

3448 - 30/5-01 - 8

000521

Aktennotiz

Über die Besprechung mit ^{A.7}
bei der Märkischen Seifenindustrie

Verfasser: Dr. Velde

Durchdruck an:

in Witten am 15.10. 1938

Anwesend:

H. Dr. Imhausen, Märkische Seifen-
industrie.
H. Dr. Engel " "
H. Dr. x " "
H. Imhausen jun. " "
H. Dir. Dr. Hagemann RB.
H. Dr. Velde RB.

Zeichen:

Datum:

Betr. Labor II V/Gr.

Betrifft: Eigenschaften des Paraffingatsches für die Fettsäure-Synthese.

Zu der Frage über die wünschenswerten Eigenschaften
des Paraffingatsches erklärte Herr Dr. Imhausen folgendes:

Bei den Arbeiten der Fettsäureindustrie hat sich
ergeben, dass das Paraffin einen Siedebereich zwischen 320° u. 450°
haben muss, um die besten Ausbeuten bei der Oxydation zu ergeben. Der
Molekülgrösse nach, geht das Paraffin-Band von C_{20} bis annähernd C_{40}
~~Die~~ ^{haben} daraus hergestellten Fettsäuren haben eine Molekülgrösse von C_{10}
~~ca.~~ ^{ca.} C_{22} . Zwischen Druckparaffin und Normalparaffin besteht insofern
ein Unterschied, als für das Normal-Paraffin ein etwas höherer Siede-
Anfang als 320° , z.B. 330 oder 340° zweckmässiger wäre. Dieses unter-
schiedliche Verhalten kann ausser von konstitutionellen Verschieden-
heiten im Aufbau der Paraffine auch von der Siedekurve abhängig sein,
in der Art, dass bei dem Normalparaffin ein höherer Prozentsatz
von $320 - 360^{\circ}$ ~~über~~ ^{über} geht als bei Druckparaffin. Auf eine diesbezgl.
Frage von Velde wird dieses Verhalten von den Wittener Herren be-
stätigt und dazu einige Siedeanalysen der beiden Paraffin-Sorten

000522

gegeben. Beispielsweise ging von einem Normalparaffin

unter 320°	2 - 3 % über
320 - 360	40 %
360 - 400	35 %
400 - 430	16 %
430 - 460	4 - 5 %

Von einem Druckparaffin gingen über:

unter 320°	6,4 %
320 - 360	22,8 %
360 - 400	36,4 %
400 - 430	27,2 %
430 - 445	4,9 %
über unter 445	2,3 %

Es gehen ^{etwa} Bei dem Normal-Paraffin in dem Bereich 320 - 360° deutlich

~~weniger~~ mehr Anteile über als bei dem entsprechend geschnittenen

Druckparaffin. ^{es enthält daher wesentlich mehr} Der Original-Druck-Gatsch hat ungefähr folgendes Siede-

^{von dem} Verhalten: ^{gewisslos schlechter ist.}

Siedebeginn:	annähernd 200°
- 320°	23 %
320 - 450	46 %
450 - 480	9 %
über 480	22 %

Sämtliche Destillationen wurden bei 1 mm Druck durchgeführt. Während ^{im allgemeinen} das Normal-Paraffin etwa 6 % über 450° siedende Anteile enthält, die bei der Verarbeitung nicht stören, gehen von dem Druckparaffin, wenn man nur die über 320° siedenden Anteile rechnet, etwa 65 % bis 450° über. Diese Angaben stimmen hin etwa mit unseren eigenen Untersuchungen über Druckparaffin überein, bei denen gefunden wurde, dass zwischen 330° und 470° vom über 330° siedenden Produkt bei 15 mm 69 % und bei 30 mm 72,5 % übergehen.

000523

Die Oxydation des Paraffins wird in einzelne Stufen durchgeführt, wobei in jeder Stufe nur soweit oxydiert wird, dass keine Oxysäuren dabei entstehen, die später zur Emulsionsbildung Veranlassung geben könnten. Die Trennung der Fettsäuren vom Restparaffin erfolgt jedes Mal durch Destillation. Trotz der stufenweisen Oxydation mit zwischenzeitlichen Destillationen lässt sich das gesamte Druckparaffin nicht einsetzen, weil die über 450° siedenden Anteile Fettsäuren bilden würden, die für die Seifenherstellung nicht mehr brauchbar sind und sich nicht ~~von~~ abtrennen lassen. Diese hochsiedenden Anteile müssen also auf irgendeine Weise entfernt werden, wobei es der Fettsäure ~~Leiten~~ ^{herunter} am angenehmsten wäre, wenn diese Abtrennung bei den einzelnen ~~Werken~~ ^{Erzeugnissen} vorgefommen würde. ~~Über~~ diese Frage entspinnt sich eine kurze Diskussion, da der zunächst am einfachsten erscheinende Weg, die Vakuumdestillation bei 10 oder 20 mm mit zu hohen Kosten verbunden sein dürfte. Das Ausfällen der hochschmelzenden Produkte ist nach Ansicht von Imhausen noch teurer als ~~die~~ die Destillation und auch zu umständlich. Dagegen schlägt Hagemann vor, die Abtrennung durch Ausschwitzen vorzunehmen und wird bei der Ruhrbenzin die entsprechenden Unterlagen beschaffen.

Die über 450° siedenden Anteile haben Schmelzpunkte von annähernd 105° . ~~Sie~~ ^{und} können nach entsprechend geleiteter Spaltung auch zur Oxydation herangezogen werden. Die Spaltung ist ~~auch~~ ^{ebenfalls schon} in Witten untersucht worden; dabei wurde bei Drucken zwischen 0 und 8 atü und etwa 400° in Rohrschlangen gearbeitet, wobei nach 3-4maligem Rücklauf folgender Umsatz erzielt wurde:

70 % im Siedebereich $320 - 450^{\circ}$,
12 % Dieselöl,
13 % Krackbenzin,
2 % Krackgas,
2 - 3 % Verluste.

Der bei der Spaltung entstehende sog. Krackgatsch lässt sich ebenfalls

direkt oxydieren. ^{bessere alternative wird es} ~~am besten~~ ^{in Mischung} mit dem Normal-Paraffin, da ^{unverändert} dann sein vorwiegend ungesättigter Charakter nicht so stark in Erscheinung tritt. Eine Hydrierung des Krackgatsches, die den Prozess wieder wesentlich verteuern würde, ist nicht notwendig.

Zu den theoretischen Unterlagen für die verschiedenen Prozesse ist folgendes zu sagen:

Nach Meinung von ~~Herrn~~ Imhausen erfolgt die Oxydation der Paraffine derartig, dass die langgestreckten Moleküle ^{in der} ~~mit~~ aufgespalten und dann oxydiert werden. Dafür spricht, dass gerade aus den primären C₂₀ Molekülen Fettsäuren mit 10 Kohlenstoff-Atomen gebildet werden. Ausserdem die verhältnismässig hohe Ausbeute von etwa 80 % auf Säure bezogen, d.h. etwa 70 % auf Kohlenstoff und Wasserstoff gerechnet. Der Grund für die bessere Verwendung des Druckparaffins wird in dem stärkeren Vorherrschen isomerer, d.h. wohl verzweigter Paraffine gesucht, ^{ein Paraffin die nur allerdings} ~~noch früher~~ ^{durch} ~~in~~ ~~Versuchsverfahren~~ ~~bezugnehmend~~ ~~überw.~~

Rheinberger Alkylgesellschaft
Verkaufsbüro

Betrieblabor II
v/Dr.

Prüfprotokoll

A.F. 6-38

000525

(am 15. 8. 1938)

Herrn Direktor A. B. e. r. t. h.

Betrifft: Paraffingehalt aus der Drucksynthese für Fett-
säureherstellung.

In Ausführung Ihrer Notiz zu dem Schreiben von
Herrn Dr. Jäger vom 28. V., nach dem für die Fettsäure-
herstellung für zwischen 170 und 275°/5mm übergehende
Fraktion verlangt wird, wurde aus den Primärprodukten des
Druckofens 3 die entsprechende Fraktion bestimmt. Es
wurde dann Kondensat-Öl und Paraffin aus der Produktion
vom 31. V. - 1. VI. abgewogen. Die Anhaltswerte des Ofens
für diesen Tag sind folgende:

- Ofentemperatur: 194°
- Betriebsstunden: 2725
- Belastung: 98,8 m³ St.-Gas/Std.
- Belastung pro kg Kobalt: 1,068 Nm³
- Kontraktion: 50,8 %
- Kohlenoxyd-Umsatz: 58,6 %
- Produktion:
- Paraffin: 65,4 kg
- Kondensatöl: 58,1 kg
- A. E. Benzol: 40,65 kg
- Ausbeute an fl. Produkte: 69,2 m³ St.-Gas
84,8 m³ Butagas

Da es mit den vorhandenen Einrichtungen nicht
möglich war bei 5 mm zu destillieren, wurde die Destilla-
tion bei 10 mm durchgeführt und die Umrechnung der Tem-
peraturen nach dem Diagramm nach Deale und Beckey
(s. Veltrop, Öl und Kohle 1933, S. 333) vorgenommen.
Den angegebenen Temperaturen entsprechen für andere Drucks
folgende Zahlen:

5mm	10mm	20mm	30mm	Stoßdruck	Anzahl St.-Atome
170	185	201	215	15	19
275	294	313	333	60	31 - 32

*Produktion...
...
...*

000526

Fraktion > 321
321-470 22,5 %
> 470 27,5 %

Bei einer Einwaage von 500 g Paraffin und Kerosin-
ent-Öl, gemischt im Verhältnis des Anfalles, gingen in
Siedebereich 185 - 234° (10 mm) 130 g über = 26 %. Der
Rückstand betrug 50 g = 10 %. Auf die Gesamtproduktion,
einschl. A.K.-Benzin, bezogen sind demnach 19,6 % über-
gegangen bei einer Rückstandsmenge von 7,5 %.

Der Rückstand wurde zur Aufspaltung bei 50 mm,
100 mm und 200 mm destilliert und dabei jeweils bis
zu der Temperatur in Gebrauch gegangen, die der End-
temperatur bei 5 mm entspricht, d.h. bis 342° bei 50 mm,
370° bei 100 mm und 400° bei 200 mm. Das Siedende
war allerdings schon bei 160° erreicht. Der nicht zu
destillierende Anteil betrug 2,2 % des Rückstandes =
ca. 0,2 % der Gesamtproduktion. Zur genaueren Bestimmung
des Anteiles an Spaltprodukten wurde das Destillat
nochmals bei hohem Vakuum überdestilliert. Der Siede-
beginn lag bei 80°/20 mm = 185°/160 mm. Bis 185°/10 mm
gingen 15 % über. Zwischen 185 - 234°/10 mm gingen 43,5
% über. Der Rückstand betrug 38,7 % bei einem Destilla-
tionsverlust von 2,6 %. Es sind also noch Anteile ver-
handen, die oberhalb des gewünschten Bereiches siedeten.
Unter der Annahme, dass diese Anteile sich bei einer
zweiten Behandlung im gleichen Verhältnis wie beim
ersten Male in Dieselöl-Fraktion und Paraffingut
aufspalten lassen, ergibt sich, dass der Rückstand
der ersten Destillation bei einem Krackerverlust von
hoch gerechnet, etwa 4 %, zu 24 % in Dieselöl und zu
72 % in Paraffingut aufgespalten wird.

Insgesamt erhält man auf Grund der vorgenannten
Ergebnisse aus den 27 % des über 130° siedenden Frack-
produktes 25% Paraffingut, 1,7% Produkt innerhalb
des Gasölbereiches und 0,3% Verlust.

Die Destillation und Aufspaltung des Rückstandes
wird mit hohem Produkt N. St. nochmals untersucht um
sicher zu sein, dass die verhältnismäßig günstigen
Ergebnisse, die sich bei der Aufspaltung ergeben haben,
auch reproduzierbar sind.

Herrn Dr. Martin
Herrn Magemann
Herrn
Herrn

Müller