

Norddeutsche Mineralölwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Pölitz, den 12.6.43.
Dr.G/Kn.

3996-30/301 et al.

Laborspaltung von raffiniertem Weichparaffin
von A.S.W., Espenhain.

85

Das uns Ende Mai übersandte 2. Muster raffiniertes Weichparaffin von der A.S.W. Espenhain weicht in seinen Analysendaten gegenüber dem im März d.J. gesandten Muster kaum ab.

Bei der Spaltung ergaben sich ebenfalls fast keine Unterschiede gegenüber dem 1. Muster, das Brechungsvermögen stieg genau so wie dort am Ende der Spaltung um 1 Einheit in der 2. Dezimale. Die Olefine zeigte bis auf die Dichte gleiches Verhalten.

Die Polymerisation führte auch hier nur zu einem Öl mit einem Richtungsfaktor von 3,08. Infolgedessen ist auch dieses Weichparaffin nicht für unsere Zwecke geeignet. Die Schlamm Bildung ist beträchtlich.

Analyse des Paraffins:

Dichte bei 70° 0,772
Anilinpunkt 103°
Schmelzpunkt 32°
n_D 80 1,4288

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
70 - 175°	41,0 %	0,759	99	30
176 - 200°	40,2 %	0,770	104	37
201 - 225°	17,3 %	0,797	103	38
Rückstand	1,5 %	-	-	-

Spaltung des Paraffins:

Zur Spaltung genommenes Paraffin	1502 gr
Umgesetztes "	1217 gr - 81 %
Flüssige Olefine	821 gr 67,5 %
Verlust	396 gr 32,5 %
Umsatz/Durchsatz	24,2 %
Koks	0,25 % v. Umsatz
Spaltrückstand	284 gr
Gesamtdurchsatz	5017 gr
Temperatur	510°
Durchsatz	400 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

			Dichte bei 70°	Anilin- punkt	N _D 80	Olefine N _D 20
Vor d.	1.	Spaltg.	0,772	103	1,4288	-
Nach "	1.	"	0,771	99	1,4291	1,4211
"	2.	"	0,770	96	1,4297	1,4305
"	3.	"	0,782	98	1,4345	1,4269
"	4.	"	0,776	97	1,4364	1,4240
"	5.	"	0,778	96	1,4382	1,4365
"	6.	"	0,780	98	1,4382	1,4265

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
50 - 175°	66,5 %	0,768	89	23
176 - 200°	16,7 %	0,788	99	37
201 - 225°	7,7 %	-	96	34
226 - 245°	2,3 %	-	94	36
Rückstand	6,6 %	-	80	-

Analyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,747
Bromzahl	137
Brechungsvermögen bei 20°	1,4278
Siedebeginn	40°

60°	3 %	140°	39 %	220°	69 %
80	7	160	47	240	73
100	20	180	57	260	79
120	30	200	62	280	84
				300	92
				315	95

Rückstand: Erstarrungspunkt + 29
Bromzahl 52

Polymerisation der Olefine.

500 gr Olefine und 30 gr Aluminiumchlorid wurden polymerisiert.

1,5 Std.	bei	35°
5 "	"	25°
2 "	"	80°

Bromzahl	28,6
Öl abgegossen	409
Schlamm	121

Destillation des Rohöls.

Rückstand über 225° bei 2 mm Hg = 81,0 %
Zähigkeit bei 100° 34,0 c St.
Richtungsfaktor 3,08

R. Zeller

Laboratoriumsspaltung von Paraffinmischungen ~~von~~ A.S.W.
=====

Wir erhielten 3 Mischungen von Paraffin von der A.S.W.

- | | |
|---|-----------|
| 1.) Rohhartparaffin : Rohweichparaffin
gemischt im Verhältnis 3:1 | } Probe 1 |
| 2.) Rohhartparaffin : raffin. Weichparaffin
gemischt im Verhältnis 3:1 | } Probe 2 |
| 3.) raffin. Hartparaffin : Rohweichparaffin
gemischt im Verhältnis 3:1 | } Probe 3 |

Alle Proben entsprechen an sich den von uns aufgestellten Mindestanforderungen im Hinblick auf Dichte und Anilinpunkt. Beim Spalten war die Koksbildung sehr gering. Der Spaltrückstand änderte sich selbst bei Probe I, die ~~ja~~ ^{schon} das ~~schlechtesten~~ Material darstellt, nur sehr wenig, so daß angenommen werden kann, dass das Paraffin fast völlig spaltbar ist. Die Olefine sind bei allen Proben in Ordnung; infolgedessen ergaben sich bei den Polymerisationen keine Schwierigkeiten und gute Ausbeuten. Es fallen Öle an mit ausreichender Zähigkeit. Der Richtungsfaktor liegt bei Probe I an der oberen Grenze, bei Probe II u. III beträgt er 2,94.

Die Koksprobe liegt bei Probe I u. II an der oberen zugelassenen Grenze, bei Probe III ist sie gleich 0,19 %. ~~Es ergibt sich somit~~, daß für uns Probe I wegen ~~zu schlechten~~ Richtungsfaktors nicht geeignet erscheint, da sich gezeigt hat, daß bei Betriebspolymerisationen der Richtungsfaktor stets um ein Geringes schlechter wird als bei Polymerisation im Laboratorium, und somit die Grenze von 3,0 überschritten würde.

Probe II ist in der vorliegenden Form für uns geeignet.

Probe III kommt im Grossen wohl nicht in Betracht, da es sich erwiesen hatte, daß das rohe Hartparaffin bereits genügend gute Ergebnisse liefert.

Probe I) Rohhartparaffin : Rohweichparaffin

X

3:1

=====

Analyse des Paraffins:

Dichte bei 70° 0,771
 Anilinpunkt 115°
 Schmelzpunkt 53°
 N_D 80 1,4282

X Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
90 - 175°	11,3 %	0,761	112	35
176 - 200°	30,5 %	0,766	119	44
201 - 225°	38,3 %	0,772	121	53
226 - 250°	16,0 %	0,775	124	58
Rückstand	3,0 %	-	-	-

Spaltung des Paraffins

Zur Spaltung genommenes Paraffin: 1 258 g
 Paraffin umgesetzt 942 g = 75 %
 Flüssige Olefine 549 g = 58,3%
 Verlust 393 g = 41,7%
 Umsatz/Durchsatz 29,9%
 Koks 0,23 % v. Umsatz
 Spaltrückstand 317 g
 Gesamtdurchsatz 3 147 g
 Temperatur 515°
 Durchsatz 305 ccm / Std.

X Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	ND 80°
Vor der 1. Spaltung		0,771	115	1,4282
Nach " 1. "	"	0,771	113	1,4284
" " 2. "	"	0,772	110	1,4285
" " 3. "	"	0,772	104	1,4289

- 3 -

Destillation des Spaltrückstandes
 bei 0,6 mm Druck

	Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
55 - 175°	40,4 % 0,759	90	25
176 - 200°	33,9 % 0,770	110	40
201 - 225°	15,0 % 0,782	116	55
226 - 250°	8,2 % 0,796	120	59
Rückstand	2,5 % -	-	-

Siedeanalyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,731
Bromzahl	143
Berechnungsindex bei 20°	1,4239
Siedebeginn	39°
60° 1 %	220° 75 %
80 4	240 81
100 12	260 85
120 21	280 88
140 33	300 92
160 43	320 95
180 58	Rückstand: Bromzahl = 36
200 68	Erstarrungspunkt + 31

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine wurden mit 30 g Aluminiumchlorid in 3 Stufen polymerisiert.

1,5 Std. bei 35°	Bromzahl	31,4
5 " " 25°	Öl abgegossen	436 g
2 " " 60°	Schlamm	94 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm Hg = 88,2 %

Zähigkeit bei 100° = 44,6 c St

m = 2,99

Stockpunkt = - 33°

Conradson = 0,28%

2,5 g aus Schmelze und 1,5 g aus Öl

Probe II) Rohhartparaffin : raffiniertem Weichparaffin

3:1

=====

Analyse des Paraffins:

Dichte bei 70° 0,771
 Anilinpunkt 117°
 Schmelzpunkt 48°
 n_D 80 1,4280

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
80 - 175°	13,0 %	0,761	112	38
176 - 200°	26,8 %	0,764	123	45
201 - 225°	52,5 %	0,774	118	54
226 - 250°	6,5 %	0,789	127	63
Rückstand	1,3 %	-	-	-

Spaltung des Paraffins:

Zur Spaltung genommenes Paraffin: 1660 gr
 Paraffin umgesetzt 1284 gr = 77 %
 Flüssige Olefine 756 gr 58,9%
 Verlust 528 gr 41,1%
 Umsatz/Durchsatz 29,7 %
 Koks -
 Spaltrückstand 376 gr
 Gesamtdurchsatz 4318 gr
 Temperatur anfangs 510°, später 500°
 Durchsatz 310 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	ND 80
Vor der 1. Spaltung		0,771	117	1,4280
Nach " 1.	"	0,769	116	1,4290
" " 2.	"	0,766	110	1,4297
" " 3.	"	0,767	110	1,4302

Destillation des Spaltrückstandesbei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
60 - 175°	36,6 %	0,758	92	26
176 - 200°	24,0 %	0,766	110	42
201 - 225°	29,1 %	0,773	117	52
226 - 250°	6,9 %	0,782	122	59
Rückstand	3,4 %	-	124	-

Siedeanalyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,736		
Bromzahl	139		
N _D 20	1,4164		
Siedebeginn	35°		
60°	3 %	220°	77 %
80	13 %	240	82
100	30	260	87
120	39	280	91
140	46	300	95
160	54	Rückstand: Bromzahl	37
180	60	Erstarrungspunkt + 30°	
200	77		

Polymerisation der Olefine

500 gr Olefine wurden mit 30 gr Aluminiumchlorid
in 3 Stufen polymerisiert.

1,5 Std. - bei 35°	Bromzahl	29
5 " " 25°	Öl abgegossen	452 g
2 " " 60°	Schlamm	78 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm Hg = 85,0 %

Zähigkeit bei 100° = 47,2 c St.

m = 2,94

Jodzahl 27

Stockpunkt - 30

Conradson: 0,29 %

- 6 -

Probe III) raffin. Hartparaffin : Rohweichparaffin

3:1

=====

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70° 0,770

Anilinpunkt 118°

Schmelzpunkt 50°

N_D 80 1,4282Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
80 - 175°	11,3 %	0,761	112	35
176 - 200°	34,5 %	0,766	119	44
201 - 225°	25,0 %	0,772	121	53
226 - 250	27,0 %	0,781	124	58
Rückstand	2,3 %	-	-	-

Spaltung des Paraffins:

Zur Spaltung genommenes Paraffin:	1603 gr
Paraffin umgesetzt	1067 gr = 66,6 %
Flüssige Olefine	640 gr = 60,0 %
Verlust	427 gr = 40,0 %
Umsatz / Durchsatz	22,3 %
Koks	0,23 % v. Umsatz
Spaltrückstand	535 gr
Gesamtdurchsatz	4776 gr
Temperatur	anfangs 490°, später 510°
Durchsatz	370 ccm/Std.

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

		Dichte bei 70°	Anilinpunkt	N _D 80
Vor der 1. Spaltg.		0,770	118	1,4282
Nach " 1. "		0,772	110	-
" " 2. "		0,773	108	-
" " 3. "		0,775	106	-
" " 4. "		0,777	105	1,4304

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
70 - 175°	35,5 %	0,770	93	31
176 - 200°	13,8 %	0,760	110	44
201 - 225°	37,8 %	0,772	116	51
226 - 250°	10,3 %	0,776	122	58
Rückstand	2,3 %	-	-	-

Siedeanalyse der Olefine

Dichte bei 20°	0,726		
Bromzahl	147		
N _D 20	1,4234		
Siedebeginn	49°		
60°	1%	240°	82 %
80°	7	260	86
100	22	280	90
120	34	300	92
140	43	320	95
160	55		
180	62		
200	69	<u>Rückstand:</u>	
220	75	Erstarrungspunkt	+ 29°
		Bromzahl	36

Polymerisation der Olefine

500 gr Olefine wurden mit 30 gr Aluminiumchlorid
in 3 Stufen polymerisiert.

1,5 Std. bei 35°	Bromzahl	29,7
5 " " 25°	Öl abgegossen	434 g
2 " " 60°	Schlamm	96 g

Destillation des Rohöles

Rückstand über 225° bei 2 mm Hg = 88,0 %
Zähigkeit bei 100°C = 45,8 c St.
Richtungsfaktor m = 2,94
Jodzahl 25,2
Stockpunkt - 27
Conradson: 0,14

A. J. K. K.

Norddeutsche Mineraloelwerke
Stettin G.m.b.H.

Stettin-Pölitz, 29.6.1943
Dr.G./C.

Laboratoriumsspaltung von Paraffingatsch A.S.W.

2 Muster je 2 kg eingegangen am 16. Juni 1943

Die uns von der A.S.W. Espenhain zugesandten 2 Muster Paraffingatsch aus der Extraktion, roh bzw. mit Bleicherde raffiniert wichen abgesehen von der Farbe in ihren Analysendaten und bei der Verarbeitung nur wenig voneinander ab.

Die Analysendaten sind bei beiden Produkten in der Dichte gegenüber unseren Mindestanforderungen zu hoch und im Anilinpunkt zu niedrig. Dasselbe gilt auch für die einzelnen Fraktionen der Vacuum-Destillation.

Bei der Spaltung zeigte sich der hohe Ölgehalt im ungenügenden Umsatz. Infolgedessen wurde die Temperatur erhöht. Der Gasverlust war normal; die Koksbildung etwas grösser als normal. Die Olefine zeigten dafür dass sie viel niedersiedende Anteile enthielten, zu niedrige Bromzahl und erhöhtes Brechungsvermögen; sie enthalten wohl naphtenische oder aromatische Kohlenwasserstoffe.

Dasselbe sieht man auch aus der Polymerisation, die mehr Vorlauf als üblich ergibt, (27 % bzw. 25 %). Ebenso ist die Zähigkeit des Rückstandöles unzureichend. Der Richtungsfaktor liegt wesentlich über unseren Liefergrenzen.

Beide Paraffingatsche sind für uns nicht brauchbar.

Polymerisation verlief wegen des sauren

Paraffingatsch aus der Extraktion raffiniert

Analyse des Paraffins

Dichte bei 70° =	0,800
Anilinpunkt	100
Schmelzpunkt	40
n_D^{20}	1,4414

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
80 - 175°	24,8 %	0,784	95	flüssig
176 - 200°	25,0 %	0,792	103	45
201 - 225°	33,8 %	0,806	105	50
226 - 250°	14,0 %	0,828	106	52
Rückstand	1,8 %	- -	104	- -
Verlust	0,8 %			

Spaltung des Paraffins

Angewandtes Paraffin	1 575 g	
Ungesetztes Paraffin	1 254 g = 79,6 %	
Spaltrückstand	318 g	
Verlust	480 g = 38,2 %	
Flüssige Olefine	774 g = 61,8 %	
Umsatz/Durchsatz	= 17,4 %	
Koks	etwa 10,5 = 0,84 % v. Umsatz	
Gesamtdurchsatz	7 224 g	
Temperatur anfangs	510° später 525°	
Durchsatz	400 cm/Std.	

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n _D 20
Vor der	1. Spaltung	0,800	100	1,4414
Nach "	1. "	0,801	98	1,4441
" "	2. "	0,802	97	1,4451
" "	3. "	0,803	95	1,4477
" "	4. "	0,812	94	1,4544
" "	5. "	0,816	89	1,4558
" "	6. "	0,822	87	1,4570
" "	7. "	0,829	85	1,4619
" "	8. "	0,842	84	1,4628

Destillation des Spaltrückstandes
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
45 - 175°	33,1 %	0,813	71	flüssig
176 - 200°	20,4 %	0,823	91	34
201 - 225°	20,0 %	0,839	97	41
226 - 250°	19,5 %	0,870	97	46
Rückstand	7,1 %	—	—	—

Analyse der Olefine

Dichte bei 20° 0,767

Bromzahl 127

Brechungsvermögen 1,4408

Siedebeginn:	53°		120°	25	220°	70
	60°	0,5 %	40°	35	40°	80
	80°	6 %	60°	43	60°	85
	100°	15 %	80°	52	80°	92
			200°	61	200°	95

Rückstand: Erstarrungspunkt + 18°
Bromzahl 48

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 95 g Aluminiumchlorid wurden polymerisiert

1,5 Std. bei 35°

5 " " 25°

2 " " 80° (dabei Anstieg der Tempera-
tur auf 110°)

Öl abgegossen 394 g

Schlamm 141 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend = 72,7 %

Zähigkeit bei 100° 24,8 cst

Richtungsfaktor 3,26

Conradsonprobe 0,28 %

Paraffingatsch aus der Extraktion rohAnalyse des Paraffins

Dichte bei 70°	0,800
Anilinpunkt	100°
Schmelzpunkt	45°
n_D^{80}	1,4449

Destillation bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
85 - 175°	43,8 %	0,789	98	42
176 - 200°	26,6 %	0,804	105	49
201 - 226°	22,5 %	0,818	107	52
Rückstand	4,4 %	--	108	--
Verlust	2,9 %			

Spaltung des Paraffins

Angewandtes Paraffin	1 556 g	
Ungesetztes Paraffin	1 192 g	= 76,6 %
Spaltrückstand	375 g	
Verlust	379 g	= 31,8 %
Olefine	813 g	= 68,2 %
Umsatz/Durchsatz		= 17,3 %
Koks etwa	105 g	= 0,88 %
Gesamtdurchsatz	6 905 g	
Temperatur	510°	später 520°
Durchsatz	400 cm/Std.	

Eigenschaften des Spaltrückstandes
nach jedem Durchsatz

			Dichte bei 70°	Anilin- punkt	n_D^{80}
Vor	der 1. Spaltung		0,800	100	1,4449
Nach	" 1. "		0,799	96	1,4432
"	" 2. Spaltung		0,801	94	1,4449
"	" 3. "		0,807	95	1,4476
"	" 4. "		0,813	93	1,4502
"	" 5. "		0,817	91	1,4561
"	" 6. "		0,820	90	1,4591
"	" 7. "		0,822	87	1,4626
"	" 8. "		0,837	86	1,4650

Destillation des Spaltfraktionen
bei 0,6 mm Druck

		Dichte bei 70°	Anilin- punkt	Schmelz- punkt
60 - 175°	27,7 %	0,808	74	flüssig
176 - 200°	10,0 %	0,812	87	30
201 - 225°	27,0 %	0,820	95	39
226 - 250°	16,4 %	0,840	102	46
251 - 275°	11,6 %	0,853	96	43
Rückstand	7,2 %	--	--	

Analyse der Olefine

Dichte bei 20° 0,760

Bromzahl 135

Brechungsvermögen 1,4350

Siedebeginn 45°					
60°	3 %	120°	31 %	220°	71 %
80°	10 %	140°	43 %	240°	78 %
		160°	51 %	260°	85 %
100°	22 %	180°	57 %	280°	90 %
		200°	64 %	290°	95 %

Rückstand:

Bromzahl 47

Erstarrungspunkt + 20°

Polymerisation der Olefine

500 g Olefine und 35 g Aluminiumchlorid wurden polymerisiert

0,5 Std. bei 50°

6 " " 25°

2 " " 80°

Bromzahl 51

Öl abgegossen 186 g

Schlamm 139 g

Destillation des Rohöls

Rückstand über 225° bei 2 mm siedend	= 75,0 %
Zähigkeit bei 100°	= 29,6 cst
Richtungsafaktor	= 3,20
Conradson	= 0,27 %

22