

000070

3441 - 30/5.01 - 11

Fatty acids & soaps by
~~oxidation of~~ ~~oxo~~ products

000071

Herrn Dr. Buchner

Betreff: Oxo-Seife.

Die letzte Oxo-Seife unter entscheidet sich von einer normalen Toiletteseife hauptsächlich dadurch, dass die Schärfer ist als diese. Sie entfettet die Haut außerordentlich stark, sodass nach dem Waschen die Haut sich sehr trocken anfühlt. Man sollte versuchen, durch geeignete Mittel das noch zu bereutigen.

Für Sie ist festzustellen, dass jetzt die übrigen Eigenschaften der Seife in Geruch und Schäumen in Ordnung gehen.

Durchdr. Dr. Buchner.

000072

Oberhausen-Holtzen, den 09. Juni 1942
Ma/Ker.

Herrn Dr. B ü c h n e r

Betrifft: Beurteilung der zuletzt bemusterten Seife

Meine Beobachtungen ergaben folgendes:

Die Seife ist allem Anschein nach etwas leichter löslich als die Friedenstoiletteseife. Sie schäumt zwar gut, aber der Schaum ist nicht so stabil wie bei einer Palmitinseife. Außerdem ist noch eine kleine Schürfe in derselben, die aber durchaus erträglich ist. Gegenüber dem vorhergehenden Muster ist ein Fortschritt zu verzeichnen, wenn auch noch nicht ganz die Qualitäten einer guten Palmitinseife erreicht sind.

*Seife
Co-Kraft
Benzol od. hochwertig*

000073

Nachg.

Act. Extraktion von nützigen Seitenlösungen mit Benzol.

1) Ex-Extrakt.

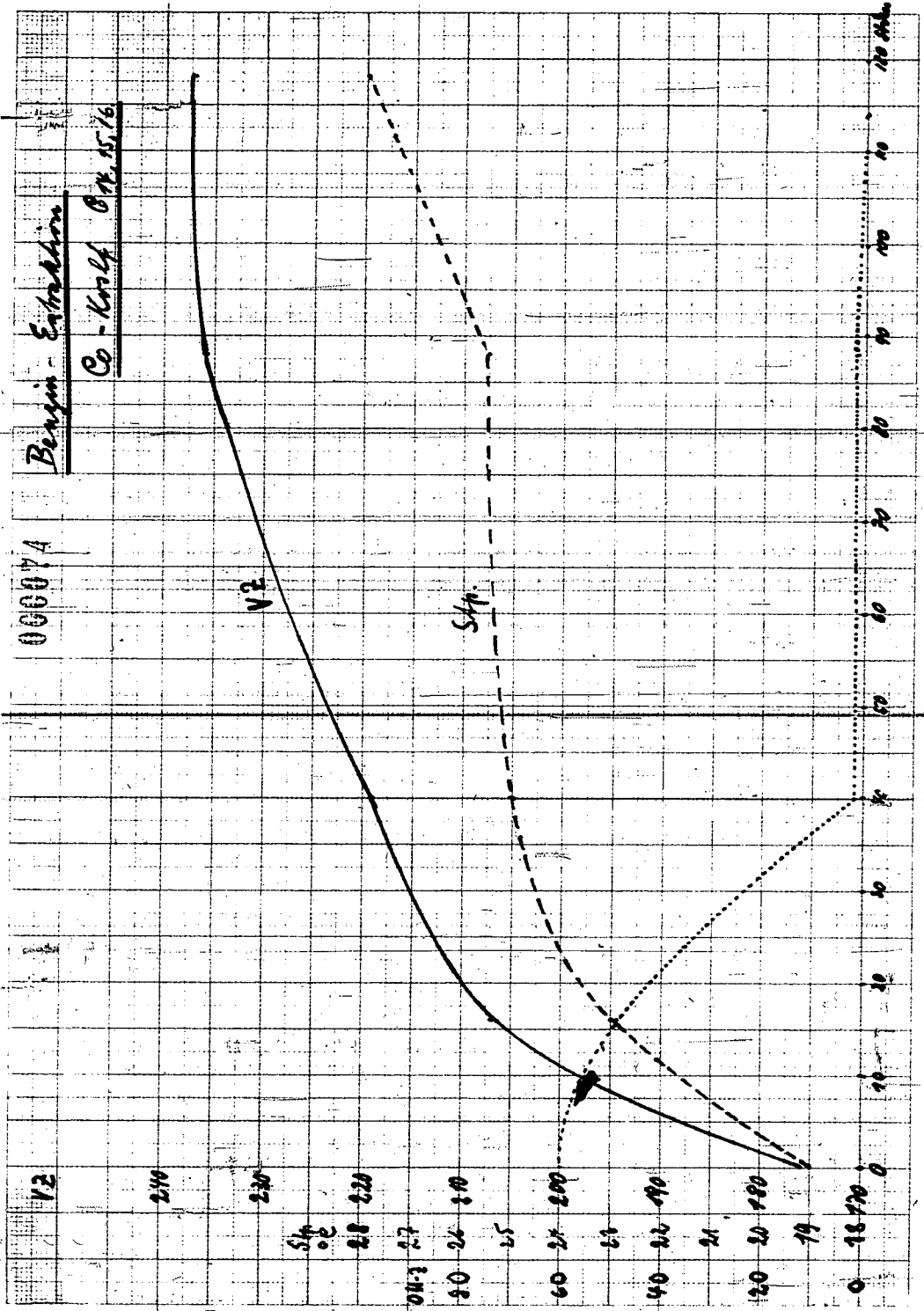
2000 g. Pflanzliche Extrakt, enthält N₂ 20
 mit 2000 cm³ F₂O, 200 hochglaskohol, 200 g. N₂H
 N₂ Min. genüht, (N₂ des N-Ges. = 2,5) 200 g. Nebenbestand
 in 1. Kanne vom N-Ges. getrennt.
 Die Seitenlös. 3 x mit 500 cm³ N-Benzol 20-30°
 ausgeschüttelt. Extrakt im Gemisch 1. Zusatz von
 10 Tropfenkohol. Dann Seitenlös. destilliert bis
 kohlet nur noch wenig. Fällung ausgegüßelt
 mit Schwefelsäure.

Fettsäure	Extrakt	Nebenbestand
N ₂ = 205	14	14
OH ₂ = 105	27	27
PrG = 20	16	16
OH ₂ = 180		
PrG = 100		

2) Kraft = 1000 g. Extrakt, enthält N₂ 20
 1200 g. Extrakt, N₂ = 44, N₂H = 100, N₂H = 100
 2000 cm³ F₂O, 200 hochglaskohol, 200 g. N₂H
 N₂ Min. genüht, (N₂ des N-Ges. = 2,5) 200 g. Nebenbestand
 in 1. Kanne vom N-Ges. getrennt.

Fettsäure	Extrakt	Nebenbestand
N ₂ = 1050	N ₂ = 3	4
N ₂ = 203	OH ₂ = 10	13
OH ₂ = 0	OH ₂ = 20	28
PrG = 0,899		

11.47



Bericht
über Extraktionsversuche an Rohseifen.

- 1.) Rohseifen enthalten nach der Aufarbeitung auf nassem Wege neben wechselnden Mengen höherer Alkohole geringe Mengen Neutralöl und stark riechende Verbindungen. Für die Extraktion muß die Seife weitestgehend entwässert werden. Bei einem Wassergehalt von 3% wurden 86,8% extrahierte Flokken, bei einem solchen von 0,8% 89,6% erhalten. (Versuch 1 + 2)
- 2.) Als Extraktionsmittel geeignet ist in erster Linie das Aceton. Trockenes Aceton ^{gewonnenes Alkohole, Natrium und} ~~bestimmt wenig~~ Seifenrückstand, genügt jedoch nicht allein für die Entfernung der Rückträger. Hauptsächlich gesetzt Aceton, dessen ph. Wert ~~anhand~~ zwischen 5 und 6 liegt, mehr oder ^{weniger} Seifenrückstand und bewirkt das hauptsächlich freier Fettsäuren im Extrakt und nach dem Trocknen ist in der extrahierten Substanz. Es empfiehlt sich daher, das Aceton durch Zusatz geringer Mengen Ammoniak 0,91 mit ~~dem~~ ^{dem} ph. Wert der Seife = 9,1 zu bringen. (Versuch 3)
- 3.) Ein höherer Zusatz von Ammoniak ^(9%) bewirkt ~~unvollständig~~ in Gegenwart von 10 Teilen Toluol die Bildung von Ammoniumseifen, die nicht im Extrakt lösen, ~~und~~ beim Einengen des Extraktes Ammoniak abgeben und freie Fettsäuren bedingen. (Versuch 4)
Bei Abwesenheit ^{eines} ~~von~~ Toluolzusatzes tritt dieser Fall nicht ein (Versuch 5 und 6)
durch überschüssiges festes Alkali in der Seife

- 2 -

bewirkt eine höhere Löslichkeit der Seifenmischung.
 Bei Anwesenheit von ~~Erbsen~~ Glycerin sinkt von 89.6%
 (Versuch 2) auf 84.5% (Versuch 7)

- 5.) Das Aceton kann teilweise (bis zu 15 Vol%) durch
 Tetrachlorkohlenstoff ersetzt werden. Tetra allein
 zerstört die Form der polierten Seife und löst sehr
 stark. Bei Zusätzen von ca 10% bleibt die Form
 der Seife erhalten, jedoch sind sie in Lösung ge-
 brachten Seifenmengen gegenüber Aceton allein
 wesentlich höher: 7,6% (Versuch ² 3) / gegen 0,49%
 (Versuch 3). Durch die Einstellung des Gemisches
 90 Aceton 10 Tetra auf einen pH-Wert von 9,1
 ändert

~~10~~ Durch den Zusatz von Tetrachlorkohlenstoff von 10%
 auf 5% herabgesetzt, geht der Verlust an Seife
 etwas zurück (Versuch 9)

- 6.) Zusatz von Pyridin zum Aceton verbessert den
 Geruch der Seife nicht. Die Löslichkeit der Seifenmischung
 steigt in einem Gemisch von 99% Aceton + 1% Pyridin
 gegen Aceton allein nicht nur unwesentlich erhöht.
 (0,49% bei Versuch 3) gegen 0,71% bei Versuch 10.)

- 7.) Zusatz von Phenol zum Aceton entfernt ebenfalls
 die Geruchsstoffe weitgehend, jedoch klappt der Phenol-
 geruch der Seife an und ist darüber nicht zu sagen.
 Auch die Verluste an Seifenmischung sind so hoch
 wie bei Verwendung von Tetrachlorkohlenstoff in Höhe
 von 10%. (Versuch 11.)

Die durch die Menge der zu extrahierenden Stoffe
ist nicht bestimmt, das der Extraktions-ertrag
am Saponin-Substanz. Bei einer OH-Z von 31 gelen
1.31% Saponin-Substanz in das Extraktionsmittel
bei einer OH-Z von 26 gelen 4.68% vom Einsatz
(Versuch 14 und 13)

Vorbereitung:

Die zu extrahierenden Stoffe müssen in trockenem Zustande
sein. Das Extraktionsmittel ist ein Gemisch aus 100 Teilen
Methanol und 100 Teilen Wasser. Das mit Saponin auf
einen pH-Wert von 9.1 gebracht wird. Die Extraktions-
menge soll möglichst nicht mehr als 2 Liter auf 1 Kilo
Substanz Saponin betragen. Man läßt die Saponin-Substanz
mit dem Extraktionsmittel 24 Stunden stehen und
wird mit wenig Methanol (pH 9.1) nach.

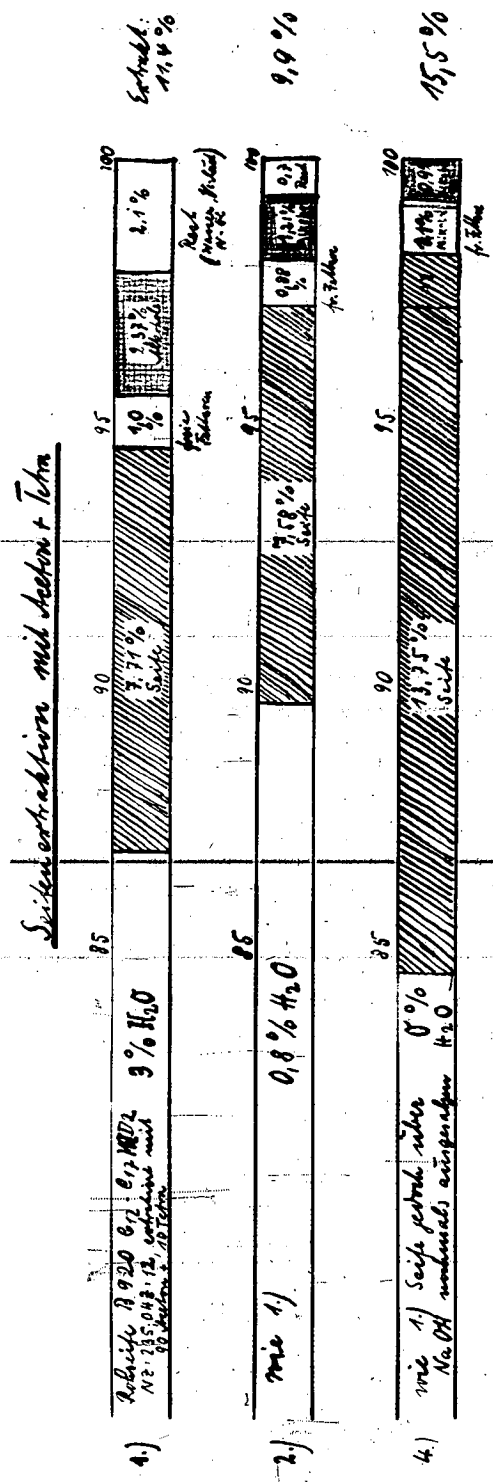
H. P. Müller

990079

Ertragsversuche an Weizen

Vnr.	Sorte	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Ertragsversuche		Anzahl Weizen	Anzahl Weizen	Anzahl Weizen							
											Ertrag	Ertrag										
1	B	920	12	13,5	1000	4000	90	10	-	86,8	253	0	114	180	22,5	1,00	757,5	7,09	7,71	56	2,45	
2	"	"	12	"	1000	1000	90	10	-	89,6	253	2	99	201	22,7	0,88	178,2	6,97	7,50	33	4,22	
4	"	"	12	"	148	600	90	10	-	125	256	1	23	155	18,5	1,12	206,5	12,07	13,75	25	1,43	
10	"	"	10	"	781	3000	99	-	1	753	256	1	23	3,0	32	0,38	206	2,47	2,68	14	0,15	
3	B	917	3	13,3	1000	1000	99	-	1	978	256	0	16	142	37	0,23	105	0,16	0,71	67	0,39	
5	"	"	3	"	570	2000	98	-	1	477	263	0	20	4,0	0	0	210	3,29	3,57	30	0,44	
6	"	"	3	"	500	2000	99	-	1	492	263	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7	"	"	3	"	1000	3000	99	-	1	974	267	0	17,4	174	0	0	181	1,21	1,31	31	0,20	
8	"	"	3	"	573	2000	100	-	-	563	265	0	8,6	150	88	0,50	78	0,44	0,49	27	0,15	
9	B	920	2	11,5	730	3000	90	10	-	648	263	0	72,0	99	56	2,10	191	7,18	7,80	3	0,11	
10	B	928	26	13,9	500	2000	90	10	-	425	247	0	69,0	13,8	20	1,05	100	5,59	6,10	114	5,97	
11	"	"	"	"	500	2000	94	5	1	433	247	0	62,0	12,4	17	0,85	96	4,82	5,26	126	5,95	
12	"	"	"	"	500	2000	88	10	1	380	247	0	116	23,2	28	2,62	134	12,60	13,75	74	6,51	
13	"	"	"	"	5000	2000	99	-	1	436	244	0	57	114	13	0,60	92	4,89	4,68	134	5,82	
14	B	930	10	15,6	1000	1000	99	-	1	884	227	0	107	10,7	8,5	0,41	44,5	2,57	2,83	71	3,22	
15	"	"	"	"	1000	4000	99	-	1	850	223	0	138	13,6	8	0,49	116	7,06	7,78	56	2,85	
16	B	932	0	15,6	570	2000	99	-	1	458	225	0	33	6,6	0	2,14	214	0,95	1,08	5	0,15	

000080



Ausgangsmaterial: Rohseife. 42 der Rohkohlen. 135, OH Zahl: 12

Extraktionsmittel: 90 Tle Aceton + 10 Tle Tetra

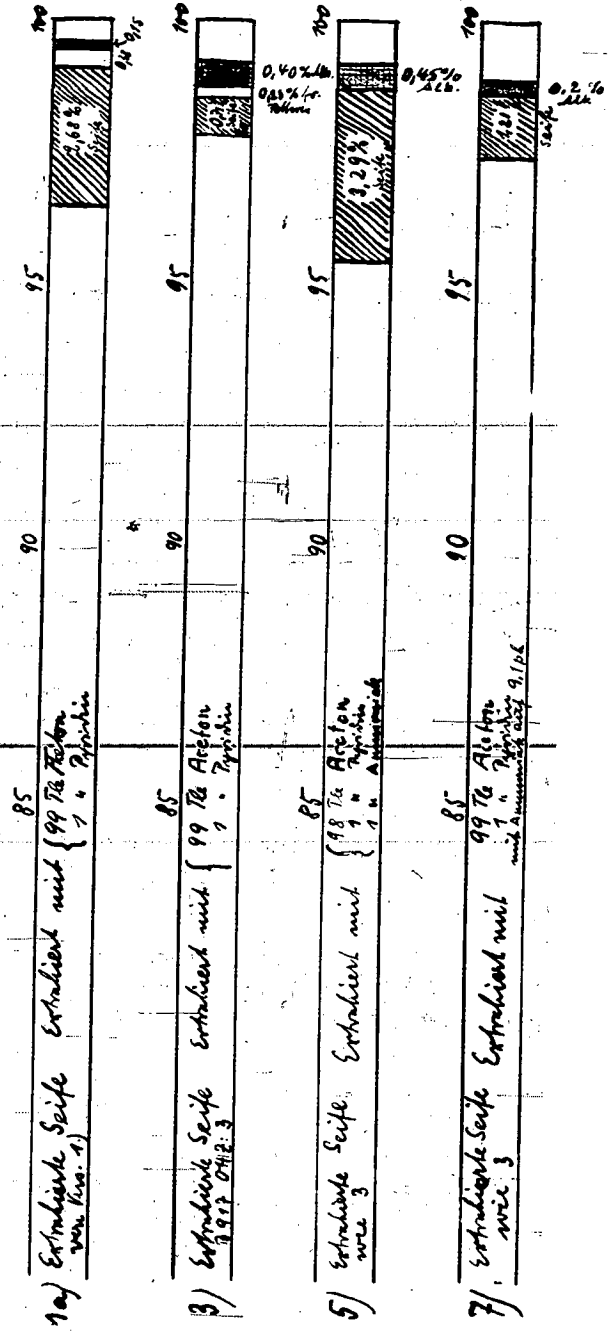
Gut: Extraktionsmittel: 1000g / 4 L

Effekt: Die Rohseife mit neben Alkohol 7 1/2 % der eingesetzten Seifenmenge im Lösung gebracht. Die alkalische Rohseife mit diese Menge im fast zur doppelten Menge extrahiert. Das nacheinander Extraktionsmittel setzt ca 1 % Fettstoffe im Fruchtsaft. Erhöhter Wassergehalt der Seife erhöht die Extraktmenge.

Bühner
21. IV.

900081

Seifenextraktion aus Aceton



Wangungsmaterial: Extrahierte Seife 89,20% und 89,17, 82, 253, 872 : 3
 Extraktionsmittel: 98 - 99 Tl. Aceton 1 Tl. Paprika, 1 Tl. und kleinerer Anzeiger
 End: Extraktionsmittel: 1000g 4 Ltr, Vers. 7) 100g/3 Ltr.
 Effekt: Seifen mit 1% Paprika aufgibt der Seife nur 1-1,5%, wenn der Al. Wert bei 9,1 liegt. Keine Verbindung der Extraktion oder freien Extraktion. Bei diesem Extraktionsmittel
 - gibt mehr Extraktion als Lösung.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten.

000082

Oberh.-Holten, den 3. Dez. 1941
Abt. Fl BU/Bay.

Herrn Prof. Dr. Martin.

Betr.: Schreiben vom 1. Dez. 1941

Die Alkalität der Seife liegt bei einem pH -Wert von 9,1, freies Alkali ist demnach nicht vorhanden. Das Reizen auf empfindlicher Haut rührt vielmehr von geringen Anteilen Natronseifen der Fettsäuren unter C_{12} her, die die Haut stark entfetten und beim Waschen stärker hydrolysierten. Das für die Herstellung dieser Seife verwandte Mitteldrucksyntheseprodukt in der Siedelage von $180 - 290^\circ\text{C}$ ist etwas zu schnell geschnitten worden und enthält ca. 4% Anteile unter 180°C . Hierdurch wird eine Neutralisationszahl der durch Oxosynthese gewonnenen Fettsäuren von ca. 270 erreicht, entsprechend einer mittleren C-Zahl von $\text{C}_{12,5}$. Für Toiletteseifen soll die Neutralisationszahl der Fettsäuren jedoch möglichst um 230-240 liegen.

3 Musterstücke einer solchen Seife folgen anbei. Die Seife ist noch frisch und etwas klebrig, das Aussehen und vielleicht auch der Nachgeruch ist nicht einwandfrei, jedoch reizt diese Seife wahrscheinlich nicht auf der Haut, da die niederen Fettsäuren darin fehlen. Für die Herstellung der Probe wurden Krackfettsäuren C_{13} bis C_{17} mit einer Neutralisationszahl von C_{15} verwendet.

000083

B^H

Herrn Prof. Martin.

Betr.: Seifenerzeugung.

Im Hinblick auf die bevorstehenden Besprechungen mit der I.G. über die Seifenerzeugung möchte ich den heutigen Stand unserer Arbeiten hierüber darlegen.

Seitdem bei uns nach der Herstellung der ersten Fettaldehyde mit deren Überführung in Fettsäuren begonnen wurde, haben wir zunächst ausschliesslich und bis zuletzt vorwiegend nur den Weg über die Oxydation bearbeitet. Die Erklärung hierfür liegt in der auf den ersten Blick bestehenden Einfachheit der Fettsäurebildung durch Aldehydoxydation. Erst nachdem es trotz aller Mühe nicht gelingen wollte, auf diesem Wege zu befriedigenden Erzeugnissen zu kommen, haben wir vor einiger Zeit auch die zweite Möglichkeit, die Alkalischnmelze, mit herangezogen. Sowohl wegen dieses Zeitunterschiedes, als auch wegen der Schwierigkeiten in der Beschaffung der für die Alkalischnmelze erforderlichen Rührautoklaven ist der Entwicklungsstand der beiden Verfahren bei uns zur Zeit nicht gleich.

Die Oxydation ist jetzt soweit durchgearbeitet, dass wir angehen können, wie man auf diesem Wege zu im wesentlichen befriedigenden Erzeugnissen kommt.

Bei der Alkalischnmelze dagegen sind wir noch nicht soweit. Die Fertigmachung derartiger Rohseifen ist noch nicht genügend entwickelt. Die Qualität der Hydrierseifen ist jedoch sehr erfolgversprechend, besonders was Farbe und Geruch angeht. Ich habe daher veranlasst, dass die Gewinnung von fertigen Hydrierseifen unter Anwendung unserer bisherigen Erfahrungen in Angriff genommen wurde. Die ersten Proben werden bald vorgelegt werden können. Ein Vergleich der beiden Verfahren ergibt nicht ohne weiteres eine klare Überlegenheit des einen oder anderen, wie folgende Übersicht zeigt.

A. Oxydation.

Vorteile:

- 1) Fortfall einer Hochdruckstufe,
- 2) einfache Apparatur für die Oxydation, anstatt Rührautoklaven,

- 3) Neutralisation mit Soda statt mit Hydroxyd,
- 4) Möglicherweise eine nasse Abtrennung der Neutralöle vermeidbar - jedoch noch nicht genügend bearbeitet).

Nachteile:

- 1) Besondere Regeneration des Kators erforderlich,
- 2) Säurewäsche der Aldehyde erforderlich,
- 3) hartnäckig anhaftender, charakteristischer Geruch,
- 4) schwache Färbung der Seife bisher unvermeidlich.

B. Alkalischmelze.

Vorteile:

- 1) Glattes Arbeiten der Oxo-Synthese ohne Regenerationschwierigkeiten beim Kator.
- 2) Keine Entkalkung erforderlich,
- 3) möglicherweise ohne nasse Abtrennung der Neutralöle,
- 4) schneeweisse Seifen,
- 5) möglicherweise nahezu geruchlose, sicher aber geruchlich bessere Seifen als aus der Oxydation.
- 6) Die Anlage kann ohne jede Änderung wahlweise den Rohstoff für Sulfonat oder Seife liefern.
- ~~7) Betriebsfertige, zur Zeit stillliegende Einrichtungen in Rodlaben bereits vorhanden.~~

Nachteile:

- 1) Eine zweite Hochdruckstufe sowie bei Neueinrichtung auch Druckgefäße für die Schmelze erforderlich,
- 2) Neutralisation mit Hydroxyd statt mit Soda.

Aus verschiedenen Mitteilungen von I.G. und von Henkel wissen wir dass an beiden Stellen die Alkalischmelze von Oxo-Alkoholen bereits mehr oder weniger eingehend bearbeitet und günstig beurteilt wurde.

Bei Berücksichtigung aller Umstände können wir uns nicht weiter einseitig auf die Aldehydoxydation beschränken, sondern müssen versuchen, möglichst bald auch zu brauchbaren Fertigseifen aus der Alkalischmelze zu kommen. Hierbei werden uns unsere inzwischen bei der Aufarbeitung der Oxydationsseifen gesammelten Erfahrungen vermutlich erheblich bessere Qualitäten liefern, als die beiden anderen genannten Stellen nach allem, was wir wissen, bisher erreicht haben.

000085

I. G. Ludwigshafen
Celanese-Abteilung

VERWALTUNG I.
3. 11. 49
Beantwortet am:

An
herrn
Dir. Dr. Ambros
Lu 1

Handwritten signature: Anna Pöcher

Handwritten signature: Pöcher
Handwritten note: Bi 2/9
Handwritten note: 20.8.1941

Unsere Zeichen: Thm.-Dr. Am/Gr. 20.8.1941. Ludwigshafen a. Rh.

Betreff: Seifenflocken aus der Oxo-Synthese.

Die Innen mit Schreiben vom 2.8.1941 von der Ruhrchemie AG., Oberhausen-Holten, übersandten synthetischen RCH-Seifenflocken haben wir mit dem Muster RCH-Seifenflocken vom 2.7.1941, sowie mit Lux-Seifenflocken (Friedensqualität) verglichen und hierbei folgendes festgestellt:

Ausseres:

Ähnlich Lux-Seifenflocken.

Löslichkeit:

Gut, ähnlich der von Lux-Seifenflocken.

Schaumvermögen:

Bei der Prüfung im Standzylinder wurden in dest. Wasser mit 1 g/Ltr. folgende Schaumvolumina nach 30 Minuten ermittelt:

	bei 40° C	bei 70° C
RCH-Seifenflocken Muster v. 2.8.41	790 ccm	740 ccm
" " " 2.7.41	470 ccm	300 ccm
Lux-Seifenflocken	860 ccm	1010 ccm

Waschwirkung:

- a) Feinwäsche (Wolle bei 40°): Gut, jedoch etwas geringer als Lux-Seifenflocken und ähnlich dem Muster RCH-Seifenflocken vom 2.7.1941.
- b) Weisswäsche-(Baumwolle bei Kochtemperatur): Lux-Seifenflocken-merklich unterlegen und ähnlich dem Muster RCH-Seifenflocken vom 2.7.1941.

Geruch:

Beide Muster von RCH-Seifenflocken hinterlassen auf der Hand einen anhaftenden unangenehmen Geruch nach niederen Fettsäuren. Das mit RCH-Seifenflocken behandelte Waschgut (Wolle und Baumwolle) weist ebenfalls einen unangenehmen, muffigen Geruch auf, der jedoch nach längerem Lagern des gewaschenen Materials wieder verschwindet.

Lux-Seifenflocken zeigen keine Geruchsentwicklung.

Zusammenfassung:

Die mit Schreiben vom 2.8.1941 übersandten RCH-Seifenflocken stehen wie das Muster vom 2.7.1941 in Schaum- und Waschvermögen gegen Lux-Seifenflocken noch etwas zurück, verhalten sich aber in der Löslichkeit und im Schaumvermögen günstiger als die frühere Probe.

Beide Muster von RCH-Seifenflocken hinterlassen besonders auf der Hand einen anhaftenden unangenehmen Geruch nach niederen Fettsäuren.

2 Anlagen.

Handwritten signature: Auer
Handwritten mark: S

Feinwäsche

000086

Wollstoff
angefschmutzt/rein



RCH-Seifenflocken

v. 2. 8. 41.

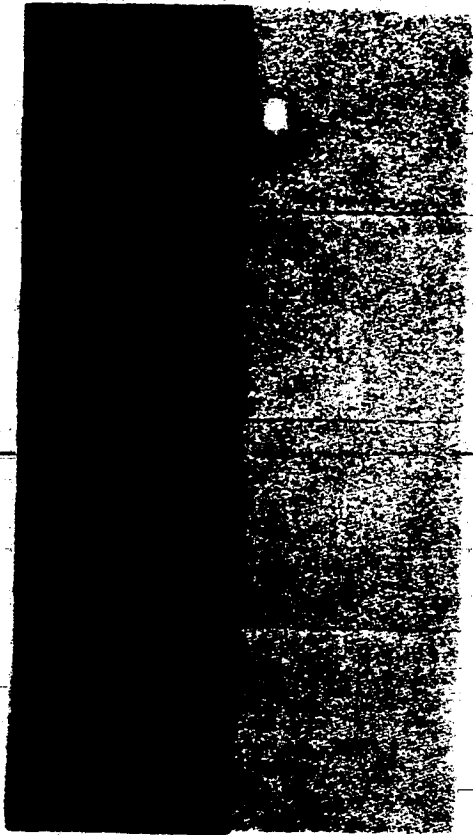
1. Waschversuch

2. Waschversuch

RCH-Seifenflocken

v. 2. 7. 41.

Lux-Seifenflocken

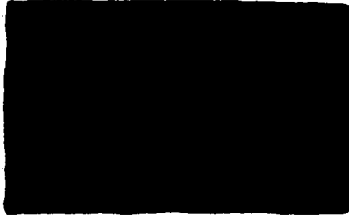


Dest. Wasser bei 40°

Weisswäsche

000087

Baumwollstoff
angefschmutzt/rein



2 g/l ohne Zusatz

2g + 2g Soda calc./l

RCH-Seifenflocken

v. 2. 8. 41.

1. Waschversuch

2. Waschversuch

RCH-Seifenflocken

v. 2. 7. 41.

LUX-Seifenflocken

Dest. Wasser bei Kochtemp.

000088

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 6. 1. 1941
Abtg. FL Roc/Gi.

Herrn J a c o b .

Betr.: Fettsäuren.

Aus den Versuchen über die Alkalischnmelze von Alkoholen wissen wir, daß die Seifen in Gegenwart von Wasserstoff bei Temperaturen bis über 300° durchaus beständig sind, auch in Gegenwart z.B. von Nickel. Ich bitte daher, zu versuchen, wie sich alkalisch oxydierte Rohaldehyde, also das sogenannte Eschmischer-Produkt bei der schonenden Hydrierung verhält. Der Zweck dieser Hydrierung wäre die Beseitigung der so außerordentlich störenden geruchtragenden Nebenprodukte. Dementsprechend müßten die Hydrierungsbedingungen hinsichtlich Temperatur, Nickelzusatz und Druck so gewählt werden, daß zwar diese Wirkung erreicht wird, daß aber eine nennenswerte Veränderung der Seifensubstanz nicht eintritt. Beispielsweise würde man das Eschmischer-Produkt eine Stunde lang in Gegenwart von Nickel aus Formiat bei etwa 300° und 10 atü Wasserstoff-Druck behandeln.

Als vorteilhafte Nebenreaktion könnte unter Umständen noch eine Verseifung von hydroxyhaltigen Nebenprodukten der Aldehyd-Synthese eintreten, wenn man dafür sorgt, daß ~~Überschüsse vorhanden sind~~, bzw. wenn man geringe Mengen von Alkali-Hydroxyd zusetzt.

Ddr.: Hl.

Bü. ✓

*Hypothese: Eschmischer-Produkt wird als unzureichend
(6 Teile Wasserung - Aldehyd) aufgeführt
wenn man sich ergibt, wenn man weiß, daß die geruch
nicht geruchlos war.*

000089

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 13. 12. 1940
Abtg. ~~YL~~ Roe/Si.

Herrn J a c o b .

Betr.: Fettsäure-Herstellung.

Beiliegendes Schema enthält eine Übersicht über die verschiedenen Möglichkeiten zur Seifen-Erzeugung. Von diesen sind erst ein Teil näher untersucht, nämlich die über das Oxydieren und Lösen.

Nicht oder fast nicht bearbeitet sind bi her die Wege über die Hydrierung sowie über die Vakuum-Destillation. Ich bitte daher diese nunmehr in Angriff zu nehmen.

Anlage.

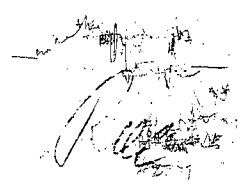
Ddr.: Hg.

Bü.

Ldf.

Fri.

Han.



Oberhausen-Holtten, den 14. 11. 1940
Abtg. FL Roe/Gi.

Herrn Dr. B ü c h n e r .

Betr.: Fettsäuren.

Wie wir neuerdings erfahren haben, ~~kommt die Wittener Seife ihrer~~
Qualität halber nur noch für Seifenpulver in Frage. Diesem Umstand
sollten wir bei unseren Versuchen auf folgende Weise Rechnung tragen:

- 1.) Herstellung einer Seife nur für Seifenpulver-Qualität. Diese
Herstellungsart müßte sich durch größte Einfachheit auszeichnen,
um auf diese Weise gegenüber Witten noch Vorteile aufweisen zu
können. Es ist möglich, daß hierfür die Destillation der alkali-
schen Oxydations-Produkte geeignet ist, Da bisher ein derartiger
Versuch unter günstigsten Bedingungen noch nicht ausgeführt wor-
den ist, so ist die Frage noch offen.

Man müßte zunächst die Kohlenwasserstoffe sorgfältig auf einen
genauen Siedepunkt schneiden, um höher siedende Reste zu ver-
meiden. Bei der Oxydation kann Soda in diesem Falle ohne Schaden
im Überschuß zugesetzt werden. Die Oxo-Synthese selbst müßte
möglichst optimal gefahren werden, um die Bildung von Alkoholen
und höher siedender Nebenprodukten möglichst zu unterbinden. Die
destillative Trennung müßte im Vakuum bei schonender ~~Erhitzung~~
Erhitzung und ^{mit} Dampfspülung vorgenommen werden.

Der Destillations-Rückstand wird gemahlen und auf Seifenpulver
verarbeitet.

Fis auf weiteres ist hierfür in der neuen Seifenhalle ebenfalls
Platz vorzusehen.

- 2.) Herstellung von geruchfreier Seife von Toiletten-Qualität.
Während das Destillations-Verfahren gegenüber Witten den Vorteil größter Einfachheit bietet, müßte die über die nasse Aufarbeitung gewonnene Seife den Vorteil der Toiletten-Qualität haben, also geruchfrei sein. Dieser Vorteil würde dann auch die verhältnismäßig umständliche Arbeitsweise rechtfertigen, jedoch müßte dann an keiner Stelle der Arbeitsgänge durch unnötige Vereinfachung eine Qualitätseinbuße eintreten, d.h. also für diese Toiletten-Qualität müßte bis auf weiteres alles getan werden, um die Seife so gut wie möglich herzustellen.

Herstellung von Super-Seife.

Im Gegensatz zur Paraffin-Oxydation bietet die Oxo-Synthese die Möglichkeit, das günstigste Gemisch der Molekülgrößen anzuwenden zu können. Dieses war vor allem für die Alkohol-Herstellung durchführbar, nicht dagegen für die Seifen-Erzeugung.

Man könnte nun aber im Falle der Erzeugung von 2 Seifen-Qualitäten diesen Vorteil auch bei der Seifenerzeugung einführen, indem man bei der Destillation des Einsatz-Öls die weniger günstigen Anteile des Fettsäure-Siedebereiches mehr oder weniger vollständig getrennt abnimmt und diese gemeinsam nach dem Destillations-Verfahren zu dem weniger anspruchsvollen Seifenpulver-Fettsäuren verarbeitet, aus dem dann der günstigster Zusammensetzung erhaltenen anderen Anteil des Fettsäure-Siedebereiches, der Einsatz-Kohlenwasserstoffe kann dann Toiletten-Qualität hergestellt werden, ohne daß die Gesamt-Ausbeute an Seifen verringert wird.

Ddr.: Ldf.

Hc

Ree

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 14. 11. 1940
Abtg. FL Roe/Gi.

000093

Herrn Dr. Landgraf.

Betr.: Fettsäuren.

Ich bitte, zu versuchen, ob es durch schonende Hydrierung möglich ist das durch Oxydation der Rohaldehyde gewonnene Gemisch von Kohlenwasserstoffen und Fettsäuren von den unangenehmen Geruchsträgern zu befreien, ohne daß eine nennenswerte Hydrierung der Fettsäuren eintritt

Ddr.: BÜ. ✓



Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

000094

Oberhausen-Holten, den 14. 11. 1940
Abtg. FL Ros/Si.

Herrn Dr. Hansen.

Betr.: Aldehyd-Herstellung.

Wir müssen das Verhalten des bei der Aldehyd-Destillation anfallenden Rückstandes bei der Hydrierung genauer untersuchen.

Hierbei könnte geprüft werden, ob die jetzt vorhandene Meinung richtig ist, daß bei der Hydrierung zu Alkoholen ein Teil der höhersiedenden Produkte aus der Aldehyd-Stufe wieder aufgespalten wird.

Ferner wäre es von Wichtigkeit festzustellen, ob man durch eine nachträgliche Hydrierung des Aldehyd-Destillations-Rückstandes weiterhin nennenswerte Mengen der einfachen entsprechenden Alkohole gewinnen könnte. Falls dieses der Fall ist, so würde damit die Wirtschaftlichkeit der Aldehyd-Herstellung erheblich verbessert werden können, da zwar dann die Ausbeute an Aldehyden selbst nicht gesteigert wird, aber die Menge des unerwünschten Nebenprodukts verringert wird.

Ich bitte dieses zu prüfen mit dem Destillations-Rückstand des C₈-Aldehyds, verbunden mit einer eingehenden Analyse vor und nach der Hydrierung.

Ddr.: Ldf.



000095

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 13.6.1940.
Abt. FK Rec/Pa.-

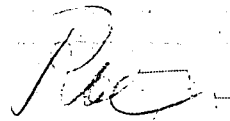
Herrn Dr. Landgraf.

Betr.: Aldehydherstellung.

Ich bitte für die Weiterverarbeitung auf Fettsäuren eine
Mengenfüllung Krackdieselöl aufzuteilen in folgende drei
Fraktionen : 200 - 240°
240 - 280°
280 - 320°

und diese drei Fraktionen für die Herstellung von Aldehyden
für Herrn Dr. Büchner bereit zu halten.

~~Der Ausfall in Ausgangsmaterial für die Alkoholherstellung,~~
welche sich nach Ihren Angaben auf rund vier Tage beläuft,
muss im Hinblick auf die dringend erforderliche Aufklärung
der Fettsäureerzeugung in Kauf genommen werden.

Dr.:  Ed.

000096

Rührchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 12.8.1940.
Abt. FL Roe/Fu.-

Herrn Dr. B ü c h n e r .
Herrn Dr. L a n d g r a f .

Betr.: Oxydation von Aldehyden.

Bei unseren Versuchen zur Oxydation der Aldehyde müssen wir zweierlei vermeiden:

- a) Verbrauch von Chemikalien; deswegen Oxydation mittels Luft oder Sauerstoff.
- b) Kein oxydativer Angriff auf andere Molekülteile als die Aldehydgruppen; deswegen Durchführung bei relativ tiefen Temperaturen.

Hiernach müssten wir also bestrebt sein, die Aldehyd-Oxydation mittels Luft oder Sauerstoff im Bereich der Raumtemperatur durchzuführen. Dabei hat sich aber gezeigt, dass die Oxydation vielfach nur sehr langsam oder auch überhaupt nicht zu Ende zu führen ist. Letzteres scheint besonders für die Oxydation der hochmolekularen Anteile zu gelten.

Ich schlage nun vor zu versuchen, die Oxydation mit Luft oder Sauerstoff unter erhöhtem Druck durchzuführen. Es ist bekannt, dass alle möglichen, beliebigen organischen Stoffe bei genügend hohem Sauerstoffdruck Peroxyde bilden und selbstentzündlich werden. Man kann daher als sicher annehmen, dass die Oxydation der besonders reaktionsfähigen Aldehydgruppe durch Druckerhöhung erzwungen werden kann.

Die Aufgabe besteht nun darin, den richtigen Druckbereich experimentell zu ermitteln, in welchem zwar die Aldehyde oxydiert werden, aber sonst noch keine schädliche Peroxydbildung eintritt. Vermutlich liegt zwischen diesen beiden Stufen eine breite Lücke. Schätzungsweise ist für die Aldehyd-Oxydation schon eine verhältnismässig geringe Druckerhöhung ausreichend, z.B. bei Luft 5 - 50 atü, bei Sauerstoff 1 - 5 atü.

Wegen der Explosionsgefahr müssten diese Versuche zunächst in der Acetylengrube ausgeführt werden, solange, bis

mehrere erfolgreiche Versuche die Gefahrlosigkeit der betreffenden Arbeitsweise bewiesen haben.

Zur Temperaturbeherrschung ist für intensive Kühlung und Durchmischung zu sorgen. Man kann indirekt kühlen oder auch durch direkte Wasserzufuhr.

Der Zusatz von Wasser oder ähnlich wirkenden Stoffen kann unter Umständen auch zur Vernichtung von schädlichen Peroxyden nützlich sein.

Zur Unterstützung der Oxydation können auch Katalysatoren wie Metallverbindungen der verschiedensten Art zugesetzt werden, insbesondere suspendierte oder gelöste Bestandteile des zur Aldehydbildung angewendeten Katalysators.

Die anzuwendenden Temperaturen dürften unterhalb von 40°C liegen, zunächst bei Raumtemperaturen, gegebenenfalls aber auch durch Kühlung erheblich darunter.

Die Druckoxydation könnte zwei Vorteile bringen:

- a) Oxydation auch derjenigen Anteile, welche sich bisher dem Umsatz entzogen haben.
- b) Möglichkeit die Oxydation, welche sich bisher über viele Stunden bzw. Tage erstreckte, nunmehr in kurzer Zeit zu beenden.

Bei Erfolg sollte anschliessend auch versucht werden, die Alkohole durch Druckoxydation in Fettsäuren überzuführen.

Ddr.: Hl.

Han.

Jac.



Oberhausen-Holten, den 31.7.1940.
Abt. FL Roc/Fu.-

Herrn Dr. B ü c h n e r

Beitr.: Synthetische Seifen.

Verschiedene Beobachtungen ^{a)} an unseren synthetischen Seifen lassen mich vermuten, dass die Rohseifen stark wasseranziehende Bestandteile enthalten.

Ich bitte daher, Versuche über die Gewichtszunahme von Seifenproben beim Stehen in ^{mit} Wasserdampf gesättigter Atmosphäre ausführen zu lassen und zwar teils mit scharf getrockneten Rohseifen, teils mit den gleichen Seifen, jedoch nach vorheriger Extraktion mit Aceton und erneuter Trocknung. Diese Versuche würden uns auch Einblick bringen in die Wasseraufnahme der reinen Seifen an der Luft.

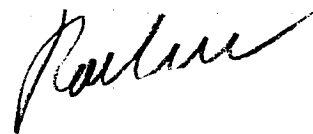
Sollten sich grössere Mengen stark wasseranziehender Bestandteile in der Rohseife finden, so könnte man die Wasseraufnahme beim Stehen in feuchter Luft unter Umständen zu einem analytischen Mittelteil auf die Menge dieser Verunreinigungen ausbauen.

Man könnte ferner daran denken, diese Stoffe von scharf getrockneten Seifen durch Behandeln mit kleinen Mengen Wasser zu entziehen, ~~begebenfalls~~ unter Zusatz solcher Stoffe, welche das Indikatorenvermögen der Seife vermindern wie z. B. Lössstaub oder andere Feine. Es ist denkbar, dass wir aus derartigen Ausläufer Aufklärung über die Natur dieser Verunreinigungen gewinnen können. Im günstigsten Falle ließe sich dies sogar zu einer Reinigungsmethode ausbauen.

Ich vermutete, ^{mindestens} dass die Verunreinigungen der Rohseifen mindestens vier verschiedene Bestandteile enthalten mit folgender:

- 1.) Kohlenwasserstoffe der wasserlöslichen Art.
- 2.) Höher molekulare sauerstoffhaltige Produkte aus Nebenreaktionen wie z. B. Nitroole, Ester usw.

- 3.) Wasseransiedernde Bestandteile von bisher unbekannter Konstitution (schwerwichtige Alkanolet)
- 4.) Benzolströmungen, welche beim Ueberdrehen der trockenen Seife mit warmer Luft flüchtig sind.



Ddr.: Dan.
Man.

990108

Herrn Dr. B ü c h n e r .

Betr.: Waschmittelherstellung.

Wir haben uns bisher bemüht, von den Fettsäuren alle begleitenden Stoffe als Verunreinigungen zu entfernen. Ich schlage nun vor zu versuchen, die Rohfettsäuren zu sulfonieren, um dadurch die Verunreinigungen in nutzbare Bestandteile überzuführen, welche nicht abgetrennt zu werden brauchen.

Man könnte beispielsweise das Rohprodukt der Aldehyd-Oxydation mit Chlorsulfonsäure behandeln, wobei man die Menge dieser Säure so bemisst, dass sie gerade zur Sulfonierung der Nebenbestandteile ausreicht, die Fettsäuren aber nicht angreift. Es ist durch Versuche festzustellen, ob trotz Einschaltung dieser Sulfonierung unsere bisherigen Arbeitsgänge zur Seifenherstellung unverändert beibehalten werden können, was den günstigen Fall darstellen würde.

Es ist aber auch denkbar, dass die Sulfonierung die Abtrennung des Neutralöls stören kann. In diesem Falle müsste man entweder die Arbeitsgänge zur Neutralölabtrennung entsprechend abändern oder sogar nachträglich die Fettsäuren nochmal in Freiheit setzen und dann sulfonieren.

Es ist ferner denkbar, dass man die Sulfonierungsbedingungen unseren einstweilen nicht näheren Begleitstoffen anpassen muss. Derartige Versuche könnten mit unserem Aceton-Extrakt ausgeführt werden.

In diesem Zusammenhang möchte ich auch anregen, die Wirkung des Aceton-Extrakts auf die Haut zu untersuchen, sei es des ganzen Extraktes oder einzelner Fraktionen desselben. Würden wir einzelne Fraktionen als besonders hautwirksam erkennen, so würden wir unter Umständen diese wirksamen Stoffe auch technisch identifizieren können und danach unsere Massnahme zur Entfernung oder Unschädlichmachung einrichten können.

Ddr.: Ldf.
Han.

Joe

000101

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser:

Dr. Roelen

Durchdruck an:

in Berlin am 24.-29.6. 1940
Anwesend:

Ma.
Hg.

1. Dr. Walter Berlin
 2. Firma Zucker Co.
 3. Firma Hauff Berlin
- Dr. Roelen

Zeichen:

Datum:

Abt. Pl. Roel. Fu. - 4.7.1940.

Betrifft:

Versuche zur Verarbeitung von Oxo-Seife.

1. Walter teilte mir genaue Anweisungen über die Herstellung von Seifenpulvern mit. Eine mehrseitige schriftliche Anleitung mit allen Daten wurde uns ausgehändigt. Die Zusammensetzung von Persil sei folgende: 40 % Reinseife, 2 - 3 % Natronwasserglas, Rest wasserfreie Soda.

Zur Geruchverbesserung unserer Seife teilte Walter mit, dass in der Technik vorwiegend Wasserdampfdestillation zur Desodorisierung angewendet würde. Ausserdem aber sei in der Seifenindustrie die Behandlung mit Schwefelsäure seit langem bekannt unter der Bezeichnung: Abkochen mit Schwefelsäure (20 Minuten lang kochen mit 15 % Schwefelsäure). Versuche, welche wir sogleich in dieser Richtung unternahmen, ergaben eine merkliche Verbesserung des Geruchs, sodass die Weiterführung dieser Behandlungsweise aussichtsreich erscheint.

Walter bemühte sich auf meine Bitte hin um eine Möglichkeit zur experimentellen Verarbeitung der mitgeführten Seifenproben zur Stückseife. Nach einigen telefonischen Rundfragen wurde diese Möglichkeit bei der Firma Zucker gefunden

2. Bei der Firma Zucker stand eine Versuchseinrichtung zur Seifenverarbeitung im Labormasstab zur Verfügung, bestehend aus Mischmaschine, Filierwalze und Strangpresse. Gleich der erste Versuch zeigte, dass unsere mitgebrachten Proben sich nicht in der üblichen Weise verarbeiten liessen, weil sie zu wenig fest und trocken waren. Daraufhin wurden Trocknungsversuche an Ort und Stelle gemacht, welche aber zunächst unbefriedigend blieben da infolge Stillstands der Fabrik keine Heizung zur Verfügung stand. Von Holton waren inzwischen auf telefonische Anforderung neue Proben eingetroffen, welche teils den für normale Seifen richtigen Wassergehalt von 15 - 20 % Wasser hatten, bzw. teils erheblich trockener waren (10 % Wasser und weniger).

Mit keiner dieser Proben konnte eine normale Verarbeitung zur Stückseife durchgeführt werden, da die Seifenmasse immer viel zu weich und klebrig blieb. Es ergab sich also als wichtige neue Feststellung, dass unsere Seifenmasse in ihren Verhältnissen grundsätzlich von normaler Seife abweicht.

Nach dieser Erkenntnis wurde schliesslich doch die grosse Trockenanlage in Betrieb gesetzt, um damit über Nacht einige Kilo unserer Seifenmasse schärfstens zu trocknen. Die so gewonnene übertriebene Seife liess sich bei vorsichtiger Aufgabe auf die Walzen gerade noch pilieren. Das erhaltene Produkt ist nach Angabe der dortigen Seifensachverständigen sehr gut als Seifenflocken zu verwenden.

Es wurde nun versucht, diese übertriebene Seife in der Strangpresse zu verarbeiten zwecks Gewinnung von Stückseife. Bei vorsichtiger Überwachung gelang dies auch schliesslich. Aber man erhielt eine äusserst zähe und harte Masse, welche trotz aller Vortrocknung noch klebrig war. Hieraus konnten schliesslich auf der Stanze einige Seifenstücke gepresst werden, wenn die Stempel vor jeder Pressung sorgfältig gereinigt und mit konzentrierter Kochsalzlösung gut befeuchtet wurden. Die so erhaltenen Stücke sind von olivgrüner Farbe, hart und zäh, auf der Schnittfläche transparent. Entscheidend ist, dass die Masse klebrig und plastisch bleibt.

Wegen dieser klebrigen Beschaffenheit sind die Stücke also nicht als einwandfreie Stückseife zu bezeichnen. Hinzukommt,

90610?

Blatt 3 zur Aktennotiz vom 4.7.1940.

dass unsere Seifenproben noch stark salzhaltig waren, freies Alkali enthielten und in keinem Falle völlig frei waren von dem scharfen anhaftenden Geruch. Aus allen diesen Gründen musste darauf verzichtet werden, eine grössere Anzahl von Seifenstücken zur Abgabe an Dritte herzustellen.

Das Ergebnis dieser Versuche ist demnach, dass sich die Seifenmasse in der Beschaffenheit wie sie hierfür zur Verfügung gestellt wurde so stark von normaler Seife unterscheidet, dass die üblichen Verfahrensgänge zur Weiterverarbeitung nicht angewendet werden konnten. Einzelheiten über die beobachteten Unterschiede sind aus der anliegenden Übersicht zu entnehmen.

3. Der Durchführung derartiger Versuche bei fremden Firmen stehen erhebliche Schwierigkeiten gegenüber. Andererseits sind die dafür benötigten Maschinen verhältnismässig klein. Ich habe mich daher bemüht, derartige Maschinen zwecks Ankauf ausfindig zu machen. Mit Ausnahme der Strangpresse gelang dies auch bei der Firma Hauff. Dort stand eine neue Walzen-Piliemaschine vorrätig, sowie eine gebrauchte Spindelpresse, sodass beide Maschinen sofort von uns erworben werden können.

Die genauen Anschriften liegen in der Anlage bei.

990104

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Eigenschaften von normaler Na-Seife und der
Oxo-Seife von Ende Juni 1940.

	normal	Oxo-Seife Juni 1940.
1. Salzgehalt	frei	stark
2. Alkaligehalt	max. 0,03	> 1
3. Geruch	mild	scharf
4. Geschmack	"	"
5. Optimale Trockentemperatur	50 - 60°	> 70°
6. Richtiger Wassergehalt zum Pressen	15 - 20%	nahezu wasserfrei
7. Beschaffenheit mit 15 - 20% Wasser	hart, trocken, pressbar	weich, sehr klebrig, nicht pressbar
8. Beschaffenheit hochtrocken	sandig, nicht pressbar	fest, noch klebrig, einzeln pressbar mit Abfließigkeit
9. Bandbildung auf der Pflanzwalze	gut	sehr gut
10. Schaumbildung		

900105

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtien

A n s c h r i f t e n .

- 1.) Beratung:
Chem. Labor. Dr. E. Salter, Berlin SW 61, Hagelbergerstr. 1
Tel. 660802
- 2.) Versuche:
Seifenfabrik Zucker & Co. Berlin O17, Mühlenstr. 51
Durchführung: Frl. Manschke Tel. 573247
- 3.) Maschinen:
 - a. Maschinenfabrik Joh. Hauff, Berlin, Herzbergerstr. 105/6
 - b. Maschinenbau GmbH., Postranecky, Dresden A 22
 - c. Händler: Dr. Fr. Elias
9.-Niederschönhausen
Blunkenburgerstr. 20 Tel. 484250
- 4.) Farben:
Farbenfabrik Wilh. Brans KG Quedlinburg
- 5.) Parfüme:
Schimmel, Berlin

Berlin. 28. Juni 1940

Sehr geehrter Herr Dr. Brückner!

Ich danke Ihnen für die mir so große Menge punktförmig zur Verfügung gestellter Senfproben. Jeder konnte ich nur einen Teil verwenden.

Die Firma, welche die Versuche ausführt, hat z. B. gerade Petribecken, weil sie ihr Kontingent an RIF-Paste hergestellt hat. Daher ist sie erzwungen zu Versuchen über, ^{und erst} aber nicht in der Lage große Mengen zu trocknen.

Die bisherigen Proben sind alle meist geblieben. Nach Trocknen an der Luft war wirkungslos. Ich werde nun über die Nacht eine große Menge in Bandform in der Nähe des Zentralheizungskessels zu trocknen versuchen. Es hat sich nämlich gezeigt, daß bei genügender Erwärmung gerade eben ein Festkörpergrad erreicht wird, so daß man

Stücke pressen kann. Ich hoffe
also morgen soweit zu kommen.
Die Hauptmenge bringt d.
unverändert zurück.

Probe 1: mit 1% Farbe und
Parfüm versetzt und ferner, als
Vorsprache die Klebrigkeit gegeben,
mit 30% Talkum versetzt.
Trotzdem merk und klebrig,
nicht pressbar. Hergestellt aus
der von mir aufgenommenen
Masse.

Probe 2: Hergestellt aus
über Probe N^o 5, also bei 1000
bis auf 100% W. getrocknet.
mit 1/2% Farbe u. Parfüm
versetzt, sonst ohne Zusatz.
Merk, klebrig, nicht pressbar.

Das Ergebnis ist also, daß wir
die Karte erheblich verbessern

müssen. Vorzeichen der Wohlhabst können sein:

- a) Struktur der Säuren, Verzweigung. Dagegen wäre außer dem Übergang zu Primär-Olefinen wenig zu machen.
- b) Anwesenheit von niederen Säuren, also von geringen Mengen $< C_{12}$. Hierfür wäre die Substitution der Ausgangs-Olefine wirksam.
- c) Anwesenheit von zu viel Säuren C_{12} u. dergl. Hierfür wäre eine teilweise katalytische Abnahme der niedrigen Anteile wirksam, sei es als Olefine oder als Säuren, in letzterem Falle gleichwertig verbunden mit Geruchverbesserung.
 Ferner könnte bei auch die fermentische Ausarbeitung helfen.

da die höheren Lagen schon vor
~~der~~ verdünnteren Kohlenabkühlung
 ausgefällt werden als die niederen!
 (C₁₈ von 500, C₁₂ von 2500).

Der jetzige Stand laßt
 vermuten, daß wir noch zahlreiche
 Versuche machen müssen, sowie
 daß die Darstellung derselben bei
 fremden Firmen zustrickend und
 schwierig ist. Ich habe mich sehr
 bemüht, die erforderlichen Maschinen
 in Laborgröße für uns aufzu-
 zustellen. Dies ist mir auch bereits
 gelungen für die wichtigsten Teile,
 nämlich Präparat und Presse.
 Das Angebot der Fa. Heuff liegt
 bei. Alles sofort lieferbar!
 Bestellung wenn möglich sofort
 fertig!!

Mit diesen Maschinen können
 wir unabhängig von jeder äußeren
 Hilfe alle Versuche bis zum

festen Stück waschen. Die
erforderlichen Rezepturen habe
ich von einem Herrn Mayer - Doktor
zu erhalten, falls dies überhaupt
noch erforderlich sein sollte.

Unser Befund stimmt übrigens
mit dem Urteil von Henkel
damals überein, welche große
Mengen Wasserglas zusetzen,
um pressfähige Stücke zu
erhalten. Ich bin aber über-
zeugt, daß wir auch ohne
Wasserglas zum Ziel kommen
werden.

Ich schlage vor, worüber
Rezept ^{Rezept} weiter auf Serfepulver zu
erweisen, auch wenn dieses noch
die gleiche Klebrigkeit etwas
beeinträchtigt.

Und vielen großen m. Hal. Koller.

21. Juli 1900

Als ab gegeben
17.11.1900

Über die Herstellung von reinen Fettsäuren bzw. reinen Seifen.

Gelegentlich einer Aussprache über die Seifenherzeugung stellte Martin fest, dass die bisher von uns hergestellte Seifenqualität wegen der anhaftenden Stinkstoffe nicht geeignet sei, an Dritte ausgegeben zu werden. Dasselbe bestätigte Hagemann aus eigener Erfahrung. Dieser Auffassung musste ich zustimmen, im Gegensatz zu anders lautenden Meinungen aus unserem Labor.

Es herrschte Einvernehmen darüber, dass die Beurteilung des Geruchs nur von neutralen Aussenstehenden vorgenommen werden kann. Aus dieser Feststellung ergibt sich die unbedingte Notwendigkeit, die Frage der Geruchverbesserung mit allen Mitteln weiter zu bearbeiten. Nach dem heutigen Stand sollten folgende verschiedene Möglichkeiten von uns experimentell bearbeitet werden:

- 1.) Aldehydherstellung statt aus Krackolefinen nunmehr aus Primär-olefinen und zwar sowohl aus Eisen- als auch aus Kobaltsynthese.
- 2.) Verarbeitung unter frisch hergestellten und mit möglichst wenig Nebenprodukten der Oxo-Synthese verunreinigtem Aldehyd, welcher sorgfältig vor Weiterveränderung geschützt wurde.
- 3.) Beeinflussung des Oxydationsverlaufes. Z.B. durch Zusatz von Wasser oder anderen Stoffen, welche den Angriff auf aktiven Sauerstoff hemmen, oder durch Oxydation bei sehr tiefen Temperaturen z.B. -10° , oder mit mittels sehr verdünntem Sauerstoff, oder auf andere Weise, welche die Entstehung der riechenden Nebenprodukte beeinträchtigt.
- 4.) Erschöpfende Extraktion der vom Neutralöl ganz oder fast ganz befreiten Seifenlösung mit Kohlenwasserstoffen verschiedener Siedelage. Hierbei wäre zunächst von Interesse, welcher Art und von welchem Siedeverhalten die Geruchstoffe sind, damit weiterhin die Extraktion hier nach eingestellt werden kann.

Es ist denkbar, dass diese Versuche gleichzeitig mit einer Verbesserung der Neutralölabscheidung einhergehen können. Auch kann mit anderen Stoffen als Kohlenwasserstoffen extrahiert werden wie z.B. mit sauerstoffhaltigen Lösungsmitteln der verschiedensten Art. Dies gilt insbesondere für den Fall, dass sich herausstellen sollte,

dass der am schlechtesten zu entfernende Neutralölrest aus sauerstoffhaltigen Nebenprodukten der Oxosynthese wie z.B. Alkohol oder dgl. besteht.

Es müsste auch festgestellt werden, ob die Extraktion statt im alkalischen Medium nicht besser mit sauren Fettsäuren vorgenommen wird.

5.) Reinigung der Fettsäuren oder der Seifenlösungen mittels Aktivkohle (Sonderqualität, welche von Lüben benutzt wird.)

6.) Abtreiben der Geruchstoffe mittels Wasserdampfdestillation, wobei festzustellen ist, ob dies zweckmässiger mit den Säuren oder mit den Seifenlösungen oder aber mit den ziemlich wasserfreien Seifen erfolgt.

7.) Genauere Untersuchung über die Möglichkeiten, die Geruchstoffe zu entfernen durch Behandeln der Seifen mit warmer Luft, beispielsweise nach vorheriger Überführung der Seifen in Form eines feinen Pulvers (Temperatur der Luft, Dauer der Behandlung usw.) Im günstigsten Falle würde dies für eine technische Durchführung in Form der Zerstäubungstrocknung sprechen.

Auch hier wäre zu prüfen, die Behandlung statt mit der Seife mit der freien Fettsäure auszuführen.

8.) Beseitigung der Geruchstoffe durch Behandlung der Säuren oder Seifen mittels Chemikalien, wie z.B. oxydierend (Permanganat), oder reduzierend (SnCl_2), raffinierend (Bleicherde). Insbesondere ist zu prüfen die Wirkung von Schwefelsäure verschiedener Konzentration.

Es ist bekannt, dass man mit 50% Schwefelsäure die Primärprodukte der CO-Hydrierung entatinken kann, ohne dass die Olefine angegriffen werden! Gegebenenfalls wäre diese Schwefelsäurebehandlung mit den Primärprodukten vor Ausführung der Oxosynthese durchzuführen.

9.) Destillation der freien Fettsäuren.

10.) Aufarbeitung der Rohsäuren durch Veresterung mit oder ohne Destillation der Ester.

11.) Aufarbeitung der Rohsäuren über die Ammoniakseifen mit anschliessender Destillation der letzteren.

Ddr.: Hl I
Bü
Han

900113

Herrn Dr. B ü c h n e r .

Betr.: Fettsäuren.

Sie haben gefunden, dass die HZ. der durch Aldehyd-Oxydation gewonnenen Fettsäuren höher liegt, wenn man den Rohaldehyd mit Schweröl verdünnt. Eine Erklärung dafür war zunächst nicht zu geben.

— Zwei Handversuche haben nun gezeigt, dass von der 6,2 fach mit Wasser verdünnten und mit Alkohol versetzten Seifenlösung Leichtbenzin beträchtlich, Schweröl dagegen nicht aufgenommen wird. Ich vermute daher, dass die Wirkung des Schweröls darin besteht, dass leichter siedende Kohlenwasserstoffe der Seifenlösung ferngehalten werden.

Daraus ergeben sich für die Herstellung neutralölfreier Fettsäuren nunmehr folgende Möglichkeiten:

- 1.) Wie bisher, Verdünnung des Rohaldehyds bzw. des oxydierten Aldehyds vor der Abtrennung des Neutralöls durch Zusatz von Schweröl.
- 2.) Es ist denkbar, dass die Wirkung der gleichen Schwerölmenge grösser ist, wenn man nicht zu Anfang die ganze Menge auf einmal zusetzt, sondern wenn man die bereits vom Öl abgetrennte Seifenlösung portionsweise ausschüttelt. man kann auch die vom Öl befreite Seifenlösung regelrecht mittels Schweröl extrahieren.
- 3.) Es ist denkbar, dass die Verdünnung bzw. Extraktion mit Schweröl überflüssig wird, wenn der Rohaldehyd frei ist von zu leicht siedenden Anteilen, bzw. leicht siedenden Kohlenwasserstoffen. Zu diesem Zweck müsste das zur Wassergasanlagerung vorgesehene Ölfingemisch vorher einer Stabilisation unterworfen werden, ähnlich wie das Fahrbenzin, d.h. mittels einer wirksamen Kolonne müssten alle unterhalb einer bestimmten Grenze siedenden Anteile, übergetrieben werden.
- 4.) Die bis jetzt als erforderlich angesehenene 6,2 fache Wassermenge zur Auflösung der Seife wurde durch Versuche mit nichtstabil-

990114

siertem, Leichtöle enthaltendem Aldehydgemisch ermittelt. Es ist denkbar, dass die Wassermenge abhängig ist von der Mengenverteilung der Kohlenwasserstoffe über die Siedelage. Bei Anwesenheit von viel Leichtöl kann die erforderliche Wassermenge zur Erzielung der gleichen NZ. grösser sein, als bei Abwesenheit von leichten Anteilen.

Es ist daher zu prüfen, ob die zur Auflösung der Seifenlösung erforderliche Wassermenge nicht verringert werden kann dadurch, dass man das Olefingemisch vorher sorgfältig stabilisiert.

Ddr.: Hl.

Ldf.

Han.



Niederschrift über die Besprechung mit Herrn Niemann am 6.4.1940.

Betr.: Fettsäuren.

Ich zeigte Herrn Niemann Proben von unseren synthetischen Kalkseifen, welche teils vollständig im Neutralöl gelöst waren, teils salbenartige Konsistenz hatten. Niemann meinte, dass die Erzeugung von Bohrölen wirtschaftlich keinen besonderen Anreiz böte, da diese im Preis sehr niedrig seien.

Von sehr gro. sem Interesse dagegen seien Schmäälzöle für die Textilindustrie. Diese Öle werden den Textilien vor der Verarbeitung zugesetzt damit diese geschmeidiger werden. Aus dem fertige Stück sollen sie wieder vollständig ausgewaschen werden können. Erwünscht ist, dass für dieses Auswaschen keine zusätzliche Seife erforderlich ist. Man versucht daher, en Schmäälzölen die erforderliche Seife sofort einzuverleiben.

Ich schlage vor, hierfür synthetische Schmieröle ~~und Fettsäuren~~ zu versuchen, welche wir leicht aus synthetischen Schmierölen herstellen können. Diese alle sind gleichzeitig viskos und verseifbar, erfüllen also alle Anforderungen der Schmäälzöle in hohem Masse.

Es wurde vereinbart, dass wir Herrn Niemann Proben von Schmierölen ~~und Fettsäuren~~ zur Verfügung stellen und zwar :

- 1.) aus niedrigen ~~viskosen~~ Ölen (Spindelölen)
- 2.) aus Schmierölen von normaler Viskosität.

Ddr.: Bü,
Ldf,
Han,
Fr.

Herrn Dr. R ü c h n e r . .
.....

Betr.: Fettsäuren.

Sie haben gefunden, dass man die durch Aldehydoxydation gewonnenen Fettsäuren leicht vom Neutralöl und Dicköl trennen kann, indem man die Fettsäuren mit bzw. in Gegenwart von Alkalien wie Kalk oder Soda neutralisiert und dann mit Aceton ausfällt und auswäscht. Bei einer technischen Anwendung würde die Beschaffung des Acetons bekanntlich gewisse Schwierigkeiten bereiten. Ich schlage daher vor, an Stelle von Aceton diejenigen Lösungsmittel bzw. Fällungsmittel zu versuchen, welche aus Literatur und Technik bereits für die Entparaffinierung von Mineralölen bekannt geworden sind, da diese Aufgabe der Abtrennung der Fettsäuren sehr ähnlich ist.

Demnach kämen als Zusätze unter anderem folgende Stoffe oder Gemische derselben in Frage:

- 1.) Niedere Kohlenstoffe, gegebenenfalls verflüssigt wie z.B. Athan, Athylen, Propan, Propylen, Pentan, usw.
- 2.) Schwefeldioxyd, Kohlendioxyd, oder Ammoniak verflüssigt.
- 3.) Chlorierte Kohlenwasserstoffe wie Methylchlorid, Athylenchlorid, Chloroform, usw.
- 4.) Amine wie Methylamin oder dessen Homologe, Pyridin, usw.
- 5.) Ester wie z.B. die Formiate, Acetate, Propionate, usw. des Methanols, Athanols, Propanols und dergl. insbesondere die von der Hiag für das von Horschig übernommene Entparaffinierungsverfahren gelieferten Ester-Gemische.
- 6.) Aldehyde wie Furfurol oder unsere eigenen synthetischen Aldehyde.

Ddr.: Idf,
Han,
Fr.

Rolle

Reisbrenzerei Aktien-Gesellschaft
Eberhausen-Holten

000117

Oberh.-Holten, den 23. Februar 1940
RB Abt. EVA Røe/Ndm.-

Herrn Dr. B ü c h n e r .

Betr.: Fettsäuren.

Ich bitte zuversuchen, ob sich die Kalkseifen mittels Natronlauge oder Sodalösung umkochen lassen. Man würde dann den Säureverbrauch ersparen.

Gegebenenfalls könnte man den entstehenden Kalkschlamm der nächsten Aldehyd-Oxydation wieder zuführen, so dass man ihn nicht besonders auszuwaschen braucht.

Ddr.: Han.

gez. Roelen.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

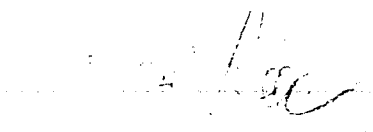
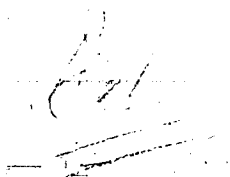
Oberh.- Holten, den 9.4.1940.
Abtg. FL Roe/Ur.

900118

Herrn Dir. H a g e m a n n .

Beiliegend überreiche ich Ihnen eine Probe des ersten synthetischen Seifenpulvers, welches wir in einwandfreier Qualität aus Dieselöl herstellen konnten.

Ausgangsmaterial bildete Kracköl, 200 - 320°, Enthalten sind die Natronseifen C₁₃ - C₁₇. An Chemikalien wurden lediglich verbraucht die zur Neutralisation erforderliche Menge Soda. Ferner wurde Aceton zur Abscheidung der Natronseifen, sowie zur Auswaschung derselben benutzt.



*Reichswerke Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten*

Oberhausen-Holten, den 23. Jan. 1940.
RB Abt. BVA Roe/Khl.-

900119

Herrn Dr. Hansen.

Betr. Oxo-Synthese.

- 1.) Bei der Paraffin-Oxydation entstehen bekanntlich als Nebenprodukte Oxy Säuren, Lactone usw. Man hat nun gefunden, dass die Menge dieser Nebenprodukte geringer wird, wenn man die Neutralöle nicht durch Extraktion oder dergl. abtrennt, sondern durch Vakuum-Destillation bei 300-400°. Man nimmt an, dass die Nebenprodukte bei der hohen Temperatur in normale Fettsäuren umgewandelt werden.

Ich bitte daher, unsere Rohsäure ebenfalls entsprechend zu behandeln, d.h. also, nach der Destillation der Hauptsäure durch weitere Temperatursteigerung bis auf mindestens 350° auch den hochsiedenden Rest überzutreiben. Dabei ist die Höhe des Vakuums so zu wählen, dass der Übergang bei den hohen Temperaturen erfolgt. Es ist nicht zu erwarten und auch nicht erforderlich, dass Säuren von der gleichen Mol.-Grösse wie die Hauptsäure entstehen. Entscheidend ist allein, ob normale Fettsäuren gebildet werden. Diese können auch olefinisch sein, worauf bei der Analyse zu achten wäre.

- 2.) Das gleiche Verfahren müsste man bei dem Dicköl der Alkohol-Synthese anwenden. Es ist denkbar, dass auch in diesem Falle brauchbare Produkte entstehen, insbesondere olefinische Stoffe.

Ddr. He. Bü.

Oberh.-Holten, den 4. Januar 1940.
RE Abt. EVA Roe/Ndm.-

000120

Herrn Dr. H e c k e l ,
" Dr. S c h e n k .

Betr.: Olefin-Synthese.

Bekanntlich liefert die Paraffin-Oxydation nicht ~~mit~~ mehr als 7 - 8 % der Primär-Kohlenwasserstoffe als Fettsäuren, selbst bei einer Paraffin-Ausbeute von 50 %!

- (50 % Gesamt-Paraffin,
- 25 % Weich-Paraffin,
- 12 % Hauptfraktion,
- 8 % Rein-Fettsäuren.)

Diese so leichteste Ausbeute könnte auf zwei Wegen verbessert werden:

- a) Vermehrung der Weich-Paraffinausbeute (wie bereits besprochen),
- b) Vermehrung des Anteiles an hocholefinischem Dieselöl, mit anschließender Oxo-Synthese.

Beide Möglichkeiten würden eine Änderung unserer Synthese in der gleichen Richtung verlangen, nämlich Verminderung des Hartparaffin-Anteiles, bzw. des Gesamtparaffin-Anteiles mittels Freislauf. Wir sollten daher möglichst bald einen entsprechenden Versuch beginnen. Hierzu bitte ich ferner die bisherigen Versuchsergebnisse daraufhin durchzusehen, unter welchen Bedingungen das Verhältnis Weich- zu Hartparaffin am günstigsten war.

Die höchsten Ausbeuten an Fettsäuren würden erhalten werden können, wenn es gelänge vorwiegend hocholefinisches Dieselöl zu machen. Wir könnten hierzu die Anteile von 100° (C₉-Säure) bis 330° (C₂₀-Säure) verwenden, also einen weiten Bereich der Hauptmenge unserer Produkte. Ich schätze die erreichbare Menge der Fraktion 100 - 330° auf ca. 60 %. Bei einem Olefingehalt von 70 - 80 % würden wir daraus 40 - 50 % der Primärprodukte an Fettsäuren C₉ - C₂₀ herstellen können, also

erheblich mehr als es die Paraffin-Oxydation vermag. Hierzu käme noch die Fettsäure aus der Weichparaffin-Oxydation.

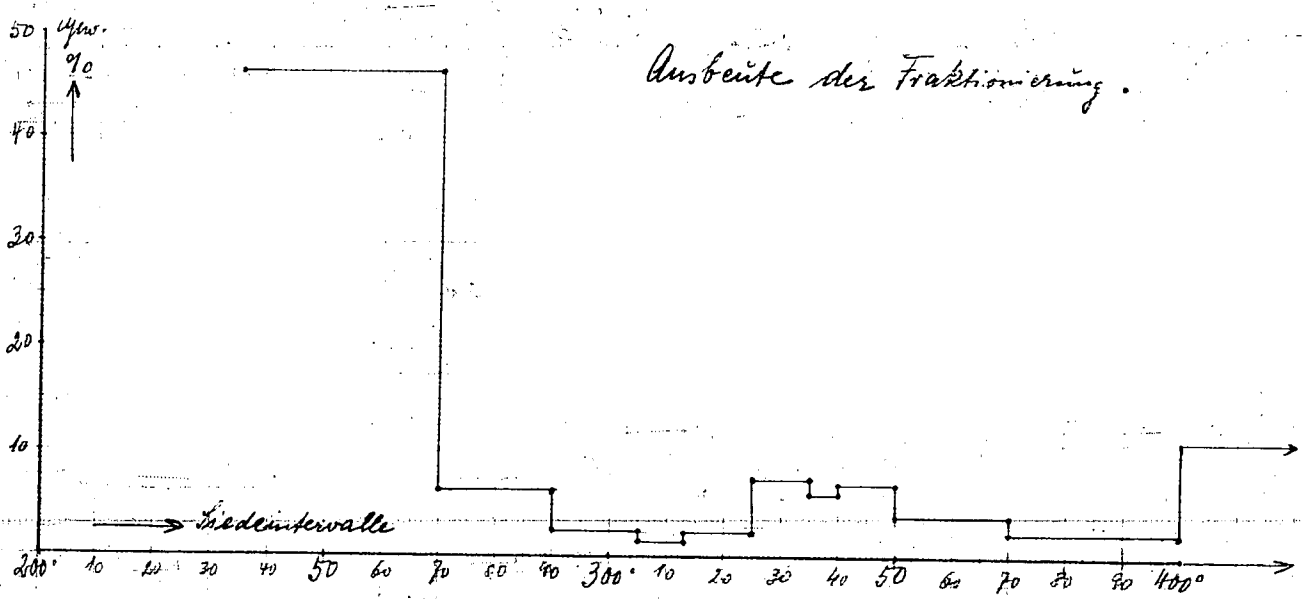
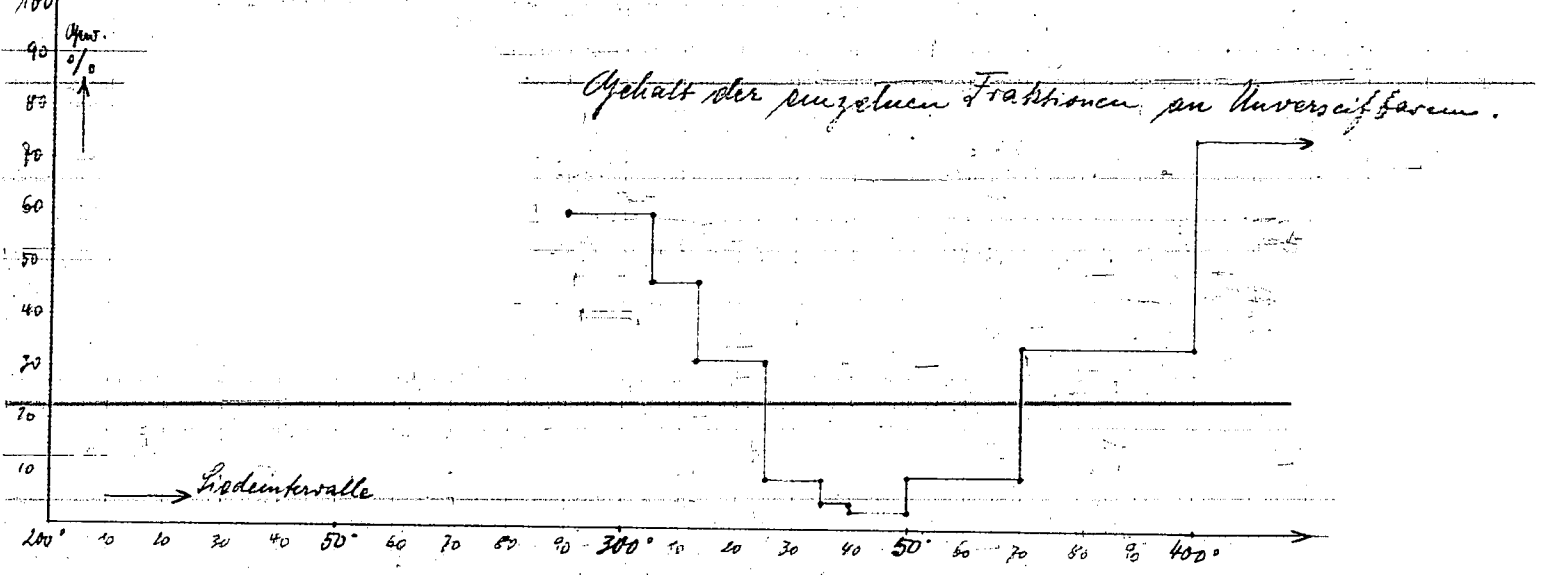
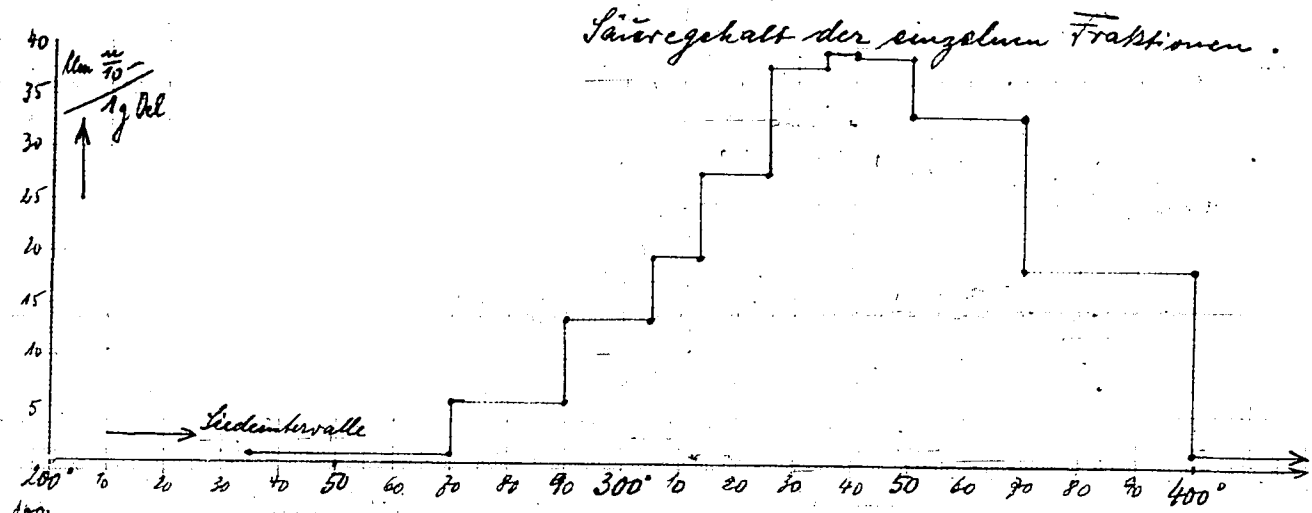
Vorschlag zu einem Versuch:

Kator: Fe - Ca - Cu - i, oder ein anderer stark paraffinbildender Kator,
Druck: 20 atü, bzw. 30 atü,
Gasart: CO : H₂ mindestens 1 : 1, besser 1,3 : 1,
Kresilauf: 1 : 2,5 bis 1 : 10,
Abscheidung: A-Kohle ausserhalb des Kreislaufes; falls möglich ohne Kalt-Abscheider fahren, um möglichst viel Benzine zurückzuführen.

Ddr.: Bü

gez. Roelen.

Trennung des Neutralöls von den Fettsäuren durch Fraktionierung
in der Koch-Fäsmen-Apparatur.



Analytische Daten der synthet. Fettsäuren.

Nr. 662

	Reihe I		Reihe II	Reihe III	aus Rech- nung nicht- off. durch Fraktionierung gestimmt
	Charg I-II	Charg I-III			
Kette bei 20°C	6.909	0.891	0.888	0.893	-
N ₂	244	235	230	200	240
V ₂	244	235	244	207	259
Erlösezahl	0	0	14	1	19
N ₂ V ₂	248	239	-	-	-
Acetylzahl	7.4	4.9	-	-	-
Sodzahl	4.54	1.19	1.33	0.45	-
Wachstole (Spig. König) %	0.9	0.7	1.4	0.25	0.8
C { elementar- H { analytisch } O {	73.00 12.87 14.23	74.10 12.34 13.50	73.55 12.38 14.07	74.70 12.65 12.58	71.00 10.80 17.80
aus ausrechnete mittlere Formel	C H O	13.8 27.4 2.0	14.50 28.8 2.0	14.00 28.1 2.0	16.0 32.0 2.0
aus der N ₂ errechnete mittlere C-Zahl		14.2	14.8	15.1	17.0
aus errechnete E.P. gefundene E.P.	%	+54 +18	+53 +19	+52 +16.5	+50 +32

Reihe I. Herstellung aus olefinischer Dieselöl-Fraktion 200-320° aus
 Nr. DPA durch Anlagerung von Wasserstoff bei Temperaturen oberhalb
 100°C und Fraktionierung mit Luft. Fraktionierung mit 12.5% Entfer-
 nung der Wachstole. Fraktionierung mit Acetylzahl von 90%
 Hydrierung und 15% Propylalkohol, bis nach Spig. König keine Wachst-
 ole mehr als 1% nachweisbar sind. Endfraktionieren werden 20% in
 die Fraktion gelangt.

Reihe II. wie Reihe I, jedoch Anlagerungstemperaturen unterhalb 100°C

Reihe III. wie Reihe I, nur Anlagerungstemperatur die Fraktion 200-320° aus
 dem gleichen Rohöl wird Anlagerungstemperaturen, wie in Reihe I, unter 100°

Festöl Lagerung von einem Roh-Produkt 200-320°. Aufarbeitung
 zu erhaltenen Rohstoffen wie in Reihe I

15.1.29

000124

F 101
F 102
F 103
F 104
F 105

N. 1	Siedepunkt des Sauerstoffes in mm. (20°C)	Siedepunkt des Sauerstoffes in mm.	Siedepunkt des Sauerstoffes in mm.	Elementar-Verhältnis		N Z		12	AVZ	Refrakt. zahl	Dicht. zahl	Siedepunkt in °C	
				C	H	gef.	ungef. C. m.					un.	gef.
1	285-320	7.40	12.21	16.27	287	11.0	294	2.98	5	1.07	0.0	-5.5	F 101
2	340-350	7.50	12.22	14.20	250	13.3	200	2.54	5	0.58	0.0	+12	F 102
3	350-360	7.40	12.33	13.28	223	15.8	223	2.23	0	0.80	0.0	27	F 103
4	360-380	7.50	12.48	12.34	207	17.0	207	2.00	0	1.30	0.0	30	F 104
5	380-415	7.60	12.73	10.67	179	20.0	179	1.77	0	3.85	0.0	38	F 105
Mittel													

1. Herstellung der roten Verbindungen aus definierten Rindfleischextrakt 200-320° im der DVA durch
 verweigen - Aufreinigung bei Temperaturen oberhalb 100°C und Oxidation mit Luft.

2. Aufarbeitung der roten Sauerstoffe. Sie werden mit 100% wasser mit 20% Mischung = 20% Luft extrahiert.
 Nach Abklärung des wasser in die oberen Schichten sammelbaren Nucleole und wässrigen im-
 perimenten Stoffe wurden die letzten mit einer Mischung aus 90% Hydroxybenzoyl und 10%
 Isopropylalkohol gewonnen. Es wird bei 20°C mit 20% wasser 1% Nucleole extrahiert.
 Die Nucleole wurden in Form von 20% wasser 1% Nucleole extrahiert.
 Die wässrigen Extrakte enthalten 70% wasser 1% Nucleole extrahiert.
 in 40% wasser 1% Nucleole extrahiert. Die wässrigen Extrakte sind 100% wasser 1% Nucleole extrahiert.
 und 100% wasser 1% Nucleole extrahiert.

Fettsäuren aus Dienöl 200-320°.

Nr. 664

000125

Fraktion-Nr.	Siedepunkt der Säure Schmelzpunkt (unverändert) auf 760 mm	Reinheit Ges. %	Säurezahl C-Atom	Elementar-Analyse			N.Z.		VZ	AVZ	Acetyl- zahl	Jod- zahl	Säurewert Mon. Zsf.
				C %	H %	O %	Formel	gef.					
1	280-295	1.0	11-13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	CA
2	295-320	50.0	14.5	69.70	11.60	78.58	C ₉ H ₁₄ O ₂	290	11.2	314	320	8.55	30
3	320-350	20.9	10-17	71.85	11.55	10.00	C ₁₅ H ₂₂ O ₂	253	13	277	288	11.0	57
4	350-360	3.3	18-19	73.45	11.57	15.30	C ₁₃ H ₁₈ O ₂	225	15.5	252	252	15.3	65
5	300-380	7.9	20-23	74.25	11.50	14.17	C ₁₉ H ₂₈ O ₂	204	17.5	233	230	22.5	69
0	380-Euk	4.5		-	-	-	-	-	-	-	-	-	75
Rein- + nat		15.4											
		100.0											

F 107
F 108
F 109
F 110

1. Gewinnung der Fettsäuren durch Säuigung von Rekt. Dienöl 200-320° mit 10% NaOH und Abtrennung von dem mit dem abgetrennten Rückstand.

2. Aufarbeitung der Fettsäuren durch Erhitzen des Sauren mit Mischung aus 90% Hydrochinon und 10% Natrihydrogencarbonat, bis nach 1/2 und 1/2 und 1/2 und 1/2 und 1/2 Rückstände verbleiben von Natrihydrogencarbonat im Vakuum bei 2 mm.

3. Säuigung des Sauren. Alle Fettsäuren gelb. Alle Säuigen haben auf ungesättigte Säuren Säuigungspunkte 172 und 172 auf Säu und 172 auf Säu. Säuungspunkte liegen bei Säu als die der n-Fettsäuren. In der Rekt. Säuungspunkte als auch Säuungspunkte von Fettsäuren mit ungesättigten Säuren rein.