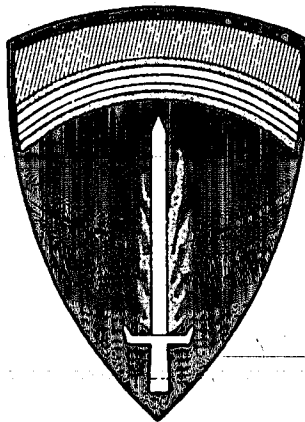


**FIAT FINAL REPORT 737**

**ECONOMIC STUDY  
OF  
GERMAN SYNTHETIC WAXES**

*Steinle, J. Vernon*



**OFFICE OF MILITARY GOVERNMENT**

**FOR GERMANY (US)**

LIBRARY  
of the  
FOREIGN-SYNTHETIC  
LIQUID FUELS DIVISION  
Bureau of Mines

SEP 1946

**FIELD INFORMATION AGENCY TECHNICAL**

**OFFICE OF MILITARY GOVERNMENT FOR GERMANY (U.S.)**  
**Field Information Agency Technical**

**FIAT FINAL REPORT NO. 737**

**8 March 1946**

**ECONOMIC STUDY**  
**OF**  
**GERMAN SYNTHETIC WAXES**

**BY**

**J. VERNON STEINLE**

**Joint Intelligence Objectives Agency**

**THIS REPORT IS ISSUED WITH THE WARNING THAT, IF THE SUBJECT  
MATTER SHOULD BE PROTECTED BY U.S. PATENTS OR PATENT  
APPLICATIONS, THIS PUBLICATION CANNOT BE HELD TO GIVE ANY  
PROTECTION AGAINST ACTION FOR INFRINGEMENT.**

**FIELD INFORMATION AGENCY TECHNICAL**

## A B S T R A C T

Describes the production methods for Montan Wax and other I.G. Waxes. Includes 13 pages of general production data and details of present production possibilities, and 19 pages in German giving full shop method data for waxes at two I.G. Farben plants.

TABLE OF CONTENTS

<u>Subject</u>	<u>Page No.</u>
Introduction .....	1
Montan Wax Industry .....	2
Montan Wax Refinement .....	3
I. G. Wax Production .....	4
Plant Conditions .....	8
Employees and Workmen .....	10
Conclusions .....	12
Supplementary Notes .....	12
Appendix "A"	
Works Method for I. G. Wax Production .....	14
Appendix "B"	
Description of I. G. Wax Production .....	24

## Introduction

The production of Montan wax in Germany from brown coal is an old industry, as is also the production from this crude Montan wax of modified waxes. These so-called synthetic waxes have been produced by I. G. Farben for many years and sold by the world market as I. G. waxes. ~~These I. G. waxes have before the war replaced or~~ supplemented various of the natural waxes of commerce. Their properties and uses have been well known to the trade using waxes and have been publicized widely in I. G. Farben literature in many languages. This report will, therefore, not cover these phases of the subject except as they may be new.

Inquiry into and investigation of the Montan wax and I. G. Farben waxes of Germany was instigated by the fact that during the war period the supply of natural waxes has been curtailed due to transportation difficulties and now, since the war's end, the demand has surpassed the natural supply. It is believed that the information gained in this investigation may help to alleviate that condition in some manner.

The investigation was planned to cover the field of inquiry by making visits to the following plants and laboratories:

1. Riebeck'sche Montan Werke.

- a) Offices - Halle an der Salle.
- b) Plant - Amsdorf Werke
- c) Plant - Wansleben Werke
- d) Plant - Völpke Werke

2. I. G. Farben A. G.

- a) Laboratories - Oppau Werke
- b) Plant - Oppau Werke
- c) Plant - Gersthofen Werke
- d) Plant - Ludwigshafen Werke

Due to the fact that all of the Riebeck'sche Montan Werke plants lie within the Russian occupied zone and since permission could not be gained to carry on the investigation there, it was first thought that this part of the inquiry would have to be abandoned but a former director of Riebeck'sche Montan Werke plants was found in Grube Messel, near Darmstadt, who was able to give a clear description of the details of the processes used.

All of the targets of I. G. Farben A. G. were visited.

The descriptions of the processes described in this and the following section were all obtained from Dr. Walter Rasche now living in Grube Messel, near Darmstadt. He was a former plant Director of Riebeck'sche Montan Werke.

All of the crude Montan wax produced in Germany is made in the Riebeck'sche plants at Amsdorf and Wansleben, both near Halle. It is all produced from brown coal mined in open pit mines at Amsdorf, Oberröblingen and Grube Concordia, near Nachterstedt. The brown coals from these areas are richest in wax. The Montan wax content runs from 10 to 15% and sometimes as high as 18%, depending on the quality of the coal.

The brown coal is granulated to pieces of a size of 5 mm. The granules are then dried in a Schultz pipe drier with steam heat at 150-160°C to a moisture content of 10 to 12%. The granules are freed from powder with sieves. The wax is now extracted from the brown coal with a mixture of 85% Benzol and 15% Unrefined Wood Alcohol (containing methyl and isopropyl alcohols) in 400 liter tanks at 90-100°C. The alcohols are present to dissolve the cell walls of the brown coal structure and set the wax free to be dissolved by the benzol. The wax solution is drawn off and the solvent distilled off, leaving the crude Montan wax as a residue. The solvents are recovered.

A continuous extraction process has been designed where the solvent is percolated through the brown coal granules. By this process only 1% of the Montan wax is left in the brown coal residue instead of the 1.6% left by the batch process. In this method the wax is finally steam distilled to remove the last traces of solvents. This method has also been used to extract Montan wax from the powdered brown coal.

Montan wax produced by either method is poured into molds, cooled, and broken into pieces for sale. The extracted brown coal is freed from solvent by steam and used for fuel in the plant.

Riebeck mines all of their own brown coal. They separate it in the mines, picking out the high wax content coal from Montan wax production and sell the remainder for fuel.

Crude Montan wax has also been produced in Czechoslovakia at Karelbad by the Bituma Co. They were not in operation at the end of the war.

There are rumours that the Russians are experimenting with its production near Moscow.

## Montan Wax Refinement

Crude Montan wax is sold by Riebeck'sche Montan Werke to I. G. Farben A. G., to produce I. G. waxes but Riebeck also deresinifies the crude wax for I. G. Farben. This is done at the Amsdorf plant.

The crude Montan wax is ground in mills to a fine dust-like powder which is wet with ethyl alcohol to prevent explosions.

The powder is heated to 40-45°C and more alcohol is added with stirring. The resin content of the crude wax dissolves in the alcohol and rises to the top of the vessel where it is removed. This resin solution is agitated further to precipitate more wax. The combined wax fraction is heated with steam, both externally and internally, to remove all of the residual solvent.

The original crude Montan wax contains approximately 20% of resin. The deresinifying treatment removes 15%, yielding then 85% of what is called wax with resin and 15% of what is called resin with wax. The separation is not clean cut.

The resin with wax after having been removed from solution by distillation is sold primarily to the leather industry for leather impregnation and as a resin substitute. The deresinified wax is prepared for and sold exclusively to I. G. Farben A. G., and shipped to the Oppau and Gersthofen Werke for use in the preparation of the I. G. waxes.

Riebeck'sche Montan Werke in their Völpke plant Kreis Neuhausenleben, near Magdeburg, prepare so-called refined Montan waxes by distillation.

The crude Montan wax from Amsdorf is distilled in iron kettles in a vacuum of 40 to 50 mm of mercury, starting at 180 C and rising to about 500 C. Three fractions are separated.

- 1 - Oil (containing wax) Fraction 20%
- 2 - Wax (containing oil) Fraction 60%
- 3 - Pitch (residue) Fraction 20%

The second fraction is the only one having special use in the preparation of so-called bleached Montan waxes. From it the following products are made as indicated.

Montan Wax "ST". The second or wax fraction of the distillation is mixed with ethyl alcohol. Two-thirds of this fraction is alcohol soluble. The remaining one-third is separated from the alcohol solution by centrifuging and the remainder of the alcohol is removed by steam distillation. This residual wax is then bleached with activated carbons and clays. The

resulting bleached wax amounting to about 20% of the original crude Montan wax is sold as Montan Wax "ST". It is the acid half of the original wax ester which is decomposed by the vacuum distillation.

Montan Wax "Nova". The alcohol soluble portion of the second fraction of the distillation from which the acids have been separated as Montan Wax "ST" is evaporated to remove the alcohol. The residue is Montan Wax "Nova". It consists primarily of the dehydrated alcohol half of the original wax esters decomposed by the vacuum distillation, together with a little oil and a little acid.

Montan Wax "A" is prepared by slightly saponifying Montan Wax "ST" with KOH.

Montan Wax "TV" is prepared by saponifying Montan Wax "ST" with triethanolamine and mixing it with Paraffin Wax.

A few other proprietary waxes are prepared at Völpke by blending the above waxes with natural waxes, including paraffin.

### I.G. Wax Production

The exact methods used by I.G. Farben A.G. in the production of the I.G. waxes are contained in detail in Appendix A and B of this report. Appendix A is the original "Betriebs Vorschriften", or works methods, in its original German as taken from the Gersthofen Werke of I.G. Farben A.G. These "Betriebs Vorschriften" are the actual methods as employed at Gersthofen. Appendix B is a description piece written in German by the chemists in the Oppau Werke describing the production of all I.G. waxes manufactured there.

In view of the fact that these two valuable documents are included in this report in their original form, this section will contain only a brief resume of these production methods.

#### I.G. Wax "S".

I.G. Wax "S" is one of the basic I.G. waxes from which many others are prepared. It is prepared by oxidizing the crude deresinified Montan wax with either Chromic Acid and Sulphuric Acid, or with Potassium Bichromate. The Chromic Acid method is used at Gersthofen and the Potassium Bichromate method at Oppau. At Gersthofen the Chromic Acid is regenerated electrolytically and at Oppau the resulting by-product, Chrom Alum, is sold.

The oxidation reaction is exothermic and is controlled by adding the oxidizing agent gradually over a 4-hour period. When Potassium



Bichromate is used the reaction is conducted under its own generated pressure.

When the reaction is complete the waste liquors are removed and the wax washed free of Chromium complexes with sulphuric acid and then with water to remove the sulphuric acid. ~~The water is removed by heating~~ under a slight vacuum. The finished "S" wax is now either used for the preparation of other I.G. waxes or is flaked or powdered for sale.

I.G. Wax "L".

This wax is similar to I.G. Wax "S" but is made by a milder oxidation process.

I.G. Wax "G".

This wax again is similar to I.G. Wax "S" and "L" but is made by a still milder oxidation process.

I.G. Wax "E"

This wax is the ethylene glycol ester of I.G. Wax "S".

I.G. Wax "O".

This wax is the butylene glycol ester of I.G. Wax "S" saponified with calcium hydroxide.

I.G. Wax "OP".

This wax is the butylene glycol ester of I.G. Wax "S" saponified with calcium hydroxide.

I.G. Wax "OR".

This wax is the butylene glycol ester of a mixture of I.G. Wax "S" and raw deresinified Montan wax.

I.G. Wax "BJ" (unbleached).

This wax is the ethylene glycol ester of a mixture of I.G. Wax "S", palm oil fatty acids and stearin, to which is added woolfat, paraffin and an aromatic.

I.G. Wax "BJ" (bleached).

This wax consists of I.G. Wax "BJ" (unbleached) oxidized and bleached with Chronic Acid.

I.G. Wax "EG".

This wax is the propylene glycol ester of I.G. Wax "S".

I.G. Wax "E".

~~This wax is the ethylene glycol ester of a mixture of I.G. Wax "S" palm oil fatty acids, stearin and woolfat, to which is added paraffin, Marseillerseife and Emulphor "A".~~

I.G. Wax "AD".

This wax is the propylene glycol ester of I.G. Wax "G" saponified with calcium hydroxide.

I.G. Wax "Special".

This wax is the butylene glycol ester of a mixture of raw Montan wax and I.G. wax "G" saponified with calcium hydroxide.

I.G. Wax "XP".

This wax is prepared by oxidizing raw Montan wax (undersinified) and esterifying the resultant wax with a mixture of ethylene and butylene glycol.

I.G. Wax "XPS".

~~This wax is prepared by oxidizing a mixture of deresinified and undersinified raw Montan wax and esterifying the resultant wax with a mixture of ethylene and butylene glycol.~~

I.G. Wax "Z".

This is a high molecular weight high melting point microcrystalline wax and essentially a hydrocarbon. It is produced by Ketonizing I.G. Wax "S" or "L" by heating with iron powder in a closed vessel at 300°C for 20 hours. The resulting Ketones are reduced at 200 atmospheres pressure with hydrogen in the presence of metallic nickel as a catalyst at 300° to 350°C.

I.G. Wax "V".

This is the only I.G. Wax which is not derived from Montan wax. It is basically the polymerized vinyl ether of octyl decyl alcohol. It is prepared as follows.

One hundred parts octyl decyl alcohol and approximately five to seven parts of solid potassium hydroxide by weight are mixed and heated to 160°C in a closed kettle. After having purged the kettle to exclude oxygen, acetylene is introduced slowly in the calculated amount. The acetylene is absorbed from the surface while the ingredients are stirred. After the absorption is complete the octyl decyl vinyl ether is purified by distillation in a simple column packed with five or six feet of Raschig rings. Ordinary steel may be used throughout. The vessel employed had a capacity of approximately one-half cubic meters.

First add 300 liters of  $C_{12}H_{27}-O-CH=2$  (octyl decyl ether from the previous step) to a polymerization enameled or stainless steel polymerization type vessel of approximately 2 cubic meters capacity. The vessel should be closed with a steam jacket suitable for 5 atm. steam and should be equipped with a paddle stir and a reflux condenser of stainless steel. The material is stirred and heated to 45-50°C and then a mixture of one part borontrifluoride and thirty parts of nitrogen gas are bubbled through the mixture. The gas mixture is continued bubbling through the reactants until the temperature rises to 90°C, using further steam for heating. The balance of the batch of monomer (700 liters) is added during the space of approximately one hour, so that the temperature will be 95° at the end of the period.

Polymerization is allowed to continue until a negative bromine test is obtained indicating that the double bonds have disappeared.

This test is made by taking a sample of 0.5 grms. of the mixture dissolved in 20-30 cc. of carbon tetrachloride which is titrated with a .5 normal solution of bromine in carbon tetrachloride. If after the addition of 5 cc. of the titrating solution the color remains, the polymerization is considered to be complete.

After the reaction is complete nitrogen is bubbled through the batch until the borontrifluoride is removed which may take approximately one-half hour. When all the borontrifluoride has been removed the product is run into a water cooled flaker and the wax is now suitable for shipment.

The gases are introduced by means of a stainless steel diffuser drilled with small holes. The agitator operates at approximately 30-40 R.P.M. Approximately a 0.5 HP motor is required.

The octyl decyl alcohol used is derived from the hydrogenation of sperm oil alcohol. The method is a fairly simple one but care must be taken that the original alcohol is pure and that the resulting monomer is likewise pure. This is critical.

Emulgier Wax "PS".

This wax prepared by the oxidation with air of I.G. Wax "Z" or of

high melting point waxes from the Fischer-Tropsch process using potassium permanganate as a catalyst. The oxidation is stopped when the acid value reaches 40 to 45. It has a melting point of 80°C.

#### Phlegmatising Wax for Explosives.

During the war some special waxes were prepared to use as a phlegmatising agent with tetranitro penta erythritol and R.D.X. explosives, especially for the African campaign.

The best material found was a Ketone prepared like I. G. Wax "Z" but using I. G. Wax "L" and Emulgier wax "PS" as the starting acids.

#### Plant Conditions

It was impossible to visit the Riebeck'sche Montan Werke plants at Amdorf, Wansleben and Völpke as they are all in the Russian Zone and permission could not be obtained to make an investigation. However, Dr. Rasche had received the following information from the superintendent of these plants, who was a chemist in Halle on September 25, 1945:

"All plants are undamaged and the machinery intact and not removed, but were not as yet in operation. The plants all have large stocks of raw materials and finished products."

#### Plant Capacities:

Amdorf - 1,000-1,100 tons raw Montan Wax per month.

Wansleben - 500-600 tons raw Montan Wax per month.

Völpke - consumes 600 tons raw Montan wax per month to produce 100-120 tons Montan Wax "ST" per month with corresponding amounts of by-products.

The I. G. Farben A. G. Werke - Gersthofen, bei Augsburg, is intact and undamaged. Dr. Heisel is in charge of the plant and Dr. Hoyer is in charge of the wax production. A Dr. Bode was formerly in charge of wax production but was discharged on July 5, 1945, because of party affiliations. Mr. H. J. Albrecht, formerly in charge of I. G. Farben sales in China, is now sales manager. All of these men were contacted and interviewed, except Dr. Bode.

This plant was previously inspected and the men interviewed by three or four other American and British delegations.

Gersthofen is a manufacturing plant only. All research work on the I.G. waxes was done at Oppau. They have only a control laboratory in Gersthofen. All of the I.G. waxes previously discussed were made at Gersthofen, with the exception of I.G. "V" and "Z".

The following data on plant capacity, raw material consumption and employees was obtained:

From the manufacture of 300 tons of I.G. wax monthly result:

253.5 tons of I.G. wax 'S'  
 8.7 " " " " 'G'

These quantities were entirely converted into:

120 tons I.G. wax "OP"
75 " " " " "O"
60 " " " " "E"
21 " " " " "Special"
9 " " " " "CB"
10 " " " " "B unbleached"
5 " " " " "N new"
<u>300</u> tons

For the manufacture of the above-mentioned waxes, the following raw materials are needed:

- 312 monthly tons of raw Montan (mining wax without resin furnished by the Riebeck'sche Montanwerke, Halle a.S., plant at Amsdorf, near Oberröblingen am See.
- 5 monthly tons of raw Montan wax with resin furnished by the same firm.
- 570 monthly tons of CrO<sub>3</sub> produced in the chromic acid-regeneration in Gersthofen.
- 12.5 monthly tons ethylene glycol furnished by I.G. Höchst.
- 12.5 monthly tons butylen-glycol furnished by Anorgana, G.m.b.H., Gendorf, Upper Bavaria.
- 5 monthly tons sulphur acid 66° Be furnished by I.G. Höchst.
- 7 monthly tons calcium oxyhydrate pure furnished by C. Wilhelmi, Taucha, Distr. of Leipzig.
- 3 monthly tons paraffin supplied by Deutsche Gasolin-Gesellschaft.
- 1.5 monthly tons palm-cernel oil sebacic acid supplied by H. Brand, Hamburg.

500 kg. stearine furnished by Hammonia, Offenbach.  
 300 kg. wool fat by Leipziger Wollkammerei.  
 10 kg. potassic hydrate supplied by I.G. Bitterfeld.  
 5 kg. bees' wax aroma supplied by Dragoco, Hölzlingen.  
 200 kg. Marseilles soap supplied by Stockhausen, Krefeld.  
 300 kg. Emulphor "A" supplied by I.G. Höchst.

#### Employees and Workmen

1 chemist and division manager  
 1 fore-master  
 2 employees (Lab.)  
 25 workmen and craftsmen

During the war the plant operated at full capacity and is capable of doing so now if the basic raw material Montan wax could be obtained from Rebeck'sche Montan Werke in Halle. Unsuccessful attempts have been made to obtain the Montan wax.

The present stocks of waxes on hand are:

60 tons I.G. Wax "L" (flaked)  
 15 tons I.G. Wax "L" (powder)  
 37 tons I.G. Wax "Special"  
 33 tons I.G. Wax "E" (flaked)  
 9 tons I.G. Wax "E" (powder)  
 700 kgm. I.G. Wax "O"  
 1 ton I.G. Wax "EG"  
 $\frac{1}{2}$  ton I.G. Wax "BJ" (bleached)  
 2 tons I.G. Wax "BJ" (unbleached)  
 200 kgm. I.G. Wax "NU"  
 $2\frac{1}{2}$  tons I.G. Wax "S" (flaked)  
 3 tons I.G. Wax "S" (powder)  
 $3\frac{1}{2}$  tons I.G. Wax "CP" (powder)  
 3 tons I.G. Wax "KP" (flaked)  
 3 tons I.G. Wax "KPS" (flaked)  
 600 tons Raw Deresinified Montan Wax  
 14 tons Raw Montan Wax  
 16 tons Bleached Montan Wax

The plant equipment consists of:

15 Lead lined Chromic Acid Oxidizers of 10 cubic meter capacity, heated by steam coils and having a frame adjutator.  
 5 Lead lined Chromic Acid Coolers.  
 5 Phenyltol lined water washers.  
 2 Ceramic lined vacuum drying kettles

- 2 Glass enamel lined Esterifiers.
- 2 Glass enamel lined Saponifiers.
- 1 4-foot Flaker - 8 feet in diameter.
- 1 Lead lined Chronic Acid Oxydizers for I. G.
- 2 Esterifiers for colored waxes.
- 1 Saponifier for colored waxes.
- 2 Grinding mills for powdering wax flakes.

An electrolytic Chronic Acid Regeneration plant consisting of 8 systems of 60 units each.

The entire process depends on the regeneration of chromic acid and Gersthofen was selected because of the availability of electric power. The capacity of the plant is also limited by this regeneration unit.

The Oppau Werke near Ludwigshafen was completely destroyed by bombing and fire, but has been reconstructed so as to be capable of some production. Here all of the I. G. Waxes were made, with the exception of I. G. Wax "V".

The basic oxidation in this plant was carried on using potassium dichromate instead of chromic acid. Chrom alum is a by-product of the process and the plant capacity is governed by the market for the sale of chrom alum. The capacity during the war was 45 tons per month.

Most of the stock of raw materials and finished products was burned in the fire, but they have on hand:

- 35 tons Raw Deresinified Montan Wax
- 3 tons I. G. Wax "S"
- 20 tons I. G. Wax "L"
- 6 tons I. G. Wax "Z"

Dr. Michael Johnstarfen is in charge of all research work on I. G. waxes at Oppau and Dr. Schwarte is in charge of the manufacture. Both men were interviewed.

The Ludwigshafen plant of I. G. Farben where the I. G. Wax "V" was manufactured, was destroyed by bombing.

Dr. Hölcher was in charge of I. G. Wax "V" production under the general supervision of Dr. Hambsch. Both men were interviewed.

Before and during the war 5 tons of I. G. Wax "V" were manufactured per month. This production can and will be resumed if a market for the wax is found. There is no stock on hand.

## Conclusions

The I.G. Farben Industries have produced in the past so-called synthetic waxes under the name of I.G. Waxes from raw Montan wax, which were a valuable asset on the world market to supplement the supply of natural waxes. These I.G. waxes can only be prepared, providing an economical source of raw Montan wax is available. Raw Montan wax can be prepared wherever brown coal is mined. It has been prepared in Australia, New Zealand, Czechoslovakia, Russia, and to a small degree in the United States during the war, in addition to the main source of supply in middle Germany.

In view of the present tight situation in the world market of natural waxes, and since the plants for the production of raw Montan wax are reported to be intact and the plants for the production of I.G. waxes are ready to manufacture, it would seem to be logical and wise to exert effort to resume the production of raw Montan wax and I.G. waxes for sale on the world market.

The carrying out of this recommendation is complicated only by the fact that the raw Montan wax is produced in the Russian zone, the research work and some manufacture of the I.G. waxes is carried out in the French zone and the bulk of the manufacturing takes place in the American zone.

## Supplementary Notes

1. The Emulphors referred to in the body of the report are trade named emulsifying agents produced by I.G. Farben and are condensation products of ethylene oxides and fatty alcohols.

2. The "Chromlauge" mentioned in the directions for preparing I.G. "S" Wax from crude Montan is the chrome liquor used as the primary oxidizing refining solution or medium for the conversion of the crude Montan to I.G. "S". It is, apparently, the solution of 110 grs. of  $Cr_2O_3$  (Chromic acid) in one liter of concentrated sulfuric acid (Schwefelsaure) or the equivalent concentration of chromic sulphate in sulfuric.

3. In various sections of the report mention is made of a mill that is used to powder Montans or finished I.G. waxes. These mills are so-called "nail mills", examples of which were found at the Gersthofen plant. The two mills used in this plant differed from each other in that one had a rotation of 3,000 R.P.M. and the other of 6,000 R.P.M. They were similar in principle to the Kek mill in which there are two plates facing one another in an external casing. The plates are fitted with pegs, one plate is stationary and the other rotates, the material to be ground passing by centrifugal force through a system of fixed and moving pegs. Filter bags are used to prevent loss of powdered material, held in suspension in the air drawn into the machine. Overheating, with consequent melting of the



product and jamming of the mill can be controlled by the rate of feed.  
The air passing through the mill assists in cooling.

## APPENDIX A

### Herstellung von IG - Wachs S.

S-Wachs ist ein mit 220% Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ) gebleichtes Rohmontanwachs entharzt.

Schmelzpunkt	80 - 83°
Säurezahl	142 - 157
Esterzahl	10 - 30
Verseifungszahl	160 - 175
Unverseifbares	7 - 10%
Spez. Gewicht bei 20° C	1,01 - 1,02

Die Ausbeute beträgt ca. 86,5%. 100 kg Rohmontanwachs benötigen 190 kg Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ )

#### S-Wachs wird folgendermassen hergestellt:

600 kg Rohmontanwachs entharzt werden in einen Oxydierer (homogenverbleit) in dem ca. 1000 Ltr. Chromlauge vorgelegt sind, geschmolzen. Bei laufendem Rührer werden dann in zwei Einläufen 1140 kg Chromsäure langsam zugegeben. Temperatur bis 120°. Nach 1 Stunde absetzen wird erst die Lauge und dann das Wachs abgelassen. Die Lauge kommt in die Laugekühler, in denen sie mit Kondenswasser auf ca. 39 Be verdünnt und auf ca. 50° gekühlt wird. Dann wird sie in den Chromsäurebetrieb gepumpt. Das Wachs kommt in die Absatzgefässe, bleibt 4 Stunden stehen und wird in die Schwefelsäure-Auswaschgefässe gedrückt. In diesen wird das Wachs mit einer 30%igen Schwefelsäure bei ca. 100° und laufendem Rührer eine halbe Stunde aufgekocht. Nach 4 Stunden absetzen lässt man es in einen Wässerungskessel, in dem ca. 1000 Ltr. heisses Wasser vorgelegt sind, laufen und kocht gut auf. Nach 4 Stunden absetzen wird dem Wasser eine Probe entnommen und wird die Säurezahl festgelegt. Im 4 Ltr. Wasser sollen nicht mehr als 5 gr. Schwefelsäure sein. Das Wasser lässt man nun durch ein Schauglas solange weglassen, bis das Wachs kommt, welches man dann in den Entwässerer gibt. Im Entwässerer wird es bei ca. 90-100° unter Rühren mit 400-600 mm Vakuum getrocknet. Das Wachs kann jetzt als fertiges IG-Wachs S abgelassen werden.

#### Oxydation

##### I. Einlauf

6000 Ltr. 110 gr 1.Ltr. = 660 kg  $\text{CrO}_3$   
Einlauf der Säure ca. 3½ Stunden  
Gesamt-Rührzeit 4½ Stunden  
absetzen 1 Stunde.

## II. Einlauf

4360 Ltr. 110 gr.i.Ltr. = 480 kg CrO<sub>3</sub>

Einlauf der Säure ca. 4½ Stunden

Gesamt Rührzeit 6 Stunden

Absitzen 1 Stunde.

Wenn man bei der Oxydation die Säure schnell einlaufen lässt, ist die Reaktion sehr stark und es besteht die Gefahr, dass der Oxydierer überschäumt. Bei stark schäumendem Oxydierer sofort Dampf - und Säureeinlauf sumachen. Beim Entwässerer ist sorgsam darauf zu achten, dass das Wachs nicht überschäumt, da sonst der Kühler und sämtliche Leitungen mit Wachs vollgesaugt werden. Sollte dieser dennoch passieren, auf dem schnellsten Wege an den vorhandenen Hoppel Dampf anschliessen und durchblasen.

### Herstellung von IG - Wachs L

L-Wachs ist ein mit 160% Chromsäure (CrO<sub>3</sub>) gebleichtes Rohmontanwachs entharzt.

Schmelzpunkt	80	-	83°
Säurezahl	127	-	139
Esterzahl	22	-	37
Verseifungszahl	155	-	170
Unverseifbares	7	-	10%
Spez.Gewicht bei 20°	0,99	-	1,00

Die Ausbeute beträgt ca. 88%

100 kg Rohmontanwachs benötigen 142 kg Chromsäure (CrO<sub>3</sub>).

Die Herstellung ist wie bei IG-Wachs S.

### Oxydation:

#### I. Einlauf

6000 Ltr. 110 gr.i.Ltr. = 660 kg CrO<sub>3</sub>

Einlauf der Säure 3½ Stunden

Gesamt Rührzeit 4½ Stunden

Absitzen 1 Stunde

#### II. Einlauf

1730 Ltr. 110 gr.i.Ltr. = 190 kg CrO<sub>3</sub>

Einlauf der Säure 1½ Stunden

Gesamt Rührzeit 2½ Stunden

Absitzen 1 Stunde.

### Herstellen von IG - Wachs G

G-Wachs ist ein mit 111% Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ) gebleichtes Rohmontanwachs entharzt.

Schmelzpunkt	82 - 86°
Säurezahl	100 - 110
Verseifungszahl	145 - 155

Die Ausbeute beträgt ca. 90%.

100 kg Rohmontanwachs benötigen 100 kg. Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ).

Die Herstellung ist wie bei S-Wachs, nur mit dem Unterschied, dass bei G-Wachs die Oxydation in einem Einlauf gemacht wird. Da G-Wachs ein nur wenig angebleichtes Rohmontanwachs ist, darf es bei der Behandlung mit Wasser nur wenig gekocht werden, da sonst leicht eine Wachs-Emulsion entsteht.

#### Oxydation:

5400 Ltr. 110 gr. i. Ltr. = 600 kg  $\text{CrO}_3$

Einlauf der Säure 3 Stunden

Gesamt Rührzeit 5 Stunden

Absitzen 1 Stunde

### Herstellung von IG-Wachs H neu

H neu-Wachs ist ein mit verschiedenen anderen Wachsen und Fetten vermisches und mit Äthylenglykol verestertes S-Wachs.

Schmelzpunkt	72 - 74°
Säurezahl	33 - 43
Estersahl	83 - 95
Verseifungszahl	118 - 133
Unverseifbares	22 - 26%
Spez. Gewicht bei 20°C	0,97

Die Herstellung ist folgende:

320 kg S-Wachs  
24 kg Palmkernölfettsäure  
40 kg Stearin  
8 kg Wollfett  
48 kg Äthylenglykol  
180 ccm Schwefelsäure 20% ig

Dieses wird zusammen bei 90° Temperatur bis Säurezahl 55 verestert, dann werden

100 kg Paraffin  
20 kg Marseillerseife und  
32 kg Emulphor zugegeben.

Alles zusammen wird dann bei 400 - 500 mm Vakuum und bei Temperatur nicht über 90° entwässert und kann dann in Schalen abgelassen werden.

#### Herstellung von IG-Wachs BJ ungebleicht.

BJ ungebleicht-Wachs ist ein mit verschiedenen anderen Wachsen und Fetten vermisches und mit Aethylenglykol verestertes S-Wachs.

Schmelzpunkt	71 - 74°
Säurezahl	13 - 23
Esterzahl	120 - 140
Verseifungszahl	140 - 160
Unverseifbares	22 - 25 %
Spez. Gewicht bei 20°C	0,85

Die Herstellung ist folgende:

288 kg Palmkernölfettsäure  
108 kg Stearin  
162 kg Aethylenglykol  
750 ccm Schwefelsäure 20%ig werden zusammen bei Temperatur 90° bis Säurezahl 70 verestert. Dann werden

1440 kg S-Wachs  
41 kg Aethylenglykol und  
410 ccm Schwefelsäure 20%ig zugegeben und bei Temperatur 90° weiter verestert bis Säurezahl 25. Nun kommen noch

47 kg Wollfett  
468 kg Paraffin und  
700 gr Aroma dazu. Alles wird gut durchgemischt und kann zum Erkalten in Aluminiumschalen abgelassen werden.

#### Herstellen von IG-Wachs BJ gebleicht

BJ gebleicht-Wachs ist ein mit 30% Chromsäure (CrO<sub>3</sub>) gebleichtes Wachs BJ ungebleicht

Schmelzpunkt	70 - 73°
Säurezahl	66 - 86

Esterzahl	86 - 106
Verseifungszahl	163 - 183
Unverseifbares	21 - 24 %
Spez.Gewicht bei	20°C 0,96

Die Herstellung ist folgende:

500 kg BJ ungebleicht werden unter langsamem Zulaufen von :  
 150 kg Chromsäure  $\text{CrO}_3$  bei Temperatur  $115^\circ$  gut durchgerührt. Das Wachs  
 ist fertig gebleicht, wenn in der Chromlauge noch ca. 5 gr.  $\text{CrO}_3$  ent-  
 halten sind. Man muss daher öfters eine Probe entnehmen. Nach einer  
 Stunde absetzen und das Wachs von der Lauge trennen, mit einer 10%igen  
 Schwefelsäure aufkochen, eine Stunde absetzen und nochmals trennen. Dann  
 mit Wasser sooft aufkochen und trennen bis in dem Wasser weniger als 5 gr.  
 Schwefelsäure im Ltr. enthalten sind. Das Wachs bei Temperatur  $30^\circ$  ent-  
 wässern und in Schalen ablassen.

Herstellen von IG - Wachs E.

E-Wachs ist ein mit 10,5% Äthylenglykol verestertes S-Wachs.

Schmelzpunkt	79 - $82^\circ$
Säureszahl	17 - 25
Esterzahl	140 - 156
Verseifungszahl	158 - 178
Unverseifbares	5 - 8%
Spez.Gewicht bei 20°C	1,01 - 1,02

Die Herstellung ist folgende:

100 kg S-Wachs und  
 10,5 " Äthylenglykol werden zusammen in den Veresterer gegeben, dazu  
 30 ccm Schwefelsäure 20%ig und bei Temperatur  $110-115^\circ$  mit laufendem  
 Rührer bis Säureszahl 18 - 20 verestert. Hiernach mit 0,0005% Kalium-  
 hydroxyd in Wasser gelöst, abgestumpft.

Herstellen von IG - Wachs EG

EG-Wachs ist ein mit 12% Propylenglykol verestertes S-Wachs.

Schmelzpunkt	72 - $75^\circ$
Säureszahl	18 - 26
Esterzahl	135 - 153
Verseifungszahl	158 - 173
Unverseifbares	5 - 8%
Spez.Gewicht bei 20°C	1,01 - 1,02

100 kg S-Wachs benötigen 12 kg Propylenglykol und 30 ccm Schwefelsäure  
 20%.

Die Herstellung ist folgende:

Das Wachs - Glykol gemischt wird wie bei E-Wachs verestert. Bei Säurezahl 28 beginnt man mit der Probeentnahme, um den Glanzpunkt festzustellen. Ist dieser erreicht, wird abgestellt und sofort abgelassen.

#### Herstellen von IG-Wachs KP.

KP-Wachs ist ein mit 130% Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ) gebleichtes und mit Äthylendibutylenglykol verestertes Rohmontanwachs.

Schmelzpunkt	80 - 82°
Säurezahl	20 - 25
Esterzahl	- - -
Verseifungszahl	145 - 155
Unverseifbares	- - -

Die Ausbeute beträgt ca. 90°.

100 kg Rohmontanwachs benötigen 117 kg Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ).

Die Herstellung ist folgende:

250 kg Rohmontanwachs entharzt und 300 kg Rohmontanwachs nicht entharzt werden in einem Oxydierer, in dem ca. 1000 Ltr. Chromlauge vorgelegt sind, geschmolzen. Bei laufendem Rührer werden dann in einem Hinlauf 645 kg Chromsäure langsam zugegeben. Temperatur bis 120°. Nach einer Stunde absetzen wird erst die Lauge und dann das Wachs abgelassen. Das Wachs kommt in die Absitzgefäße, bleibt 4 Stunden stehen und wird in die Schwefelsäureauswaschgefäße gedrückt. In diesen wird das Wachs mit einer 30%igen Schwefelsäure bei ca. 100° und laufendem Rührer eine halbe Stunde aufgeköcht. Nach 4 Stunden absetzen lässt man es in einen Wasserungskessel, in dem ca. 1000 Ltr. heißes Wasser vorgelegt sind, laufen und kocht gut auf. Nach 4 Stunden absetzen wird dem Waschwasser eine Probe entnommen und wird die Säurezahl festgestellt. Im Ltr. Wasser sollen nicht mehr als 5 gr. Schwefelsäure sein. Das Wachs wird nun vom Wasser getrennt und in den Entwässerer gegeben, wo es bei 90 - 100° unter Röhren mit 400 - 600 mm Vakuum getrocknet wird. Es kommt jetzt in den Veresterer und wird dort mit 4% Äthylendibutylenglykol bei 110 - 115° Temperatur bis zum Glanzpunkt verestert (Säurezahl 23-25). Nun wird mit 0,4% Mercaptoäthylseife abgestumpft und 3% G-Alkohol zugegeben.

#### Oxydation:

5,860 Ltr. 110 gr. 1 Ltr. = 645 kg  $\text{CrO}_3$

Einlauf der Säure ca.  $3\frac{1}{2}$  Stunden.

Gesamtrührzeit 5 Stunden

Absitzen 1 Stunde.

### Herstellen von IG - Wachs KPS

KPS-Wachs ist ein mit 160% Chromsäure ( $\text{CrO}_3$ ) gebleichtes und mit Äthyl-Butylenglykol verestertes Rohmontanwachs.

Schmelzpunkt	80 - 92
Säurezahl	20 - 25
Verseifungszahl	145 - 155

Die Ausbeute beträgt ca. 90%.

100 kg Rohmontanwachs benötigen 144 kg Chromsäure.

Die Herstellung ist folgende:

350 kg Rohmontanwachs entharzt und  
120 kg Rohmontanwachs nicht entharzt werden in einem Oxydierer, in dem  
ca. 1000 Ltr. Chromlauge vorgelegt sind, geschmolzen. Bei laufendem  
Rührer werden dann in einem Einlauf 675 kg Chromsäure langsam zugegeben.  
Die weitere Herstellung ist wie bei IG-Wachs KP.

### Oxydation:

6.135 Ltr. 110 gr. l. Ltr. = 675 kg  $\text{CrO}_3$

Einlauf der Säure  $3\frac{1}{2}$  Stunden.

Gesamtrührzeit 5 Stunden.

Absitzen 1 Stunde.

Der Glanzpunkt wird wie folgt hergestellt:

3 gr. Emulphor, 1 gr. Palmkernölfettsäure werden zusammen geschmolzen  
und 100 ccm heißes Wasser langsam zugegeben.

Diese Lösung muss auf Linoleum aufgetragen und getrocknet einen schönen  
Glanz geben.

Auf das Glas aufgetragen und getrocknet muss sie vollständig durchsichtig  
sein.



### Herstellen von IG-Wachs O

O-Wachs ist ein mit 5,9% Athylenglykol verestertes und mit 3% Calciumhydroxyd verseiftes S-Wachs.

Schmelzpunkt	- - -
Säurezahl	10 - 15
Esterzahl	103 - 120
Verseifungszahl	111 - 133
Unverseifbares	5 - 8%
Spez. Gewicht bei 20°C	1,03 - 1,04
Tropfpunkt	102 - 106°

100 kg S-Wachs benötigen 5,9 kg Athylenglykol, 30 ccm Schwefelsäure 20%ig und 3 kg Calciumhydroxyd.

Die Herstellung ist folgende:

Das Wachs - Glykol gemischt mit Schwefelsäure wird in den Veresterer gegeben und bis Säurezahl 50-55 verestert, dann in den Verseifer gedrückt und langsam Kalk eingeleitet. Es muss mit Rührer und Pumpe gut gemischt werden, da das Wachs wenn es mit Kalk in Verbindung kommt, sehr stark schäumt. Bei Säurezahl 12 - 14 ist das O-Wachs fertig.

### Herstellen von IG-Wachs OP

OP-Wachs ist ein mit 8,5% Butylenglykol verestertes und mit 3% Calciumhydroxyd verseiftes S-Wachs.

Tropfpunkt	102 - 106°
Säurezahl	10 - 15
Esterzahl	103 - 120
Verseifungszahl	110 - 132
Unverseifbares	5 - 8%
Spez. Gewicht bei 20°C	1,03 - 1,04

Die Herstellung ist wie bei IG-Wachs O.

### Herstellen von IG-Wachs AD.

AD-Wachs ist ein mit 7,6% Propylenglykol verestertes und mit 1,5% Calciumhydroxyd verseiftes G-Wachs.

100 kg G-Wachs benötigen 7,6 kg Propylenglykol, 10 ccm Schwefelsäure 20%ig und ca. 1,5 kg Calciumhydroxyd.

Die Herstellung ist wie bei IG - Wachs O nur mit dem Unterschied, dass das AD-Wachs bis Säurezahl 35 verestert wird. Kalk zugeben bis Säurezahl 18.

### Herstellen von IG - Wachs Spezial.

Spezial-Wachs ist ein mit Rohmontanwachs vermischtes, mit Butylenglykol verestertes und mit Calciumhydroxyd verseiftes G-Wachs.

Schmelzpunkt	90 - 93°
Säurezahl	13 - 18
Esterzahl	80 - 90
Verseifungszahl	95 - 110
Unverseifbares	20 - 22%
Spez. Gewicht bei 20°	1,00

Die Herstellung ist folgende:

1200 kg Rohmontanwachs entharzt werden in einem verbleiten Gefäß mit  
34 kg Butylenglykol und  
8,3 kg Schwefelsäure kon.  
3 kg Wasser bei Temperatur 110° bis Säurezahl 15-20 verestert und dann mit  
1,7 kg Kaliumhydroxyd neutralisiert.

420 kg Rohmontanwachs nicht entharzt  
200 kg Wachs G  
30 kg Butylenglykol  
3 kg Schwefelsäure con.  
3 kg Wasser zusammen verestern bis Säurezahl 20-25 bei Temperatur  
110 - 115°

420 kg G-Alkohol zugeben und gut mischen

960 kg G-Wachs

56 kg Butylenglykol

480 ccm Schwefelsäure con.

520 ccm Wasser zusammen verestern bis Säurezahl 55, dann in den Verseifer geben und bei Temperatur 115 - 120°

32 kg Calciumhydroxyd unter gutem Mischen zugeben.

Jetzt alles zusammen geben und gut mischen.

### Herstellen von IG - Wachs OR.

OR-Wachs ist ein mit Rohmontanwachs entharzt vermischtes und mit Butylenglykol verestertes S-Wachs.

Schmelzpunkt	80 - 83°
Säurezahl	31 - 37
Estersahl	84 - 98
Verseifungszahl	115 - 130
Unverseifbares	13 - 16%
Spez. Gewicht bei 20°	1,00 - 1,01

Die Herstellung ist folgende:

- 600 kg S-Wachs
- 60 kg Butylenglykol
- 60 ccm Schwefelsäure con.
- 60 ccm Wasser werden zusammen bei Temperatur 110° bis Säurezahl 37 verestert. Dann werden
- 900 kg Rohmontanwachs entharst zugegeben und gut gemischt.

Übersicht  
über die

IG-Wachse und einige weitere in Oppau technisch erzeugte Wachse.

a) Das Montanwachs.

Das hauptsächlichste Rohmaterial für die Herstellung der IG-Wachse ist das Montanwachs, nur in einigen Marken werden andere Materialien, in der Hauptsache Fettsäuren mitverwendet.

Das Montanwachs wird durch Extraktion mitteldeutscher bitumenhaltiger Braunkohle mit einem Gemisch von Benzol und Alkohol bzw. deren Homologen gewonnen. Das Herstellerwerk für das Montanwachs sind die A. Riebeck'schen Montanwerke, Werk Amsdorfen, Station Oberröblingen am See.

Das Montanwachs ist ein hartes Wachs von schwarzbrauner Farbe, es hat einen muscheligen Bruch, Chemisch ist es sehr uneinheitlich, es enthält etwa 16% harzige, 14% asphaltige Bestandteile, 50% Wachsester und 20% freie Wachssäuren. Da die Harz, Wachs- und Asphaltkörper des Rohwachses in ihren Eigenschaften kontinuierliche Uebergänge aufweisen, gelten obige Prozentzahlen nur annäherungsweise. Bei der oxydativen Bleichung des Montanwachses verbrauchen die einzelnen Bestandteile verschieden grosse Mengen Chromsäure, um denselben Bleich-effekt zu erreichen. Besonders das Harz verbraucht für seine Bleichung verhältnismässig viel Chromsäure; deshalb wird das Montanharz dem Rohwachs durch Extraktion weitgehend entzogen, sodass ein entharztes Montanwachs der Oxydation mit Chromsäure unterworfen wird. Das entharzte Montanwachs (EMW), das als solches von den A. Riebeck'schen Montanwerken bezogen wird, enthält noch etwa 5-7% Harz. Das EMW hat im Bruch eine mattere Oberfläche als das Rohwachs. Das Montanharz, das bei dem technischen Entharzungs-Verfahren anfällt, enthält etwa 60% Wachs und 40% Harz.

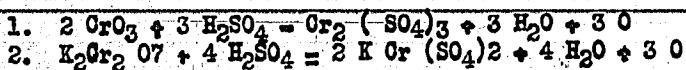
b) Die Oxydation

Die Gewinnung heller Wachse aus dem Montanwachs oder die Umwandlung des Montanwachses in hellfarbige Körper war ein altes Problem, da die dunkle Farbe in vielen Fällen die Verwendung des Montanwachses unmöglich machte. Die Reinigung des Montanwachses mit Absorptionsmitteln führt zu unbefriedigenden Resultaten und ist kostspielig. Durch Wasserdampf-Destillation im Vakuum lassen sich Wachse in heller Farbe gewinnen, die im wesentlichen aus Wachssäuren und Kohlenwasserstoffen bestehen; die Ausbeute beträgt allerdings nur 20 - 25%.

Das Verfahren der Bleichung des Montanwachses durch Oxydation mit Chromsäure führt dagegen zu Ausbeuten von ca. 85% und liefert härtere Wachse als bei der Destillation anfallen.

Die Oxydation des EMW nimmt man entweder mit Chromsäure in stark schwefelsaurer Lösung oder mit Kaliumbichromat und Schwefelsäure vor.

Bei der ersteren Methode liegt auch nach der Reduktion der Chromsäure zu Chromisulfat noch Schwefelsäure in grossem Ueberschuss vor, bei der zweiten Methode entsteht Chromalaun, die eingesetzte Schwefelsäuremenge ist so berechnet, dass nur ein geringer Ueberschuss an Schwefelsäure vorliegt.



Beide Verfahren wurden in Oppau ausgearbeitet, das erstere wird technisch im IG-Werk Gersthofen ausgeführt, wo die Chromisulfatlösungen durch anodische Oxydation wieder in Chromsäurelösungen umgewandelt werden. Der hohe Schwefelsäure-Ueberschuss ist notwendig, weil die Elektrolyse unter diesen Bedingungen mit dem besten Umsatz und der besten Stromausbeute verläuft. Die Bleichung mit Kaliumbichromat wird in Oppau praktisch durchgeführt, die anfallenden Chromalaunlösungen werden zur Kristallisation an die Chromalaunfabrik in geliefert und der kristallisierte Chromalaun an Gerbereien abgesetzt.

Bei dem Oxydations-Verfahren mit Chromsäure wird in einem verbleiten heizbaren Mührgefäss Schwefelsäure Chromisulfatlösung, etwa 1/7 des Gefässvolumens, vorgelegt und in dieser das Montanwachs aufgeschmolzen, anschliessend lässt man unter Rühren die heisse Chromsaure-Schwefelsäure-Lösung zulaufen. Die Reaktion ist am Anfang sehr heftig, Temperatur am Schluss etwa 120°. Zur besseren Ausnutzung des Oxydiererraums und wegen der günstigeren Bleichwirkung nimmt man die Oxydation in zwei oder drei Stufen vor, die verbrauchte Chromsäure wird nach jeder Stufe abgezogen und das Wachs mit frischer Chromsäure weiter oxydiert. Jede Stufe dauert einschliesslich Absetzen und Trennen etwa 6 Stunden, eine Oxydation dauert im ganzen einschliesslich Füllen und Abtrennen des gebleichten Wachses 20 bis 22 Stunden. Die Chromisulfatlösungen werden durch Zugabe von Wasser auf eine bestimmte Konzentration eingestellt und dann der Elektrolyse zugeführt. Die Weiterbehandlung des Wachses wird unten beschrieben. Bei dem Bleichverfahren mit Kaliumbichromat wird die Schwefelsäure von dem reduzierten Kaliumbichromat gebunden, sie muss deshalb bei jedem Prozess neu eingesetzt werden, und zwar die stöchiometrischen Mengen  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , man arbeitet nur mit geringem Schwefelsäureüberschuss. Die etwa 100-110 heisse Schwefelsäure wird in etwa 50%iger Lösung im Oxydierer vorgelegt und das Montanwachs unter Rühren eingetragen, das Kaliumbichromat lässt man in heisser wässriger Lösung im Laufe von etwa 3 Stunden auflösen. Im Anfang wird der Oxydierer geheizt, später ohne Heizung im geschlossenen Behälter weiter gefahren, wobei die Temperatur bis auf etwa 135° steigt. Wenn der Innendruck 2 Atm. erreicht hat, wird entspannt. Das Verfahren wird nur in einer Stufe durchgeführt. Der Prozess dauert einschliesslich Füllen und Trennen etwa 18 Stunden. Die Chromalaunlösung wird abgezogen auf die günstigsten Kristallisationsbedingungen mit Wasser verdünnt und in der Chromalaunfabrik in der Kristallisation überlassen. Die anfallenden Mitterlaugen wandern in den Prozess zurück, indem sie zum Auflösen von Kaliumbichromat oder Verdünnen der kons. Schwefelsäure verwandt werden.

### c) IG - Wachs S und L

Das oxydierte Wachs hat eine grünlich-gelbe Mischfarbe, da ihm noch dreiwertiges Chrom in Form von Chromseife oder Chromsulfat beige-mengt ist. Zwecks Entfernung der Chromverbindungen wird das Wachs bei  $108^{\circ}$  in einem verbleiten Behälter mit 20-25%iger Schwefelsäure gerührt, nach mehrstündigem Absitzen hat sich das chromfreie Wachs über der von Chromverbindungen blau-grün gefärbten Schwefelsäure abgeschieden. Die Wasch-Schwefelsäure wird wieder in den Oxydationsansatz zurückgegeben. Das Wachs wird zur Entfernung anhaftender Schwefelsäure mit Wasser in einem gummierten Behälter aufgeköcht und anschliessend in einem Emaille-behälter unter Vakuum bei  $110^{\circ}$  entwässert.

Je nach der Qualität des entharzten Montanwachses und der angewandten Menge Chromsäure bzw. Dichromat werden Wachse von hellgelber bis dunkelgelber Farbe gewonnen. Bei Verwendung von 265 kg Kaliumbichromat, Äquivalent 180 kg Chromsäure, auf 100 kg EMW gewinnt man ein hell-gelbes Wachs von der Säurezahl 140-160, Verseifungszahl 165-180, Schmelzpunkt  $82^{\circ}$ , das IG-Wachs S, bei Verwendung von 176 kg Kaliumbichromat = 120 Chromsäure auf 100 kg EMW wird ein dunkelgelbes Wachs von der Säurezahl 120 - 135, Verseifungszahl 155 - 165, Schmelzpunkt  $82^{\circ}$ , das IG-Wachs L erhalten.

Bei der Oxydation mit elektrolytisch regenerierter Chromsäure ist der Verbrauch an Chromsäure wegen des Gehaltes an oxydabler suspendierter und gelöster organischer Substanz etwa 20% höher als der für Kaliumbichromat angegebene.

Die Wachse IG-Wachs S und L zeigen keinen wesentlichen Unterschied, IG-Wachs L ist dunkler in der Farbe und härter als IG-Wachs S. Beide Wachse enthalten einen hohen Prozentsatz an freien Mono-Polycarbon-säuren, sie finden an vielen Stellen Verwendung, wo Fettsäuren aus Naturfetten in ihrer Härte den Anforderungen nicht entsprechen. Sie bilden mit Alkalien sehr harte Seifen, die mit Wasser Emulsionen geben. IG-Wachs S und L werden zur Herstellung hochwertiger Starrschmie- ren (Staufferfette) besonders für temperatur-beanspruchte und hoch- belastete Lager verwendet. In der Schuhcrems- und Kohlepapier- Herstellung wird IG-Wachs S zum Anschluss basischer Farbstoffe ver- wendet. Ein weiteres Verwendungsgebiet ist die Herstellung von An- strichfarben (Membranit). Das IG-Wachs L dient auch als Polierwachs auf Schwabbel scheiben und zum Imprägnieren von Graphitstiften in der Chloralkalielektrolyse. Von den IG-Wachsen S und L geht nur ein kleiner Teil in die wachsverarbeitende Industrie, der grösste Teil wird auf andere IG-Wachsmarken weiterverarbeitet.

### d) IG-Wachs E und EG.

Nahe verwandt dem IG-Wachs S ist das IG-Wachs E, die hohe Säurezahl des IG-Wachses S ist jedoch durch Veresterung mit Aethylenglykol auf etwa 20 erniedrigt, es ist also schon fast neutral, der Schmelzpunkt ist  $81^{\circ}$ . Wenn statt Aethylenglykol ein Gemisch von 1 Aethylenglykol, 1 Butylenglykol und 8 Propylenglykol als Veresterungskomponente für

IG-Wachs S verwendet wird, entsteht das IG-Wachs EG.

IG-Wachs E und EG sind sich sehr ähnlich, letzteres lässt sich besonders leicht emulgieren. I.G.-Wachs E findet Verwendung bei der Herstellung von Raupenleimen, in der Fertigung von Bleistiftminen und als Mittel zum Wasserdichtmachen von Schuhsohlen. (Densodrin).

e) IG-Wachs O und OP.

IG-Wachs O wird hergestellt durch Veresterung von IG-Wachs S mit Äthylenglykol bis zur Säurezahl 50-53, die nun noch vorhandenen Säuren werden mit pulverisiertem Calciumhydroxyd neutralisiert bis zur Säurezahl 15. IG-Wachs OP unterscheidet sich in der Herstellung von IG-Wachs O dadurch, dass zur Veresterung statt Äthylenglykol, 1,3 Butylenglykol verwendet wird.

Die beiden Wachsmarken sind sich sehr ähnlich, der Schmelzpunkt ist etwa 105°, sie haben braune Farbe und sind bedeutend viskoser als IG-Wachs S, I und E. Die hervorstechendste Eigenschaft von IG-Wachs O und OP ist ihr grosses Oelbindungsvermögen. Das Oelbindungsvermögen von IG-Wachs OP übertrifft noch das von IG-Wachs O, ersteres gibt im allgemeinen festere Paste als IG-Wachs O. Eine in der Wärme bereitete Lösung von 1 kg IG-Wachs OP in 50 g Terpentinöl erstarrt beim Abkühlen auf Zimmertemperatur zu einer gallertartigen Paste.

Auf der Fähigkeit der hohen Oelbindung, die von keinem Naturwachs erreicht wird, beruht die weitverbreitete Verwendung der IG-Wachse O und OP in der Fabrikation von Schuhcreme und Bohnenmassen. Diese beiden Marken bestritten in Friedenszeiten über 50% des Absatzes aller IG-Wachse.

IG-Wachs OP gibt mit Spindelöl ein festes, gut schmierfähiges Lederfett. IG-Wachs O und OP sind verhältnismässig schwer verseifbar; zur Herstellung von Emulsionen für verseifte Pasten auf rein wässriger oder Wasser-Mineralöl-Basis verwendet man deshalb zusätzlich zum IG-Wachs O und OP leicht emulgierbare Wachse, z.B. IG-Wachs E und EG. Auch zur Herstellung von hochwertigen Staufferfetten, z.B. Monsapol extra wird IG-Wachs O verwandt.

f) IG-Wachs BJ

Die bisher aufgeführten Wachse gehören alle dem Typ der Hartwachse an. Sie sind alle aus oxydiertem Montanwachs aufgebaut. IG-Wachs BJ stellt ein Weichwachs dar, als saure Komponente sind ausser IG-Wachs S auch Fettsäuren natürlicher Herkunft für den Aufbau verwandt.

Palmkernölfettsäure und Stearin werden mit überschüssigem Äthylenglykol verestert. Der Glykolüberschuss bedingt, dass zum grossen Teil nur eine Hydroxylgruppe des Glykols sich mit den Säuren verestert. Nachdem die Fettsäuren zu etwa 80% verestert sind, wird IG-Wachs S und Wollfett und eine geringe Menge Glykol zugefügt und weiterverestert, bis zur Säurezahl etwa 20. Am Schluss werden noch etwa 25% Tafelparaffin 50/52° eingeschmolzen.

Dieses IG-Wachs hat je nach der Qualität der Fettsäuren eine gelbe Farbe bis braune Farbe. Da für viele Fälle eine hellgelbe Farbe erwünscht ist, wird durch Bleichung mit Chromsäure noch eine Type IG-Wachs BJ gebleicht hergestellt, dieses hat die Säurezahl 50 - 80, je nach der angewandten Chromsäuremenge. Infolge Mangel an Palmkernblfettsäure, Stearin, Wollfett und Tafelparaffin wurden Erdrussblfettsäuren, Baumwollsamensäuren, Sonnenblumenblsäure und gelegentlich auch Fettsäuren aus der Paraffinoxydation angewandt, auf den an sich schon geringen Wollfettzusatz wurde verzichtet und das Paraffin durch Ceresin S aus der Oelfabrik Oppau ausgetauscht. Die Eigenschaften des IG-Wachses BJ blieben im wesentlichen erhalten. Der Hauptzweck des IG-Wachses BJ ist, das Bienenwachs zu ersetzen. Es wird verwandt in der Schuhcreme und Bohnerwachsindustrie als geschmeidigmachender Zusatz, in der Textilindustrie bei der Herstellung von Schlichtemitteln, teilweise auch für Salben für die Herstellung kosmetischer Präparate. Es hat die vorteilhafte Eigenschaft, dass es sich gut verseifen und emulgieren lässt. Für die Herstellung von Wachskerzen ist IG-Wachs BJ nicht besonders geeignet.

g) IG-Wachs N und N neu.

Diese Wachsmarken enthalten ca. 20% IG-Wachs S und 80% IG-Wachs BJ ungebleicht und Marseiller Seife, IG-Wachs N neu ausserdem noch Emulphor O als emulsionfördernden Zusatz. Die Wachse lösen sich in heissem Wasser fast zu klaren Emulsionen, diese sind imstande, weitere Wachse und Minerale aufzunehmen, und bilden so gemischtverseifte Schuhcreme, Bohnerwachs, Möbelpolituren und Textilhilfsmittel (Schlichtemittel). Bei IG-Wachs N entstehen vorzüglich Wasser in Oel, bei N neu Oel in Wasser-Emulsionen.

h) IG-Wachs KP, KPS und FP

Diese drei Wachsarten stellen veresterte Wachse dar. Als saure Komponenten sind beim IG-Wachs KP und KPS mit Wasserstoffsperoxyd oxydierte und mit Chromsäure weiteroxydierte Gemische von entharztem und nicht entharztem Montanwachs angewandt. Beim IG-Wachs FP ist das Montanwachs-Gemisch ohne Wasserstoffsperoxydvorbleichung direkt mit Chromsäure oxydiert. Als alkoholische Komponente enthalten KP und KPS Äthyl-Butylenglykollösungen im Verhältnis 1:1, FP im Verhältnis 1:8. Das Verhältnis von entharztem zu nicht entharztem Montanwachs ist bei den drei Marken verschieden: KP 1:1, FP 1:1, KPS 3:1, KP und KPS enthalten etwa 0,4% Marseiller Seife, KPS ausserdem G-Alkohol. Das IG-Wachs FP enthält Kolehoniumseifen.

Die drei Wachse geben mit heissem Wasser fast klare schwach opalisierende Emulsionen. Die Farbe der Wachse ist gelb-braun. Säurezahl 20-30. Hauptverwendungszweck von KP ursprünglich für Kohlepapier-Herstellung, später allgemein für verseifte Pasten, hauptsächlich für flüssige Wachs-emulsionen, z.B. zum Konservieren von Obst. Durch die Mitverwendung



von gebleichtem Rohmontanwachs 1 das Wachs hart aber zäh. Das IG-Wachs FP wurde ausschliesslich nach U.S.A. verkauft ( Antidumpinggesetz ) und wird hauptsächlich für flüssige, spritzfähige Bohnermassen verwandt. Die IG-Wachse KP und KPS und FP sind auch geeignet für die Herstellung von Selbstganzemulsionen. Das sind flüssige Bohnerwachs-Präparate, die beim Aufstreichen oder beim Aufspritzen nach dem Eintrocknen haltbaren Glanz geben, ohne dass ein Nachreiben oder Bohnern erforderlich ist.

1) IG-Wachs CR und Spezial.

IG-Wachs CR wird hergestellt durch Verestern von IG-Wachs S mit Butylenglykol bis zur Säurezahl ca. 36, dann wird zu dem flüssigen Gemisch die anderthalbfache Menge Montanwachs hinzugefügt und noch eine Stunde weitergerührt. CR ist ein Grundwachs für schwarze und dunkelgefärbte Schuhcreme, es lässt sich verseifen und zu dunkelgefärbten Emulsionen verwenden.

Das IG-Wachs Spezial ist aus verschiedenen Komponenten aufgebaut. Es enthält erstens Rohmontanwachs, das mit Butylenglykol umgeestert ist, das heisst, es wird zur Veresterung ein Ueberschuss von Butylenglykol verwandt, wobei ein Teil der im Rohmontanwachs esterartig gebundenen Wachs-Alkohole durch Butylenglykol ausgetauscht wird, und diese als freie Alkohole vorliegen, zweitens enthält das IG-Wachs Spezial ein Mischester, der durch Veresterung von Rohmontanwachs und einem mit 100% Chromsäure gebleichtem EMW (G 100) mit Butylenglykol gewonnen wird, als dritte Komponente ist G 100 Butylenglykolester-Calciummagnesiumseife enthalten, dazu kommt als 4. Komponente 8% G-Alkohol (G-Alkohol siehe unter IG-Wachs Z). Die Säurezahl von IG-Wachs Spezial ist etwa 18, der Schmelzpunkt 91°. Entsprechend dem hohen Gehalt an Rohmontanwachs ist das IG-Wachs Spezial von dunkler Farbe und deshalb nur für schwarze oder dunkelgefärbte Pasten verwendbar. Es liefert feste gut gebundene Schuhcreme mit schönem Oberflächenspiegel.

k) IG-Wachs Z ( G-Keton und G-Alkohol ).

IG-Wachs L (oder S) wird mit Eisempulver als Kontakt bei 330° etwa 18 Stunden gerührt, wobei Kohlensäure und Wasser abgespalten werden und ein Wachsketon (G-Keton), Sz. 3-7, FP ca. 97° entsteht. Das G-Keton wird dann in Gegenwart von Nickel-Kieselgur-Kontakt (20% Nickel als Ni CO<sub>3</sub> auf Kieselgur) bei ca. 400° und 240 Atm. Wasserstoffdruck hydriert und dann filtriert. Dabei wird ein gelbes oder rein weisses Wachs gewonnen, Sz. 0 FP 100°.

Dieses ist ein reiner Kohlenwasserstoff. Wegen seiner guten Isoliereigenschaft wird es in der Elektroindustrie als Ausgussmittel für Kondensatoren gebraucht. Ferner dient es zum Härten von Kerzenmaterial zum Tränken von Pappen und Papier für Trinkbecher und zum Polieren von Kaffeebohnen.

Wenn man die Hydrierung bei niedrigerer Temperatur ca. 300° und bei Gegenwart von Kupfer-Mangan-Zink-Kieselgur-Kontakt (8% Cu, 8% Mn, 4% Zn) durchführt, so gewinnt man aus dem G-Keton den entsprechenden sekundären Alkohol, den G-Alkohol FP 96 - 98°. Dieser ist ebenso wenig wie G-Keton Handelsprodukt geworden, der G-Alkohol wird dem IG-Wachs Spezial und KPS zugesetzt, um die Eigenschaften zu verbessern.

#### 1) IG-Wachs OZK.

Ein Gemisch von 50 Teilen EMW, 40 Teilen gehärteten Tranfettsäuren, 10 Teilen rohen Tranfettsäuren wird, wie beim IG-Wachs Z beschrieben, ktonisiert und hydriert. Es wird ein Kohlenwasserstoff-Gemisch von Ozokerit-artigen Eigenschaften gewonnen Sz. O FP 75°.

Infolge der Verknappung an Tran wurden im Kriege für das IG-Wachs OZK folgende Rohstoffe verwendet: 15% IG-Wachs L und 85% Emulgiervachs PHS. Dieses letztere ist ein mit Luft bis zur Säurezahl, ca. 70 und Verseifungszahl ca. 130 oxydiertes Fischer-Hartparaffin. Das IG-Wachs OZK ist von hellgelber Farbe, es ist ein knetbares, duktiles Weichwachs. Es wird als Konsistenz-regelnder und-verbessernder Zusatz zu Schmiercreme und Bohnermassen verwandt, es hat ein ausgeprägtes Retentionsvermögen, d.h. es hat die Eigenschaft, das Lösungsmittel in Pasten aus Wachsen und Terpentinöl oder Mineralölen festzuhalten, und das Austrocknen der Pasten zu verhindern bzw. zu verlangsamen.

#### m) IG-Wachs V.

IG-Wachs V wird vom Werk Ludwigshafen hergestellt. Es ist ein Octadecylpolyvinyläther. Die Säurezahl ist 0, der Schmelzpunkt 52°. Das IG-Wachs V ist leicht löslich in Mineralölen und bleibt auch bei Zimmertemperatur in Lösung, ausserdem erhöht es die Löslichkeit der anderen schwer löslichen Wachse und Paraffine, sodass es möglich ist, mit IG-Wachs V flüssige Ölcremes mit 10-12% Festbestandteilen herzustellen.

Von den 17 aufgeführten Wachsmarken werden fabriziert:

- |                 |   |
|-----------------|---|
| in Oppem        | : IG-Wachs S, L, E, FP, Z und OSK                                     |
| in Gerathofen   | : IG-Wachs S, L, E, EG, O, OP, OR, BJ, KP,<br>KPS, N, N neu, Spezial. |
| in Ludwigshafen | : IG-Wachs V.   |

Die Verwendungsgebiete der IG-Wachse haben sich im Kriege stark verschoben. Der umfangreiche Einsatz für Bohnerwaxse trat zurück, dafür trat der Bedarf für Rüstungszwecke und Munitionsanstalten mehr in den Vordergrund, teilweise wurden Spezialmarken entwickelt (siehe unten), die nicht den Namen IG-Wachse trugen.

Es folgt eine Zusammenstellung der IG-Wachs-Handelsmarken mit den durchschnittlichen Kennzahlen

<u>IG-Wachs</u>	<u>Farbe</u>	<u>Säurezahl</u>	<u>Verseifungszahl</u>	<u>Schmelzpunkt</u>
S	gelb	ca. 148	172	82°
S	dunkelgelb	130	160	82°
S und EG	gelb	20	155	81°
S	braun	15	130	105°
EG	braun	15	130	105°
EG	schwarz	35	120	82°
EG	gelb	20	150	73°
EG, KPS u. EP	braun	25	150	80°
Z	weiss	0	0	100°
ZK	gelb	0	0	80°
V	weiss	0	0	52°
N u. N neu	gelb	80	150	75°
Spezial	schwarz	15	100	90°

Der Vollständigkeit halber seien noch einige Wachse erwähnt, die keine allgemeinere Verbreitung gefunden haben.

- 1) Das Emulsionswachs BMW. Dieses wird hergestellt durch Verseifen einer Mischung von synth. Seifenfettsäuren aus der Paraffin-oxydation und IG-Wachs S mit Kalilauge. Das Hauptanwendungsgebiet sind wässrige Bohnerwaxpasten.
- 2) Lichtschutzmittel A und B (Tranparaffin). Durch Ketonisierung und anschließende Hydrierung vollständig gehärteter Tranfettsäuren (Jodzahl 0) wird ein weisses ozokeritartiges Kohlenwasserstoff-Gemisch EP 74 - 75° gewonnen, das als solches (Lichtschutzmittel A) oder mit 50% Tafelparaffin verschnitten (Lichtschutzmittel B) als Zusatz für Kautschukmischungen zur Verhütung von Lichttrissen infolge Einwirkung ultravioletter Strahlen verwendet wird.
- 3) Ozokerit 1324. Durch Ketonisierung und Hydrierung von luftoxydiertem Fischerhartparaffin (Emulgierwachs PS), Säurezahl 30-40, wird der Ozokerit AL 1324, Schmelzpunkt ca. 83° gewonnen. Dieser findet in der Elektroindustrie als Kondensatorenausgussmittel Verwendung. Seitdem die Tranparaffine infolge des Ausfallens der Tranzufuhr nicht mehr hergestellt werden können, wird der Ozokerit AL 1324 im Gemisch mit gleichen Teilen Ceresin S als Lichtschutzmittel C angewandt.
- 4) Wachs 41a. Durch Ketonisierung eines Gemisches von 70 Teilen Emulgierwachs PS (Säurezahl 35) und 30 Teilen IG-Wachs L wurde im Kriege ab 1942 ein Wachsketon, Säurezahl ca. 4, Schmelzpunkt ca. 86°, hergestellt, das ausschliesslich an die Munitions-Industrie zum Phlegmatisieren von Sprengstoffen abgesetzt wurde. Das Wachs 41a ist trotz des hohen Schmelzpunktes nicht spröde, auch bei hoher Temperaturbeanspruchung (Lagern von Granaten in der Sonne und bei tropischen Temperaturen) bleibt der Wachsüberzug auf dem

Sprengstoffkörper haften und zeigt keine Neigung zum Abfließen. Die Produktion lag in der Höhe von etwa 100 Tons.

- 5) Vaselinketon (Vasebit). Dieses Produkt ist zwar kein eigentliches Wachs, aber wegen der dem Wachs 41a verwandten Herstellung und Verwendung sei es erwähnt. Es wird gewonnen durch Ketonisierung von Oxydech, dem Destillationsrückstand der synth. Fettsäuren aus der Paraffinoxydation; es ist das Zwischenprodukt für die Herstellung synth. Vaseline. Das Vaselinketon wurde am Schluss des Krieges verwandt zum Aufgiessen von Brandsprenggranaten (BS-Granate), um die in die Granate eingebauten Brandsätze vor der Zerstörung beim Kriechen zu schützen (speziell bei Flakgranaten). Vaselinketon wurde auch versuchsweise beim Phlegmatisieren von Dynamit verwendet.
- 6) Emulgierwachs PVS und PHVS werden hergestellt durch Verseifen von Emulgierwachs PS (Säurezahl 35) und PES (Säurezahl 70). Emulgierwachs PVS gibt mit Wasser milchige Emulsionen, PHVS ist fast klar löslich. Hauptverwendung von PVS ist die Schwergewebe-Imprägnierung, PVS und PHVS werden zur Herstellung von Ziehfetten, Schneidölen und Bohrölen in der metallverarbeitenden Industrie verwandt.