

Laboratoriumsversuche zur Aufarbeitung und
Verbesserung des Hartparaffins.

Unser Paraffin, wie es mittels Extraktion aus den Kontakten genommen wird, zeigt häufig eine Qualität, wie den Anforderungen der Abnehmer nicht genügt und zu Reklamationen Anlaß gegeben hat.

Die Aufarbeitung des Paraffins soll daher verbessert werden, um unser Produkt denen der anderen Werke anzugleichen und um auf dem Paraffinsmarkt konkurrenzfähig zu bleiben. Die Ruhrbenzin z.B. bringt ein gebleichtes weißes Paraffin auf den Markt, welches folgende Daten zeigt: E.P. = 101,5° C, harte Anteile 80,5 % mit E.P. = 104° C, Ölgehalt 2,5 %. Unser Paraffin zeigt durchschnittlich die Daten: E.P. zwischen 90° - 95° C, harte Anteile 47-52 %, Ölgehalt zwischen 10-14%. Die Farbe des Paraffins ist sehr wechselnd, gelb-grau bis braun. Besonders soll darauf hingearbeitet werden, den Gehalt an Öl, der in unserem Paraffin sehr hoch ist, zu senken. Der %-Gehalt an harten Anteilen muß erhöht werden. Damit wird gleichzeitig der E.P. erhöht und das Paraffin bekommt ein trockenes Äußeres, während bislang unsere Paraffine durch den hohen Ölgehalt und weichen Bestandteilen fettig-schmierig waren.

Der Arbeitsgang bei der Aufarbeitung soll wie folgt durchgeführt werden. Durch Abkühlen des von den Ofen fließenden Extraktionsproduktes auf ca. 20° C und anschließender Filtration in einer Filterpresse wird eine Trennung der harten Anteile von den weichen und dem Öl durchgeführt. Das Paraffin wird so weit wie möglich vom Lösungsmittel befreit. Durch Ausschmelzen wird das in der Presse verbleibende Paraffin von dem mitgeführten Kontaktstaub und sonstigen Verunreinigungen gereinigt. Das ausgeschmolzene Produkt und das im Filtrat enthaltene Weichparaffin werden gesondert weiterverarbeitet, um das Lösungsmittel durch Destillation im Vacuum restlos zu entfernen. Nach Bedarf kann noch ein Bleichprozeß angeschlossen werden.

Im Laboratorium wurden Versuche vorgenommen zur Überprüfung des vorgeschlagenen Arbeitsganges. In einer Labor-Filterpresse wurde eine größere Probe des im Betrieb anfallenden Extraktionsproduktes bei 20° C filtrierte, und das in der Presse verbliebene Filtergut

Durch Beheizen mittels Dampf ausgeschmolzen. Das ausgeschmolzene Produkt und das Filtrat wurden auf seinen Paraffingehalt untersucht.

Versuch I	Rückstand in der Presse					Filtrat	
	% Paraffin	E.P.°C	%Harte Anteile	E.P.°C	% Oel	% Paraffin	E.P.°C
	27,0	106,0	95,0	107,0	nicht bestimmt	2,7	56,0

Im vorstehenden Versuch war ein Extraktionsprodukt verwandt worden, das ziemlich dünnflüssig war, das also wenig Paraffin enthielt. Der Versuch II wurde mit einer Probe durchgeführt, die so hoch mit Paraffin angereichert war, daß sie breiig-dickflüssig war. Sonst wurde unter denselben Bedingungen gearbeitet wie im Versuch I. Die Ergebnisse waren:

Versuch II	Ausgangsprodukt		Rückstand in der Presse				Filtrat		
	% Paraffin	%Harte Anteile	% Paraffin	E.P.°C	%Harte Anteile	E.P.°C	% Oel	% Paraffin	E.P.°C
	30,2	-	47,0	86,0	58,7	95,0	6,7	14,9	54,0

Die quantitativen Unterlagen hierzu siehe Anlage.

Die Versuchsdaten zeigen, daß im Versuch II das Extraktionsprodukt zu wenig Lösungsmittel enthielt. Bei 20° C waren die weichen Paraffine schon größtenteils wieder ausgefällt, und auch das Öl ging zu einem beträchtlichen Teil mit in das Paraffin.

Aus diesem Grund wurde in den folgenden Versuchen III-V ein Extraktionsprodukt verwandt mit einem Paraffingehalt von ca. 10%. Mit diesen Mischungen wurden gute Ergebnisse erzielt

	Ausgangsprodukt					Rückstand in der Presse					Filtrat				
	% Paraffin	E.P.°C	%Harte Anteil	E.P.°C	% Oel	% Paraffin	E.P.°C	%Harte Anteil	E.P.°C	% Oel	% Paraffin	E.P.°C	%Harte Anteil	E.P.°C	% Oel
III	9,75	97,5	61,0	102,0	11,83	39,3	103,0	83,5	104,5	2,08	4,77	54,5	11,3	85,0	29,63
IV	10,90	83,0	38,5	94,0	14,83	39,7	92,0	75,0	94,0	2,07	6,43	54,0	9,3	82,0	24,3
V	10,55	76,0	34,4	85,0	14,35	34,4	91,0	69,8	93,5	2,08	7,95	55,0	6,0	79,5	23,0

Die quantitativen Unterlagen hierzu siehe Anlage.

Die Tabelle zeigt die zusammengestellten Daten der Versuche III-V. Es ist zu ersehen, in welchem Maße das Paraffin durch die Filtration verbessert wird. Für die Versuche IV und V wurde jeweils das Filtrat des vorhergehenden Versuches zur Herstellung des 10 %-igen Paraffin-Schwerbenzingerisches verwandt. Durch den wiederholten Gebrauch des Filtrates sollte überprüft werden, in welchem Maße die weichen Paraffin-Anteile in dem Lösungsmittel und im Filtergut sich anreichern. Der Paraffingehalt im Filtrat steigt von 4,77 % auf 6,43 bzw. 7,95 % an. Die harten Anteile des im Filtrat gelöst gebliebenen Paraffins gehen von 11,3 % auf 9,3 bzw. 6,0 % zurück. Das Paraffin im Ausgangsprodukt wird in seinem E.P. um einige Grade gedrückt, ebenso der Bestand an harten Anteilen um einige %. Trotzdem ist das Filtergut abgeschiedene Paraffin (Versuch V) in seiner Qualität kaum von dem des vorhergehenden Versuches IV verschieden. Der Ölgehalt ist konstant auf ca. 2 % gesunken.

Mit den Hartparaffinen der einzelnen Versuche wurden Bleichversuche unternommen. Das Paraffin aus dem Versuch I, welches intensiv gelb gefärbt war, wurde zu zunächst mit 3 % Bleicherde behandelt. Die Bleichung war ungenügend, es trat nur eine Aufhellung der gelben Farbe ein. Darauf wurde ein zweiter Bleichversuch mit 6 % Bleicherde und 2 % E.-Kohle durchgeführt. Die Farbe des Paraffins war nach der Bleichung weiß durchscheinend mit einem Stich ins gelbliche. Das Extraktionsprodukt, das im Versuch I verwandt worden war, stammte aus einem Kontaktofen, der in Schlußextraktion stand. Diese Schlußextraktionen liefern sehr häufig stark gefärbte Paraffine, die wie die Bleichversuche zeigen, schwer zu bleichen sind. Die Bleichung ist nur mit größeren Mengen Bleicherde unter Zusatz von E.-Kohle durchzuführen.

Das Paraffin aus Versuch II fiel nach der Filtration und nach Abdestillieren des Lösungsmittels schon rein weiß an. Ein Bleichversuch mit diesem Produkt wurde nicht mehr vorgenommen.

Die Paraffine aus den Versuchen III-V fielen hellgelb an und waren ohne Schwierigkeit zu bleichen. Ein Versuch mit 4 % Bleicherde ergab schon ein rein weißes durchscheinendes Paraffin mit einem Stich ins gelbliche. Bei Anwendung von 4 % Bleicherde unter Zusatz von 1 % E.-Kohle wurde keine Verbesserung erzielt.

Die Bleichversuche zeigen, daß die bei den Versuchen aus dem jeweiligen Filtergut erhaltenen Hartparaffine sich erheblich leichter bleichen lassen als die Paraffine, die nach der bisherigen Arbeitsweise im Betrieb anfallen. Ausgenommen sind allérdings die Paraffine, die aus einer Schlußextraktion stammen. Die nach der neuen Arbeitsweise gewonnenen Paraffine benötigen zur Bleichung nur noch etwa 50 % der früher notwendigen Menge Bleicherde. Das beruht einmal darauf, daß die färbenden Bestandteile, die im Paraffin enthalten sind, im Lösungsmittel gelöst bleiben und so in das Filtrat gelangen, und zweitens, daß beim Ausschmelzen des Rückstandes der Presse alle mechanischen Verunreinigungen des Paraffins, die beim Bleichen die Wirkung der Bleicherde herabsetzen würden, entfernt werden.

Die im Filtrat enthaltenen Weichparaffine werden der Vacuumdestillation unterworfen und in folgende Fraktionen getrennt:

Normaldruck	Filtrat Versuch I (10mm Hg)	Filtrat Versuch II (5 mm Hg)
bis 320° C	5,42 % flüssig	2,20 % flüssig
320° - 350°	4,45 % halbflüssig	1,94 % flüssig
350° - 400°	4,82 % E.P. 45°	3,94 % halbflüssig
400° - 450°	9,54 % E.P. 55°	8,91 % E.P. 50°
über 450°	75,77 % E.P. 57°	82,13 % E.P. 57°

Die in der Tabelle zusammengestellten Ergebnisse zeigen, daß die im Filtrat gelöst gebliebenen Paraffine noch 75 % und mehr über 450° siedende Bestandteile haben. Es ist daher nicht möglich, diese Paraffine zum Gatsch zu geben.

Zusammenfassung.

An Hand von Versuchen wird ein Weg gezeigt, wie die Qualität unseres im Betrieb anfallenden Paraffins verbessert werden kann.

Durch Abkühlen des Extraktionsgutes auf 20° C und Filtrieren in der Filterpresse wird eine Trennung in Hartparaffin einerseits, Weichparaffin und Oel andererseits durchgeführt. Durch Variieren des Verhältnisses Paraffin-Lösungsmittel ist man in der Lage, Paraffine zu erzeugen mit jeder gewünschten Menge an harten Bestandteilen. Das Paraffin wird bis auf geringe Mengen von Oel befreit.

Bei dem Arbeitsgang werden aus dem Paraffin die färbenden Bestandteile herausgelöst und ebenfalls die mechanischen Verunreinigungen entfernt. Dadurch wird eine bessere Bleichwirkung bei geringerem Bleicherdeverbrauch erreicht.

Die Weichparaffine des Filtrates sind für den Zusatz zum Gatsch nicht geeignet.

Treibstoffwerk Rheinpreußen
Laboratorium, den 5. Januar 1940
gez. Grimme gez. Laymann

Quantitative Angaben zu den Versuchen II - V.Versuch II.

<u>Eingesetzte Menge</u>	14,55 kg
Paraffingehalt 30,2%4,4 kg
<u>Rückstand in der Presse</u>	7,83 kg
Paraffingehalt 47%3,67 kg
E.P. = 86° C	
Harte Anteile = 58,7% mit E.P. 95,0°	
Oelgehalt = 6,7%	
<u>Filtrat</u>	5,15 kg
Paraffingehalt = 14,9%0,77 kg
E.P. = 54° C	
<hr/>	
<u>Ausgebrachte Menge</u>	12,98 kg = 89,2%
Verlust	1,57 kg = 10,8%

Versuch III.

<u>Eingesetzte Menge</u>	27,35 kg
Paraffingehalt 9,75%	2,66 kg
E.P. des Paraffins 97,5° C	
Harte Anteile 61% mit E.P. 102° C	
Oelgehalt = 1,83%	
<u>Rückstand in der Presse</u>	4,25 kg
Paraffingehalt des Rückstandes 39,3%	1,67 kg
E.P. des Paraffins 103° C	
Harte Anteile -83,8% mit E.P. = 104,5° C	
Oelgehalt = 2,08%	
<u>Filtrat</u>	21,05 kg
Paraffingehalt 4,77%	1,00 kg
E.P. des Paraffins 54° C	
Harte Anteile 11,3% mit E.P. = 85° C	
Oelgehalt 29,63%	
<hr/>	
<u>Ausgebrachte Menge</u>	25,30 kg = 92,5%
Verlust	2,05 kg = 7,4%

Versuch IV.

<u>Eingesetzte Menge</u>	19,55 kg
Paraffingehalt des Produktes 10,9 %	2,13 kg
E.P. = 83° C	
Harte Anteile 38,5 % mit E.P. = 94° C	
Oelgehalt = 14,8 %	
<u>Rückstand auf der Filterpresse</u>	2,70 kg
Paraffingehalt des Rückstandes 39,7 %	1,07 kg
E.P. des Paraffins = 92° C	
Harte Anteile 75 % mit E.P. = 94° C	
Oelgehalt = 2,07 %	
<u>Filtrat</u>	16,45 kg
Paraffingehalt des Filtrats 6,43 %	1,06 kg
E.P. des Paraffins = 54° C	
Harte Anteile 93 % mit E.P. = 82° C	
Oelgehalt = 24,3 %	
<hr/>	
<u>Ausgebrachte Menge</u>	19,15 kg = 97,95 %
Verlust	0,40 kg = 2,05 %

Versuch V.

<u>Eingesetzte Menge</u>	18,75 kg
Paraffingehalt des Produktes 10,55 %	1,98 kg
E.P. des Paraffins = 76,0° C	
Harte Anteile = 34,4 % mit E.P. = 85° C	
Oelgehalt = 14,35 %	
<u>Rückstand in der Presse</u>	2,15 kg
Paraffingehalt im Rückstand 34,4 %	0,74 kg
E.P. des Paraffins = 91° C	
Harte Anteile = 69,8 % mit E.P. = 93,5° C	
Oelgehalt = 2,08 %	
<u>Filtrat</u>	16,10 kg
Paraffingehalt im Filtrat	1,28 kg
E.P. des Paraffins = 55° C	
Harte Anteile = 6,0 % mit E.P. = 79,5° C	
Oelgehalt = 23,0 %	
<hr/>	
<u>Ausgebrachte Menge</u>	18,25 kg = 97,4 %
Verlust	0,50 kg = 2,6 %