

3441-30/5.07-6

000907

Paraffin Wax

Commercial Correspondence

1935-42

*Bongin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten*

000908

W. Apffel

Abt. Vk N/HK.

Oberhausen-Holtten, den 12. Januar 1942

Herrn Dr. R o e l e n !

Betr.: besonders hochstockendes plastisches Hartparaffin.

Es wäre sehr interessant, daß von Ihnen neuerdings labormäßig gewonnene, besonders hochstockende Hartparaffin auf seine elektrischen Eigenschaften untersuchen zu lassen.

Wie gelegentlich unserer Unterredung schon erwähnt, hatten wir im November v.J. mit Herrn Dr. Prinz vom Transformatorenwerk der Siemens-Schuckertwerke AG., Nürnberg, eine Besprechung in Holtten, (Aktennotiz Niemann vom 19.11.41) bei welcher wir hörten, daß als Isoliermittel für Trockentransformatoren

ein hochschmelzendes Produkt mit einem Tropfpunkt von mehr als 110°C gesucht wird, welches nicht zu spröde ist und nicht zu große Schrumpfungseignung besitzt, damit eine Ribbildung beim Erkalten unbedingt vermieden wird.

Ihr neues Produkt scheint diese Eigenschaften nun durchaus zu haben - im Gegensatz zu unserem RB-Hartwachs raff., welches zu spröde ist und einen zu niedrigen Tropfpunkt hat - so daß die Annahme naheliegt, hier das gesuchte Produkt geschaffen zu haben, zumal die Farbe für den gedachten Zweck vollkommen gleichgültig ist

Wir bitten Sie daher, gemäß dem Ihnen zugehenden M-Auftrag Nr. 1643 an die Siemens-Schuckertwerke, Transformatorenwerk, z.Hd. Herrn Dr. Prinz, Nürnberg, eine 5 kg Probe zu Untersuchungszwecken zu übersenden. - Der Firma ist von uns heute entsprechend geschrieben worden.

Verkaufsabteilung.

Drdr.: / Ma.
Hg.
W.
A.

W. Apffel

~~Oberhausen-Holten, der 14. 12. 1940~~
Abtg. FL Roe/G1.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

000900

Herrn J a c o b .

Betr.: Paraffin-Hydrierung.

Bei der Umstellung der Großanlage werden vermutlich die über 330° siedenden Anteile größere Mengen an sauerstoffhaltigen Bestandteilen (Alkohole) enthalten als bisher. Man befürchtet, daß dieser Umstand eine Qualitätsbeeinträchtigung zur Folge hat. Es besteht die Möglichkeit, im Großbetrieb eine Hydrierung unter relativ einfachen Bedingungen durchzuführen. Die Frage ist, ob dabei eine Entfernung der sauerstoffhaltigen Bestandteile bewirkt werden kann. Dies müßten wir durch Versuche feststellen.

Wir sollten daher Versuche aus Kobalt-Wassergas-Kreislauf-Synthese der D.V.A., und zwar die über 320° siedenden Anteile als Ganzes oder als Fraktion (Weichparaffin, Hartparaffin) einer Hydrierung unterziehen mittels unseres Normal-Kobalt-Katalysators bei 180 - 250° und bei maximal 10 atü. Vorher und nachher ist der Gehalt an Sauerstoff bzw. die Hydroxyd-Zahl zu ermitteln.

gez. Roelen

Ddr.: Bü.
Fl.
Sch

Abt. Vx. L./Schr.

000910

~~Handwritten scribbles~~
Herrn Dr. Hagemann.

durchlaufend bei Herrn Dir. Alberts.

R

Betr.: Emulgator für RB-Hartwachs (Hartparaffin).

Die Reichstellen erstreben (zur Lösungsmittel- und Tafelparaffin-Ersparnis) eine möglichst weitgehende Ersetzung ihrer bisher gebräuchlichen Bohnermassen durch Wassereulsionen, obwohl diesen noch die in meinem Bericht über die letzte Unterredung mit den Sidolwerken erwähnten erheblichen Nachteile anhaften.

Für Tafelparaffine gibt es bereits geeignete Emulgatoren, für Hartparaffine (RB-Hartwachs) oder auch dessen Mischungen mit Tafelparaffin sollen aber noch keine Emulgatoren gefunden worden sein.

Die Sidolwerke haben die gebräuchlichen Paraffin-Emulgatoren

Emulphor	(I.G.)
Emulgenal	(Chem. Fabrik Oranienburg)
Türkischrotolbasis	?
Rininsolulicoste	?
Tristanolasin	(I.G.)

bereits ohne Erfolg durchprobiert.

Die Einsatzmöglichkeit von RB-Hartwachs für den Teil der Bodenpflegemittel, die künftig als Wassereulsionen hergestellt werden sollen, ist von der Lösung dieses Problems abhängig.

Man bittet uns, dieser Frage besondere Aufmerksamkeit zu widmen.

Bei dem I.G.-Wachs OZK (wir haben ein Muster dieser Ware hier) ist die Frage der Emulsionsbildung gelöst, dagegen ist hier die Stabilität schlecht.

Sollen wir uns an Spezialfirmen (bespw. Byk-Gallen) wenden?

D'druck: Ma, R.
W, Tr,
A, V.
Lü,

Durchschrift

Oberhausen-Holten, den 23. Juni 1938.
RB Abtlg. BVA Lchm/Stg.

000911

Has
Herrn L ü b e n .

Betr.: Paraffin von Fa. Zuhlmann-Frankreich.

Vakuumdestillation bei 15 mm Q.S.:

Ausgangsmaterial: E.P. = 73°C

Ausbeute: Fraktion bis 310°C (bei 15 mm) = 64,6 Gew. %
Rückstand = 35,4 "

Destillat bis 310°C : E.P. = 49°C

Rückstand : " = 86°C

Proben von Destillat und Rückstand, sowie der Rest
des Ausgangsmaterials gehen Ihnen gesondert zu.

Titus

Fre

A B S C H R I F T

Abnahmebedingungen für synthetisches Ceresin.

000912

BVA 29. 3. 38
Koc

1) Aussere Beschaffenheit.

Farbe weiss bis hellgelb, Struktur dicht und amorph

2) Tropfpunkt.

Der Tropfpunkt nach Ubbelohde soll nicht unter 60° und nicht über 75° liegen. Bei 85° soll die Schmelze klar sein und keine Flocken von höher schmelzenden Wachsanteilen enthalten.

Harzparaffin

3) Gehalt an Fremdfarbstoffen.

Der alkoholische Auszug soll nach Möglichkeit farblos sein und soll zumindest beim Zusatz von Säuren und Alkalien keine Farbumschläge ergeben,

4) Mineralische Bestandteile.

Der Gehalt an mineralischen Stoffen soll nach dem Veraschen höchstens Spuren betragen.

5) Gehalt an wasserlöslichen Stoffen.

10 Gramm Material werden mit 20 g dest. Wasser heiß extrahiert. Der wässrige Auszug darf mit Ag NO₃-Lösung und mit Ba Cl₂-Lösung höchstens eine geringe Trübung ergeben und gegen Methylorange und Phenolphthalein neutral sein.

6) Säuregehalt.

Die Säurezahl des in einem Benzol-Alkoholgemisch 2 : 1 gelösten Materials soll unter Verwendung von Alkaliblau 6B als Indikator nicht über 0,1 liegen.

7) Kupferbeständigkeit.

Ein blanker Cu-Draht und Ag-Draht sollen nach 2-stündigem Erwärmen auf 85° von der Masse nicht sichtbar angegriffen werden.

8) Dielektrischen Eigenschaften.

Der spezifische Isolationswiderstand des Materials soll nach Entfernen der mechanischen (Filtrieren) und gasförmigen (Entgasen bei 80 - 90° im Vacuum) Verunreinigungen bei einer Feldstärke von etwa 2000 Volt/cm bei 80°C nicht unter 5 · 10¹³ und bei 50° nicht unter 1 · 10¹⁶ Ω cm liegen. Der dielektrische Verlustwinkel bei 800 Hz soll zwischen 20° und 80° annähernd konstant sein und nicht über 30 · 10⁻⁴ liegen. Die Dielektrizitätskonstante soll bei 80° C unter 2,3 liegen.

Sche/Bo

19.3.38

- 1) Lohm
- 2) Bach Ba
- 3) Brückner Zü
- 4) He. W.
- 5) Handgrop
- 6) Kell...

gez. Schulze

Oberhausen-Holtten, den 25. Aug. 1937.
RB Abtlg. EVA Roe/Stg.

000913

HPW

Herrn Dr. L o c h m a n n .

Betr.: Aufspaltung hochschmelzender Paraffine.

Wie aus den beiliegenden Kopien zu ersehen ist, hat für die Herstellung von Fettsäuren aus unseren Paraffinen die Umwandlung der hochschmelzenden Paraffine in niedriger schmelzende insofern Interesse, als die hochschmelzenden sich nicht so gut oxydieren lassen. Ich bitte daher, Versuche über das Verhalten unseres Hartparaffins beim Erhitzen anzustellen; zunächst qualitative, um schnell einen Überblick über das Verhalten zu gewinnen und dann folgende Bedingungen genauer zu untersuchen:

Erhitzen von hochschmelzendem Paraffin in geschlossenem eisernen Kessel unter Luftaufschluß, beispielsweise in Stickstoffatmosphäre,

- a) ausgehend von HP "V",
- b) " vom Rohprodukt der Drucksynthese,
- c) " von steigendem Gasvordruck.

Erforderlich ist eine Herabsetzung des Schmelzpunktes bis auf rund 50°.

3 Aufg.

Roe

Oberhausen-Holten, den 13. 8. 1937

000914

Herrn Dr. Roelen.

15/8 37

Betr.: Aufspaltung hochschmelzender Paraffine.

Herr Professor Dr. Martin bittet, Versuche über die Umwandlung der bei der Drucksynthese anfallenden hochschmelzenden Paraffine in niedrighschmelzende durchzuführen. Nach den Angaben des K.W.I. (Herrn Dr. Pichler) soll es möglich sein, Paraffin mit Schmelzpunkten von 90-100°C durch einfache Destillation, vermutlich im Vakuum, ohne Gasverlust, in Paraffin mit Schmelzpunkten von etwa 50°C umzuwandeln.

Aus dem beiliegenden Schreiben von Herrn Dr. P. Schneider ersehen Sie, daß die hochschmelzenden Paraffine zur Oxydation ungeeignet sind. Leider sind uns keine genauen Ausbeuten angegeben worden, so daß man sich kein Bild über die wahre Oxydationsausbeute machen kann.

Vellm

Ministerpräsident Generaloberst Göring
Beauftragter für den Vierjahresplan

Arbeitsgebiet Repler:
Industrielle Fette und Öle

Berlin B 8, den 10. August 1937
Behrenstr. 39A
Fernruf: 21 6 5861
Dr. Schn. II/Ho.

000915

Tgb. Nr. 2031

RUHRCHEMIE
11. AUG 37 04316
Beantwortet am: 28.8.37

An die
Ruhrchemie Aktiengesellschaft,
Oberhausen - Holten

Betr.: Paraffinoxidation - Ihr Zch.: Verw. V/Ko.

Sehr geehrter Herr Professor Martin !

Ich erhielt Ihr Schreiben vom 29. Juli 1937 und unter dem 6. d. Mts. das Ergebnis der Oxydationsversuche mit den von Ihnen übersandten Paraffinproben. Es ergab sich, daß die Fraktionen 2 und 3 für die Oxydation durchaus geeignet sind. Die Ausbeute war befriedigend und solche Produkte werden sich ohne Schwierigkeiten in normalen Oxydationsansätzen verarbeiten lassen. Nicht dagegen war geeignet Probe 1 vom Schmelzpunkt 80 und die Paraffinmischung unter 4, die ja wohl eine Mischung der ersten drei Proben darstellt, wenn ich es recht verstehe.

Ich versuche nun, diese Probenbezeichnungen mit dem Versuchsprotokoll Nr. 296 vom 21. 6. 37 über Paraffingewinnung bei der Drucksynthese in Übereinstimmung zu bringen, das Sie mir liebenswürdigerweise am 28. 6. 37 hier in Berlin persönlich übergaben. Es heisst da:

Charakter des Paraffins (zerlegt mit Aceton)

50	Gewichts-%	mit Erstarrungspunkt	47°
28	"	"	78°
22	"	"	101°

Ich gehe wohl nicht fehl, wenn ich darin den Anteil mit dem Schmelzpunkt 47° parallel setze mit den Proben 2 und 3 in Ihrem Schreiben vom 29. 7. 37. Das würde bedeuten, daß wir zu einer für die Oxydation brauchbaren Paraffin-Ausbeute von etwa 25%, bezogen auf das Gesamtausbringen an synthetischen Produkten, gelangt sind. Von den anderen 50% muss ich anneh-

Prof.

Martin
Vorname

men

men, daß sie für die Herstellung von Fettsäure nach dem bisherigen Verfahren nicht geeignet sind. Es ist also ein gewisser Fortschritt erzielt; allerdings wird man die aus dem Druckofen ausgebrachte Paraffinmischung durch Destillation von den unbrauchbar, höheren 50% befreien müssen. Es würde mich interessieren, ob Sie eine Möglichkeit sehen, die Ausbeute an niedriger schmelzenden Anteilen zu steigern, etwa durch eine teilweise Krackung.

Herr Direktor M ü l l e r von Krupp teilte uns mit, daß der neue Druckofen nur noch geprüft werden müsste und dann zur Ablieferung bereit wäre. Hoffentlich können so bald die Versuche anfangen.

Heil Hitler!

i.A.

Dr. Paul Schneider

(Dr. Paul Schneider)

Oberhausen-Holten, den 19. Juli 1937

000917

Herrn Dr. Klein.

Betrifft: Hartparaffin "W".

Bei der Filterung des Hartparaffin-Absetzrückstandes in der B-Anlage wird nur eine Ausbeute von 30 % gereinigtem Hartparaffin "W" erzielt. Der dort verbleibende Rückstand besteht vorwiegend aus Paraffin ~~und enthält~~ und enthält weiter in einem noch nicht genau bestimmten Verhältnis Kontaktstaub.

Es ist zu erwägen, ob und auf welche Weise der in dem Absetzrückstand enthaltene Kontaktstaub wegen seines Kobalt-Thoriumgehaltes rückgewonnen werden soll. Herr Lüben befürchtet, dass wenn der nach dem Abfiltern verbleibende Rückstand extrahiert wird, infolge der pyrophoren Eigenschaften des Extraktionsrückstandes die Gefahr der Entstehung von Explosionen gegeben sei, weshalb dieser Filterrückstand nicht ohne weiteres, wie von mir beabsichtigt, beispielsweise an die Berliner Firma "Chemieprodukte" abgegeben werden könne. (Diese Firma verarbeitet paraffinhaltige Rückstände zu Isolierbandagen usw.)

Ich schlage vor, durch Untersuchungen den Anteil an Kobalt und Thorium in diesem Absetzrückstand aus der Katorfabrik und dem Filterrückstand (nach Gewinnung des gereinigten Hartparaffins in der B-Anlage) festzustellen und zu diesem Zweck zwei geeignete Proben an die Abt. BVA zu geben.

D'druck: Roe.
Lü.

BVA: 19. 7. 37

hergestellten Ceresinen gleichgeschaltet werden können. Sie hätten erkannt, daß es sich bei diesen Stoffen um völlig neue Produkte handelt. Die letzten Versuche hätten aber ergeben, daß sie doch in gewissem Umfang bei der Bohnermassen- und Schuhkreme-Herstellung, und zwar vornehmlich zur Streckung des Tafelparaffins, eingesetzt werden könnten. Die von Herrn Prof. Gräve seinerzeit veröffentlichten Versuche seien bei Werner & Mertz nachgeprüft worden. Die Ergebnisse, die Herr Prof. Gräve in Bezug auf die Lösungsmittelhaltefähigkeit der Hartparaffine gefunden habe, hätten sich im wesentlichen bestätigt. Gleichzeitig hätten sie gefunden, daß die Beimischung der Hartparaffine zu den Tafelparaffinen eine Homogenisierung der Pasten herbeiführt, in der Richtung, daß die kristalline Struktur, die den Tafelparaffinen eigen ist, durch die Zumischung von Hartparaffin nach der amorphen Seite hin verändert wird. Gleichzeitig zeige sich die von Herrn Prof. Gräve behauptete bessere Bindung von Lösungsmitteln, diese jedoch nur bei gleichzeitiger Verwendung von Ozokeriten. Die Farbe unserer Hartparaffine spiele insbesondere bei der Schuhkreme-Herstellung, die für Werner & Mertz ein Hauptgebiet darstelle, keine wesentliche Rolle.

Die Herren sind der Meinung, daß in dem vorliegenden Fall eine unmittelbare Belieferung durch uns keine nachteiligen Folgen für unsere Geschäftsverbindung mit den Ceresinfabriken haben werde, da es sich hier im wesentlichen um einen zusätzlichen Bedarf handle, der den Bedarf der Werner & Mertz A.G. an raffinierten Ozokeriten und sonstigen von den Ceresinfabriken bezogenen Wachsen nicht beeinträchtigt. Unseren ursprünglichen Bedenken, diese Geschäfte mit den Großverbraucherfirmen unmittelbar zu tätigen, wenn es sich bei unseren Produkten um den Ersatz für Ozokerite und Ceresine handle, bringen die Herren Verständnis entgegen. Sie weisen jedoch darauf hin, daß für sie die Hartparaffine lediglich zur Streckung und Verbesserung der Tafelparaffine dienen sollen, und daß nach wie vor bei der Fabrikation derselbe Zusatz an Ozokeriten und sonstigen Wachsen erforderlich sei.

Allerdings wird behauptet, daß damit auch die Preisgrundlage für unsere Hartparaffine in etwa gegeben sei. Denn die Herstellungskosten für Bohnermassen und Schuhpflegemittel dürften durch die zusätzliche Verwendung von Hartparaffin nicht wesentlich erhöht werden. Die Herren weisen darauf hin, daß ihre Selbstkosten heute schon durch den Zwang der Verwendung wesentlich teurerer Ersatzpackungen stark

000920

Blatt 3

zur Aktennotiz vom 15. Juli 1937 (betr. Werner & Mertz).

gestiegen seien; eine weitere Verteuerung der Herstellungskosten in diesen Artikeln sei jedoch untragbar.

Die von mir vorgetragene Preisidee von RM 1,— bis RM 1,20 je kg unseres Hartparaffins findet unter diesen Gesichtspunkten keine hoffnungsvolle Beurteilung. Ich deutete an, daß wir u.U. auch darüber noch zu Verhandlungen bereit wären, daß aber der Durchschnittspreis für die beiden Sorten angesichts unserer Entstehungskosten im wesentlichen in der Nähe von RM 1,— je kg liegen müsse. Das den Herren gleichfalls geseigte Muster des vorgereinigten Hartparaffins "W" wird einer Prüfung unterzogen werden. Die Herren wollen untersuchen, ob eine Verwendung dieses Materials bei einem Preis von RM 85,— für 100 kg möglich ist. Sie bitten um Überlassung einer größeren Probe dieser Ware, die Ihnen zugesagt wurde.



R

J.-G. Farbenindustrie A.-G. Ludwigshafen a/Rh. d. 9.6.37

Ruhrchemie A.-G.

Oberhausen-Holten.

Ihre Zeichen:
Abt. Vkl./Ke.

Ihre Nachricht vom
3.6.37

Unsere Zeichen:
Dr. Ke/Hfm.

Betr.: Hartparaffin.

In Beantwortung Ihres Schreibens vom 3. ds. Mts. möchten wir Ihnen folgendes mitteilen:

Proben der von Ihnen übersandten Hartparaffine haben wir unter Verwendung der bei uns üblichen Oxydationskatalysatoren mit Luft oxydiert. Die Paraffine waren gut oxydierbar, wesentliche Unterschiede zwischen einzelnen Sorten bestehen hierbei nicht. Die Ausbeute und die Qualität der Fettsäure ist von den Oxydationsbedingungen, insbesondere der Temperatur, abhängig. Bei geeigneter Wahl der Oxydationsbedingungen läßt sich trotz des hohen Molekulargewichts des Hartparaffins eine befriedigende Ausbeute an Fettsäuren für Seifen und Fette erzielen. Versuche, die Ausbeute noch weiter zu verbessern, sind im Gange. Farbe und Geruch der erhaltenen Fettsäuren sind sehr gut.

Auch der uns übersandte gewöhnliche Fischer-Gatsch ist gut oxydierbar und liefert brauchbare Produkte in guter Ausbeute.

Mit Deutschem Gruß

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT.

000922

HartparaffinAktennotiz

Herrn
über die Besprechung mit
Schulze von der AEG, Kabelwerk
Oberspree, im Hotel Fürstenhof,
Berlin.

Verfasser: LassmannDurchdruck an:

Prof. Dr. Martin

Direktor Waibel

Direktor Alberts

Dr. Roelen

Lüben

BYA: 13. 5. 37

in Berlin am 30. 4. 19 37

Anwesend:

Schulze AEG

Lassmann Ruhrchemie
Niemann

Zeichen:

Abt. Vx. L/Ke.

Datum:

12.5.37

Betrifft: Paraffin und Vaseline.

1. Herr Schulze erklärte, dass die bisherigen Untersuchungen der von uns beauftragten Hartparaffine die Brauchbarkeit für Zwecke der Fernmeldetechnik nahezu mit Sicherheit ergeben hätten. Es sind jedoch noch Versuche erforderlich, zu deren Durchführung das Zentrallaboratorium für Fernmeldewesen um Übersendung einer Tafel unseres Hartparaffins "V" und "W" bittet. Ich habe die kostenlose Übersendung je einer Tafel dieser beiden Hartparaffinsorten sowie unseres Tafelparaffins zugesagt. Herr Schulze beabsichtigt, alsbald auch einen technischen Grosversuch mit unserem Hartparaffin "V" zu machen, zu welchem dann ca 100 kg dieser Ware durch die Zentrale bei uns abgerufen würden.

2. Die Eigenschaften, die unser Hartparaffin für das spezielle Verwendungsgebiet der Fernmeldetechnik haben soll, werden von Herrn Schulze wie folgt beschrieben:

Das Material soll möglichst neutral sein. Es soll isolationsfest sein, d.h. über gute dielektrische Eigenschaften verfügen. Der geringe Gehalt an Oxyfettsäuren, der unserem Hartparaffin durch seinen Geruch noch anzumerken ist, schadet nach Meinung von Herrn Schulze nichts, da die natürlichen Ozokerite und Ceresine wesentlich höhere Fettsäuregehalte haben. Besonders wertvoll ist die Ab-

wesenheit organischer Säuren, da selbst Spuren davon bei der Verwendung des Hartparaffins als Isolationsmittel im Fernmeldewesen, stören würden. Das Hartparaffin soll bei der Erhitzung im Vacuum keine Veränderungen hinsichtlich seiner elektrischen Eigenschaften erleiden. Nach den bisherigen Ergebnissen der von der AEG durchgeführten Versuche ist dies bei unserem Hartparaffin auch nicht der Fall.

Die dielektrischen Konstanten der chlorierten Wachse der I.G. liegen bei ungefähr 4 - 5, die unseres Hartparaffins wesentlich günstiger bei 2 - 2,5. Die Korrosionsbeständigkeit unseres Hartparaffins soll allerdings nicht so gut gewesen sein wie die dieser I.G.Wachse. Die Untersuchungsmethoden (Einhängen von Kupferdrähten in die erhitzten Stoffe) seien aber etwas unvollkommen gewesen und man wolle hier noch exaktere Versuche folgen lassen. Die chlorierten Wachse werden vor allem in der Kondensatorenfabrik verwendet.

Über den Preis wurde nur ganz unverbindlich gesprochen. Ich nannte für die AEG als Verbraucher bei Abnahme grösserer Mengen einen Preis von RM 1,50 je kg, der ungefähr mit den jetzigen Bezugsbedingungen für Ceresine usw. übereinstimmen soll. Nach Ansicht von Herrn Schulze kommt die Preisfrage erst in zweiter Linie in Betracht. Die Verwendung des Materials in der Fernmeldetechnik als besonders geeigneter Isolierstoff würde unter Umständen auch einen sehr hohen Preis rechtfertigen.

3. Herr Schulze ist gebeten worden, uns den ungefähren jährlichen Bedarf der AEG an Hartparaffin bekannt zu geben. Herr Schulze will uns über die Verwendbarkeit des Hartparaffins für die Kondensatorenherstellung berichten.

Betrifft: Vaseline.

Die AEG verwendet zu Isolationszwecken in grösserem Umfange auch Vaseline. Da man aus Öl und Paraffin eine sogenannte Kunstvaseline herstellen kann, die als Isoliermaterial verwendet wird, hält Herr Schulze es für durchaus denkbar, aus unseren synthetisch-erzeugten Rohstoffen besonders hochwertige, für elektrische Zwecke geeignete Kunstvaseline herzustellen. Bevor wir diese Frage jedoch prüfen können, soll uns die AEG angeben, wie gross der Bedarf z.Zt. für solche Vaselinen ist und welchen Preis sie dafür bezahlen könnte. Es ist daran gedacht, vaselineähnliche Pasten aus unseren synthetischen Ölen und Hartparaffinen bzw. Tafelparaffinen anzufertigen, wie dies in kleinen Versuchen im Labor bereits gemacht worden ist.

I. Ausfertigung

Chem. Laboratorium u. Petroleuminstitut
Dr. RUDOLF KOETSCHAU
und
Dr. GERHARD SCHMITT
HAMBURG 36
Königsstrasse 21-23

000924

Dr. Rudolf Koetschau
Beidigter Handelschemiker
Bankkonto: Deutsche Bank und
Disconto-Gesellschaft, Filiale
Hamburg, Dep.-Kasse J
Privatfernsprecher: 46 06 77

Dr. Ing. Gerhard Schmitt
Beidigter Handelschemiker
Postcheckkonto: Hamburg 27435
Privatfernsprecher: 58 29 83

Dr. K/R

Fernsprecher: 34 68 37
Drahtanschrift: Chempetrol

**Fachgebiete: Mineralöle,
Betriebsstoffe, Asphalte,
Kohlen, Fette, Chemikalien**

Handelsanalysen, Gutachten,
Tankmessungen, Betriebskontrolle,
Verfahrenprüfung, Patentberatung.

Mitglieder des Vereins Deutscher Chemiker
(V D Ch)
und des Verbandes selbständiger
Öffentlicher Chemiker Deutschlands

Hamburg 36, den
Königsstraße 21-23

8. Dezember 1937

Herrn Prof. Dr. Martin
i. Fa. Ruhrchemie Aktiengesellschaft,
Oberhausen-Holtten

Ihr Zeichen Verw. Ma/So.

Sehr geehrter Herr Professor !

Soeben von meiner Reise zurückgekehrt, erhielt ich Ihren freundlichen Brief vom 4. d. M. Ich habe Herrn Prof. von Braun auf der Tagung getroffen und ihn nach der Glycerin-Synthese gefragt. Er teilte mir mit, dass Veröffentlichungen darüber nicht vorliegen. Er selbst hätte lediglich Kenntnis von einer entsprechenden Patentanmeldung in Deutschland erhalten. Da Herr Prof. von Braun die Glycerin-Synthese hier in unserer Sitzung der Gebietsgruppe Hamburg der DGMF ausdrücklich erwähnte, ist es vielleicht das richtigste, wenn Sie selbst einmal sich mit Herrn Prof. von Braun in Verbindung setzen. Seine Adresse ist: Heidelberg, Bergstrasse 69.

Was den neuen Gatsch betrifft, so erwarte ich gern von Ihnen die in Aussicht gestellten Angaben über die Siedegrenzen. Von der Firma Brinckman & Mergell erhielt ich inzwischen die beiliegende Abschrift einer Analyse des Herrn Dr. Walther, Ruhland, vom 9. 7. 1937, über Fraktionierung von Paraffingatsch. Die Firma Brinckman & Mergell bat mich nun, Sie um Mitteilung zu bitten, in wie weit der neue Gatsch von der beigelegten Analyse abweichen wird.

Nach Eingang Ihrer Rückäußerung werde ich Ihnen dann sofort mitteilen, wieviel von der neuen Rohparaffin-Masse seitens der Firma Brinckman & Mergell gewünscht wird. Selbstverständlich könnte im Laboratorium der Firma Brinckman & Mergell vor den Oxydationsversuchen eine Abtrennung der leichtersiedenden Produkte erfolgen. Vorerst wäre es aber, wie gesagt, zweckmässig, ein Bild über den Siedeverlauf zu erhalten.

Mit freundlichem Gruss und Heil Hitler !

Ihr sehr ergebener

R. Koetschau

Handwritten notes:
K...
...
...
...
10 ✓

000925

Abschrift

Braunkohle-Benzin A.G.

Fraktionierung von Paraffingatsch

Analyse : D $70^{\circ} = 0,762$ Farbe : gelb
 zur Gewinnung einzelner Fraktionen wurde im Vakuum mit
 Wasserdampf 300 ccm = 228 g Gatsch destilliert .

Temp. bei p = 5 mm	Temp. bei p = 760 mm	Im Siede- bereich der Fraktion liegende Paraffin- Kohlen- wasserstoff	ccm dest.	Vol. dest.	Farbe	Schmelz- punkt	Dem Schmelz- punkt ent- spr. Mol- Ge- wicht
Siedebeg. 128 b. 174°	280 b. 335°	Hexadecan bis Nonadecan	82	27,40	hell	$+20^{\circ}\text{C}$	212
174 b. 200°	335 b. 370°	Nonadecan bis Dokosan	93	31,00	weiss	$+33,5^{\circ}\text{C}$	268
200 b. 225°	370 b. 400	Dokosan bis Pentakosan	71	23,65	weiss	$+45,0^{\circ}\text{C}$	310
225 b. 250°	400 b. 430°	Pentakosan bis Hepta- kosan	35	11,65	gelbl.	$+55,0^{\circ}\text{C}$	366
250 b. 262°	430 b. 445°	Oktakosan	5	1,65	gelb	$+60,5^{\circ}\text{C}$	394
Rückstand über 262°	Rückstand über 445						
		Verlust	12	4,00			
			100	100,00			

9. Juli 1937

Werk Ruhland
 Haupt-Laboratorium
 gez. Dr. Walther

000926

Herrn Prof. Martin.

Betr.: Erhöhte Paraffinausbeute.

Gemeinsam mit Herrn Dr. Nahr und Herrn Dr. Beckel haben wir bezüglich der höchsten bisher erreichten Paraffinausbeuten folgendes festgestellt.

1.) Versuche bei gewöhnlichem Druck.

Es liegen keine Ergebnisse vor aus welchen hervorgeht, daß bei gewöhnlichem Druck mehr Paraffin entstanden sei, als bei den damals bei relativ niedrigen Temperaturen (170°) durchgeführten Versuchen, welche rund 40 % Paraffin brachten.

Hierzu ist zu bemerken, daß in der letzten Zeit auch keine Versuche mehr angestellt worden sind, um bei gewöhnlichem Druck mehr Paraffin zu erzeugen, da im Gegenteil die Arbeitsrichtung darauf hinausging, zur Verlängerung der Lebensdauer die Paraffinbildung hinten zu halten.

2.) Versuche bei erhöhtem Druck.

Der z.Zt. in der Versuchsanlage in Gang befindliche Ofen 3 ergibt rund 40 Gewichtsprocente über 320° siedende Anteile der Reaktionsprodukte.

In der gleichen Größenordnung liegen auch alle Ausbeuten der im Labor durchgeführten Synthesversuche bei erhöhtem Druck. Nur bei einem Versuch wurde eine höhere Paraffinausbeute erhalten. Mit einem Katalysator:

100 Co, 15 ThO₂ und 140 Kgr (Katorfabrik), wurden bei $170 - 190^{\circ}$ im Laufe der ersten 650 Betriebsstunden im Mittel 51 Gewichtsprocente von über 320° siedenden Anteilen der Reaktionsprodukte erhalten. Dieser Versuch wurde jedoch bisher nicht wiederholt, sodaß

wir keine genauen Anhaltspunkte haben, worauf damals die verzehrte Paraffinbildung zurückzuführen war.

Auch für die Labor-Druckversuche gilt, daß sie bisher vornehmlich unter dem Gesichtspunkt der Benzinerzeugung ange stellt worden sind. Seit kurzem ist jedoch ein Versuch bei tieferer Temperatur (170°) in Betrieb. Sicheres über den Syntheseverlauf unter Druck bei tieferer Temperatur kann jedoch erst in einiger Zeit gesagt werden.

- 3.) Wenn man unsere bisherigen Erfahrungen daraufhin prüft, welche Maßnahmen eine merkliche Verzehrung der Paraffinausbeute gebracht haben, so kann man feststellen, daß ^{weder} ~~anzahl~~ Veränderungen der Kator.-Zusammensetzung noch Änderungen der Temperatur, der Strömungsgeschwindigkeit oder der Gaszusammensetzung einen nennenswerten Erfolg in der gewünschten Richtung gebracht haben. Die drucklose Synthese bei tieferer Temperatur hat sich als technisch bisher noch nicht befriedigend durchführbar erwiesen.

Nediglich die Steigerung des Druckes hat eine merkliche Verzehrung der Paraffinausbeute gebracht, welche auch technisch leicht zu verwirklichen war. Bei dieser Sachlage kann man vermuten, daß eine weitere Erhöhung des Reaktionsdruckes auch eine noch höhere Paraffinausbeute bringen wird. Hierfür spricht auch die Mitteilung von Herbert, wonach der Aufbau höherer Kohlenwasserstoffe aus niederen durch Rückführung der letzteren merklich erst bei höheren Drücken als 10 atü zu verlaufen scheint.

Wir werden daher die Versuche zur verzehrten Paraffinbildung vor allem in Richtung des erhöhten Reaktionsdruckes fortsetzen

Roh

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

000928

Oberhausen-Holtten, den 11. Nov. 1937.
RE Abtlg. EVA Roe/Stg.

Herrn Dr. H e c k e l .

Paraffin

Es ist denkbar, daß wir über die Verteilung des Paraffins im Katalysator durch fraktioniertes Auflösen ausgebrauchter paraffinhaltiger Massen näheren Aufschluß erhalten können. Gelegentlich unserer Löseversuche wurde bekanntlich beobachtet, daß das Auflösen des Kobalts nur wenig, das Lösen des Thoriums dagegen sehr viel Paraffin in Freiheit setzte.

Ich bitte daher, gelegentlich ausgebrauchte paraffinhaltige Thorium- sowie Magnesium- sowie gemischte Katalysatoren fraktioniert zu lösen und die jeweils freiwerdenden Paraffinmengen sowie die in der Kieselgur verbleibenden Rest-Paraffinmengen zu bestimmen. Dabei wird das Kobalt bei den Thoriumkontakten zuerst, bei den Magnesiumkontakten zuletzt und bei den gemischten Katalysatoren in der Zwischenzeit in Lösung gehen. Es ist nun von Interesse zu erfahren, ob immer die Hauptmenge des Paraffins zusammen mit dem Lösen der Aktivatorien in Freiheit gesetzt wird.

Kue

- 1) Balz
- 2) He M
- 3) Fuchs

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.

000929

Par

Verfasser: Lüben

Durchdruck an:

Herrn Prof. Martin,
" Dir. Alberts,
" " Waibel,
" Dr. Roelen.
" Lüben.

20. 5. 37

Rie

Zeichen:

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 Schmelteer 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 Kristallisor langsam gekühlt und dann durch Kaltölpresen weitgehendst von Öl befreit. Man erhält Paraffinschuppen, die neben Phenolen, Kresolonen und Asphalten noch etwa 10-15% Öl enthalten. Diese Paraffinschuppen werden zerkleinert, mit einer 5-7 fachen Menge Benzol-Alkoholgemisches gedeckt und bei möglichst 0 ° C angemaischt. Als Deckmittel wird ein Gemisch aus etwa 4 Teilen 90er Benzol und 6 Teilen absol. Aethylalkohol 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 Maische wird in einer kontinuierlich arbeitenden Haubold-Zentrifuge abgeschleudert. Das Paraffin wird herausgeschält und zur weiteren Reinigung mit frischer Benzol-Alkoholmischung gedeckt, angemaischt 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 kreosolhaltige 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 Alkohole werden im erforderlichen Verhältnis gemischt und dem Waschprozess vom 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 wegfällt. Die Nachteile bestehen darin, daß man gezwungen ist, den Schwelteeer 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.

BVA:19.2.37

Herrn

Karl S o n d e r ,

H a m b u r g 6

Glashüttenstrasse 19

15.2. 1937

Abt.Vk. I/G

18. Februar 1937

Betrifft: Paraffinleimung.

Von Ihren Mitteilungen mit Schreiben vom 15. d.M. nahmen wir gern Kenntnis. Daß unser Tafelparaffin 50/52° sich für die Solvatisierung eignet, ist erfreulich. Sehr wertvoll wäre es jedoch, wenn man ein weicherer Tafelparaffin, beispielsweise innerhalb der Schmelzpunktsgrade von 40 bis 46°C für die Paraffinleimung nutzbar machen könnte. Wir übersenden Ihnen mit gleicher Post einige Proben derartigen Paraffins und bitten Sie, dessen Eignung für den genannten Zweck zu prüfen.

Wir sind gern bereit, Ihnen von unserem Hartparaffin-Rohprodukt noch 5 kg zu überlassen. Dieses Produkt enthält außer den normalen Paraffinkohlenwasserstoffen noch Isoparaffine in wenig verzweigter Form. Dieser Gehalt an Isoparaffinen verleiht dem Produkt seinen eigenartigen cere-sinähnlichen Charakter. Daneben sind in dem Rohprodukt noch gewisse ölige Bestandteile enthalten, die bei stärkerer Entblüung entfernt werden könnten.

Dieses Hartparaffin-Rohprodukt kann nach unseren bisherigen Erfahrungen als Ersatz für verhältnismäßig teure ausländische, hochschmelzende, wachsähnliche Stoffe (Erdwachs

000933

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

2

Herrn Karl Sonder, Hamburg

18. Febr. 1937

u. dgl.) verwendet werden. Wir glauben daher, für das Hartparaffin-Rohprodukt Preise um RM 1,- je kg erzielen zu können. Falls die Anwendung dieses Hartparaffin-Rohprodukts bei der Paraffinleimung qualitäts- und mengenmäßig keinen Vorteil bietet, dürfte die Verwendung eines Rohstoffes, der teurer als gewöhnliches Tafelparaffin ist, nicht in Frage kommen.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Ddr. Roe. /

000934

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Kattow

23. Oktober 1936.

Bau 330.

Produktionsplan.

(Tafelparaffin 50/52° C und Hartparaffin roh).

Pos.	T o n n e n			
	p.Jahr	p.Tag	p.Jahr	e b m. p.Tag
1. Ausgangsmaterial-Destillationsrückstand über 320° C = ca 2% d. ges.Fl.Prod. ca 36000 t/Jahr	4320	11,8	5760	ca 16,0
2. Hartparaffin(Extraktionsparaffin aus dem Kator)	2000	5,5	2500	ca 6,8
3. ges. Ausgangsmaterial	6320	17,3	8260	ca 22,8
4. Vacuum-Destillat(ca 95% des Ausgangsmaterials über 320° C Pos.1)	4104	11,2	5472	ca 15
4a. Fraktion 1(Gatsch I ölhaltig ca 30%)	2052	5,6	2736	ca 7,5
4b. Fraktion 2(Gatsch II ölarm)	2052	5,6	2736	ca 7,5
4c. Vacuum-Destillationsrückstand-Hartparaffin ca 80° C	2216	ca 6,1	2770	ca 7,6
5. ölfreier Gatsch I (ca 62% d. Fraktion 1)	1272	ca 3,5	1696	ca 4,7
6. Gesamtgatsch (I und II)	3324	ca 9,1	4432	ca 12,1
7. Schwitzgut (1.Stufe)max ca 40%	ca 1330	3,6	1772	ca 4,8
7a. " " min. ca 30%	ca 997	2,7	1330	ca 3,6
8. Gesamtgatsch (2.Stufen Rücklauf ca 25%)	ca 4380	12,0	5840	ca 16,0
9. Schwitzgut (2 Stufen) min.ca 30%	1314	3,6	1752	ca 4,8
9a. " " max ca 40%	1752	4,8	2336	6,4
10. Tafelparaffin 50/52° C max.	1750	4,7	2330	6,4
10a. " " min.	1300	3,5	1732	4,7
11. Hartparaffin roh ⁴ gebleicht ca 80°	2200	6,0	2750	ca 7,6

Bau 330.

Maschinen und Apparate (Tafelparaffin & Hartparaffin
roh gebleicht)

<u>Tafelparaffin</u>							
Behälter zu 100 cbm	3	15.000	-	-	3	15.000	
" " 25 "	6	9.000	1	1.500	7	10.500	
" " 10 " (f.Lauge)	1	1.200	-	-	1	1.200	
Druckförderer 3 "	1	1.000	-	-	1	1.000	
Desintegratoren zu 20 cbm/24 h	3	5.100	3	5.100	6	10.200	
Ölabscheider	2	1.600	2	1.600	4	3.200	
Schwitzkammern	4	66.000	4	66.000	8	132.000	
Raffination-Mischkessel 10 cbm	1	1.500	-	-	1	1.500	
Plunger-Pumpe	1	1.717	-	-	1	1.717	
Rahmenpresse D XIII	1	7.120	-	-	1	7.120	
Gießpresse	1	12.000	1/2	6.460	1,5	18.460	
Druckkessel	1	1.500	-	-	1	1.500	
Kompressoranlage	1	2.700	-	-	1	2.700	
Vacuumdestillation 2 Agr.2Beh.		60.000		20.000		80.000	
Ofen	1	10.000	-	-	1	10.000	
Rückgew. Mischkessel 6 cbm	1	1.200	-	-	1	1.200	
kl. Ölabscheider	1	500	-	-	1	500	
div. Elektromotoren		4.000		1.000		5.000	
Waage, Kettenzüge, Kondensstöpfe etc		5.000		-		5.000	
		206.137		101.660		307.797	
<u>Hartparaffin</u>							
Mischkessel (f. 160° C)	1	2.500	-	-	1	2.500	
Behälter 10 cbm	1	1.400	-	-	1	1.400	
" 7,5 " (alt)	1	700	-	-	1	700	
Rahmenpresse D. XIII	1	7.120	-	-	1	7.120	
Plunger-Pumpe	1	1.717	-	-	1	1.717	
Kühlwalze	1	7.000	-	-	1	7.000	
		20.437		-		20.437	
Gesamtanlage		226.574		101.660		328.234	
Gesamtanlage (abger. Zahlen)		250.000		100.000		350.000	

900936

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Bau 330

23. Oktober 1936

Kostenberechnung
für die
Tafel- und Hartparaffingewinnungsanlage

	1. Ausbau ₹	2. Ausbau ₹	Vollausbau ₹
<u>Gesamtanlage.</u>			
Maschinen und Apparate	ca.250.000	ca.100.000	350.000
Gebäude (1 cbm/₹ 18./12.-)	ca.100.000	17.000	117.000
Rohrleitungen	ca. 12.000	3.000	15.000
Montage	ca. 15.000	5.000	20.000
Gesamt:	ca.377.000	125.000	502.000
<u>Tafelparaffin.</u>			
Maschinen und Apparate	220.000	100.000	320.000
Gebäude	90.000	17.000	107.000
Rohrleitungen	10.000	3.000	13.000
Montage	12.000	5.000	17.000
Gesamt:	332.000	125.000	457.000
<u>Hartparaffin.</u>			
Maschinen und Apparate	30.000	--	30.000
Gebäude	10.000	--	10.000
Rohrleitungen	2.000	--	2.000
Montage	3.000	--	3.000
Gesamt:	45.000	--	45.000

Bau 330

23. Oktober 1936.

Produktionskosten.

(Tafel und Hartparaffin)

	1. Ausbau	Vollausbau
<u>Tafelparaffin (1300/2600 J./to.)</u>		
Rohmaterial	289.080	578.160
Löhne und Gehälter	65.000	65.000
Abschreibungen (14%)	47.000	54.000
Hilfsmittel (Bleicherde, Lauge, Tücher)	10.000	20.000
Kraft	10.000	15.000
V.-Destillationsunkosten	20.000	40.000
	<u>Gesamt 441.080</u>	<u>772.160</u>
<u>Tafelparaffin (1750/3500 J./to.)</u>		
Rohmaterial	385.440	770.880
Löhne und Gehälter	65.000	65.000
Abschreibungen	47.000	54.000
Hilfsmittel	13.500	27.000
Kraft	12.000	18.000
V.-Destillationsunkosten	20.000	40.000
	<u>Gesamt 542.940</u>	<u>974.880</u>
<u>Hartparaffin (2200/4400 J./to.)</u>		
Rohmaterial	487.520	975.040
Löhne und Gehälter	10.000	10.000
Abschreibungen	7.000	7.000
Hilfsmittel	14.700	29.000
Kraft	3.000	5.000
V.-Destillationsunkosten	9.000	18.000
	<u>Gesamt 531.220</u>	<u>1.044.040</u>

Bau 330

23. Oktober 1936.

Produktionsunkosten.

(Tafel und Hartparaffin)

	<u>1. Ausbau</u>		<u>Vollausbau</u>	
<u>Tafelparaffin.</u>				
Produktion	<u>1300 to</u>	<u>1750 to</u>	<u>2600 t</u>	<u>3500 to</u>
Selbstkosten pro 1 kg	ca.0,34 ₰	ca.0,31 ₰	ca.0,30 ₰	ca.0,28 ₰
Gestehungsunkosten pro 1 Kg	ca.0,12 ₰	ca.0,09 ₰	ca.0,08 ₰	ca.0,06 ₰
<u>Hartparaffin.</u>				
Produktion	<u>2200 to</u>		<u>4400 to</u>	
Selbstkosten pro 1 kg	ca.0,25 ₰		ca.0,24 ₰	
Gestehungsunkosten pro 1 kg	ca.0,03 ₰		ca.0,02 ₰	

00939

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Flotten

Bau 330.

23. Oktober 1936.

Vakuumdestillationsunkosten (ohne Abschreibungen und Löhne)

	12 to/24 Std.			25 to/24 Std.		
	Verbrauch	Preis	Sa.	Verbrauch	Preis	Sa.
Restgas cbm	2400	0,02	48,-	4800	0,02	96,-
Kühlwasser cbm	60	0,02	1,20	120	0,02	2,40
Elektr. Strom KW	ca. 200	0,02	4,-	400	0,02	8,-
			<u>53,20</u>			<u>106,40</u>

Vakuumdestillationsunkosten pro 1 to RM 4.35,

abgerundete Zahl RM 4.50

000940

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

Oberhausen-Holtten, den 13.10.1936.
Abtlg. EVA Jacob/Stg.

B. - A n l a g e .

He. W.

V B. 102.

" Jacob.

=====

Behandlung von Benzolextrakt (Katorfabr.)
mit Aceton am Rückflußkühler.

Um festzustellen, ob aus dem sehr fetthaltigen Benzol-
extrakt (St.P. $\sim 80^{\circ}$) sich durch einfaches Kochen am Rückfluß-
kühler ^{in. Weiskopfform} das Öl - wenigstens zum größten Teil - entfernen läßt,
wurde eine gewogene Menge des Extraktes in Schuppenform zu-
nächst geschmolzen und dann unter Rühren in Aceton eingegossen
dadurch wird das Paraffin in sehr feinkörniger Verteilung er-
halten.

Die Aufschwemmung von Par. und Aceton wurde dann 1/2 Std.
lang am Rückflußkühler gekocht, heiß filtriert u. mit kochen-
dem Aceton gewaschen. Das Filtrat wurde durch Destillation
- zuletzt im Vakuum - vom Aceton befreit und gewogen. Der Rück-
stand wurde - nach Entnahme einer kleinen Probe - noch einmal
1/2 Std. ^{mit Aceton} am Rückflußkühler gekocht und in gleicherweise behan-
delt wie das erste Mal. Das Aceton wurde durch Erwärmen des
Rückstandes auf etwa 120° (zuletzt im Vakuum) entfernt.

30 g Benzolextrakt ($\sim 80^{\circ}$) + 300 ccm Aceton 1/2 Std. gekocht,
heiß filtriert, mit 100 ccm kochendem Aceton gewaschen.

1. Rückstand: (Probe von $\sim 3,5$ g) braunschwarz (verunreinigt mit Kontaktmasse), wenig fettig, St.P. $83,5^{\circ}$.

1. Filtrat: (nach Verdampfen des Acetons, wobei die Temperatur bis auf 104° stieg) dunkel-gelb, weich, sehr fettig, St.P. 57° ; 12,5 g = 41,7 % . 1. Rückstand wurde mit 150 ccm Aceton nochmals 1/2 Std. gekocht, heiß filtriert, mit 75 ccm kochendem Aceton gewaschen.

2. Rückstand: ($\sim 10,1$ g) braunschwarz, wenig fettig, St.P. 86° . Dieser wurde mit etwas Tonsil behandelt. Es entstand ein rein-weißes Produkt vom St.P. $\sim 87^{\circ}$. Das 2. Filtrat war - nach Vertreiben des Acetons - etwas heller gelb als das erste, ebenfalls sehr weich und fettig und hatte einen St.P. von 61° . (3,4 g = 11,3 %)

E. Jacob

-Durchschrift

000941

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Katteln

Oberhausen-Katteln, den 13.10.1936.
Abtlg. BVA Jacob/Stg.

B. - Anlage.

Ne. B.
" Jacob.

V B. 103.
=====

H P W

Neutralisationszahl von Benzol-Extrakt.

50,0 g Benzol-Extrakt wurden in 250 ccm Äylol heiß gelöst.
Zu dieser Lösung wurden 40 ccm Alkaliblaulösung gesetzt und die
Paraffin-Lösung mit alkoholischer $\frac{n}{10}$ KOH Lösung titriert. (Ver-
brauch: a. f ccm, wobei f der Faktor ist.)
Ein Blindversuch mit 250 ccm Äylol erforderte b. f ccm KOH Lösung.
Die Neutralisationszahl x ist, wenn m das Molek.-Gew.
von KOH, und g die eingewogene Menge Par. in Gramm ist,

$$x = \frac{(a - b) f \cdot m \cdot 1000}{g \cdot 10000}$$

Es war: a = 1,0 ccm; b = 0,4 ccm; m = 56,11; g = 50,0;
f = 1,02

$$x = \frac{0,6 \cdot 1,2 \cdot 56,11}{50 \cdot 10} = 0,069 \text{ d.h. 1 g Paraffin}$$

verbraucht zur Neutralisation der darin enthaltenen Säure
rund 0,07 mg KOH.

Dieser Benzol-Extrakt enthält also rund 0,04 % freie
Säure (berechnet für ein durchschnittl. Molekulargew. von
285).

C. Jacob

Oberhausen-Kattien, den 13.10.1936.
Herrn Dr. C. Jacob, Kattg.

- Anlage -

W. V B. 103.
Jacob. =====

Neutralisationszahl von Benzol-Extrakt.

50 g Benzolextrakt wurden in 250¹ ccm Tylol heiß gelöst.
Zu dieser Lösg. wurden 40 ccm Alkaliblaulösg. gesetzt und die
Paraffin-Lösg. mit alkoholischer $\frac{N}{10}$ KOH Lösg. titriert. (Ver-
brauch: a. f ccm, wobei f der Faktor ist.)
Ein Blindversuch mit 250 ccm Tylol erforderte b. f ccm KOH Lösg.
Die Neutralisationszahl x ist, wenn a das Molek.-Gew.
von KOH, und g die eingewogene Menge Par. in Gramm ist,

$$x = \frac{(a - b) \cdot f \cdot m \cdot 1000}{g \cdot 1000}$$

Es war: a = 1,0 ccm; b = 0,4 ccm; m = 56,11; g = 50,04
f = 1,02

$$x = \frac{0,6 \cdot 1,02 \cdot 56,11}{50 \cdot 10} = 0,069 \text{ d.h. 1 g Paraffin}$$

verbraucht zur Neutralisation der darin enthaltenen Säure
rund 0,07 mg KOH.

Dieser Benzolextrakt enthält also rund 0,04 % freie
Säure (berechnet für ein durchschnittl. Molekulargew. von
285).

C. Jacob

000942

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

B. - Anlage

Oberh.-Holtten, den 26.8.36

Abt. BVA Jacob/BB

Ho. W.

" Jacob

V B. 70Zerlegung von Hartparaffin.1.) Wasserdampf - Destillation.

Hierbei gehen nur sehr langsam flüchtige Anteile über. Die Destillation wurde nach 4 Stunden absichtslos abgebrochen.

2.) Extraktion mit Äther und Aceton.

Schmelzpunkt des Rückstandes nach Stunden	Äther	Aceton
4 1/2	85 - 36°	83°
14	93,5°	93,5°

3.) Vakuum - Destillation.

Es wurden zahlreiche Destillationen bei 7 - 15 mm Hg - Druck bei Temperaturen zwischen 100 - 300° ausgeführt. In allen Fällen geht zunächst ein rein öliger Anteil über, dessen Menge jedoch sehr gering ist. Eine Entfernung der Ölreste aus dem rohen Hartparaffin durch Vakuum - Destillation derart, dass der Rückstand nicht mehr weich, sondern hart ist, wurde in keinem Fall erzielt; dabei ist noch durchaus fraglich, ob die weiche Beschaffenheit von Ölresten herrührt. Es ist durchaus denkbar, dass die charakteristische solbenartige Weichheit des Hartparaffins herrührt von der Anwesenheit bestimmter Paraffin-Arten.

Merkwürdigerweise ist bisher nur der Hartanteil des Hartparaffins näher untersucht worden (z.B. Koch u. Ibing, Brennstoff-Chemie 1935, Seite 141). Die bei den Extraktionen anfallenden weichen Anteile scheinen bisher nicht näher untersucht worden zu sein. Dieses soll

Durchschrift

- 2 -

jetzt nachgeholt werden. Unsere Versuche, die weichen Anteile durch Vakuum-Destillation abzutrennen, sind bisher in keinem Falle geglückt.

Nachfolgend die Ergebnisse der einzelnen Destillationen:

Anlage: Tabelle.

Die in der Tabelle angeführte 3. Dest. unterscheidet sich von den übrigen dadurch, daß nicht reines Hartparaffin destilliert wurde, sondern ein Gemisch von 150 g Hartpar. + 75 g Benzin (100° - 120°).

000945

Anlage

Vakuum - Destillationen.

1. Dest.	bis 200°	200 - 270°	Rückstand	
	6 - 5 mm % StP	21 - 3 mm % StP		
	10,7 -	39,8 72°	46,4 81°	
	Ült. Par.			
2. Dest.	bis 175°	175 - 252°	252 - 291°	Rückstand
	4 - 7 mm % StP	5 - 6 mm % StP	5 - 6 mm % StP	
	11,8 -	25,8 48,5°	33,3 63°	29,3 85°
x) 3. Dest.	bis 178°	178 - 221°	221 - 250°	Rückstand
	44-41 mm % StP	14-15 mm % StP	?	7 mm % StP
	13,0 -	8,3 55,0°	22,7 54,5°	35,0 63,5°
4. Dest.	bis 187°	187 - 255°	255 - 295	Rückstand
	12-15 mm % StP	15-10 mm % StP	6 - 14 mm % StP	
	42,8 -	9,7 68,5°	13,5 57°	34,0 80°
	bis 100°			
	7 - 13 mm			
	I. Teil % StP	II. Teil % StP	% StP	% StP
	17,4 61,5°	38,6 71,5°	44,0 75°	

x) Schäumt zunächst sehr stark.

H. W. ...

Aktennotiz

über die Besprechung mit
XX

in H o l t e n am 21. 8. 19 36
Anwesend:

Hr. Dir. Alberts,
" Fabst,
" Lüben,
" Dr. Roelen.

Verfasser: Dr. Roelen.

Durchdruck an:

Hr. Prof. Martin,
" Dir. Vaibel,
" " Alberts,
" Fabst,
" Lüben.

Zeichen:

Datum:

Abt. EVA Roc/Kdm. 21.8.1936

Betrifft:

Gewinnung von Hartparaffin durch Zwischenextraktion.

A. Extraktion mit Benzol.

Wegen der besseren Löslichkeit des Hartparaffins in Benzol sowie hauptsächlich auch deswegen, weil das Hartparaffin aus Benzol wesentlich gröber kristallin erhalten wird, wurde erneut vorgeschlagen, die Extraktion im Synthesofen mit Benzol vorzunehmen. Aus mehreren Gründen ist dies jedoch unvorteilhaft.

- 1.) Es ist erforderlich, die Ofentemperatur bis auf etwa 70° zu senken.
- 2.) Nach den neueren Erfahrungen ist die Extraktionsgeschwindigkeit mit Benzol nicht wesentlich grösser als mit synthetischen Ölen, mit welchen bei Temperaturen oberhalb von 100° extrahiert werden kann. Unter diesen Umständen ist nämlich nicht mehr das Lösungsvermögen für die Extraktionsgeschwindigkeit massgebend, vielmehr ist geschwindigkeitsbestimmend ausschliesslich die Diffusion.
- 3.) Nach jeder Extraktion ist die Katormasse im Ofen mit Benzol getränkt. Soll dieses Benzol nun für weitere Extraktionen wiedergewonnen werden, so müssen dafür besondere Einrichtungen (Anschlüsse an den Ofen, A-Kohle, usw.) beschaffen werden.

- 4.) Können derartige Einrichtungen nicht benutzt werden, so gelangt das Benzol mit in die Produktion und es wird notwendig, ständig eine entsprechende Menge neu zu kaufen. Dies ist aber deswegen nicht gut möglich, weil das Handelsbenzol stets schwefelhaltig ist und ungereinigt nicht verwendet werden kann.

B. Extraktion mit Syntheseölen.

Der Hauptnachteil der Extraktion mit Syntheseölen besteht darin, dass es wegen der Gleichartigkeit mit dem Hartparaffin außerordentlich schwer ist, das Lösungsmittel und das gelöste Paraffin nachher wieder auf einfache Weise vollständig zu trennen.

Nach Angabe von Herrn Lüben ist der Destillationsrückstand vom Syntheseölextrakt in der vorhandenen Schwitzkammer nicht schwitzenbar. Möglicherweise ist dies in den neueren, zylindrischen Schwitzräumen doch möglich. Leider können wir darüber einstweilen keine Versuche machen.

In dem Bericht vom 20.5.36 wurde auf Grund eines einzigen Versuches damals eine einfache Vakuum-Destillation als geeignet zur Entfernung des Lösungsmittels angegeben. Zahlreiche Wiederholungen derartiger Vakuum-Destillationen haben gezeigt, dass eine befriedigende Trennung auf diese Weise nicht erzielt wird.

C. Beste Arbeitsweise nach dem heutigen Stande.

- 1.) Die Extraktion wird bei der Synthesetemperatur mit einer Fraktion der synthetischen Öle ausgeführt, welche oberhalb von 200° siedet, beispielsweise eine Fraktion von $200 - 240^{\circ}$. Scharf geschnitten braucht nur die untere Siedegrenze zu sein, da aus dem Sator ständig Zwischenfraktionen wieder in das Lösungsmittel gelangen.

Anschließend an diese Extraktion wird der Sator kurz mit Wasserstoff behandelt.

Sollt durch Versuche im Labor noch festzustellen, erstens wie oft jedesmal extrahiert werden muss und zweitens, wie lange die Wiederanlaufzeit bis zur vollen Aktivität dauert.

- 2.) Abtrennung der Hauptölmenge in einem Röhrenofen. Dabei ist zu berücksichtigen, dass das Hartparaffin bereits von 300° ab Zersetzung erleidet, also in dem Röhrenofen nicht höher erhitzt werden darf. Nach Angabe von Herrn Lüben Alberts wird für die Beheizung dieses Röhrenofens die gesamte, noch verfügbare Restgasmenge gebraucht.

000948

Blatt

3

zur Aktennotiz vom

21. 8. 1936.

3.) Die Entfernung der letzten Ölmenigen aus dem Hartparaffin ist denkbar durch Anwendung einer Vakuum-Destillation mit Fraktionierkolonne. Derartige Geräte sind in der Technik bereits bekannt. Es ist auch bekannt aus der Literatur, dass die fraktionierte Destillation von Paraffin unter Zuhilfenahme grosser Oberflächen gelingt.

Die neue Arbeitsweise unterscheidet sich also von der früheren dadurch, dass ~~jetzt~~^{nicht} einstufig mit einer einfachen Vakuum-Destillation gearbeitet wird, sondern dass zunächst die Hauptmenge des Lösungsmittels in einem Röhrenofen, anschliessend die letzten Reste durch Abtrennung im Vakuum unter Zuhilfenahme einer Fraktionierkolonne von dem Hartparaffin abgetrennt werden.

Bohler

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

Oberhausen-Holtten, den 20. Mai 1936.
Abt. BVA Roe/Ndm.

B. - A n l a g e .

Hartparaffin

Herrn Dir. A l b e r t s .

Betr. Gewinnung von Hartparaffin.

A). Beschaffung des Lösungsmittels.

Als Lösungsmittel für die Extraktion im Syntheseeofen kommt nur eine geeignete Fraktion unserer synthetischen Öle in Frage.

Die untere Siedegrenze der Fraktion wird dadurch bestimmt, dass man zweckmässig oberhalb des Schmelzpunktes des Paraffins, also oberhalb von $100 - 110^{\circ}$ extrahiert. Die obere Siedegrenze wird bestimmt dadurch, dass man nach Beendigung der Extraktion den Katalysator in kurzer Zeit wieder trocknen kann. Aus diesen beiden Gründen ergibt sich, dass man als Lösungsmittel eine Fraktion wählt, welche zwischen maximal $110 - 170^{\circ}$ siedet. Zweckmässig werden dagegen die Siedegrenzen je nach den zur Verfügung stehenden Mengen möglichst eng gewählt, und zwar im Bereich von $130 - 140^{\circ}$.

B). Gewinnung des Hartparaffins.

Nach unserer bisherigen Kenntnis, lässt sich die Abtrennung des Lösungsmittels von dem Hartparaffin nach erfolgter Extraktion nur durch Destillation ausführen, wenigstens soweit eine technische Durchführung in Frage kommt. Die nachfolgende Aufstellung der voraussichtlichen Arbeitsgänge beschränkt sich daher auf die Abtrennung des Lösungsmittels durch Destillation.

A r b e i t s g ä n g e :

1). Extraktion.

Aus einem Vorratsbehälter wird das Lösungsmittel, gegebenenfalls vorgewärmt, kontinuierlich durch den Syntheseeofen gepumpt. Die ersten Anteile des Extraktes enthalten soviel Paraffin, dass sie fast breiig sind, die letzten Anteile sind nahezu reines Lösungsmittel. Vom Syntheseeofen weiter müssen alle Leitungen und Behälter heizbar sein.

2). Abtrennung vom mitgeführten Katalysatorstaub.

Man muss damit rechnen, dass in dem Extrakt wechselnde Men-

gen Katalysator enthalten sind. Diese werden zweckmässig möglichst frühzeitig zurückgehalten, damit sie nicht in die weiter entfernten Apparateteile eingeschleppt werden. Da es sich vermutlich nicht um sehr grosse Mengen handelt, so wird man an dieser Stelle wahrscheinlich mit einer Filterpresse arbeiten können. Bedenklich ist jedoch hierbei, dass beim Öffnen der Filterpressen grosse Mengen Benzindampf in den Raum gelangen können. Entweder müssen also hiergegen Vorkehrungen getroffen werden (z.B. ausdämpfen), oder man muss ein geschlossenes Druckfilter anwenden, wie es in der Katalysatorfabrik vorgesehen ist.

Da die Kontaktapparate den Filterdruck nicht aushalten können, so ist zwischen Kontaktapparat und Filter eine Pumpe einzuschalten.

3). Zwischenbehälter.

Da die Destillation diskontinuierlich erfolgt, so wird man einen Zwischenbehälter vorschalten, welcher den ^{Extrakt} Kontakt in den Zeiten aufnimmt, in welchen man ihn nicht in die Destillierblase einfüllen kann. Der Behälter muss heizbar sein und erhält zweckmässig eine Vorrichtung zum Abtrennen der unteren Flüssigkeitsanteile (Wasser und Verunreinigungen).

Möglicherweise ist es vorteilhafter, den Zwischenbehälter unmittelbar hinter den Synthesofen zu schalten und die Filtration des Katalysatorstaubes erst nach dem Behälter vorzunehmen. Auf diese Weise kann man etwa vorhandenes Wasser von dem Filter fernhalten und man kann in dem Filter eine zu hohe Konzentration des Paraffins in der Extraktlösung vermeiden.

4). Destillieren.

Die Hauptmenge des Lösungsmittels kann auf einfache Weise ohne Aufsatz mit indirektem überhitzten Dampf übergetrieben werden, selbstverständlich kann man die Blase auch auf andere Weise heizen.

Die Entfernung der letzten Reste der öligen Anteile erfordert dagegen eine besondere Sorgfalt, wenn man eine schädliche Veränderung des Paraffins vermeiden will. Man kann z.B. durch Blasen mit überhitztem direkten Dampf arbeiten. Vorteilhafter dagegen wird es sein, zum Schlusse im Vakuum zu destillieren, zunächst weil man auf diese Weise sogleich die einzelnen Fraktionen der höhersiedenden öligen Anteile sowie der ebenfalls zu entfernenden Anteile an Weichparaffin unmittelbar getrennt erhält. Der Hauptvorteil des Vakuums besteht aber darin, dass es die schonendste Behandlung des

Hartparaffins ermöglicht und seinen werten ^{ollen} Ceresin-Charakter unverändert lässt.

Das wiedergewonnene Lösungsmittel wird dem Vorratsbehälter wieder ~~zurück~~ zugeführt.

Die geringen Mengen der höhersiedenden Öle können dem Dieselöl beigegeben werden.

Die weichen paraffinischen Anteile können auf Tafelparaffin verarbeitet oder georackt werden.

Der Destillationsrückstand stellt das ^{ungereinigte} Roh-Hartparaffin dar. Falls nur dieses erzeugt werden soll, so würde mit dem Ablassen aus der Blase und dem Abkühlen seine Gewinnung beendet sein. Dieses Material ist jedoch mehr oder weniger dunkel gefärbt und unreinigt. Es wird daher keinen hohen Preis erzielen. Das von uns bisher im Handel bemusterte Hartparaffin war aus diesem Rohprodukt durch Nachbehandlung mit Bleicherde gewonnen worden. Falls wir also das Hartparaffin in der gereinigten Handelsart herstellen wollen, müssen wir ferner noch die Nachbehandlung mit Bleicherde vornehmen.

5). Behandeln mit Bleicherde.

Zunächst ist eine Einrichtung erforderlich, um die Bleicherde bei 120-125° vollständig zu entwässern.

Man könnte die Behandlung mit Bleicherde auch mit dem Extrakt vor der Destillation vornehmen, dies würde jedoch eine Reihe von Nachteilen haben:

grosser Verbrauch an Bleicherde, da das Lösungsmittel ebenfalls gereinigt werden muss; Herabsetzung der Wirkung in der bekannten verdünnten Lösung und Verschlechterung, sowie erneute Dunkelfärbung des gebleichten Materials beim Destillieren. Aus diesen Gründen wird man die Behandlung mit Bleicherde zum Schluss vornehmen, obgleich dann eine andere Schwierigkeit auftaucht, nämlich die Abtrennung der ausgebrauchten Bleicherde von dem gereinigten Hartparaffin. Für die Behandlung selbst ist ein heizbarer Behälter erforderlich, in welchem das Gemenge von Bleicherde und Paraffin bei einer Temperatur von 120 - 150° gründlich miteinander vermischt werden kann. Diese Vermischung kann z.B. mittels eines Rührwerkes oder durch Einblasen

von vorgewärmten Stickstoff (Luft oder Dampf ausgeschlossen) erfolgen.

Aus diesem Behälter müsste das Gemenge in eine Filtereinrichtung gebracht werden, sei es mittels einer Pumpe oder dadurch, dass man den Behälter unter Druck setzt.

Für die Filtereinrichtung selbst kann ich zur Zeit keinen endgültigen Vorschlag machen. Es wird nicht ganz einfach sein, eine genügende grosse Leistung mit einer nicht zu kostspieligen Filtereinrichtung herauszuholen wenn man bedenkt, dass es sich um die Abtrennung eines feinkörnigen Materials aus einem bei ca. 100° erstarrenden Paraffin handelt. Falls die Einrichtung einer derartigen Bleichanlage erfolgen soll, so müsste diese Trennung noch besonders untersucht werden. In Frage kommen Druckfilter, Vakuum-Filter und auch Zentrifugen.

6). Formgebung.

Aus der Filtereinrichtung erhält man das Hartparaffin in handelsfertiger Qualität. Es handelt sich nun noch darum es abzukühlen und in geeignete Formen zu bringen.

Man kann z.B. Stücke oder Tafeln giessen. Dies ist zwar die einfachste Art und liesse sich ohne Aufwand an Neueinrichtung durchzuführen, hätte jedoch den Nachteil, dass man sehr viel Raum gebraucht zur Aufbewahrung der erstarrenden Mengen, weil die Abkühlung nur sehr langsam erfolgt. Ausserdem lässt es sich nicht vermeiden, dass die Stücke unansehnlich werden, sowohl durch Rissbildung infolge Schrumpfen, als auch durch unschöne Oberfläche. Am besten würde es sein, das flüssige Hartparaffin über eine Kühlwalze laufen zu lassen und Schuppen daraus zu erzeugen.

7). Aufarbeitung der ausgebrauchten Bleicherde.

Aus der Filtereinrichtung würde man eine ausgebrauchte Bleicherde erhalten, welche noch grosse Mengen Paraffin enthält (z.B. bis zu 40 %). In diesem Paraffin sind alle Verunreinigungen der Hauptmenge enthalten. Deswegen und auch im Hinblick auf seine sonstige Beschaffenheit (hohe Säurezahl) kann es nicht der Hauptmenge des Hartparaffins zugegeben werden. Es dürfte sich jedoch lohnen, diesen Bleicherückstand aus der ausgebrauchten Bleicherde zu gewinnen, beispielsweise um daraus Tafelparaffin zu gewinnen,

oder um es als billiges Hartparaffin zu verkaufen, oder um es zu vercracken.

Für die Gewinnung dieses Bleichrückstandes wäre eine Extraktion mit den zugehörigen Nebenapparaten erforderlich.

Ein Schema der verschiedenen Arbeitsgänge liegt bei.

C). Gewinnung des Hartparaffins durch Abkühlen des Extraktes.

Es wäre denkbar, das Hartparaffin in der Filtration durch Ausscheidung aus dem Extrakt infolge Abkühlung desselben zu gewinnen. Man könnte beispielsweise den aus dem Synthesofen austretenden Extrakt auf Raumtemperatur oder tiefer abkühlen und dann in einer Zentrifuge (Absetzzentrifuge) das Lösungsmittel abtrennen und letzteres wieder sofort für die nächste Extraktion verwenden.

Hierzu ist jedoch zu bemerken, dass auf diese Weise allein kein handelsfähiges Hartparaffin erhalten werden kann, dass vielmehr die Entfernung der letzten Reste der Öle trotzdem die Benutzung einer Destilliereinrichtung nötig macht. Der Vorteil dieser Arbeitsweise bestände darin, dass man wesentlich geringere Ölmengen zu destillieren brauchte.

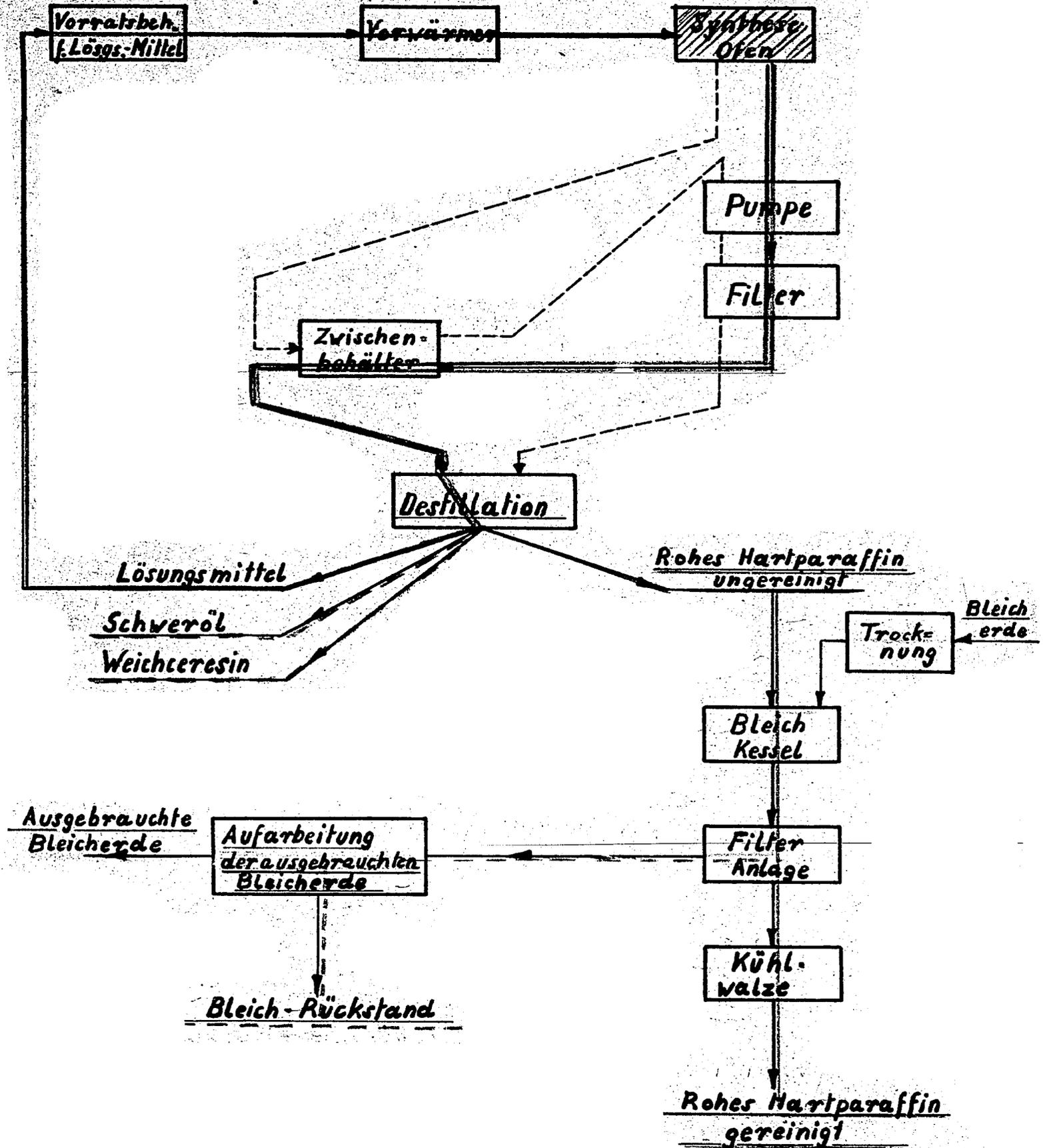
Ddr. Herrn Prof. Dr. Martin,
" Dir. Weibel,
" Lüben.

Rue

*7. 0/2 - 14. 2. 1914 - 2 to 10. 1. 1914
= 20000 2. 1. 1914*

Bemerkung:

000954



Oberhausen-Holtten, den 14. 10. 1936.
Abtlg. EVA Roe/Stg.

B. - A n l a g e .

Bezeichnung der Paraffinarten.

Zur Unterscheidung der verschiedenen einzelnen Paraffinarten haben sich neue Bezeichnungen als notwendig erwiesen. Ich schlage hierfür folgende Abkürzungen vor:

A. Einteilung.

	Schmelzpunkt
I. Weichparaffine:	bis 40°
II. Tafelparaffine:	40 bis 60°
III. Hartparaffine:	über 60°

B. Kennzeichnung.

- I. Die Weich- und Tafelparaffine werden einstweilen wie üblich lediglich durch den Schmelzpunkt gekennzeichnet, z.B.:
- Tafelparaffin 44/46°.
- II. Die Hartparaffine werden außer durch die Angabe des Schmelzpunktes mittels Buchstaben nach ihren Herstellungsarten unterschieden:
- 1.) Hartparaffin A, gewonnen durch Extraktion mittels Tri,
 - 2.) " " O, gew. d. E. mittels Benzol,
 - 3.) " " I, " " " " Benzin,
 - 4.) " " I V, " " " " " " und nachfolgender Vakuumdestillation,
 - 5.) " " S, gew. d. Auskochen mit Soda,
 - 6.) " " H, gew. durch Entparaffinieren mittels Wasserstoff.

Diese Bezeichnungsweise erscheint mir augenblicklich am zweckmäßigsten, solange verschiedene Hartparaffinsorten aus verschiedenen Herstellungsarten nebeneinander bemustert werden, da aus der Buchstabenbezeichnung jeder Werksangehörige ohne weiteres die Herstellungsart erkennen kann.

Ddr.: Ma, W, A, Fi, Kl 1, L, Lü.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Maschinenfabrik Heckmann, G.m.b.H.

in Breslau am 8.9.-17.9. 19
23.9.-30.9. 36Anwesend:Dipl.Ing. F.Heckmann)
Dr.Ing. J.Heckmann) M'schfbr.Heckm.
Lüben RuhrbenzinVerfasser:Durchdruck an: LübenMartin,
Waibel,
Alberts,
Roelen,
Jung,
Lüben.Zeichen:Datum:

Lü/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 (Destillationsrückstand 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 Destillationsrückstand 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 schwitzbare Anteile zu zerlegen, andererseits in eine krystallisierende Form überzuführen.

Die Versuchsanlage der Fa. Heckmann in Breslau besteht im wesentlichen aus 3 Blasen, wovon eine mit einer Glockenbödenkolonne, die beiden anderen mit Prallblechaufsätzen 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 Umlauf 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 schweißbares Produkt.

Der Versuch V diente zur Klärung der Frage ob man durch Redestillation der Fraktion 1 aus dem Versuch IV auch ein für sich gut schweißbares Material erhalten kann. Dieser Versuch mißlang insofern, als zu der Fraktion I 10 bis 15% Rohmaterial (Destillationsrückstand über 320°C) aus Versehen hinzukamen. 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 entsprach. Die Dunkle Färbung der vorliegenden Muster 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 Glockenbödenkolonne 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 Weichparaffinanteile von dem hochstockenden Anteilen gelang aber nicht.

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

Versuch 2. (Destillation VII)

Das Material wurde aus zwei Blasen mit Prallblechaufsätzen unter Vacuum von 10 mm Hg destilliert und verhielt 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 Vacuumdestillationsversuche bei der Firma **000959**
 Maschinenfabrik Heckmann, G.m.b.H., Breslau.

Fraktion	Fraktion 1.			Fraktion 2.			Fraktion 3.			Destillationsrückstand			
	g	Temperatur der Dämpfe Blase °C	Beschaffenheit.	g	Temperatur der Dämpfe Blase °C	Beschaffenheit.	g	Temperatur der Dämpfe Blase °C	Beschaffenheit.	g	Temperatur der Dämpfe Blase °C	Beschaffenheit.	g
I.	47	220	Gut kristallisiert, ölig.	47	260	Kristallisiert, kaum ölig	-	-	-	6	78	nicht kristallisiert, fettig, nicht ölig	20
II.	10	200	gut kristallisiert, stark ölig	50	340	gut kristallisiert, wenig ölig	35	260	kaum ölig	5	79	dito	20
III.	15	220	gut kristallisiert, stark ölig	50	240	gut kristallisiert, wenig ölig	30	260	kaum ölig	5	78	dito	10
IV.	47,5	240	gut kristallisiert, stark ölig	47,5	260	kristallisiert, kaum ölig	-	-	-	5	79	dito	10
V.	20	230	kristallisiert, ölig	-	270	-	-	-	-	80	45	kristallisiert, wenig ölig	10

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Koelen.Durchdruck an:

in Holten am 29.8. 1936

He. Prof. Martin,
 " Dir. Alberts,
 " " Gaibel,
 " Dr. Fischer,
 " Lüben,

Anwesend: He. Prof. Martin,
 " Dir. Alberts,
 " Lüben,
 " Dr. Koelen.

Zeichen:Datum:

Abtlg. NVA Hcc/Stg. 16.9.36.

Betrifft:Paraffin.A. Tafel-Paraffin.

- 1.) Lüben berichtet über die jetzt vorgesehene Arbeitsweise zur Gewinnung von Tafelparaffin:

Die höher siedenden Anteile des Rohproduktes werden bis 320° abdestilliert. Der Rückstand wird abgekühlt und auf Filterpressen vom Öl befreit. Der Pressrückstand wird geschwitzt. Die dabei anfallenden Öle werden destilliert und der Rückstand soll abgeschwitzt werden.

Diese Arbeitsweise ist gewählt worden, weil sie auch in anderen Paraffin-Industrien üblich ist. (raunkolle, Erdöl)

- 2.) Martin fragte, ob das Abkühlen und Pressen durch eine Vakuumdestillation ersetzt werden kann, sodass dann das Schwitzgut durch einfache Destillation erhalten wird?

Lüben erörterte die Anforderungen, welche an das Schwitzgut gestellt werden müssen und teilte mit, daß Versuche über Vakuumdestillation als vorbereitender Arbeitsgang noch nicht gemacht worden sind. Wahrscheinlich genüge eine einfache Vakuumdestillation nicht, es sei vielmehr eine Fraktionierung erforderlich.

Roelen weist darauf hin, daß die Verhältnisse ähnlich liegen wie beim Hartparaffin, wo auch durch eine einfache Vakuumdestillation keine ausreichende Trennung von Öl und Paraffin erreicht werden konnte. Eine Einrichtung für fraktionierte Vakuumdestillation sei nicht vorhanden.

IGben wurde beauftragt, derartige Versuche bei F e e k - e a n n in S r e a l a u auszuführen. Dort steht eine Weiswasserdestillation mit Vakuumvorlage. Es soll untersucht werden, inwiefern man die alte Ölanlage durch Destillieren des Ausgangsmaterials bzw. des Ablaufablaßes ganz oder teilweise ersetzen kann. Dadurch wird eine Vereinfachung und Verringerung des ganzen Betriebes erwartet.

Herr Müten soll feststellen, ob sich die Breslauer Anlage dazu eignet, von uns leihweise oder käuflich übernommen zu werden.

B. Hart - Paraffin.

XX

- 1.) Roelen berichtet über neuere Versuche, welche die Zerabsetzung der zu destillierenden Menge zum Ziele haben.

Man könnte z.B. auch an eine Trennung des Paraffins vom Öl mittels Durchlauf-Zentrifugen denken, sowie ferner an die Verwendung von Hindickern, wobei nur der Dickeschlamm destilliert zu werden brauchte.

- 2.) Alberts wies darauf hin, daß ~~er~~ dann, wenn für jede Füllung Extraktion nur eine Füllung destilliert zu werden braucht, bereits alles Restgas für Heizzwecke verbraucht werden wird, daß das Restgas jedoch die billigste Energiequelle für uns darstellt. Er erläuterte ferner, daß wahrscheinlich die Reparaturen durch Anwendung von Zentrifuge und dergl. nur gering sein würden, da ja bereits die erste Füllung des Ofens mit Lösungsmittel die Hauptmenge des Paraffins entfernt. Außerdem würde man eine große Anzahl von Weiswasserdestillationsanlagen benötigen. Wahrscheinlich sei eine dreimalige Füllung am günstigsten.

- 3.) Alberts berichtete über die geplanten Versuche zur Wiedergewinnung der nach Benzol-Extraktion im Ester verbleibenden Menge des Lösungsmittels mittels umlaufendem Gas. Auf die gleiche Weise soll ebenfalls versucht werden, das Fränköl wiederzugewinnen, welches zur Teilweise bisher wieder-erhalten werden konnte.

Er erläuterte ferner, daß man, falls diese Versuche erfolgreich seien, gegebenenfalls doch an eine Extraktion mit Benzol im Offen-Senken könne. Immerhin blieben zwei unversehrliche Nachteile,

- 1.) die Notwendigkeit, die Ofentemperatur zu senken und
- 2.) die Notwendigkeit, Benzol wesentlich zu kaufen, (besonders im Ausland erschwert d).

- 4.) Weiter wurde besprochen, ob es möglich sei, das Hartparaffin durch Dekristallisieren aus Benzol zu verbessern bzw. durch Verwendung von Lösungsmitteln anderer Art. In allen diesen Fällen bleibt als Nachteil die damit verbundene beschärfte Destillation.

- 5.) Martin fragte, welcher Art nun das so erhaltene Produkt sei und ob es handelsfähig sei.

Reeler erklärte hierzu:

Das durch Wasserdestillieren des Lösungsmittels als Rückstand gewonnene Hartparaffin ist eine ölhaltige Mischung aller Paraffinarten, deren Mengenanteil umgekehrt proportional der Flüchtigkeit ist. Es enthält vor allem noch Glycerin, welches das Produkt klebrig machen.

Die Beschaffenheit dieses Hartparaffins hängt im Übrigen auch ab von der Art der Destillation, d.h., ob diese schonend erfolgt oder ob das Gut mehr oder weniger weit gebracht wurde.

Durch einfache Wasserdestillation könnte eine Trennung von Öl und von Reichparaffin nicht erreicht werden. Im Übrigen ist das Rohprodukt, nachdem es durch Filtrieren oder durch Absetzen von festen Bestandteilen (Staub und dergl.) befreit

worden war, bisher direkt bezuhandelt worden.

- 6.) Lüben soll in Breslau versuchen, auch das Hartparaffinrohprodukt durch fraktionierte Vakuumdestillation zu zerlegen. Das dafür erforderliche Rohmaterial soll aus Suhländ beschafft werden.

Martin fragte, welche anderen Wege es gebe zur Herstellung marktfähiger, verbesserter Qualitäten, also insbesondere zur Herstellung solchen Paraffins, welches schon durch die Farbe anspräche.

Koelen teilte mit, daß im Labor bereits eine Zerlegung mittels Aceton durchgeführt worden sei:

- a) die Bligen und gefärbten Bestandteile,
- b) Weichparaffine,
- c) Hartparaffin, ca. 80°.

Eine weitgehende Entfärbung könne dann noch mit Council erreicht werden. Es sei jedoch schwer, diese Paraffine vollständig farblos zu erhalten.

Vollständig farblose Hartparaffine werden bisher gewonnen durch:

- a) Auflösen in Salzsäure und
- b) alkalische Aufkochung.

Für die ganz hochschmelzenden Anteile sei bisher ein befriedigender Markt noch nicht erschlossen worden.

- 7.) Lüben wies darauf hin, daß wir mit einem farblosen, bei rund 100° schmelzenden Produkt ein dem 18.-2 - Sache gleichwertiges Paraffin herstellen könnten und daß dieses viel verlangt und gut bezahlt würde: (3.- RM.)

Koelen bemerkte, daß diese ganz hochschmelzenden Anteile nicht in sehr geringen Mengen in dem sog. Hartparaffin enthalten sind.

Alberts erläuterte, daß bereits eine Probe von 200 eines derartigen, hochwertigen Produktes einen Preis von

50 Pfg. für das Rohprodukt ergäbe.

Martin bat, dieses zu verfolgen und fragte, worauf der Nachscharakter beruhe.

- 8.) Koelen erklärte, daß die typischen Wachse (z.B. Bienenwachs) gleichzeitig hochschmelzend und knetbar seien, dabei aber nicht an der Unterlage haften und nicht fadenziehend seien.

Unsere Produkte hätten entweder einen hohen Schmelzpunkt und seien dann aber spröde, oder aber sie seien bildsam und hätten dann einen niedrigen Schmelzpunkt und seien dann fadenziehend.

Die opaxte Beschaffenheit und das Haften an der Unterlage worden durch den Ölgehalt herbeigeführt, wie durch künstliche Mischung festgestellt worden sei. Der Nachscharakter werde von unseren Produkten in gewisser Beziehung daher nur vorgetuscht.

- 9.) Martin fragte nach der Möglichkeit, das Hartparaffin zur Verbesserung und Verfeinerung des Tafelparaffins zu verwenden.

Koelen teilte mit, daß beim Schmelzen außer dem normalen Tafelparaffin 50/52° niedriger schmelzende Weichparaffine, z.B. 44, 46° erhalten werden können. Diese sind sehr leicht knetbar und fadenziehend. Schon ein geringer Zusatz von Hartparaffin setzt den Schmelzpunkt erheblich herauf, aber zum Unterschied von dem normalen Tafelparaffin 50/52 sind derartige Mischparaffine viel leichter knetbar und nicht transparent. Selbst bei einem Schmelzpunkt von ca. 60° sind diese Mischparaffine noch verhältnismäßig weich und leicht knetbar.

Eine Herstellung von regelrechtem Tafelparaffin ist also auf diese Weise nicht möglich. Man könnte aber daran denken, derartige Mischparaffine wegen ihrer großen Bildsamkeit als Zusatz bei der Herstellungsart zu empfehlen zur Verbesserung der Knetfähigkeit.

Lüben machte darauf aufmerksam, daß bei Kerzenparaffinen, und auch bei sonstigen handelsüblichen Paraffinen, die Tropf- und Stockpunkte nahe zusammen liegen müßten, was bei diesen Mischungen wahrscheinlich nicht der Fall sei.

- 10.) Martin erklärte, daß bis auf weiteres, solange die Weiterverarbeitung des Hartparaffins noch nicht geklärt sei, das durch Sol-Extraktion in den Syntheseeifen gewonnene Hartparaffin beizustern werden solle, gegebenenfalls nach Reinigen mit Benzol.

Ferner sollen ^{die} im Verhältnis hierzu geringen Mengen, welche durch Benzol-Extraktion gewonnen werden, mit dem Al-Paraffin zusammengeschmolzen werden.

Die hierfür sowie für die Verbindung mit Benzol erforderliche Einrichtung soll geschaffen werden.

Man soll dann versuchen, dieses Produkt zu verkaufen und feststellen, welchen Preis man erzielen kann.

Zusatz: Walbel wies darauf hin, daß wir dem alles tun sollten, um den Verarbeitungsgewinn bei uns zu lassen und daß wir lieber einige Monate mit der Ware zurückhalten sollten, bis die Weiterverarbeitung zu übersehen sei.

Fdr.: Hr. Prof. Martin,
 " Dir. Feibel,
 " " Alberts,
 " Dr. Fischer,
 " Lüben.

Rolle

000966

Ruhrbergische Aktiengesellschaft
Obhausen-Holten

Holten, den 29. Juli 1936.
RB.Abt.BVA. F/Wt.

B. - A n l a g e .

Parff *[Signature]*

Herrn Direktor A l b e r t s

Die beiliegenden Ergebnisse der Synthesegas-Umsetzung bei 170° und bei verschiedenen Gasbelastungen des Kontaktes zeigen, daß bei der halben Gasbelastung des Ofens bei hohem CO-Umsatz ca. 40 % des synthetischen Produktes als Paraffin anfällt. Das hierbei anfallende Endgas mit seinem nutzbaren Gehalt an COH₂ von 45 - 50 % könnte noch in einer zweiten Stufe weiterhin umgesetzt werden.

Ddr.Re.Prof.Martin
He.Dir.Waibel
He.Wilke
He.Heweling.

Synthesegas-Umsetzung bei 170° über CO Th 2 Kgr-Kontakt.
Versuchsdauer 241 Stunden

bei Belastung	44	42	1	2	
Kontraktion	74 %	58 %	34 %	18 %	
% nutzbares CO insgesamt umgesetzt	98,5 %	77,0 %	38,5 %	21,5 %	
% nutzbares CO in flüssige u. feste K.W. umgesetzt	70,5 %	68,5 %	33,5 %	18,0 %	
% des insgesamt umgesetzten CO in flüssige und feste K.W.	71,5 %	89,0 %	86,5 %	83,0 %	
<u>Ø-Gasanalysen</u>	<u>Sy-Gas</u>	<u>N-Gas</u>	<u>R-Gas</u>	<u>E-Gas</u>	<u>E-Gas</u>
% CO ₂	5,1	25,9	15,2	7,9	5,6
CnHm	0,1	0,9	1,2	0,9	0,3
O ₂	0,1	0,5	0,4	0,2	0,2
CO	27,4	1,5	15,2	24,0	26,0
H ₂	55,6	16,3	34,4	49,5	53,5
CnH _{2n+2}	0,6	11,4	7,2	2,0	1,3
C-Zahl	-	2,15	1,8	1,6	1,7
N ₂	10,9	43,5	26,4	15,5	13,2
fl. Produkte g/nm ³	81,0	76,0	34,5	19,5	
Paraffin aus den flüssigen Produkten g/nm ³	4,2	11,8	4,8	3,0	
Paraffin aus Kontakt g / nm ³	27,5	29,2	14,7	6,8	
Gesamtparaffin g/nm ³	31,7	41,0	19,5	9,8	
Gesamtausbeute an festen u. flüssigen K.W. g/nm ³	108,5	105,2	49,2	26,3	
% Paraffin der Gesamtausbeute	29,0	39,0	39,5	37,0	

Siedeverlauf der flüssigen Produkte nach Engler ASTM

bei Belastung	1/4	1/2	1	2
Siedebeginn	40°	38°	39°	37°
40°	—	2,0	—	1,0
50°	2,0	3,8	2,7	3,4
60°	4,9	7,4	5,6	6,0
70°	8,2	11,6	9,2	8,5
80°	11,3	14,0	12,5	11,4
90°	14,8	14,8	15,2	14,6
100°	17,7	18,4	18,3	17,1
110°	21,5	20,8	21,2	20,3
120°	24,1	23,0	23,1	23,0
130°	27,0	25,2	25,3	26,1
140°	29,5	28,4	27,4	28,7
150°	32,7	30,0	29,5	32,0
160°	36,7	31,6	32,5	34,8
170°	39,9	34,0	34,6	36,9
180°	44,0	36,2	36,7	40,0
190°	47,3	38,2	39,7	42,6
200°	53,3	41,6	43,5	47,0
210°	57,3	42,8	46,9	49,6
220°	61,0	45,0	49,3	52,1
230°	65,0	48,8	53,6	54,8
240°	69,0	53,2	56,0	58,5
250°	72,6	56,6	60,2	62,4
260°	76,5	60,8	62,2	65,4
270°	79,6	64,2	66,0	68,0
280°	82,8	67,4	69,4	71,3
290°	86,0	70,8	73,7	74,5
300°	88,3	74,6	76,5	77,2
310°	91,0	77,6	80,4	80,3
320°	93,9	84,4	84,9	84,4
Rückstand	5,1 %	15,6 %	13,6 %	15,0 %
Verlust	1,0 %	2,0 %	1,5 %	0,6 %
spez. Gew. 20°	0,7262	0,7306	0,7380	0,7361
% Olefine	8,1 %	18,1 %	26,3 %	36,5 %

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Abschrift.

Überwachungsstelle für Mineralöl
Berlin W 8, Markgrafenstr. 35

An die

Ruhrchemie Aktiengesellschaft,
Oberhausen-Holten/Rh.

Ihr Zeichen Ihre Nachricht Techn. Bearbeiter
Abt. Vkl/L. vom 4.6.36 Unser Zeichen Tag
Z/Mu-13584 15.7.36.

Betr. Ceresin(Hartparaffin).

Entsprechend Ihrem in obigem Schreiben gestellten Ersuchen teile ich Ihnen mit, dass ich an folgende Firmen Proben des von der Ruhrchemie A.G. zu Verfügung gestellten Hartparaffins gesandt habe:

Firma	Zweck	Ergebnis
Schliemann's Export-Ceresin-Fabrik A.G., Hamburg	Ersatz für Javawachs z. Herstellung v. Kondensatoren	noch kein Ergebnis
Wachsindustrie Fulda Adam Gies, Fulda	Superlawachs f. Kerzen, Bohnermassen, Dentalwachse	"
Pechsiederei Piering, Eich/Sa.	Brauerpech	"
Pechsiederei Wild & Co., Furth i. Wald	Brauerpech	nicht geruchlos,
Phönix Gummiwerke, Harburg		noch kein Ergeb.
Hackethal, Draht- u. Kabelwerke, Hannover		"
Wetzell-Gummiwerke, Hildesheim		"
Continental-Gummiwerke, Hann.		"
Tretorn & Calmon-Gummiwerke, Hamburg	Licht- und Alterungs-schutz f. Gummiwaren	bisher befriedigend.

Wie Sie aus der Aufstellung ersehen, sind die Versuche leider noch nicht abgeschlossen. Ich werde Ihnen aber von den Ergebnissen sofort entsprechende Mitteilung machen.

Anscheinend besteht Aussicht, dass sich das Ceresin in der Gummi-Industrie als Licht- und Alterungsschutz verwenden lässt. Für diesen Verwendungszweck müssen allerdings folgende Bedingungen gestellt werden:

Holten, den 13. Juli 1936.
3B.Abt.BVA.F/Wt.

B. - Anlage.

Pol

Betr.: Paraffin-Bildung. (Zur Besprechung am 14. Juli 1936)

In Laborversuchen wurden, wie schon mitgeteilt, folgende Werte erhalten:

	<u>S.O. I</u>	<u>S.O. II</u>
Temperatur	185-195°	170°
Gesamtprodukt + Kontakt-Paraffin	108,8 g/m ³	75,0 g/m ³
Paraffin im flüssigen Produkt	3,5 g/m ³	8,3 g/m ³
Kontakt-Paraffin	3,8 g/m ³	23,0 g/m ³
Gesamt-Paraffin	<u>7,3 g/m³</u>	<u>31,3 g/m³</u>
Paraffingehalt des Gesamtproduktes in %	6,7	42,0

Die von Herrn Dr. Schaller an Syntheserufen I und II durchgeführten Versuche zeigten folgende Ergebnisse:

	<u>S.O. I</u>	<u>S.O. II</u>
Temperatur	182-192°	170-182°
Gesamtprodukt + Kontakt-Paraffin	80,9 g/m ³	41,2 g/m ³
Paraffin im flüssigen Produkt	8,4 g/m ³	5,9 g/m ³
Kontakt-Paraffin	7,9 g/m ³	9,6 g/m ³
Gesamt-Paraffin	<u>16,3 g/m³</u>	<u>15,5 g/m³</u>
Paraffingehalt des Gesamtproduktes in %	20,2	37,7

Ddr. Hr. Prof. Martin
" Dir. Alberts
" Dir. Weibel
" Dr. Roelen

Ruhbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

000972

Oberh.-Holten, den 3. Juli 1936.
Abt. BVA RoenNm.

B. - A n l a g e .

Pos

Herrn Prof. M a r t i n .

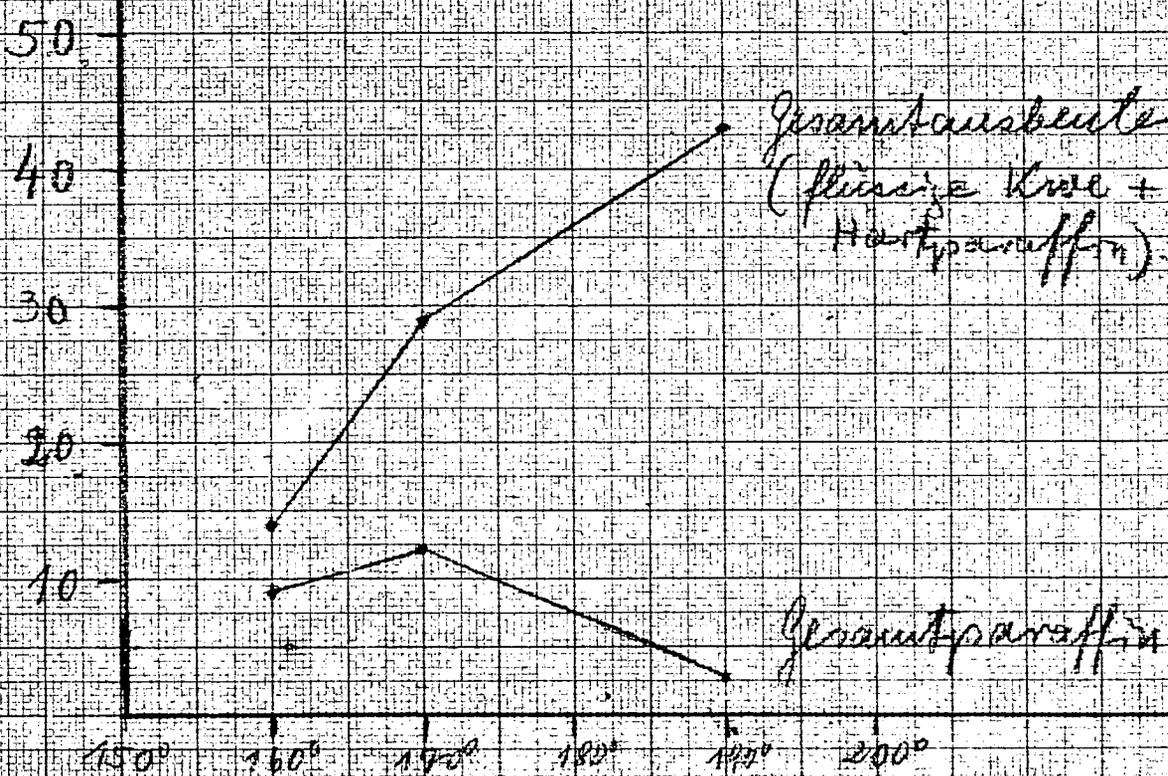
Aus dem beiliegenden Kurvenblatt geht hervor, dass die absolute Ausbeute an Gesamtparaffin zunächst ansteigt, wenn die Temperatur gegenüber der normalen Betriebstemperatur gesenkt wird und bei weiterer Temperatursenkung schliesslich wieder fällt. Bei dem jetzt verwendeten Katalysator dürfte die grösste Ausbeute in der Zeiteinheit bei rund 170° (Blocktemperatur des Labor.-Ofens) erhalten werden.

Ddr. Herrn Dir. Alberts,
" " Waibel.

Rse

Einfluss der Temperatur auf die Paraffinausbeute.

↑ g Ausbeute je 1g Co im 390 Bakt. St.



3. VII. 51. R_{III}

000974

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Holten, den 17. 6. 1936.
RB. Abt. BVA. F./Htg.

B. - A n l a g e .

Herrn Prof. Dr. M a r t i n !

Betr.: Paraffinbildung.

Ans den bisher durchgeführten Laborversuchen bei niedrigen Reaktionstemperaturen sind folgende Daten entnommen, s. Anlage.

Ddr. He. Dir. Alberts
" " Waibel
" Dr. Roelen
" Dipl. Ing. Neweling

-2-

000975

Versuchs-Dauer 390 Stunden	Normale Umsetzung b. 185-195	Umsetzung bei 170	Umsetzung bei 160	Versuchsdauer 750 Stunden	Normale Umsetzung b. 185-195	Umsetzung in 4 Stufen bei 175	Umsetzung in 4 Stufen bei 170
-------------------------------	------------------------------------	----------------------	----------------------	------------------------------	------------------------------------	-------------------------------------	-------------------------------------

Durchschnittswerte zum Reaktionsverlauf,

% Kontr.	75%	44%	15%	70%	59%	45%
fluss. Prod. cm ³ /m ³	146	71	21	139 com	68,5 com	62 com
g/m ³	105	52	15	100 g	50 g	45 g

*normale Belastung
(12 g pro je Std. / 195)*

An 1 g Co wurden in 390 Betr. Std. erhalten:

g Fluss. Prod.	8.60	41 g	20,2 g	5,8 g
Gehalt an Paraffin m. Smp. 33°	3,3%	1,35 g	3,2 g	0,9 g
Kontaktparaffin g m. Smp. ca 90°	1,5 g	9,0 g	8,0 g	8,0 g
Gesamtparaffin g	2,85 g	12,2 g	8,9 g	8,9 g
d. Bestand % Paraff.	6,7%	42 %	65 %	65 %
Gesamtausbeute	42,5 g	29 g	13,8 g	13,8 g

An 1 g Co wurden in 750 Betr. Std. erhalten:

75 g	37,5 g	33,8 g
3,3%	11,2 %	16,0 %
2,5 g	4,2 g	5,4 g
3,0 g	5,9 g	7,9 g
5,3 g	10,1 g	13,3 g
7,0 %	23,3 %	32 %
78 g	43,4 g	41,7 g

x) Da der Paraffingehalt der flüssigen Produkte bei diesem Versuch nicht bestimmt wurde, so wurde der Prozent-Wert aus dem Stufen-Versuch bei 170° eingesetzt, der durch die Siedeanalyse wahrscheinlich gemacht ist.

xx) Auch dieser Wert ist angenommen. Ein geringerer Prozentgehalt ist nach der Siedeanalyse nicht anzunehmen.

$$X = \frac{45}{58,1} \times 36 = 27,6$$

Hubertgen

000976

B. - Anlage.

Holten, den 10.10.1935
Abt. BVA. Roe/Htg.

Paraffinerzeugung.

Telefonische Auskunft von Herrn Dr. Koch.

Herr Dr. Koch hat Versuche mit kupferfreien Co-Th-Katalysatoren gemacht über die vermehrte Bildung von Paraffin durch Alkalisieren. Diese Versuche sind bisher nicht veröffentlicht.

Durch Zusatz von Kal.-Carbonat konnte die Bildung von Paraffin auf das 3fache gesteigert werden.

Bis zu 1% K_2CO_3 (bezogen auf Co-Metall) tritt noch keine Aktivitäts-Minderung ein. Bei mehr Alkali erfolgt wohl stärkere Paraffinbildung, jedoch auch Aktivitäts-Minderung.

Nach 8 - 14 Tagen sind die alkalisierten Katalysatoren vollkommen mit Paraffin beladen, sodass sie extrahiert werden müssen.

Genauere Untersuchungen, z.B. über eine Veränderung des Gesamtschmelzpunktes der hochschmelzenden Anteile liegen noch nicht vor.

R