

O.-Holtten, den 17. August 1940.

3440 - 30/5.01 - 92.

B e r i c h t :

Über die Besprechung mit Herrn Dr. Velde  
und Dr. Gottschalk, betreffend

Chlorierung und Dechlorierung von Paraffin.

Das Verfahren besteht aus

- 1.) dem Chlorieren des Paraffins
- 2.) dem Dechlorieren desselben mit
- 3.) anschließender Oxydation.

I. Chlorieren.

In Frage kommen Kohlenwasserstoffe von  $C_{18}$  ab.

Die Anlage soll 500-kg-Paraffin-Einsatzgewicht haben.

Dies gibt bei einem 4 maligen Ansetzen im Tag eine Charge  
von 125 kg.

Der Prozess erstreckt sich auf das Schmelzen des eingeleite-  
ten Paraffins, sein Erwärmen und dem Einleiten von Chlor.

Die Zeit für das Chlorieren wird mit 2 Stunden angegeben,  
die Reaktionstemperatur verläuft in den Grenzen  $100 - 150^{\circ}$ ,

die freiwerdende Reaktionswärme beträgt etwa 65 Kcal. je kg,  
es ist mit einer Temperaturerhöhung von etwa  $105^{\circ}$  zu rechnen.

Für 125 kg Paraffineinsatz werden 20 kg HCl benötigt, davon  
wird die Hälfte, also 10 kg wieder frei; Tagesbedarf an HCl  
100 kg.

Die zu verwendenden Gefässe und Rohrschlangen sind mit einer  
Dampfheizung vorzusehen.

II. Dechlorieren.

Das Dechlorieren verläuft bei einer Reaktionstemperatur  
von  $200$  bis  $380^{\circ}$ . Als notwendiger Reaktionsraum ergab sich  
aus Versuchen für einen stündlichen Durchsatz von 1 kg etwa  
1 Liter Reaktionsraum. Es ist beabsichtigt die Dechlorierung  
in einer schraubenförmig gebogenen, mit Dampfheizmantel

versehener Rohrschlange vorzunehmen. Auf diese Weise wird  
ein allmähliges und gleichmässiges Fließen erzielt und tote  
Ecken, in denen sich Rückstand ansetzen kann vermieden.

Ein Reinigen der Rohrschlange mit hochaufgewärmter heisser  
Luft erscheint als möglich.

Die freiwerdende Salzsäure, etwa 80 kg bei 1000kg muss irgendwie abgeleitet werden. Dies soll durch mit einem Dampfjektor erfolgen. Dadurch wird die Verdünnung der Salzsäure erreicht. Dieses Wasserdsäure-Gemisch kann entweder in die Luft abgelassen oder niedergeschlagen und im Graben abgeleitet werden.

Die Oxydation des entchlorten Paraffins besteht in innigen Durchmischen des Paraffineinsatzes mit Schwefelsäure unter Zusatz von Natriumbichromat. Die Arbeitstemperatur beträgt 120°, die Reaktionszeit 5 Stunden.

Mengenverhältnisse:

Je 100 kg Olefin braucht man 1200 kg 40%ige Schwefelsäure und 250kg Natriumbichromat, also für 125 kg Einsatz  $H_2SO_4$  und 310kg Natriumbichromat. Bei der Oxydation Kohlendioxid und Wasserdampf. Es erwies sich als notwendig das Natriumbichromat während der Versuche nicht auszuwaschen sondern in 2 Teilen zuzugeben. Das verbrauchte Natriumbichromat muss wieder regeneriert werden. Dies soll in einer Elektrolyse erfolgen.

Diese soll mit einer Spannung zwischen 4 und 6 Volt für 1000 gr Paraffin werden 3000gr Bichromat benötigt deren Erzeugung rund 6,5 kWh. Die Elektrolyse wird für 500 kg Tagesleistung 3250 kWh verbrauchen, die hierige elektr. Leistung ist also 150 kW.

Vorläufige Kostenermittlung ergab einen Kilopreis von 1,50, dabei wurde für 100 kg Paraffin ein Preis von 1,50 für Natriumbichromat ein Preis von 96.-  $\text{M}$  je 100 kg angenommen, bei einem Strompreis von Pf. 1,65 und einer Grundlegung von  $\text{M}$ . 150,000,-- Anlagekosten.

Dar. Martin  
" v. Asbeck  
" Felde ✓  
" Gottschalk  
" EJM

Oberhausen-Holtten, den 20. August 1940

Kostenschätzung

für die Errichtung einer Versuchsanlage zur  
Erzeugung von 1 t Olefinen aus Paraffin  
(ab C<sub>13</sub> Hartwachs.)

1.) 3 Stück Chlorfässer für den Transport von flüssigem Chlor für einen Inhalt von ca. je 1000 kg flüssigen Chlors	RM	3.300.--
2.) Chlordosierung und Verdampferanlage, bestehend aus 5 Zwischengefäßen mit Ventilen, Erhitzeinrichtungen, Manometer, Gasentgiftung durch Perlfaschen mit konzentrierter Schwefelsäure, usw. in der gleichen Ausführung wie das Phosphorperchlorid erfolgt	RM	1.300.--
3.) 2 geschlossene Anwärmegefäße für Paraffin mit geheizten Wänden und innenliegenden Heizschlangen, mit Bodenentleerung und Absperrorgan	RM	500.--
4.) 2 Rührwerkgefäße mit Intensivrührwerken geschlossen, mit Motorantrieb, Chloreinleitungsrohr aus Eisen mit Heizmantel, Bodenentleerung, Inhalt ca. 250 Ltr.	RM	3.600.--
5.) Zugehörige Motore mit Schalt- und Kabelanschluß, geschätzt:	RM	4.300.--
6.) 2 Dechlorierungsschlangen als Doppelrohrschlangen mit starkem Gefälle ausgebildet, ca. 70 mm Ø, mit einer Länge von je 20 m in Spezialausführung, mit Außenrohr zur Erhitzung mit überhitztem Wasserdampf oder Blei	RM	6.400.--
<u>Übertrag:</u>	RM	19.400.--

Übertrag:

- 7.) Auffangvorrichtung für das erhaltene Olefin mittels geheizter Rinne, sowie Auffanggefäße zum Abgießen von Blöcken in Wasserschalen RM
- 8.) Ableitungen für die Salzsäure in Doppelrohr-Ausführung, geheizt, sowie Injektionsstation für den Betrieb mit Satteldampf RM
- 9.) Die Nebeneinrichtungen, Zuleitungen, wie Dampf, Wasser usw., geschätzt: RM
- 10.) 1 einfaches Versuchsgebäude aus Ziegelmauerwerk mit Abdeckung aus Altmaterial, geschätzt: RM

Wird die Ausführung verkleinert für die halbe Leistung, das sind 500 kg Paraffineinsatz, vorgenommen, so lassen sich die Kosten mit ungefähr schätzen. RM

V/Sche

den 22. August 1940

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betrifft: Herstellung von Wachsen.

Die Versuche zur Herstellung von Wachsen aus R.B.-Hartwachs, haben zu einem Produkt geführt, das von den Sidolwerken außerordentlich günstig beurteilt wird. Nach Angabe von Herrn Dr. Boelli von den Sidolwerken ist das von uns hergestellte Wachs den entsprechenden I.G.-Wachsen und Naturwachsen gleichwertig und für sämtliche Verwendungszwecke, für die derartige Wachse gebraucht werden, ebenfalls zu benutzen, zum Beispiel: Bohnerwachs, Lederfett, Textilhilfsmittel, Papierindustrie, als Salbengrundlage für Hautpflegemittel usw.

Ich habe in folgendem das bisherige Ergebnis der Versuche kurz zusammengefaßt, dargestellt und eine vorläufige Kalkulation vorgenommen.

I. Verfahrensbeschreibung.

Hartwachs wird bei etwa  $130^{\circ}$  unter Rühren mit gasförmigen Chlor behandelt bis zu einer Chloraufnahme von 8%. Das Chlorparaffin leitet man danach in eine auf  $320-330^{\circ}$  geheizte Rohrschlange, in der das aufgenommene Chlor in Form von Salzsäure abgespalten wird. Das olefinische Endprodukt hat eine Jodzahl von annähernd 50 entsprechend 90-100% Olefine. Dieses Olefinprodukt wird anschließend mit Chromschwefelsäure bei  $110^{\circ}$  oxydiert. Nach zweimaliger Oxydation und nachfolgendem Auswaschen der zurück gebliebenen Schwefelsäure liegt ein Säurewachs mit etwa folgenden Daten vor:

Farbe : gelblich  
Neutralisationszahl 90  
Verseifungszahl 120  
Stöckpunkt  $80^{\circ}\text{C}$   
Jodzahl 5-6

Die niedrige Jodzahl deutet darauf hin, daß die Oxydation im wesentlichen an der Doppelbindung statt gefunden hat, sodaß vorwiegend gesättigte Säuren entstanden sind.

II. Mengenbilanz.

a. Chlorierung.

Einsatz : 100 kg Hartwachs; 18 kg Chlor

Chlorausbeute: u er 95 %

Chlorparaffin: ca. 106 kg.

b. Dechlorierung.

Chlorausbeute bei Dechlorierung: ca. 90 %

Olefinisches Produkt: 95 kg (annähernd 0,7 % Chl)

c. Herstellung der Fettsäuren.

1. Oxydation

95 kg Olefinisches Produkt

910 kg 50 % ige Schwefelsäure

119 kg Natriumbichromat ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

Dauer ca. 4 Stunden. Oxydierte Olefine 83 kg (N Z)

2. Oxydation.

88 kg Anoxydierte Olefine

850 kg 50%ige Schwefelsäure

110 kg Natriumbichromat

Dauer 4 Stunden.

Endprodukt: 80 kg Säurewachs mit Neutralisations:

d. Regenerierung der Chromsäure.

Anodische Oxydation der verbrauchten Chromschwefel

Einsatz: 1990 kg Chrom-III-salz-Schwefelsäurelösung

Chrom.

Stromverbrauch: theoretisch 0,64 KWh/104 gr. Chrom-III-salz-Schwefelsäurelösung 4-Volt.

Stromausbeute :- 80 %

Stromverbrauch: praktisch 0,8 KWh/104 gr. Chrom  
oder 615 KWh/80 kg. Chrom

Verlust an Natriumbichromat und Schwefelsäure 5 %

Menge = 11,5 kg Natriumbichromat und 46 kg 96 % ige

III. Kalkulation

Eine auf Grund der obigen Mengenangaben durchgeführt

für ein Wachsprodukt mit 3 Tonnen pro Tag ergab bei

wachpreis von 85,- pro 100 kg. für das Säurewachs

kapitalbedarf wurde dabei mit 300 000 angesetzt. Der

I.G.-Wachs liegt je nach den abgeordneten Mengen zw

je 100 kg. Die Preise für Naturwachs sind in der

Bemerkung.

IV. Weitere Entwicklung.

Da die Herstellungsmöglichkeit für die I.G.-Wachs einerseits wegen des Anfalles an <sup>an</sup> Mozan-Wachs, andererseits

# RETAKE SHEET

O.- Holten, den 17. August 1940

3440 - 30/5.07 - 92.

### B e r i c h t

Über die Besprechung mit Herrn Dr. Velds  
und Dr. Gottschalk, betreffend

#### Chlorierung und Dechlorierung von Paraffin.

Das Verfahren besteht aus

- 1.) dem Chlorieren des Paraffins
- 2.) dem Dechlorieren desselben mit
- 3.) anschließender Oxydation.

#### I. Chlorieren.

In Frage kommen Kohlenwasserstoffe von  $C_{18}$  ab.

Die Anlage soll 500 kg Paraffin Einsatzgewicht haben.

Dies gibt bei einem 4 maligen Ansetzen im Tag eine Charge von 125 kg.

Der Prozess erstreckt sich auf das Schmelzen des eingeleiteten Paraffins, sein Erwärmen und dem Einleiten von Chlor.

Die Zeit für das Chlorieren wird mit 2 Stunden angegeben, die Reaktionstemperatur verläuft in den Grenzen  $100 - 150^{\circ}$ , die freiwerdende Reaktionswärme beträgt etwa 65 Kcal. je kg, es ist mit einer Temperaturerhöhung von etwa  $105^{\circ}$  zu rechnen. Für 125 kg Paraffineinsatz werden 20 kg  $HCl$  benötigt, davon wird die Hälfte, also 10 kg wieder frei; Tagesbedarf an  $Cl_2$  100 kg.

Die zu verwendenden Gefässe und Bohrschlangen sind mit einer Dampfheizung vorzusehen.

#### II. Dechlorieren.

Das Dechlorieren verläuft bei einer Reaktionstemperatur von  $200$  bis  $380^{\circ}$ . Als notwendiger Reaktionsraum ergab sich aus Versuchen für einen stündlichen Durchsatz von 1 kg etwa 1 Liter Reaktionsraum. Es ist beabsichtigt die Dechlorierung in einer schraubenförmig gebogenen, mit Dampfheizmantel versehenen Bohrschlange vorzunehmen. Auf diese Weise wird ein allmähliches und gleichmässiges Fließen erzielt und tote Ecken, in denen sich Rückstand ansetzen kann vermieden. Ein Reinigen der Bohrschlange mit hochaufgewärmter heisser Luft erscheint als möglich.



2 Die freiwerdende Salzsäure, etwa 80 kg bei 1000 kg Paraffin, muss irgendwie abgeleitet werden. Dies soll durch Ansaugen mit einem Dampf-Injektor erfolgen. Dadurch wird die notwendige Verdünnung der Salzsäure erreicht. Dieses Wasserdampf-Salzsäure-Gemisch kann entweder in die Luft abgelassen werden oder niedergeschlagen und im Graben abgeleitet werden.

Die Oxydation des entchlorten Paraffins besteht in einem innigen Durchmischen des Paraffineinsatzes mit Schwefelsäure unter Zusatz von Natriumbichromat. Die Arbeitstemperatur beträgt  $120^{\circ}$ , die Reaktionszeit 8 Stunden.

#### Mengenverhältnisse:

Je 100 kg Olefin braucht man 1200 kg 40%ige Schwefelsäure und 250 kg Natriumbichromat, also für 125 kg Einsatz 1500 kg  $H_2SO_4$  und 310 kg Natriumbichromat. Bei der Oxydation entweicht Kohlensäure und Wasserdampf. Es erwies sich als notwendig das Natriumbichromat während der Versuche nicht auf einmal, sondern in 2 Teilen zuzugeben. Das verbrauchte Natriumbichromat muss wieder regeneriert werden. Dies soll in einer Elektrolyse erfolgen.

Diese soll mit einer Spannung zwischen 4 und 6 Volt arbeiten. Für 1000 gr Paraffin werden 3000 gr Bichromat benötigt und zu deren Erzeugung rund 6,5 kWh. Die Elektrolyse wird also bei 500 kg Tagesleistung 3250 kWh verbrauchen, die hierzu notwendige elektr. Leistung ist also 150 kW.

Vorläufige Kostenermittlung ergab einen Kilopreis von  $\text{M } 1,50$ , dabei wurde für 100 kg Paraffin ein Preis von  $\text{M } 85,-$  für Natriumbichromat ein Preis von  $96,-$   $\text{M}$  je 100 kg angenommen, bei einem Strompreis von Pf. 1,65 und unter Zugrundelegung von  $\text{M } 150,000,-$  Anlagekosten.

Ddr. Martin  
" v. Asboth  
" Velde ✓  
" Gottschalk  
" Böhm

Kostenschätzung

für die Errichtung einer Versuchsanlage zur  
Erzeugung von 1 t Olefinen aus Paraffin  
(ab C<sub>18</sub>, Hartwachs.)

---

- |  |    |           |
|--|----|-----------|
| 1.) 3 Stück Chlorfässer für den Transport von flüssigem Chlor für einen Inhalt von ca. je 1000 kg flüssigen Chlora   | RM | 3.300.--  |
| 2.) Chlordosierung und Verdampferanrichtung, bestehend aus 5-Zwischengefäßen mit Ventilen, Erhitzeinrichtungen, Manometer, Gasentgiftung, durch Perlfラスchen mit konzentrierter Schwefelsäure, usw. in der gleichen Ausführung wie das Phosphorperchlorid erfolgt | RM | 1.300.--  |
| 3.) 2 geschlossene Anwärergefäße für Paraffin mit geheizten Wänden und innenliegenden Heizschlangen, mit Bodenentleerung und Absperrorgan  | RM | 500.--    |
| 4.) 2 Rührwerksgefäße mit Intensivrührwerken geschlossen, mit Motorantrieb, Chloreinleitungsrohr aus Eisen mit Heizmantel, Bodenentleerung, Inhalt ca. 250 Ltr.  | RM | 3.600.--  |
| 5.) Zugehörige Motore mit Schalt- und Kabelanschluß, geschätzt:  | RM | 4.300.--  |
| 6.) 2 Dechlorierungsschlangen als Doppelrohrschlangen mit starkem Gefälle ausgebildet, ca. 70 mm Ø, mit einer Länge von je 20 m in Spezialausführung, mit Außenrohr zur Erhitzung mit überhitztem Wasserdampf oder Blei  | RM | 6.400.--  |
| <u>Übertrag:</u>   | RM | 19.400.-- |

<b>Übertrag:</b>	RM	19.400.--
7.) Auffangvorrichtung für das erhaltene Olefin mittels geneigter Rinne, sowie Auffanggefäße zum Abgießen von Blöcken in Wasserschalen	RM	1.200.--
8.) Ableitungen für die Salzsäure in Doppelrohr-Ausführung, geheizt, sowie Injektorstation für den Betrieb mit Sattedampf	RM	1.800.--
9.) Die Hebeeinrichtungen, Zuleitungen, wie Dampf, Wasser usw., geschätzt:	RM	2.100.--
10.) 1 einfaches Versuchsgebäude aus Ziegelmauerwerk mit Abdeckung aus Altmaterial, geschätzt:	RM	4.500.--
	RM	<u>29.000.--</u>
		=====

Wird die Ausführung verkleinert für die halbe Leistung, das sind 500 kg Paraffineinsatz, vorgenommen, so lassen sich die Kosten mit ungefähr

RM 24.000.--

schätzen.

Oberhausen-Holtten, den 20. August 1940

Kostenschätzung

für die Errichtung einer Versuchsanlage zur  
Erzeugung von 1 t Olefinen aus Paraffin  
(ab  $C_{18}$ , Hartwachs.)

1.) 3 Stück Chlorfässer für den Transport von flüssigem Chlor für einen Inhalt von ca. je 1000 kg flüssigen Chlors	RM	3.300.--
2.) Chlordosierung und Verdampferanlage, bestehend aus 5 Zwischengefäßen mit Ventilen, Erhitzeinrichtungen, Manometer, Gasentgiftung, durch Perlfラスchen mit konzentrierter Schwefelsäure, usw. in der gleichen Ausführung wie das Phosphorperchlorid erfolgt	RM	1.300.--
3.) 2 geschlossene Anwärmergefäße für Paraffin mit geheizten Wänden und innenliegenden Heizschlangen, mit Bodenentleerung und Absperrorgan	RM	500.--
4.) 2 Rührwerkgefäße mit Intensivrührwerken geschlossen, mit Motorantrieb, Chloreinleitungsrohr aus Eisen mit Heizmantel, Bodenentleerung, Inhalt ca. 250 Ltr.	RM	3.600.--
5.) Zugehörige Motore mit Schalt- und Kabelanschluß, geschätzt:	RM	4.300.--
6.) 2 Dechlorierungsschlangen als Doppelrohrschlangen mit starkem Gefälle ausgebildet ca. 70 mm $\varnothing$ , mit einer Länge von je 20 m in Spezialausführung, mit Außenrohr zur Erhitzung mit überhitztem Wasserdampf oder Blei	RM	6.400.--
<u>Übertrag:</u>	RM	19.400.--

Übertrag:

RM 19.400.--

7.) Auffangvorrichtung für das erhaltene Olefin mittels geschlitzter Rinne, sowie Auffanggefäße zum Abgießen von Bläschen in Wasserschalen	RM	1.200.--
8.) Ableitungen für die Salzsäure in Doppelrohr-Ausführung, Geheist, sowie Injektionsstation für den Betrieb mit Satteldampf	RM	1.900.--
9.) Die Hebeeinrichtungen, Zuleitungen, wie Dampf, Wasser usw., geschätzt:	RM	2.100.--
10.) 1 einfaches Versuchsgebäude aus Ziegelmauerwerk mit Abdeckung aus Altmaterial, geschätzt:	RM	4.500.--
	RM	<u>29.000.--</u>
		=====

~~Wird die Ausführung verkleinert für die kal-~~  
be Leistung, das sind 500 kg Paraffineinsatz,  
vorgenommen, so lassen sich die Kosten mit  
ungefähr  
schätzen.

RM 24.000.--  
=====

den 22. August 1940

V/Sche

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betrifft: Herstellung von Wachsen.

Die Versuche zur Herstellung von Wachsen aus R.B.-Hartwachs, haben zu einem Produkt geführt, das von den Sidolwerken außerordentlich günstig beurteilt wird. Nach Angabe von Herrn Dr. Boelli von den Sidolwerken ist das von uns hergestellte Wachs den entsprechenden I.G.-Wachsen und Naturwachsen gleichwertig und für sämtliche Verwendungszwecke, für die derartige Wachse gebraucht werden, ebenfalls zu benutzen, zum Beispiel: Bohnerwachs, Lederfett, Textilhilfsmittel, Papierindustrie, als Salbengrundlage für Hautpflegemittel usw.

Ich habe in folgendem das bisherige Ergebnis der Versuche, kurz zusammengefaßt, dargestellt und eine vorläufige Kalkulation vorgenommen.

I. Verfahrensbeschreibung.

Hartwachs wird bei etwa 130° unter Rühren mit gasförmigen Chlor behandelt bis zu einer Chloraufnahme von 8%. Das Chlorparaffin leitet man danach in eine auf 320-330° geheizte Rohrschlange, in der das aufgenommene Chlor in Form von Salzsäure abgespalten wird. Das olefinische Endprodukt hat eine Jodzahl von annähernd 50 entsprechend 90-100% Olefine. Dieses Olefinprodukt wird anschließend mit Chromschwefelsäure bei 110° oxydiert. Nach zweimaliger Oxydation und nachfolgendem Auswaschen der zurück gebliebenen Schwefelsäure liegt ein Säurewachs mit etwa folgenden Daten vor:

Farbe : gelblich

Neutralisationszahl 90

Verseifungszahl 120

Stockpunkt 80°C

Jodzahl 5-6

Die niedrige Jodzahl deutet darauf hin, daß die Oxydation im wesentlichen an der Doppelbindung statt gefunden hat, sodaß vorwiegend gesättigte Säuren entstanden sind.

II. Mengenbilanz.

a. Chlorierung.

Einsatz : 100 kg Hartwachs; 18 kg Chlor

Chlorausbeute: über 95 %  
Chlorparaffin: ca. 106 kg.

b. Dechlorierung.

Chlorausbeute bei Dechlorierung: ca. 90 %  
Olefinisches Produkt: 95 kg (annähernd 0,7 % Chlor.)

c. Herstellung der Fettsäuren.

1. Oxydation

95 kg Olefinisches Produkt  
910 kg 50 % ige Schwefelsäure  
119 kg Natriumbichromat ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 2\text{H}_2\text{O}$ )  
Dauer ca. 4 Stunden. Oxydierte Olefine 88 kg (N Z annähernd 50 %)

2. Oxydation.

88 kg Anoxydierte Olefine  
850 kg 50%ige Schwefelsäure  
110 kg Natriumbichromat

Dauer 4 Stunden.

Endprodukt: 80 kg Säurewachs mit Neutralisationszahl 90.

d. Regenerierung der Chromsäure.

Anodische Oxydation der verbrauchten Chromschwefelsäurelösung.  
Einsatz: 1990 kg Chrom-<sup>III</sup> Salz-Schwefelsäurelösung mit 80 kg.  
Chrom.

Stromverbrauch: theoretisch 0,64 KWh/104 gr. Chrom; Klemmenspannung 4 Volt.

Stromausbeute :- 80 %

Stromverbrauch: praktisch 0,8 KWh/104 gr. Chrom  
oder 615 KWh/80 kg. Chrom

Verlust an Natriumbichromat und Schwefelsäure 5 % der angewandten Menge = 11,5 kg Natriumbichromat und 46 kg 96 % ige Schwefelsäure.

III. Kalkulation

Eine auf Grund der obigen Mengenangaben durchgeführte Kalkulation für ein Wachsprodukt mit 3 Tonnen pro Tag ergab bei einem Hartwachspreis von \$ 85,- pro 100-kg. für das Säurewachs \$ 150,-. Kapitalbedarf wurde dabei mit \$ 300 000 angesetzt. Der Preis für I.G.-Wachs liegt je nach den abgegangenen Mengen zwischen 200-300 \$ je 100 kg. Die Preise für Naturwachs sind in der gleichen Größenordnung.

IV. Weitere Entwicklung.

Da die Herstellungsmöglichkeit für die I.G.-Wachse beschränkt ist, einerseits wegen des Anfalles an <sup>m)</sup> Motan-Wachs, andererseits aus

Herstellungsgründen, ergibt sich für die bei uns hergestellten Wachse auf Basis Hartparaffin auch im Frieden sehr gute Absatzmöglichkeit. Ir haben außerdem infolge der rein paraffinischen Struktur der über 320° siedenden Primärprodukte die Möglichkeit, Wachse mit sehr verschiedenen Eigenschaften herzustellen, einerseits durch Veränderung des Ausgangsmaterials, andererseits durch Teiloxydation. Es ist weiterhin möglich, die primär entstehenden hochmolekularen Säuren, ähnlich wie bei den I.G.-Wachsen, mit Glycerin und Glykol zu verestern, um dadurch zu Esterwachsen zu kommen, für die wieder andere Verwendungsgebiete erschlossen werden können. Die leichte Oxydierbarkeit der Olefine gibt also das Mittel an die Hand, zu den verschiedensten Produkten mit guter Ausbeute zu kommen.

*Kunze*



END OF RETAKE

34440 - 30/5.01 - 92.

## Aktennotiz

Über die Besprechung mit verschiedenen Stellen über die Frage der Herstellung von Oxydationsprodukten hochmolekularer Kohlenwasserstoffe

in Köln, Holten u. Berlin am im August 19 40

Anwesend:

vergleiche die Zusammenfassung.

Verfasser: Laßmann

Durchdruck an:

Prof. Dr. Martin  
Dir. Dr. Bagemann  
Dir. Waibel  
Dir. Alberto  
Dr. Velde

Zeichen: Datum:

Abt. Vk. L/p.

30. August 1940.

Betrifft: Herstellung von Oxydationsprodukten hochmolekularer Paraffinkohlenwasserstoffe

### Zusammenfassung.

#### 1. Vorgeschichte:

Kurze Zeit nach Kriegsbeginn stellten die Sidolwerke die Frage nach einem Emulgator für unser RB-Hartwachs, da zunächst die Verwendung von Lösungsmitteln, später die von I.G.- und Montanwachsen für die Herstellung von Bohnermassen verboten ward, und statt dessen unter Verwendung von RB-Hartwachs Wasseremulsionen hergestellt werden sollten. Emulgatoren der I.G., die auf der Basis von Montanwachs hergestellt waren, standen gleichfalls nicht mehr zur Verfügung.

Im Rahmen der von Herrn Dr. Velde hierauf durchgeführten Arbeiten gelang es, aus unserem RB-Hartwachs (ebenso aber auch aus allen anderen hochmolekularen Fraktionen unseres Rohproduktes) mit guten Ausbeuten oxydierte Produkte von Fettsäurecharakter laboratoriumsmäßig herzustellen. Die großtechnische Herstellung solcher Produkte scheint unter wirtschaftlichen Bedingungen möglich zu sein.

Es gelang, die hergestellten Oxydationsprodukte für sich allein und in Mischung mit Hartwachs bzw. Tafelparaffin zu versapfen und daraus beständige Emulsionen herzustellen. Die Oxydationsprodukte hatten offensichtlich den allgemeinen Charakter bestimmter SÄurewachse der I.G.- bzw. Montanwachsreihe. Das Herstellungsverfahren gestattet, die Eigenschaften der hergestellten Oxydationsprodukte noch zu variieren.

Es war erforderlich, nunmehr

- a) ein Urteil über die praktische Verwendbarkeit des neuen Stoffes zu erhalten
- b) die Stellungnahme der gegenwärtig die wachsartigen Produkte bewirtschaftenden Behörden zur Frage der etwaigen Aufnahme der Produktion solcher Oxydationsprodukte zu ergründen

- c) die Frage zu prüfen, ob die Lage auf dem Markt der I.C.- und Montanwachs auch bei Wiederkehr normaler Verhältnisse es als ratsam erscheinen lasse, eine großtechnische Fabrikation dieser Art aufzubauen.

um auf Grund der hierbei gewonnenen Erkenntnisse einerseits in die halbtechnische Erzeugung solcher Produkte einzutreten, das Problem in seiner ganzen Vielseitigkeit laboratoriumsmäßig und technisch-wirtschaftlich weiter zu ergründen und die Errichtung einer Großapparatur gegebenenfalls vorzubereiten.

Zu diesem Zweck wurden die in den nachstehenden Punkten kurz skizzierten Besprechungen geführt.

### 2. Sidelwerke, Siegel & Co., Köln-Braunsfeld.

In zwei Besprechungen in Köln und in Oberhausen-Holteln ergab sich, daß das von Herrn Dr. Velde aus dem Rohhartwachs gewonnene Oxydationsprodukt sich allein und in Mischung mit RB-Hartwachs sowohl nach Verseifung mit Pottasche als auch durch Zusatz sogenannter "Emulphore" einwandfrei in beständige und sehr schöne Emulsionen verschiedenster Konzentration überführen ließ. Das Produkt lieferte hierbei gleichzeitig praktisch sämtliche für den Spezialzweck der Bohnermassen- und Schuhpflegemittelherstellung erforderlichen Wachseigenschaften. Sowohl für sich allein als auch in Mischung mit RB-Hartwachs ergibt das Produkt, mit Lösungsmitteln von der Art des Kristallöls verarbeitet, ausgezeichnete Ölware-Bohnermasse bzw. -Schuhkremskompositionen. Der Zusatz von Spezialwachsen ist möglich, da das Produkt sich mit allen bekannten Zusätzen dieser Art glänzend verträgt. Das Produkt wird von den Sidelwerken als das "Xi-des-Columbus" bezeichnet.

Teilnehmer an den Besprechungen:

<u>Köln:</u>	Dr. Boelli, Kolbe (Sidel)
	Dr. Velde, Laßmann (RB)
<u>Holteln:</u>	Dr. Boelli, Kolbe (Sidel)
	Dir. Raibel, Dr. Velde, Laßmann, Kienann (RB)

### 3. Reichsstelle für Mineralöl, RWM, Reichsamt für Wirtschaftsaushau.

Die Besprechung mit Herrn Dr. v. Zeszchütz von der Reichsstelle für Mineralöl verfolgte in erster Linie den Zweck, erneut einen Vorstoß für die Ausdehnung unseres RB-Hartwachs-Verbrauchergeschäfts zu unternehmen und daneben zu prüfen, was akut getan werden konnte, um den Absatz von RB-Hartwachs zu fördern, der z.Zt. infolge der Nichtzurverfügungstellung von I.C.- und Montanwachs, sowie Emulgatoren und Lösungsmitteln für einen so bedeutenden Verbrauchssektor wie die Bohnermassenherstellung in Stockung geraten ist, nachdem bestimmte, kriegsmäßig bedingte Verbrauche zurückgegangen sind.

Herr Dr. v. Zeszchütz bezeichnete die Zuteilung von I.C.- und Montanwachsen für die Bohnermassenherstellung für ausgeschlossen, erwähnte aber, daß Bestrebungen in Gange seien, einerseits ausgeprochene Emulgatoren für die synthetischen Hartparaffine zu finden, andererseits aus diesen verseifbare Wachs zu entwickeln, woran bereits einige Firmen arbeiten. Wir erklärten hieraus, daß wir ebenfalls auf diesem Gebiet arbeiteten.

Auch die Besprechung mit Herrn Oberbaurat Dr. Grund vom RWM hatte eine andere Veranlassung, jedoch sollte im wesentlichen alle anstehenden Probleme, insbesondere auch in Bezug auf das Verbrauchergeschäft besprochen

worden. Herr Dr. Grund wies zunächst auf das Misverhältnis zwischen gegenwärtiger Erzeugung (jährlich 20 000 t) und Absatzmöglichkeit (jährlich 10 000 t) hin und erwähnte dann auch, daß Herr Dr. Nichterlein sich damit befasse, die Herstellung von Wachsen aus Hartparaffin zu fördern, auf welchem Gebiete bereits einige Firmen arbeiten. Er empfahl und, sogleich bei Herrn Dr. Nichterlein vorzusprechen.

Herr Dr. Nichterlein war von anderer Seite angenehm überrascht und erklärte, daß er sich wegen der Frage der Herstellung von Oxydationsprodukten aus synth. Hartparaffin ohnehin schon mit uns habe in Verbindung setzen wollen. In der Frage der Herstellung von Oxydationsprodukten aus synth. Hartparaffin arbeiten bisher bereits 3 Firmen und zwar:

Lüneburger Wachswerke A.G., Lüneburg, diese schon seit etwa einem Jahr. Ihre Produkte seien bisher die besten, die stelle sie jedoch nur für den eigenen Bedarf her. Die Art der Gewinnung erwähnte er nicht, auch konnte er uns kein Muster zeigen. (Bothfeld erklärte später auch, daß die Produkte der Lüneburger Wachswerke die besten seien).

Frank, diese erst in jüngerer Zeit, die Arbeiten werden von Herrn Prof. Steinbuecher durchgeführt, Ausgangsbasis offenbar Kontaktparaffin, vorläufige Probe des Oxydationsproduktes ist bräunlich-oliv, weich, etwa wie Petroleum, Emulsionsprobe ist im Vergleich zu der mit unserem Produkt erhaltenen nicht schön. Ertrag will eventl. Produktion aufziehen, Entscheidung im September. Verkauf an Cereolindustrie.

Bothfeld (Chem. Fabrik Spandau). Diese Firma genießt, weil unabhängig, das besondere Vertrauen von Dr. Nichterlein und wird von ihm laufend mit speziellen Arbeiten und Untersuchungen betraut. Bothfeld ist Emulsionsfachmann und Kolloidchemiker, arbeitet auf dem Emulsionsgebiet größtenteils mit der "Norweg" Norddeutsche Wachswerke A.G., einem Berliner Wohnermassenernehmen, zusammen, hat die Rezepturen für die Reichspost-Emulsionsbeherrmassen ausgearbeitet. Hat auch schon Oxydationsprodukte aus synth. Hartparaffin (ob aus unserem AB-Hartwachs, ist nicht bekannt) hergestellt, und untersucht vor allen Dingen die Lüneburger und Frank-Fabrikate. Werk in Spandau zur erstmalig-gelungenen Trennung von Bohrölmalaxionen ist in Betrieb. Dr. Nichterlein empfahl Vornahme mit Bothfeld.

Herr Dr. Nichterlein ist wegen der Herstellung oxydierter Hartparaffine auch an die Firmen Schütz und Schliesmann herangetreten. Schliesmann zeigte überhaupt kein Interesse, Schütz erklärte, der Aufnahme dieser Arbeiten jetzt keine Zeit zu haben, sondern erst in etwa 4 Wochen.

Die I.G. soll keine Versuche zur Oxydierung von synth. Hartparaffin vorgenommen haben, die Erweiterung der I.G.-Wachs-Produktion ist zwar erwogen worden, scheitert aber zunächst an der mangelnden Montanwachserzeugungsbasis. Dr. Nichterlein will aber Ausweitung der I.G.-Wachs-Erzeugung überhaupt nicht gestatten, weil er plant, aus synth. Hartparaffin ähnliche Wachs herzustellen zu lassen, was auch auf diese Weise der Vorproduktion zu stehen.

Offen ist noch die Frage, ob es gelingt, solche Wachsprodukte zu schaffen, die den synth. Hartparaffinen nur in geringem Maße zugesetzt werden brauchen, also sogenannte konzentrierte Emulgatoren darstellen. Bisherige Ergebnisse nicht ganz befriedigend.

Teilnehmer an den Besprechungen:

- a) Dr. v. Kozschwitz    b) Dr. Grund    c) Dr. Nichterlein  
a) - c)    Dir. Walbal, Laßmann.

4. Chemische Fabrik Spandau Werner Bothfeld, Berlin 7.50.

Die Tatsachen, die Herr Dr. Richterlein über sein Verhältnis zu der Firma des Herrn Bothfeld mitgeteilt hat, wurden bereits oben angeführt. Herr Bothfeld bestätigte sie im großen und ganzen. Er ist ganz und gar für die Ersetzung jedweder Lösungsmittel-Zubereitungen durch Wachse-Emulsionen eingenommen und gibt diesen auch für normale Zeiten große Aussichten.

Die Emulgatoren seien für die Frage der Emulsionsbildung durchaus nicht die Hauptsache, wesentlich seien vor allem bestimmte Riffe und die apparative Ausgestaltung der Emulsionsherstellung. Er habe beispielsweise früher schon synthetische Hartparaffine ohne jeden Zusatz von Emulgatoren emulgiert. Gewisse Zusätze zur Erleichterung der Emulsionsbildung seien zwar nötig, und derjenige Zusatz, mit dessen Hilfe dies gelang, sei z.T. auch nicht greifbar. Der Wachse-Emphor B der I.G. und der RW-Emulgator neu seien auch von ihm probiert worden, sie seien ausgesprochen schlecht. (Sidel hatte nur mit diesen beiden Emulgatoren Erfolg erzielt, allerdings auch nur in Verbindung mit weiteren I.G.-Zusätzen).

Er habe aus synthetischem Hartparaffin selbst schon oxydierte Produkte hergestellt, die sich tadelloser emulgieren ließen. Verfahren will er nicht angeben, da er Herrn Dr. Richterlein gegenüber verpflichtet sei. Doch soll die Herstellung praktisch mit 100 %iger Ausbeute gelingen. Ob er auch unser RB-Hartwachs dabei verwendet hat, kann er sich nicht erinnern, doch ist es wahrscheinlich, denn zweifellos ist ihm auch dieses Produkt z.T. von Herrn Dr. Richterlein zur Verfügung gestellt worden.

Besonders bemerkenswert war es, daß Herr Bothfeld erklärte, in seiner Anlage (zur Feinmetall konstruiert), die zur Trennung und Aufarbeitung der Bohröl-Emulsionen dient, u.a. auch die Oxydation der Hartparaffine vornehmen zu können, und zwar mit einer Leistung von jetzt schon 15 t täglich!

Vereinbart wurde mit Herrn Bothfeld, daß wir ihm je 1 kg unseres RB-Hartwachs und eines Oxydationsproduktes schicken, die er zusammen und einzeln Emulgierungsversuchen unterwerfen soll, um darüber dann uns und Herrn Dr. Richterlein ausführlich zu berichten. In Verbindung mit der Norweg sei auch eine kaufmännische Zusammenarbeit denkbar.

Teilnehmer: Bothfeld / Laumann

5. Reichsstelle "Chemic" / Wirtschaftsgruppe Chemische Industrie.

Die Sachbearbeiter auf dem Wachsegebiet suchte der Unterzeichnete auf um sich genauer über die Situation auf dem I.G.- und Montanwachs-Sektor zu unterrichten. Zurzeit können davon keine Mengen für die Bohrmassenerstellung abgezweigt werden. Bemühungen werden fortgesetzt einen ausgesprochenen Emulgator für Hartparaffine zu finden. Unser "Wachsprojekt" findet größte Unterstützung. Situation so, daß auch in normalen Zeiten großer Bedarf, da Montanwachsbasis entschieden zu klein. Papierleimung, Buna-Zeichmacher, Schmierfettherstellung. Rückkehr zur Bohrmassens-Ölware wird erwartet. Alles dies sind im Frieden Großverbraucher für echte Wachs, Einfuhr wird auch künftig gedrückt wenn in Deutschland Austauschstoffe verfügbar. Größe der möglichen zusätzlichen Produktion jedoch unbestimmt, müßte noch eingehend geprüft werden. Einige tausend Tonnen jährlich spielen keine Rolle, können mit Sicherheit im europäischen Wirtschaftsraum und USA abgesetzt werden.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 28. 9. 40  
Abtg. FL. Bt/Gi.

Herrn Dr. V e i d e .

---

Betr.: Fettsäuren über C<sub>20</sub>.

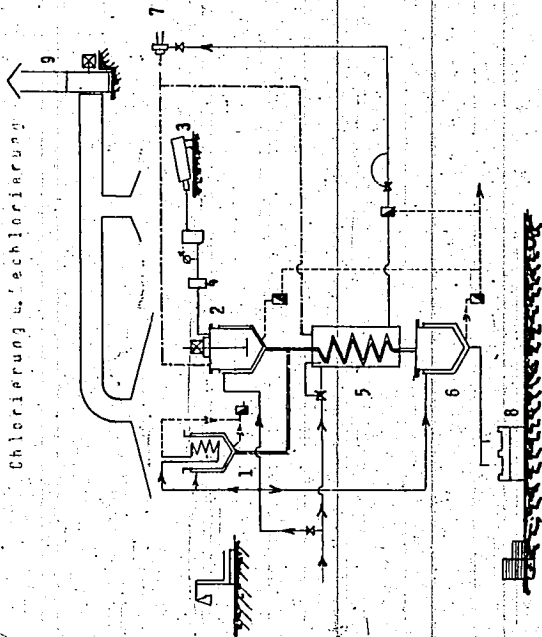
Wir senden Ihnen ca. 300 g Fettsäuren C<sub>20</sub> - C<sub>24</sub>, hergestellt  
aus Primär-Produkt der D.V.A. Die Neutralisationszahl der  
Fettsäuren liegt bei 134.

---

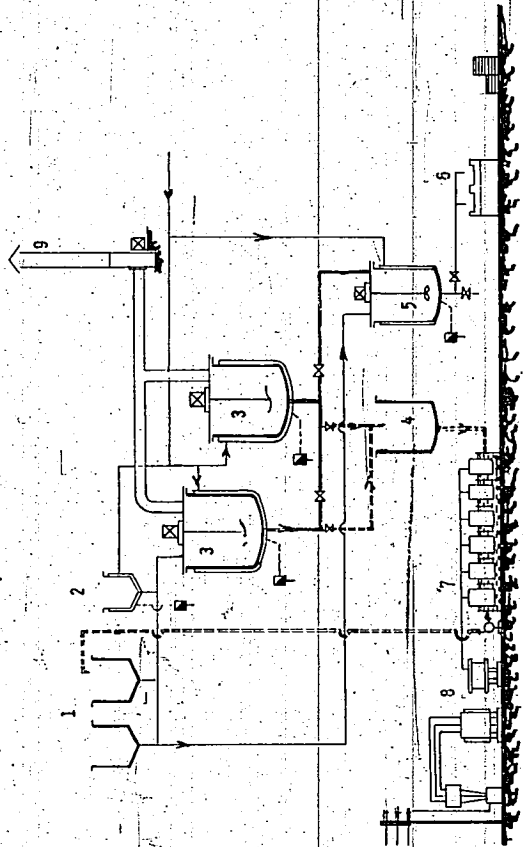
V. Nuhn

Ddr.: M.  
Hg.

Chlorierung u. Chlorierung



Oxydation



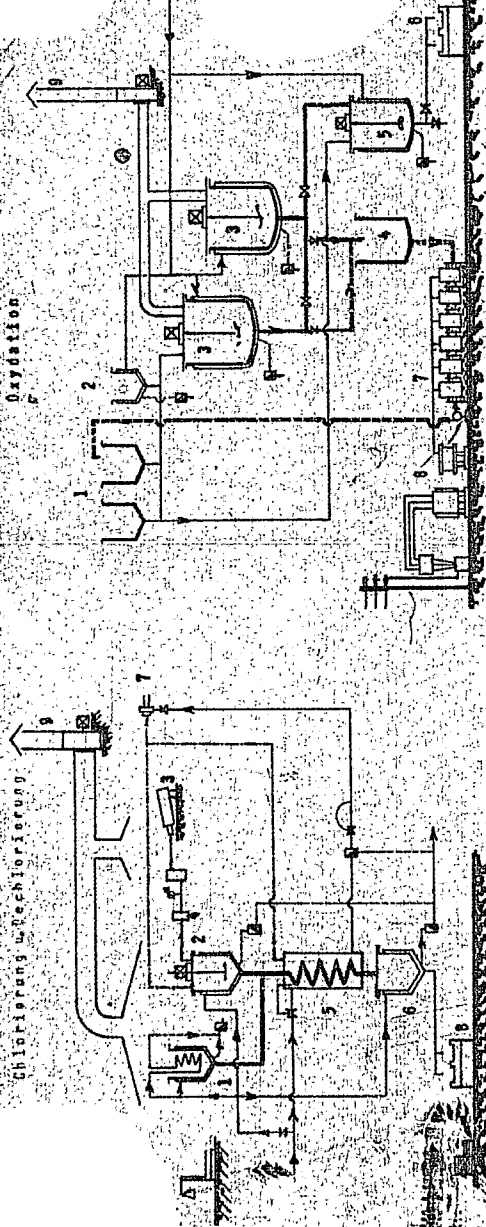
Pos.	Anzahl	Gegenstand:	Größe
1	2	Paraffin-Amalgamgefäß, dampfheizt	200 ltr.
2	2	Chlorierungsgefäß, dampfheizt mit Rührwerk	250 ltr.
3	2	Chlorflaschen	
4	4	Entgasungsgefäß mit Rühr-Vorrichtung und Perlflosche	60 ltr.
5	2	Rechlorungsapparat, 8 Wäsungen mit 800 cm H <sub>2</sub> O-Säure-Lsg., dampfheizt und auf 400° geregelt	
6	2	Auffanggefäß dampfheizt	200 ltr.
7	1	Salzsäureabzug (Injektor) für etwa max. 15 m <sup>3</sup> /Std.	
8	1	Abfällvorrichtung für rd. 500 kg/Tag	
9	1	Entlüftung bzw. Salzsäure-Absorptionsanlage	

Pos.	Anzahl	Gegenstand:	Größe
1	3	Kochgefäß, verbleit mit Schmelzer für Ormo-Schnefelsäure	1000 - 1500 ltr.
2	1	Kochgefäß, dampfheizt für Entchlörungsprodukt	500 ltr.
3	2	Oxydationsgefäß, verbleit mit Rührer, dampfheizt	200 ltr.
4	1	Auffanggefäß für Abfänge verbleit	2500 - 3000 ltr.
5	2	Zuschgefäß, dampfheizt	250 - 300 ltr.
6	1	Abfällvorrichtung für rd. 500 kg/Tag	
7	1	Ormoal-Elektrolyse für rd. 500 kg Natriumbichromat/Tag und 10000 kg 50%ige Schwefelsäure	
8	1	Lebarm- und Gleichrichterstation für etwa 170 KW-Anschlußleistung	
9	1	Entlüftung	

Dampf  
Kondensat  
Produkt

Chlor o. Salzs.  
Ormo-Schnefels.

Chlorierung - Nachchlorierung

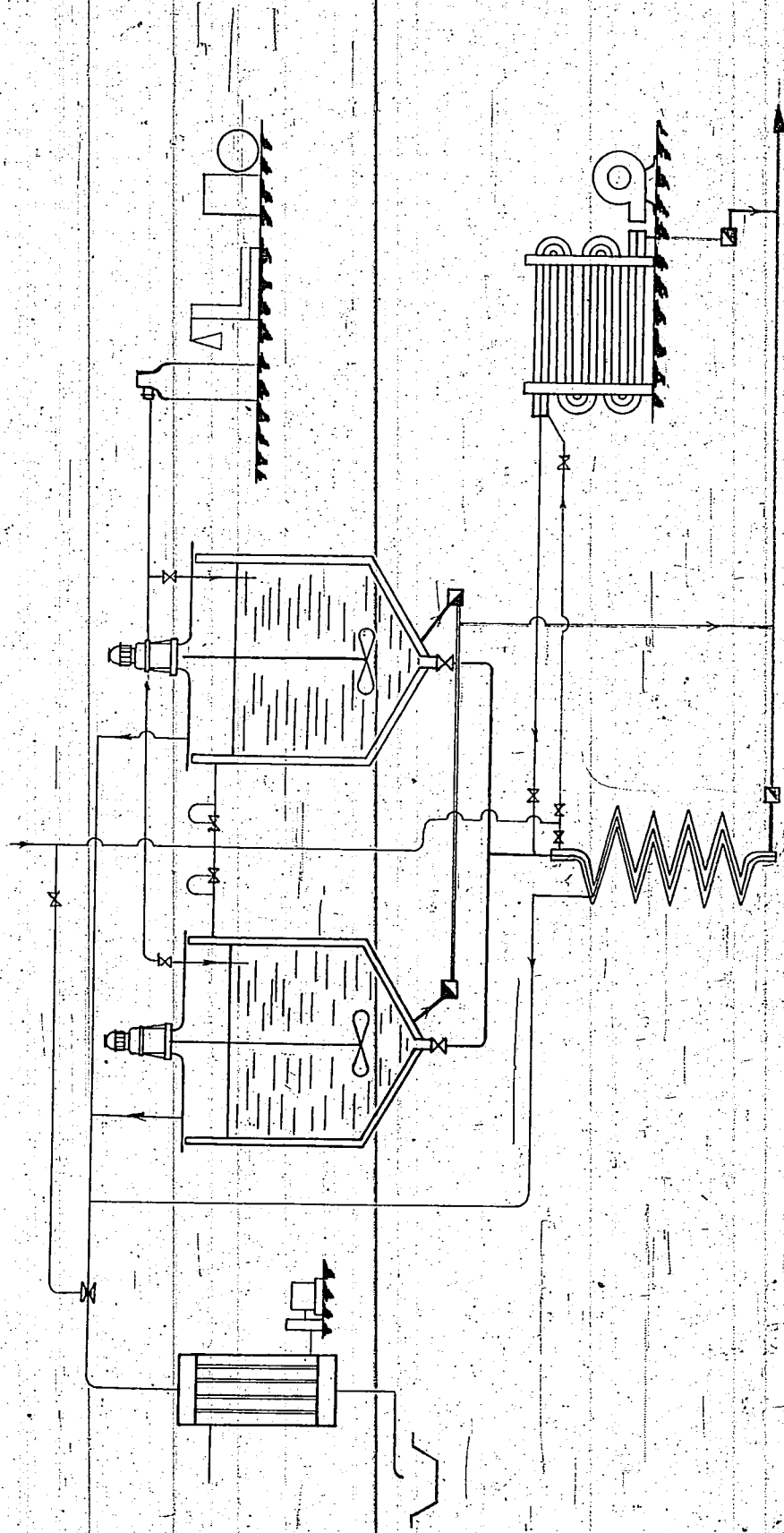


Pos.	Anzahl	Gegenstand	Größe
1	2	Paraffin-Anlagergefäß, Dampfheizt.	200 ltr.
2	2	Chlorierapparat, Dampfheizt. mit Führer	200 ltr.
3	2	Chlorierbehälter	
4	4	Entgasungsgefäß mit Rad-Zertrücker und Paraffin	60 ltr.
5	2	Reaktorapparat, 8 Minuten mit 400° erhitzt	
6	2	Reaktorapparat, Dampfheizt.	
7	1	Reaktorapparat, Dampfheizt.	200 ltr.
8	1	Sublimationsapparat (Reaktor) für stän. unv.	5' x 5' x 5'
9	1	Reaktorapparat für stän. unv.	

Pos.	Anzahl	Gegenstand	Größe
1	3	Isoliertes, verbleit mit Schmelze für Oxidationsgefäße	200 - 500 ltr.
2	1	Isoliertes, Dampfheizt. für Oxidationsapparat	50 ltr.
3	2	Oxidationsgefäß, verbleit mit Führer, Dampfheizt.	200 ltr.
4	2	Auffanggefäß für Alkali verbleit	200 - 300 ltr.
5	2	Reaktorapparat, Dampfheizt.	20 - 30 ltr.
6	1	Aufhänger für stän. unv.	
7	1	Reaktorapparat für stän. unv.	
8	1	Reaktorapparat für stän. unv.	
9	1	Reaktorapparat für stän. unv.	

Dampf  
Korrosion  
Produkt  
Öl  
oder d. Salze  
Oxid-Sauerstoff





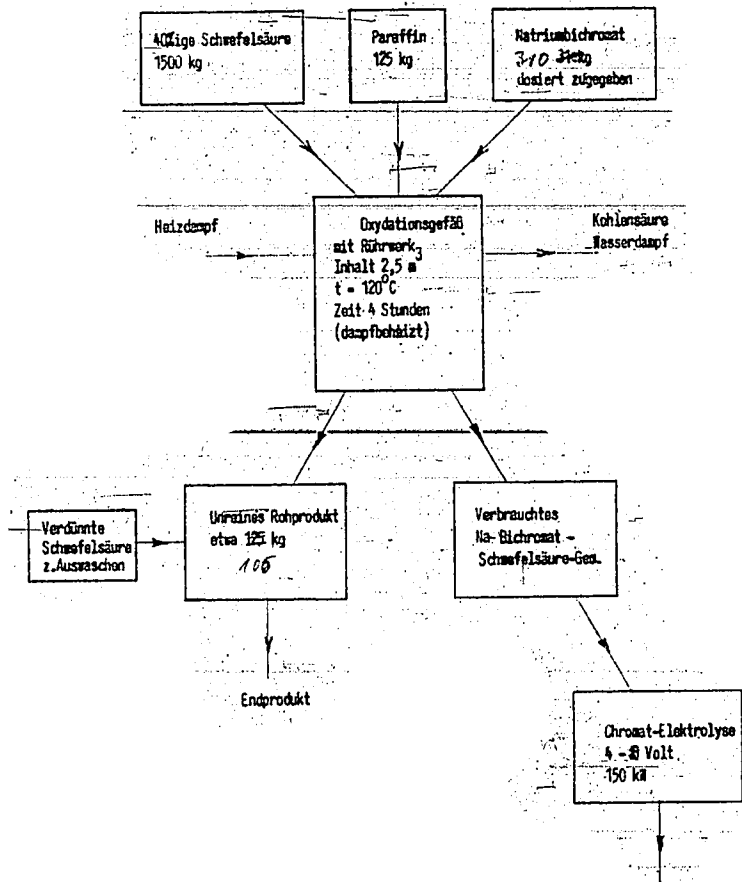
**Ruhrchemie**  
Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holtfen

Mengen - Schema  
für  
Paraffin - Drydations - Anlage

RP 62

Maßstab 1:

Bemerkung: Tagesleistung 500 kg



**Ruhrchemie**  
Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Mengen - Schema  
für  
Paraffin-Chlorierungs-Anlage

AP 60

Maßstab 1:

Bemerkung: Tagesleistung 500 kg, 4 Chargen zu 125 kg Einsatzgewicht, Paraffin größer als C<sub>18</sub>

