behälter, welcher mit einem Rührwerk versehen ist, vorgenommen. Die Filtration läuft über eine Filterpresse Bauart Dehne, Modell XIII. Es werden weder Baumwolltücher noch feines Filtrierpapier verwendet, sondern die Presse wird mit einem starken Rohseilstoffpapier belegt. Das Fertigprodukt ist sehr schön hell. Nach Aussage von Herrn Dr. Koch muß bei Anwendung von Kohle sehr darauf geachtet werden, daß das geschmolzene Produkt so wenig wie möglich mit der Luft in Berührung kommt. Das Raffinationsprodukt im Mischbehälter wird durch eine Kohlenäureschicht vor der SO_2 Luft geschützt. Nach unsern Erfahrungen ist die Luft zum Rühren in Anwesenheit von Tensil keinesfalls nachteilig, wenn die Temperatur des Produktes 170°C nicht übersteigt und die Einwirkungszeit nicht über 5 Stunden ausgedehnt wird. Zum Schluss wäre noch zu bemerken, dass das fertige Produkt an die gleiche Kundschaft wie bei uns zum Absatz gelangt und ein Teil des Rohwaxes für die I.G. Farben nach Oppau versandt wird.

Polysaffgoter Vaccuumdestillation
Einsatzprodukt.

+ 25% Topping: 320°C Siedetemperatur

75% aus Paraffin u. Vorläufer mit

180-190°C Siedetemperatur
bei 320°C 22%

Eintritt 170°C in d. T. Kolonne

Austritt aus d. 1. - Eintritt in die

2. Kolonne 220°C

Austritt aus d. 2. Kolonne

270°C

Rektifikationsst. Stillg. 94-95°C

Austritt unter 450°C u. 25%

Vacuum 2 mm Hg u. 20°C

Rührchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Holten, den 12. Januar 1943
Verw. Pr.

Herrn P a b s t / Herrn L ü b e n

Auszug aus der Aktennotiz v. 8.1.43 über die Bespr.
mit Schaffgotsch am 17.11.1942.

Paraffinanlage.

Die von der Fa. Heckmann gebaute Vakuum-Anlage sieht eine Durchsatzleistung von 2.3t Paraffingatsch/h vor. Zurzeit ist die Anlage mit 1.8t, also 75 %, belastet. Das Einsatzprodukt wird nur teilweise filtriert, dementsprechend müssen die Destillierkolonnen etwa alle 6 Monate gereinigt werden. Der Destillationsofen besteht aus 2 getrennten Fähräumen mit je 7.5 m² Feuerungsraum und 15 m² Rohrheizfläche. Der Gasverbrauch beträgt etwa 350 m³/h Restgas mit etwa 2300 WE.

gez. Alberts

Aktennotiz

Über die Besprechung mit der Firma

H. V. Was-Import-, Export-,
Fabricatie voorheen D. de Wit Hzn.,
Rijswijk bij den Haag,

in Rijswijk am 19. Febr¹⁹ 43

Anwesend: die Herren

D. de Wit }
" " , Sohn } De Wit-Was
" " , Heffe }

Lassmann

RCH

Verfasser: Lassmann

Durchdruck an:

die Herren

Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Walbel
Dir. Alberts
Lüben
Dr. Velde

Zeichen: Datum:

Abt. Vh. L./Kch. 3. März 1943.

Betrifft: Synthetische Hartparaffine und ihre Verarbeitung.

Zusammenfassung.

- 1) Es wurden unsere bisherigen Lieferungen an RB-Hartwachs raff. und an RB-Kontaktparaffin sowie die Lieferungen der Brabag an Makroparaffin besprochen, wobei uns De Wit nähere Ausführungen über die dort durchgeführte Verarbeitung dieser synth. Hartparaffine machte und uns in großen Zügen mitteilte, welche Wege sie dabei beschritten hat.
- 2) Es wurden einige Proben von ^{Produkt} ~~der~~ vorgewiesen, die durch Oxydation und anderweitige chemische Verarbeitung aus Kontaktparaffin gewonnen sind und Fragen der Eigenschaften der synth. Hartparaffine und der daraus hergestellten Fertigerzeugnisse erörtert.
- 3) Ferner berichtete De Wit über die in Holland durchgeführte Lenkung des Einsatzes der aus Deutschland eingeführten synthetischen Hartparaffine und der Ceresine.
- 4) Es wurde die Möglichkeit erörtert, ob wir der Firma De Wit demnächst wieder einmal eine Partie RB-Hartwachs raff. an Stelle von RB-Kontaktparaffin zur Verfügung stellen können und ihr die Übersendung eines Musters unseres synth. Tafelparaffins zugesagt.
- 5) Andeutungsweise wurde der Firma De Wit mitgeteilt, daß wir uns auf besonderen Wegen ebenfalls mit der Herstellung von Oxydationsprodukten aus Paraffin befassen und dabei zu Erzeugnissen mit besonderen Eigenschaften gekommen sind. Die Firma De Wit interessiert sich sowohl für den Bezug wie für die Herstellung der nach unserem Verfahren erzeugten Produkte und fragte an, ob es uns möglich sei, ihr kleinere oder größere Proben davon zu Versuchszwecken zu überlassen.

Da wir der Firma De Wit-Was seit ungefähr einem Jahr RB-Hartwachs raff bzw. RB-Kontaktparaffin liefern und überdies durch die Brabag davon unterrichtet worden sind, daß sich De Wit-Was in Gröden Stille u.a. auch mit der Herstellung von Oxydationsprodukten aus dem Makroparaffin der Brabag befaßt hat, empfahl sich schon lange eine persönliche Fühlungnahme mit diesem Abnehmer.

An und für sich haben wir an der Ausführung von Lieferungen dorthin kein vordringliches Interesse mehr, seitdem die Firma De Wit-Was als Ceresinfabrik anerkannt ist und demnach für die Produkte auch keinen höheren Preis bezahlt als die deutschen Ceresinfabriken. Ein gewisser Vorteil für uns war es jedoch, daß die Firma in den letzten Monaten regelmäßig einen gewissen Anteil unseres Kontaktparaffins aufgenommen hat, das ohnehin nur an Ceresinfabriken geliefert wird und welches von den deutschen Ceresinfabriken mit Ausnahme vielleicht von Schütz, Frankfurt/Main, nicht besonders gern abgenommen wird.

Aus den Mitteilungen der Brabag ging hervor, daß die Brabag die Firma De Wit-Was anfänglich bei der Durchführung der Oxydation des Makroparaffins beraten hat. Die Herren erklärten mir jedoch auf meine diesbezügliche Andeutung, daß sie die Anlage in der Zwischenzeit nach eigenen Ideen ausgestaltet und vollendet haben.

Man erklärte mir übrigens, daß sich die Firma De Wit-Was nicht nur mit der Oxydation, sondern auch mit anderweitiger chemischer Weiterverarbeitung des synthetischen Hartparaffins befaßt und auf diesem Wege bereits zu recht ansehnlichen Erfolgen gelangt sei. Man zeigte mir eine graphische Darstellung über die Verarbeitungsmethoden, denen z. Zt das synth. Hartparaffin unterworfen wird und aus der hervorgeht, daß augenblicklich folgende Arbeitsgänge unterschieden werden:

- 1) Bleichen einschließlich Extraktion und Raffination der ausgebrauchten Bleicherde.
- 2) Raffinieren (z. B. mit Schwefelsäure).
- 3) Oxydieren.
- 4) ~~Anderweitige chemische Verarbeitung (Kondensieren).~~
- 5) Substituieren.
- 6) Spalten.

Für jeden der angegebenen Prozesse waren einige Produkte bezeichnet, die von der Firma De Wit-Was dabei gewonnen wurden, und zu diesen Produkten war dann weiter angegeben, auf welchen Einsatzgebieten sie verwendet werden. Es mögen im ganzen wohl 20 - 25 verschiedene Typen gewesen sein, die in dieser Aufstellung namentlich angeführt waren, und aus der Reihe der Verwendungszwecke fielen mir einige auf, die auch von uns teils für Hartwachs, teils für Wachssäuren und Wachseulgatoren schon bearbeitet worden sind.

Es wurden mir ferner noch einige Proben der von De Wit-Was hergestellten Produkte gezeigt, darunter allein 4 verschiedene Typen von durch Oxydation gewonnenen Säurewachsen. Diese 4 Typen unterscheiden sich wesentlich durch die Säurezahl. Die Type mit der niedrigsten Säurezahl hat eine solche von ungefähr 30. Mir wurde erklärt, daß das rohe Oxydationsprodukt einer Raffinationsbehandlung unterworfen wird, wodurch eine beträchtliche Aufhellung in der Farbe erreicht wird. Es handelt sich jedoch bei dieser Raffination nicht um eine Bleicherdebehandlung. Die Farbe der Säurewaxse war schwarz

kend von hell- bis mittelgelb. Man führte mir auch eine Emulsion vor, wie sie mit Hilfe dieser Säurewaxse hergestellt war.

Den Herren De Wit ist es sehr wohl bekannt, daß bei der Luftoxydation unerwünschte Ketone, Ester, Alkohole und Oxyketone entstehen, und zwar bei steigendem Grad der Oxydation in progressivem Maße. Man richtete an mich die Frage, ob bei der Oxydation auch ringförmige Verbindungen entstehen könnten. Die Herren glauben, daß dieses der Fall ist. Ich stellte ihnen eine schriftliche Stellungnahme hierzu in Aussicht.

Ferner sah ich noch folgende Proben:

- 1) Dunkelbraun gefärbte, bei Raumtemperatur plastische, jedoch nicht zügige Massen, die angeblich ganz aus dem Kontaktparaffin gewonnen worden sein wollen.
- 2) Eine dunkelbraun gefärbte, zähklebrige sirupartige Masse, die Ähnlichkeit mit dem auch bei uns früher schon einzeln aufgetretenen Raffinationrückstand hat, aber aus dem Kontaktparaffin gewonnen sein soll.
- 3) Eine Blige, honigartige Flüssigkeit, gelb, klar durchscheinend, die durch chemische Verarbeitung gewonnen sein soll. Ich sagte den Herren auf den Kopf zu, daß es sich um ein chloriertes Hartparaffin handelt, was sie auch zugegeben haben. Eine kleine Apparatur für die Herstellung solcher Chlorparaffine soll bereits fertiggestellt sein.
- 4) Eine vaselinartige Masse, merkwürdigerweise als Smearolije bezeichnet, die durch "Substitution" rein aus Kontaktparaffin gewonnen sein soll und als Austauschstoff für Vaseline für pharmazeutische Zwecke Verwendung findet. Die Prüfungen beim holländischen Gesundheitsamt sollen die vollständige Herstellungsart und Unschädlichkeit dieses Produktes bereits ergeben haben.
- 5) Ein ziemlich hartes Produkt in der Art unseres RB-Hartwachs raff., welches durch Zerlegung mittels Vacuum-Destillation gewonnen sein soll.

Man sieht, daß sich die Firma De Wit-Was sehr eingehend mit dem synth. Hartparaffin befaßt hat und selbständig Wege beschritten hat, die auch in Deutschland bereits an verschiedenen Stellen begangen worden sind. Es wird von den Herren De Wit auch unumwunden anerkannt, daß es sich bei dem synth. Hartparaffin um einen sehr wandlungsfähigen und vielseitig einsetzbaren Rohstoff handelt.

Über die von holländischer Seite aus durchgeführte Lenkung des Einsatzes der aus Deutschland eingeführten synth. Hartparaffine und Ceresine erfuhr ich folgendes:

Die American Petroleum Company (A.P.C.) hat die Federführung für die Einfuhr der Ceresine, die ungefähr in demselben Umfang nach Holland geliefert werden wie das synth. Hartparaffin. Es sei leider festzustellen, daß die Qualität der eingeführten Ceresinprodukte in den letzten Monaten immer schlechter geworden ist. Die Produkte werden immer gelber, schmieriger und hätten auch teilweise einen sehr störenden Geruch. Je nach dem Grad der Verschmutzung sind die Ceresine, die von De Wit-Was aus dem Kontaktparaffin gewonnen werden, den eingeführten Ceresinprodukten qualitativ weit überlegen. Der Absatz sämtlicher Fertigfabrikate werde von dem Reichsbüro für Erdölprodukte gelenkt. Entsprechend ihrer früheren Beteili-

gung am Absatz darf die Firma De Wit-Was etwa 30 % der von ihr hergestellten Ceresinprodukte selbst nach Maßgabe der vom Reichsbüro ausgehenden Zuteilungen an ihre alten Abnehmer weiterverkaufen. Den Rest der hergestellten Fertigerzeugnisse liefert De Wit an die A.P.C. weiter, von der sie dann auf die übrigen noch am Vertrieb beteiligten Firmen aufgeteilt werden. Die Raffinerie in Haarlem, die einen Teil des eingeführten Kontaktparaffins aufarbeitet, hat früher Vasoline hergestellt. Die Aufarbeitung von Kontaktparaffin ist ihr von Reichsbüro lediglich aus Gründen einer zweckentsprechenden Ausnützung der dort vorhandenen überschüssigen Verarbeitungskapazität übertragen worden. Man kann aber natürlich nicht behaupten, daß Haarlem wirklich eine Ceresinfabrik ist. Trotzdem läßt es sich selbstverständlich nicht umgehen, daß auch diese Mengen zu dem Ceresinfabriken-Freis abgerechnet werden, weil an sich die Verarbeitung durchaus die gleiche ist wie bei De Wit-Was.

Die Preise der verschiedenen eingeführten bzw. in Holland hergestellten Ceresinprodukte werden gepoolt und alle Sorten ohne Rücksicht auf die speziellen Eigenschaften zu einheitlichen Preisen verkauft.

In diese Regelung sind selbstverständlich die Oxydationsprodukte von De Wit-Was nicht einbezogen, da für diese nicht die Reichsstelle für Erdölprodukte, sondern die Reichsstelle für Chemikalien zuständig ist. Das Reichsbüro für Erdölprodukte gibt monatlich eine bestimmte Menge an Kontaktparaffin zur Verarbeitung auf Oxydationsprodukte frei.

De Wit hat von uns nur ein einziges Mal eine Wagenladung EB-Hartwachs raff. erhalten. Die Firma interessiert sich natürlich auch jetzt noch sehr für dieses raffinierte Produkt, legt aber auf der anderen Seite Befürchtungen, daß das Reichsbüro ihr die Einfuhr nicht ohne weiteres gestatten wird, wenn es erfährt, daß es sich bei dem raffinierten Hartwachs gewissermaßen schon um eine "verarbeitete" Ware handelt. Trotzdem wäre es der Firma De Wit sehr erwünscht, wenn sie gelegentlich eine Partie EB-Hartwachs raff. bekommen könnte, da sie bei der Mitverwendung dieses Produktes die Qualität der von ihr hergestellten Ceresine naturgemäß noch steigern könnte. Ich habe in Aussicht gestellt, daß ich bei der nächsten Anforderung versuchen wolle, von der RfM bei uns die Genehmigung zu erhalten, eine kombinierte Ladung von etwa 5 t Hartwachs und 10 t Kontaktparaffin an De Wit zu liefern. De Wit kann ja über ein Drittel seiner Einfuhr selbst verfügen und würde dann das raffinierte Hartwachs ohne weiteres für sich verarbeiten können. In diesem Falle würde das Reichsbüro wahrscheinlich gar nicht mit der Frage befaßt werden.

Ich erwähnte auch, daß wir synth. Tafelparaffin herstellen und versprach den Herren, ihnen gelegentlich ein Muster von dieser Ware zuzusenden.

Bei der Besprechung der von De Wit hergestellten Oxydationsprodukte, ihrer Herstellung und Anwendung deutete ich in geeigneter Weise an, daß auch wir nach einem speziellen Verfahren derartige Produkte gewinnen, die aber gegenüber den von De Wit hergestellten Produkten wesentliche Vorzüge aufweisen. Die Herren von De Wit interessieren sich sehr für dieses Verfahren und baton mich, dieses Interesse ausdrücklich bezeugen zu lassen. Es wurde sogar der Bezug dieser Wachsäuren und -Ester in Erwägung gezogen, und man hat mich gefragt, ob wir nicht

bereit wären, einige Muster zu Versuchszwecken zur Verfügung zu stellen. Ich ließ diese Frage jedoch offen, so daß wir uns selbst entscheiden können, ob wir dem Wunsche entsprechen wollen oder nicht.

Bei der Besprechung der Eigenschaften der synthetischen Hartparaffine brachten die Herren De Wit die Meinung zum Ausdruck, daß die synth. Hartparaffine, und zwar das sogenannte Kontaktparaffin in stärkerem Maße noch einen gewissen Gehalt an Ölen hätten. Sie verstehen darunter ölartige Substanzen von der Art des sogenannten Spindelöls und sind der Meinung, daß derartige Anteile zu etwa 5 - 10 % in den synth. Hartparaffinen enthalten seien. Diese selbe Feststellung wollte vor einigen Jahren auch schon die Firma Schliesmann, Hamburg, gemacht haben. Aus den Kreisen der Ceraminindustrie ist aber später nichts mehr darüber verlautet. Vermutlich handelt es sich dabei um den sogenannten Weichanteil. Ob es sich dabei aber wirklich um viskose ("schlüpfrige") Öle von der Art des Spindelöls handelt, scheint doch mehr als fraglich. Die Herren De Wit machten übrigens auch noch die Bemerkung, daß diese weichen Anteile besonders gute "Sibindende" Eigenschaften hätten. Ich vermerke diese etwas seltsame Bekundung lediglich der Vollständigkeit halber.

Aus der in diesem Zusammenhang geführten Besprechung ergibt sich jedenfalls, daß De Wit für ein besonders hochtemperaturtaugliches, springhartes Zerlegungsprodukt aus Hartwachs Interesse haben dürfte. Dies wurde mir gegenüber sogar ausdrücklich betont.

Herrn L ü b e n ✓

D. 19

Betr.: Veränderung in der Zusammensetzung des Hartwachses.

Bei unserem Hartwachs war beobachtet worden, daß die Erstarrungspunkte in letzter Zeit etwas tiefer lagen und dass das Produkt etwas weicher als in den vorhergegangenen Jahren geworden war. So wurden früher Erstarrungspunkte zwischen 93° bis 96° und jetzt dagegen 85° bis 90° gefunden. Ebenso wären die Penetrationszahlen von ca. 3 bis 5 auf 5 bis 8 in die Höhe gegangen. Diese Veränderungen können durch zweierlei Ursachen bedingt sein.

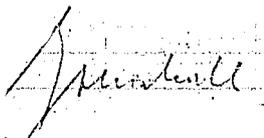
1. Verschiebung der Siedelage
2. Veränderung in der Struktur unseres Hartwachses, also Zunahme der Isoparaffine.

Zur Feststellung, worauf diese Unterschiede zurückzuführen sind, wurden die Siedeanalysen und die Erstarrungspunkte der bei den Siedeanalysen erhaltenen 20°-Fraktionen aus den Jahren 1939 bis 1942 in der beigefügten Tabelle zusammengestellt. Aus dieser, wowie aus Figur 1, in der die mittleren Siedeanalysen der einzelnen Jahre aufgezeichnet sind, ist ersichtlich, daß sich das Siedeverhalten des Hartwachses geändert hat und zwar hauptsächlich, in den mittleren Fraktionen. Während bis 460° die Unterschiede nicht sehr groß sind und im Durchschnitt ca. 9% übergehen, siedeln in den Jahren 1939 und 1940 im Mittel ca. 12% bis 500°, 1941 und 1942 dagegen 32%. Bis 600° siedeln 1939 und 1940 im Durchschnitt ca. 60% und 1941, 1942, 1943 ca. 70%. Seit dem Jahr 1941 sind also mehr Anteile in mittleren Siedelagen zwischen etwa 460 und 560° vorhanden.

Vergleicht man die in Figur 2 zusammengestellten mittleren Erstarrungspunkte unseres Hartwachses bei gleicher Siedelage, so läßt sich feststellen, daß die Erstarrungspunkte innerhalb der Versuchsfehler praktisch dieselben geblieben sind. Es ist deshalb nicht anzunehmen, daß der Gehalt an Isoparaffinen sich in den letzten Jahren vermehrt hat.

Die tieferen Stockpunkte und die höheren Penetrationszahlen seit 1941 sind also darauf zurückzuführen, daß prozentual mehr Anteile in der mittleren Siedelage vorhanden sind. Die Veränderung dürfte, wie aus der Tabelle ersichtlich, wahrscheinlich in der Zeit zwischen Ende Juli und 12. November 1941 erfolgt sein. Da etwa Mitte November 1941 eine Umstellung der Vakuumdestillation in der Paraffin-Anlage von 3 auf 2 Kolonnen erfolgt ist, muß die veränderte Zusammensetzung des Hartwachses hierauf zurückgeführt werden

Ddr.: Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dir. Waibel
Dr. Schuff

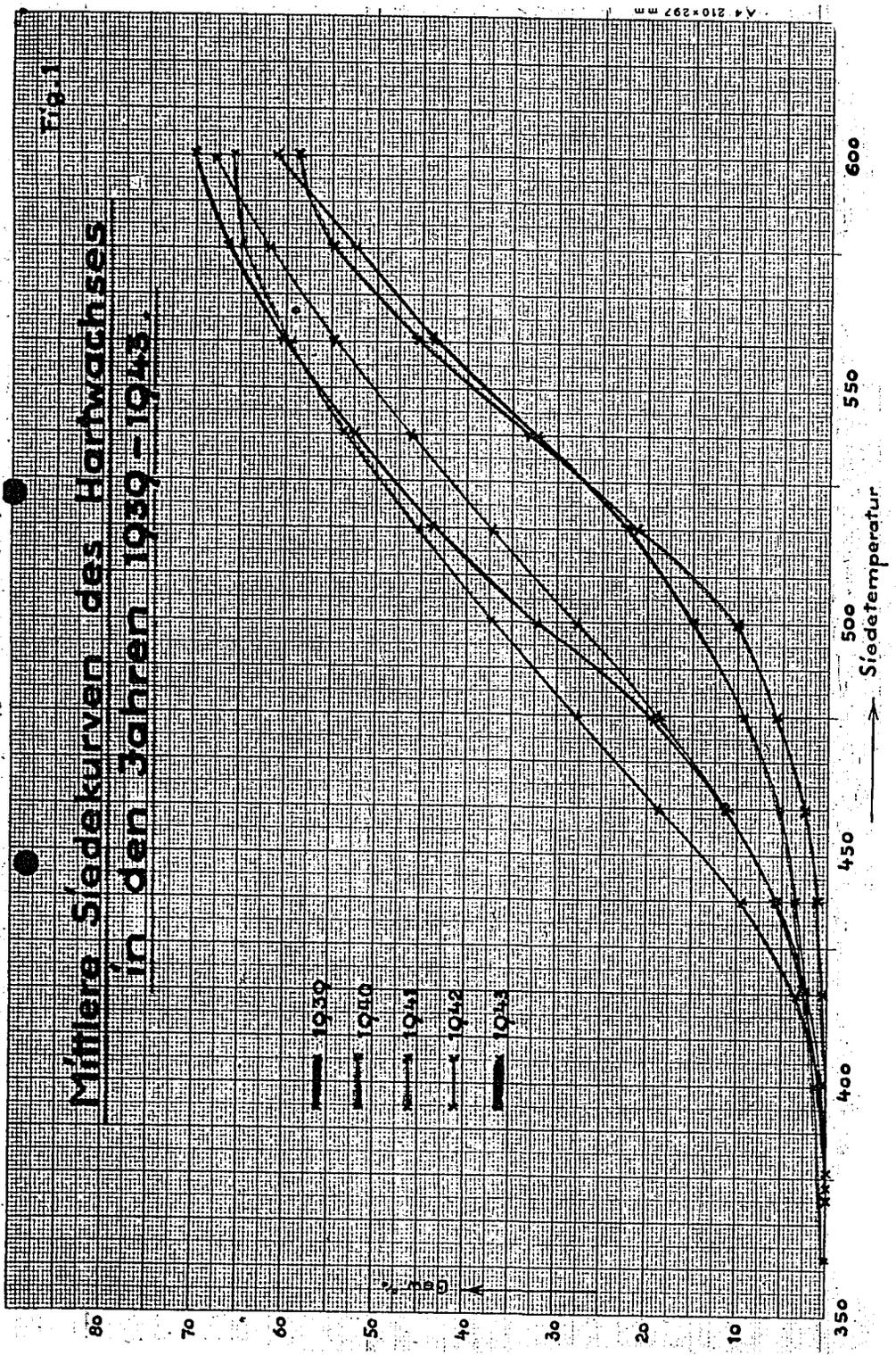


Siedeanalysen des Hartwaxes und Erstarrungspunkte der Fraktionen.

Bezeichnung:	RB D rafi.	CH. 130	CH. 253	Ch. 801	Ch. 981	RB	Ch. 896	Ch. 1-10 18	Ch. 930 933, 936 II. 42	RB	RB	RB	Ch. 795	Ch. 431
Datum:	15.7.39	5.8.39	28.2.40	3.9.40	30.10.40	21.7.41	22.12.41	I. 42	6.2.42	20.6.42	11.-21. 12.42.	22.2.43	13.10.43	
Siedebeginn °C	385	338	450	345	314			370	370	400	380	400	385	
- 400 %		3,02		0,75			0,2	0,9	1,04	1,2	0,4		0,58	
- 420 %		4,52	0,53	2,21		1,16	1,72	2,55	2,85	2,9	2,1	1,14	2,86	
- 440 %		6,25	1,56	5,36		4,18	6,34	5,98	4,82	5,8	7,8	4,0	6,36	
- 450 %					7,1									
- 460 %	1,83	9,05	4,61	8,97		22,14	14,99	12,43	10,57	11,8	12,0	9,3	12,51	
- 480 %	4,07	14,66	13,61	8,97		31,12	24,57	20,18	21,55	18,4	20,4	16,86	21,31	
- 490 %														
- 500 %	7,52	22,33	2,21	19,30		38,88	35,36	28,76	32,17	27,6	32,9	30,66	33,21	
- 510 %					13,4									
- 520 %	14,10	30,42	5,59	29,78		46,28	43,86	37,82	39,23	37,6	45,0	43,51	43,71	
- 530 %					26,4									
- 540 %	25,8	38,77	18,23	38,70		55,20	52,12	47,47	48,95	46,0	54,5	51,93	52,51	
- 550 %					3,97	41,9								
- 560 %	40,72	47,63	34,73	52,80		62,00	56,00	55,83	58,35	53,7	63,1	60,93	59,51	
- 580 %	52,59	52,07	44,37	61,44		69,00	60,68	62,63	64,95	60,3	70,1	66,63	65,31	
- 590 %					54,6									
- 600 %	63,81	58,87	52,17	65,70		75,65	66,74	69,30	71,37	66,8	76,1	71,33	69,51	
Erstarrungspkt. am Fot. Therm.														
400 - 420				43		43,0	45,33	46	38,5		45,5		43,9	
420 - 440				45		47,0	38	49	43		48,5	44,0	44,0	
440 - 460				47		52,5	44	52	47		51,5	50,0	49,0	
460 - 480				50		57,5	51,5	57	52		55,5	54,5	53,5	
480 - 500				54		60,0	57	60	57		59	58,5	58,5	
500 - 520				58		63,5	62	63,5	62,5		62,5	62,5	63,5	
520 - 540				62,5		68,9	66,5	67	67		67	67,8	68,5	
540 - 560				67		72,0	70,5	70,5	71		71	71,0	72,2	
560 - 580				71,5		76,0	73,6	74	76		75	75,5	77,0	
580 - 600				80,6		79,0	75,0	78	78,5		78,5	79,0	81,0	
600 - 620				90,0		82,0	77	82	81		83,0	83,0	84,0	
Rückstand				97							9	93,0	99,0	

Mittlere Siedekurven des Borwaaehses in den Jahren 1939-1943

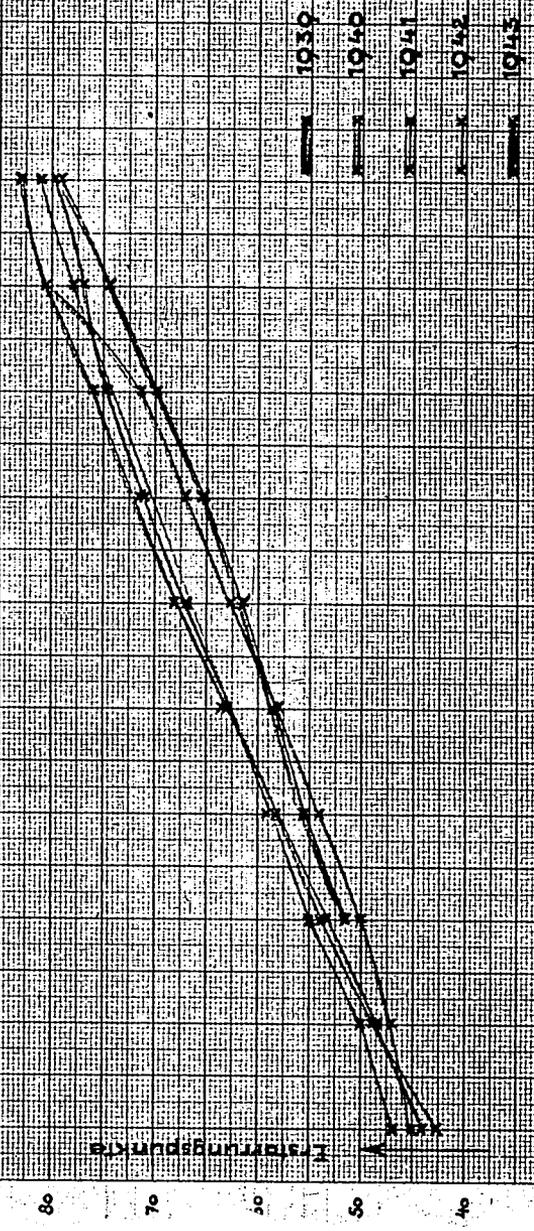
Fig. 1



A 210x292 mm

Fig. 2

Mittlere Erstarrungspunkte des Hartwachses in den Jahren 1939 - 1943.



A 210x297 mm

400 420 440 450 500 550 600

Siedetemperatur