

C. 33

A b s c h r i f t .

000001

Rheinische Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten

Sohn/ Bgs

3441-30/5.01-73

Holten, d. 19. 10. 1942

SOAPS FROM THE FATTY ACIDS WASHED OIL

Herrn Professor Martin! OF PRIMARY PRODUCTBetrifft: Fettsäure aus Ablaugen der Synthesewerke des Ruhrgebietes.

Es soll festgestellt werden, mit welchen Fettsäuremengen für die Herstellung von Seife für den Ruhrbergbau gerechnet werden kann.

Die für die Seifenherstellung geeigneten Fettsäuren fallen bei der Laugung der höher siedenden Syntheseprodukte, vornehmlich des Dieselölbereichs an. Einige Werke laugen das gesamte Kondensatöl, andere nur den Dieselkraftstoff, der bei gleichzeitiger Ablieferung von Leicht- oder Schweregasin z. B. für Zwecke der Mersolherstellung im Siedebereich von 170-230° bzw. 170-280° liegt. Unsere KW-Betriebe laugen außerdem das Einsatzmaterial für die Spaltanlage, im wesentlichen ein Leichtkogasin.

Maximale Fettsäuremengen sind zu erzielen, wenn sämtliche Werke das Kondensatöl laugen würden, wie es z. B. bei Rheinpreußen und Krupp geschieht. Nach unserer Untersuchung liegt die NZ der Kondensatöle, sowohl der Niederdruck- als auch der Mitteldrucksynthese bei 0,4-0,5 mg KOH/gr. Hiervon entfällt ein verhältnismäßig großer Anteil auf niedermolekulare Fettsäuren. Für die Seifengewinnung kommen aber nur Fettsäuren im Bereich von C₈-C₁₈ in Frage, die sicher noch keine 50% der im Kondensatöl gefundenen Säuremengen ausmachen. Rechnet man mit einem mittleren Molekulargewicht dieser Fettsäuren von C₁₂, so entspricht das maximal 0,8 mg Fettsäure/gr Kondensatöl. Die Kondensatölmengen selbst von 6 Synthesewerken des Ruhrgebietes ergeben sich aus der durchschnittlichen flüssigen Primärproduktion von 27 000 moto mit ca. 40% zu 11 000 moto. Verwertbar sind also maximal 9 moto Fettsäure.

Legt man die Erfahrungszahlen unserer Laugebetriebe für Dieselkraftstoff und Leichtkogasin zugrunde, so hat man mit ca. 0,33 % fettsäurehaltiger Ablauge und in dieser mit 15 % Reinfettsäure zu rechnen. Es ergeben sich dann 5/6 moto Reinfettsäure.

Unsere KW-Betriebe laugen durchschnittlich 700 moto Dieselkraftstoff und 2500 moto Leichtkogasin. Hierbei fallen ca. 10 moto fettsäurehaltige Ablauge mit ca. 15 % Reinfettsäure an, entsprechend 1,5 moto Fettsäure, die zum Verkauf an die Fa. Goldschmidt in Essen gelangt.

Nach Angaben von Dr. Büchner lassen sich aus einem Teil Fettsäure 2,5 Teile Schmierseife bzw. 1,3 Teile Festseife gewinnen. Es ist also nicht möglich, die beabsichtigte Menge von 30 moto Seife auf diesem Wege allein zu gewinnen.

Da der Wunsch zur Versorgung des Ruhrbergbaues mit Seife aus den fettsäurehaltigen Ablaugen der Synthesewerke auf der letzten Aufsichtsratsitzung aus dem Aktionärkreis heraus kam, so wäre es nach dem Vorschlag von Herrn Dir. Alberts wohl richtig, eine Kommission bestehend aus Herren der verschiedenen Lizenznehmerwerken zu bilden, um die dort schon gemachten Erfahrungen auszutauschen und sich über den Weg zur Verwirklichung des Planes klar zu werden. Am zweckmäßigsten wäre es sicher, die Fettsäure- bzw. Seifengewinnung zentral auf einem der Lizenznehmerwerke vorzunehmen und die übrigen Werke am Erlös entsprechend zu beteiligen.

Direkt Bericht

über die Leinwandfettwaren der Seifenanlage.

A. Ausgangsmaterial.

Das Ausgangsmaterial bildet die zur Herstellung der sauren Bestandteile ^{aus dem Rohmaterial der Seifenanlage} ~~verwendete~~ ^{verwendete} ~~Werkstoffe~~ ^{Werkstoffe}.

Diese Lauge enthält bei der Untereinigung noch 6% freie NaOH, der Gehalt an Seife war erst nicht hoch, so daß eine Aufarbeitung dieser noch nicht aufgebrauchten Lauge gänzlich zurückgestellt wurde. Auf der Verdampfung schwamm eine dicke Emulsionschicht als giftige saure stückliche Masse, deren ^{freie} Alkaligehalt an freiem Alkali sehr gering (unter 1%) war, und deren Fettäuregehalt ca. 30% betrug. Die Aufarbeitung wurde somit auf diese obere Emulsionschicht beschränkt.

Die aus dieser Emulsion durch Säurern gewinnbaren sauren Fettäuren zeigen folgende Daten:

12: 102

OH 2: 37

Bei einer mittleren Molekülgröße von C_{17} entspricht die Verseifungszahl ca. 36% Säure. Die OH-Zahl wird, wie aus später folgenden Analysen hervorgeht, teils von höheren Alkoholen, teils von Oxyfettsäuren hervorgerufen. Der Anteil an höheren Alkoholen liegt bei ca. 10%. Der Rest des unverseifbaren besteht aus Neutrallöser (Paraffinen & Naphthen). Die Farbe dieser sauren Fettäuren ist dunkelbraun bis schwarz, sie enthalten außerdem noch Wasser ^(ca. 1%).

Die aus diesen Rohfettsäuren durch Hydrolyse erhaltenen
 der getrockneten Natronseifen gebrauchbaren reinsten
 Fettsäuren zeigten folgende Daten:

$n_D^{20} = 1,46$

$n_D^{25} = 1,40$

$d_4^{20} = 0,88$

$D_{20} = 0,906$

Stmp. $+ 8,5^\circ C$

Die mittlere Molekulargröße dieser Fettsäuren liegt
 bei ca. $0,12$, die Fraktionale C-Zahl nachweisbar
 nur bei $0,8$. Der Gehalt an Oxyfettsäuren be-
 trägt ca. 10% . Der Vernetzungsgrad der Fett-
 säuren dürfte ungefähr demjenigen der Oxal-
 fettsäuren aus Normal- & Methyläthylacetat
 entsprechen.

B. Gewinnungsrichtung

a) Das Versäubern der Rohfettsäuren mit Mineralsäuren
 führt nur zu niedrigprozentigen Fettsäuren
 wie bereits unter A Absatz 2 beschrieben
 wurde.

b) Durchsäuern und Kohlsatz verfestigt die Emulsion
 als Ganzes und ergibt salzhaltige Öl- und
 alkoholhaltige Seifen, deren Fettsäurezusammensetzung
 die gleiche ist wie unter a)

c) Destillation der Emulsion im Vakuum bis $250^\circ C$
 ergibt eine salzfreie Rohseife, deren Fettsäuren
 durch folgende Daten gekennzeichnet sind

$n_D^{20} = 1,09$

$d_4^{20} = 0,7$

Durch die Destillation ist eine sehr geringe Unversehrtheit

- 3 -

(Neutralsäure und Alkohole) aus der Seife entfernt
werden.

2) Bei einer Rohfett säure wässrige Schmelze bei der
Aufarbeitung der Emulsion mit Wasser ändert
sich von Methylalkohol (ca 10%) die Emulsion
läßt sich so in zwei Schichten trennen. Obere
Schicht ca 10% Neutralsäure und folgende
Kernsäuren:

$$VZ = 0,5$$

$$M Z = 8$$

Untere Schicht wässrig-alkoholische Seifenlösung,
die durch ^{ca 30%} Auswaschen Fettsäuren gewonnen
werden - mit den Kernsäuren

$$VZ = 186$$

$$M Z = 102$$

Nach dem ~~Auswaschen~~ der Rohfett säuren
kann die alkoholisch-wässrige Mutterlauge
ein zweites und drittes Mal benutzt werden,
ohne Zwischendestillation. Die Destillation
die Durchführung dieser letzteren Methode ist
sehr einfach in einem Rückwerk durchzuführen.
Nach mehreren Chargen muß ^{aus} die Mutterlauge
durch Destillation ^{von} Alkohol zurückgewonnen werden
da der steigende Salzgehalt die Löslichkeit der
Seife herabdrückt. Für die Destillation wäre also
eine Destillierblase oder Kolonne vorzuziehen.

2) der gereinigten Fettsäuren

a) die nach 1.1) gewonnene Rohseifenlösung kann
durch Perforation nach Benzol sowie extrahiert
werden, das durch Auswaschen gereinigte Fettsäuren

mit folgenden Kennzahlen gewonnen wurde

NZ: 217

VZ: 221

OHZ: 46

Dzo: 0,888

Stp: +4°C

Die Farbe dieser Fettsäuren ist genau so dunkel wie die der Rohfettsäuren.

b.) Mit Perhydrol - läßt sich ihre ^{gerinste} ~~schlechte~~ Fettsäure aufhellen und ergibt ^{reine} ~~gelbliche~~ Fettsäuren vom entsprechenden Farbe mit folgenden Kennzahlen:

NZ: 216

VZ: 228

OHZ: 29

Dzo: 0,898

Stp: +3,5°C

a.) Durch Vakuumdestillation wurden gelbe Fettsäuren erhalten, die jedoch einen kleinen Rückstand aufweisen. Die Kennzahlen sind folgende:

NZ: 227

VZ: 250

OHZ: 12

Dzo: 0,889

Stp: +1°C

1921
Durch Desalkinierungsdestillation blieben die hochkondensierten Paraffine und Oxettsäuren am Destillationsrückstand, wodurch eine Erklärung der höheren Verseifungszahl und der niedrigeren OH Zahl gegeben erscheint.

2) Fraktionierte Vakuumdestillation der Fettsäuren

bei Drücken wieder 1 1/2 mal und Versenkung werden
 alle Nachschichtschicht nach noch bessere Fettäuren
 liefern. Von der Kristallisation müsste jedoch Abstand
 genommen werden, da eine entsprechende Apparatur
 nicht zur Verfügung steht.

Für die Kristallisation zu imitiieren auf Kosten
 von wertvollen Fettäuren durch einzelne Substanz
 kommt von dem wahlweise auf gefärbten Kiesel-
 stein die wieder B 12 für einzelne anfrage
 Man erhält eine ~~günstige~~ Rohfettäure, die sich für
 die Herstellung von konstanten Fettsäuren
 Mischung mit Glycerinöl eignet.

Für Herstellung von Seifen ist diese Rohfettäure
 weniger gut geeignet. Hierfür müsste die
 Rohfettäure noch einer Reinigung unterzogen und
 nachher weiter verarbeitet werden. Gegebenenfalls könnte
 hieran noch eine Aufreinigung angeschlossen
 die Seife wäre als Hauptmittel für Körperreinigung
 geeignet. Für Herstellung von Feinseifen müsste
 noch weitere Reinigungs-gänge angeschlossen werden.

C Die Eigenschaften

1) Fettäuren

Rohfettäure

VZ 186

OHZ 103

Gen-Fettäuren

VZ 229

OHZ 46

Gen-Fettäuren gebildet

VZ 238

OHZ 29

Gesamte Fettsäuren

schmelzbar

NZ: 250

NZ: 12

2) Konzentrierte Fette:

auf Rohfettbasisgrundlage

auf ger. Fettsäure-Grundlage

Stearinseife

Heilsäureseife

auf Ca-Rohseifengrundlage

auf Na-ger. Fettsäure-Grundlage

50% Rohfettseife, 32% Spindelöl

8% ger. Fettsäure

8,5% Wasser

0,8% Natrium

9,4% Asche

1,0% Asche

0,64% P_2O_5 -Kleinm. 5p

NZ = 0

Heilsäureseife

auf Na-Rohseifengrundlage

10% Rohfettseife

90% Spindelöl

1,0% H_2O

1,2% Asche

NZ = 0

Stearinseife

Heilsäureseife

auf Na-Rohseifengrundlage

auf Na-ger. Fettsäure-Grundlage

15% Rohfettseife

15% ger. Fettsäure

85% Spindelöl

85% Spindelöl

1,2% H_2O

1% H_2O

2,0% Asche

1% Asche

NZ = 0

NZ

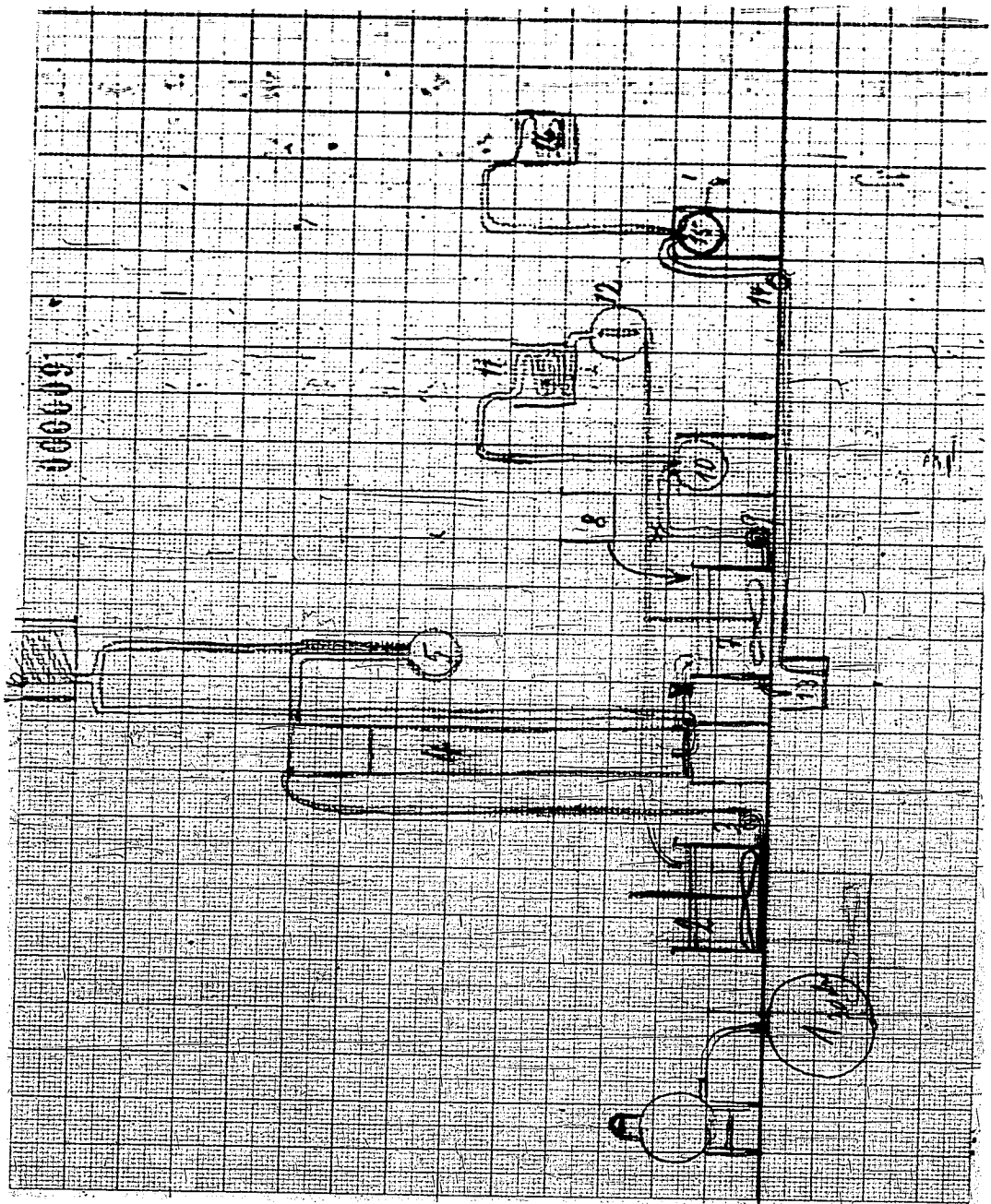
3) Testen:

- a) aus Rohmaterialen durchgefärbte Seife, die stark riecht und einen bräunlichen Schraum ergibt. Ungeeignet als Seife
- b) aus gereinigtem Fettmaterial, Benzol-Extrakt, Dünkelgemisch, gelblichweiß, schwachem Geruch, geeignet zum Reinigen aber unansehnliche Härte und vom Reinigungsleistung
- c) aus gereinigtem gelblichen Fettmaterial, Kellern gefärbt, riecht gut, schäumt, zeigt bei hohem Froste keine Nachteile gegen b)
- d) aus gereinigtem, destilliertem Fettmaterial, Kelle Farbe, gute Schaumkraft, jedoch unansehnlicher Geruch und Reinigungsleistung

Zusammenfassend: Die auf das nicht angeführten Veränderung abweichende Ergebnisse bei den einzelnen Versuchs auf Rohmaterialien sind durch Benzol-Extraktion dieses Rohmaterialien auf ein dünnflüssiges gereinigtes Fettmaterial aufzubereiten, die auch als Ausgangsmaterial für hochwertige Toilette ergibt. Geeigneter Stoff aus diesen gereinigten Fettmaterialien sind für einen Markt ~~von~~ Reinigungsleistung sind stark verschleppen Härte geeignete Dünkel gefärbte Seife gewinnen.

D - Wollan, 24. 6. 12

Wollan



ABSCHLIEßLICH

Chemie Aktiengesellschaft
Oberhausen
Abt. HL - Tr/Ma.

26. Mai 1942

000010

Herrn Direktor A l o e r t s .

Betrifft: Herstellung von Seifen (Aktenverm. vom 21.4.42).

Ich wurde heute von Herrn Dr. Hagemann angerufen, der mir sagte, daß in einer Vorstandssitzung beschlossen worden sei, daß Herr Dr. Roelen die infrage kommenden Versuche durchführen soll, da Herr Dr. Roelen für die ganzen Arbeiten bestens eingerichtet ~~ist~~ und ich weiß nicht, wie die Nachricht an Herrn Dr. Roelen gekommen ist. Ich hörte aber durch reinen Zufall kurz vor dem Gespräch mit Herrn Dr. Hagemann, daß Herr Dr. Roelen einen erheblichen Sturm im Wasserglase wegen dieser Seifensache erzeugt haben soll. Ich bedauere also, die Arbeit nicht mehr weiter fortführen zu können.

Bisher ist folgendes gemacht worden:
Wir haben uns 100 l Lauge kochen lassen und sie teilweise mit Schwefelsäure neutralisiert. Die abgeschiedenen Säuren riechen sehr unangenehm. Etwa 70% sieden unter 265°, der Rest über 265°. Seife, die einen brezeligen Geruch hat, aber recht gut schäumt und reinigt. Ich habe mich heute mit Herrn Dr. Grimme noch einmal unterhalten. Herr Dr. Grimme sagte mir, daß die Seifen für Handwaschen unmöglich wären, weil man den dabei auf die Haut übertragenen Geruch nicht wieder los wird. Für Wäsche dagegen wäre die Seife durchaus brauchbar, weil bei der Spülung der Geruch aus der Wäsche praktisch vollständig herausgeht. Nach Ansicht von Herrn Dr. Grimme hängt der Geruch davon ab, ob die Wasserabscheidung aus dem Rohöl einwandfrei ist. Grimme hat den Eindruck, daß bei besonders guter Wasserabscheidung der Geruch der Säuren bzw. der daraus hergestellten ~~Körner~~ Seifen schwächer ist.

Man ^{kommt} natürlich unwillkürlich zu der Frage, ob man nicht die 70% Säuren, die bis 265° sieden, abscheiden sollte, da sie ja praktisch keinerlei Wascheffekt, sondern höchstens etwas Schaumeffekt geben. Ich sprach auch mit Grimme über diesen Punkt, und Grimme sagte mir, daß er lediglich aus Gründen der Einfachheit ~~in~~ die jetzige Anordnung gewählt habe und auf jede Destillation verzichte. Sonst muß man eine säurefeste Destillation aufstellen, die schwer zu beschaffen ist. Außerdem enthalten, wie Grimme ganz richtig sagte, die aus dem Säuregemisch hergestellten Seifen, wenn man die Salze der niedrigen Fettsäuren als Ballaststoffe rechnet - was sie wegen ihrer Schaumwirkung sicher nicht ganz sind - immer noch wesentlich weniger Füllstoffe als die meisten guten Toilette- oder Kriegsseifen.

Eine gewisse Verbesserung des Geruches läßt sich erzielen, wenn man die Säuren als solche noch einmal über Aktivkohle gibt. Abschließend möchte ich glauben, daß man zweckmäßig einfach die Grimme'sche Arbeitsweise übernimmt, ohne viel weitere eigene Versuchsarbeit in diese Angelegenheit zu stecken. Zu meinem Bedauern bin ich aber durch den Beschluß des Vorstandes daran gehindert, die zwischen uns besprochene Erledigung der Angelegenheit durchzuführen.

gez. Tramm

+ arbeitet nach dem Verfahren Grimme, so bekommt man eine

Durchschrift

Aktennotiz

Tramm

Über die Besprechung mit
RheinpreußenVerfasser:Abgedruckt von:Tramm
Spiske

Moers 15. 4. 42

in ...

Anwesend:

Rheinpreußen	-	Dr. Grimme
RCH	-	Dir. Alberts
		Dr. Tramm

Abt. HL - K/ma, 21. April 1942

Herstellung von Seife.Betrifft:

Gelegentlich einer Besprechung auf Rheinpreußen hat Dr. Grimme die Freundlichkeit, einige Angaben über die Herstellung von Seife aus der Kondensatlaugung der Fischer-Synthese zu machen. Die Laugen werden durch ein Filter, in dem sich ausgebrauchte Aktivkohle befindet, in ein Rührgefäß gegeben. In dem Rührgefäß, das nur einen langsam laufenden Rührer hat, wird diskontinuierlich die eingefüllte Charge mit Schwefelsäure gesättigt. Es bildet sich dann auf der Sulfatlauge eine Fettsäureschicht. Der Rührtopf hat einen Überlauf, der in ein hohes, mit Rührer versehenes Sättigungsgefäß führt. Durch Eindrücken von Wasser in das Schwefelsäure-Sättigungsgefäß wird der Stand so erhöht, daß die Fettsäuren überlaufen und in das Soda-Sättigungsgefäß gelangen. Man gibt so lange Wasser, bis alle Fettsäuren herübergedrückt sind. Die Sulfatlauge läßt man dann nach unten ablaufen. Die Fettsäuren im Soda-Sättigungsgefäß werden mit calz. Soda versetzt und gerührt. Hierbei tritt ein Schaumigwerden ein. Deswegen ist es richtiger, das Rührwerk so einzurichten, daß es den Schaum gut zerschlägt. Die Fettsäuren werden nach Zugabe von ausreichender Sodamenge allmählich konsistenter bis die ausreichende Absättigung erreicht ist. Durch die eintretende Erwärmung schmilzt die entstehende Seife und ist nicht gleich von vornherein. Sie erstarrt beim Erkalten. Gewinnung auf Rheinpreußen ist bergmännisch.

fest.

gez. Tramm

1. Anlage.

Letzter Aufschuß...

... in 7? ...

A. ...

... mit ...

1) ...

... 1877 = 37

... 1877 = 37

... 1877 = 37

... 1877 = 37

1. Versuch, die Folien in die richtige
 Ordnung nach Katalogaufstellungen anzubringen
 mit einer genaueren Kontrolle der
 Abstände in der Reihenfolge, die im Katalog
 der Zusammenfassung angegeben sind und
 nicht zu unzulässigen Änderungen führen.

Gewinnung der Folien

Für die Gewinnung der Folien sind
 zwei verschiedene Methoden anzuwenden, die
 nach der relativen Anzahl der Folien
 zu wählen sind. In der Regel sind die
 als eine die Gewinnung von Folien
 früher bewirkt werden sollen. Wenn
 jedoch die Folienzahl gering ist, so
 kann es vorteilhaft sein, zuerst die
 Folien zu gewinnen, die in der
 alphabetischen Reihenfolge stehen, um
 die Folien zu gewinnen.

5. 6. 42

Wickel

Handschrift: in die Handschrift
 nach 3. Teil zu bringen. Folien
 1) Hier sind die Folien von
 großen aus zunächst mit
 Handschriften aus Reihenfolge nach 3. Teil

Wickel

Alkoholische Flüssigkeiten

Alkoholische Flüssigkeiten 1000 - 1710
Mittel Mol. Gew. 175

Alz = 1166	} entspricht ca. 48,2% relative
Alz = 120	
Alz = 9	ca. 2,8% Alkohol C ₁₂
Alz = 5	ca. 3,3% Alkohol C ₁₂ + Ketone
z = 45	34,6% Methyl C ₁₂
Rest	11,9% Paraffine C ₁₂

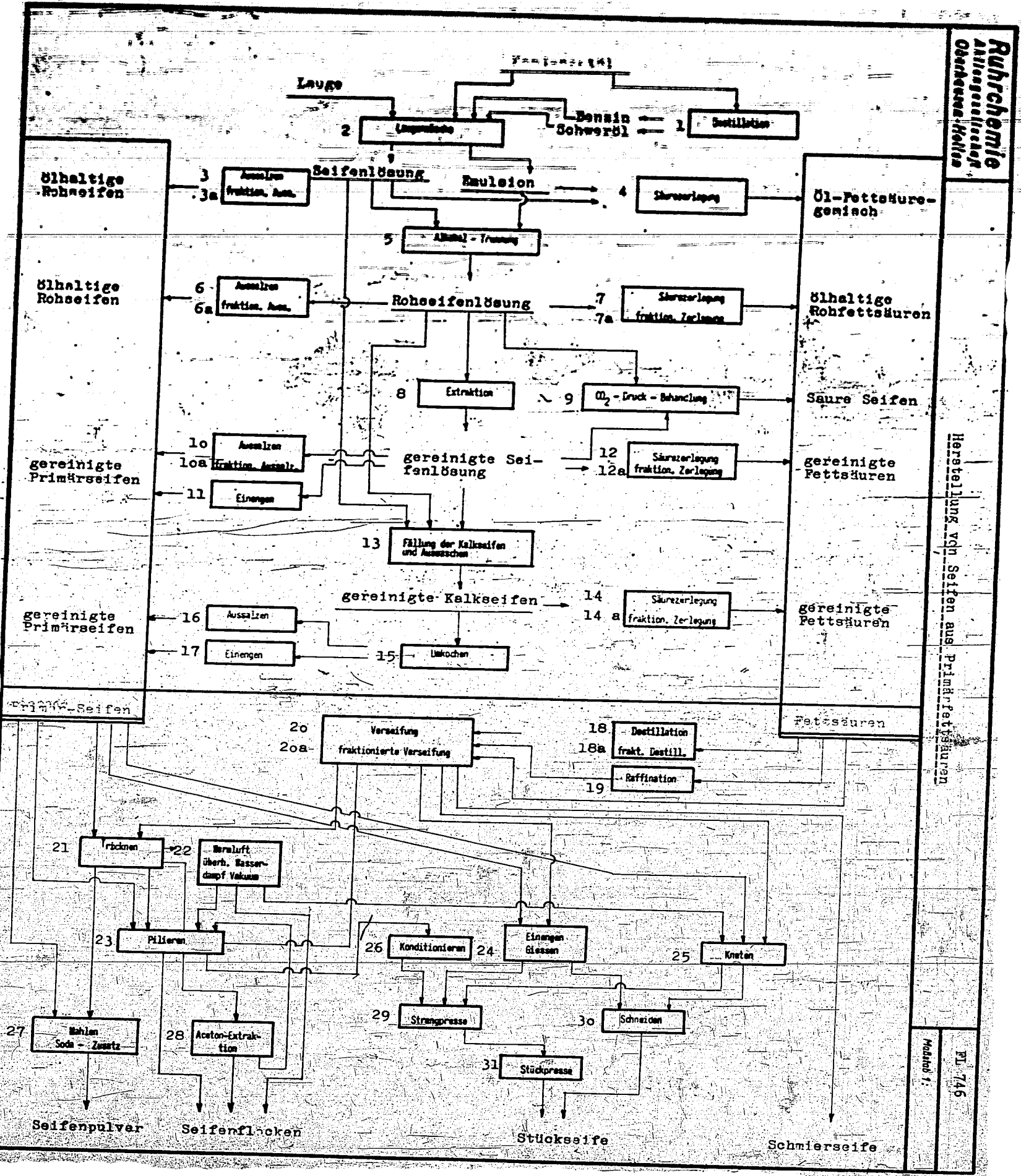
Alkoholische Flüssigkeiten 1000 - 1710

Alz = 1166	} ca. 48,2% Fettmengen C ₁₂	} Essenz Mittel Mol. Gew.
Alz = 120		
Alz = 9	ca. 2,8% Alkohol C ₁₂	} Mol. Gew.
Alz = 5	ca. 3,3% Alkohol C ₁₂ + Ketone	
z = 45	34,6% Methyl C ₁₂	177
Rest	11,9% Paraffine C ₁₂	

Mittel Mol. Gew. gefunden: 175

Kosten, 10. 4. 12

Arbeits



Herstellung von Seifen aus Primärfettsäuren

Verfahren Dr. Carl Oetzel