

9704
29. MAI 1942

000351

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
der Firma I. Schlicium & Co

in Oberh.-Holten am 9.4. 1942

Anwesend:

Herr Dr. Koetschau, Hamburg
Herr Dr. Lührs, I. Schlicium
Herr Prof. Dr. Martin RCH teilweise
Herr Dr. Velde RCH
Herr Dr. Benkendorff RCH

Verfasser: Dr. Velde

Durchdruck an:

Herrn Prof. Dr. Martin
Herrn Dir. Dr. Hagemann
Herrn Dir. Alberts
Herrn Dir. Waibel
Herrn Laessman

Zeichen:

Datum:

BL II, V-Bkf/che 23. Mai 1942

Betrifft: Oxydationsprodukte, Emulgatoren und Wachsester.

Zu Beginn der Besprechung übergaben uns die Herren Dr. Koetschau und Dr. Lührs einen Bericht, in welchem Herr Dr. Lührs die Beurteilung der von uns übersandten Muster unserer Emulgatoren und Wachsester niedergelegt hatte. Dieser Bericht ist der Aktennotiz abschriftlich beigelegt.

An Hand der schriftlichen Ausführungen von Herrn Dr. Lührs wurden die Eigenschaften der einzelnen Produkte durchgesprochen und es konnte von uns darauf verwiesen werden, daß unsere Erfahrungen bezüglich Farbe und Geruch der Produkte mit den Beurteilungen von Herrn Dr. Lührs im wesentlichen übereinstimmen. Auch uns war es möglich eine Geruchsverbesserung in verhältnismäßig einfacher Weise zu erreichen, während es nicht möglich ist, die stark gefärbten Nebenprodukte, die sich durch Zersetzung beim Schmelzen der Produkte bei hohen Temperaturen leicht bilden können zu entfernen. Wir konnten jedoch darauf hinweisen, daß es trotz der gelben bis braunen Färbung des Emulgators möglich ist, praktisch weiße Emulsionspasten herzustellen. Wir haben zu der Besprechung verschiedene Proben von uns hergestellter Paraffinemulsionen mitgenommen und konnten die verschiedensten Verwendungenarten unserer Produkte an Hand dieser Proben erläutern. Eine Paraffinemulsionspaste, bestehend aus 30 Teilen Wachskomponente

000352

Zur Aktennotiz vom 23. Mai 1942

und 70 Teilen Wasser, wobei die Wachs-komponente 10 Teile Emul-gator und 20 Teil verschiedener Paraffine enthielt, war ab-solut weiß gefärbt und hatte eine ausgezeichnete Konsistenz. Herr Dr. Lührs zeigte jedoch, daß die Emulsion beim Verreiben bis zur Trockene zum Krümeln neigte. Nach seiner Meinung wäre die Emulsion erst brauchbar nach Mitverarbeitung von Ölen. Wir konnten aber in dieser Frage auf das Gutachten der Deut-schen Versuchsanstalt für die Lederindustrie verweisen, in dem lediglich darauf verwiesen war, daß die Ausbeute beim Aufbringe der Paste etwas geringer war, als bei der reinen Ölware.

Das Gutachten von Herrn Dr. Lührs über unsere Emulgatoren ist insofern positiv, als er, in Übereinstimmung mit unseren Fe-t-stellungen, ebenfalls fand, daß sich mit diesen unter Zufügung organischer Lösungsmittel gemischte Emulsionen herstellen las-sen, die als kosmetische Produkte (Salben u.a.) und als Textilhilfsmittel, insbesondere wegen ihrer neutralen Reaktion für viele Zwecke gut brauchbar sind.

Es war uns möglich noch verschiedene andere von uns hergestell-te Paraffinemulsionspa-ten zu zeigen und zwar eine gemischte Emulsion, die außer 33 Teilen Wachs-komponenten und 33 Teilen Wasser noch 34 Teile Terpentinöl enthielt und die von der Deutschen Versuchsanstalt für die Lederindustrie überaus gut beurteilt worden war. Ferner 2 Emulsionen in denen ein beträcht-licher Anteil der Wachs-komponente durch ein oragnisches Lösungs-mittel und zwar 1.) durch eine Heptanfraktion und 2.) durch ein Spindelöl ersetzt war. An Hand dieser Emulsionen wurde von uns gezeigt, daß es sich bei den vorliegenden Pasten ver-mutlich um einen neuen Emulsionstyp handelt, bei dem sowohl Öl als auch Wasser die äußere Phase bildet, sodaß die Pasten sowohl mit wasserlöslichen als auch mit öllöslichen Farbstof-fen angefärbt werden können. Wir hatten eine Emulsion vorbe-reitet, die nach ihrer Zusammensetzung als Hautpflegemittel Verwendung finden könnte.

Auch diese Paste fand das Interesse unserer Besucher und wurde in ihrer Konsistenz gut beurteilt. Während Herr Dr. Lührs in seinem Gutachten gefunden hatte, daß eine Emulgierung in Gegen-

wart von Alkalien nur unbefriedigende Ergebnisse liefert, hatten unsere Versuche ergeben, daß aus dem Emulgator durch Zufügung von Alkali im Überschuss mit grossen was ermenge n flüssige Paraffinemulsionen entstehen, die ausgezeichnet haltbar sind. Diese Emulsionen erregen das besondere Interesse der Herren Dr. Koetschau und Dr. Löhre und sie verwiesen darauf, daß es zur Zeit ein Bestreben ist, die seifenhaltigen Desinfektionsmittel, z.B. Magrotan, durch flüssige Emulsionen zu ersetzen und es wurde uns vorgeschlagen, zu versuchen, ob unsere flüssigen Emulsionen nach Zusatz von Desinfektionsmitteln noch stabil sind. Wir mußten jedoch darauf verweisen, daß in den flüssigen Emulsionen sich ein beträchtlicher Alkaliüberschuss befindet, der wahrscheinlich hautschädigende Wirkung haben würde.

Auch eine von uns aus dem Oxydationsprodukt, Schmieröl und Wasser hergestellte Bohrpaste und eine durch Verdünnung dieser Bohrpaste mit Wasser im Verhältnis 1 : 10 hergestelltes Bohröl fand das Interesse der Herren. Herr Dr. Koetschau war der Meinung, daß Bohröl jetzt im Kriege in einer Verdünnung 1 : 500 Anwendung finden. Der p_{H} -Wert eines Bohröles muß bei einer Verdünnung 1 : 10 kleiner als 8,4 sein; bei unseren Bohrölen liegt der p_{H} -Wert vorläufig noch etwas höher.

Im Anschluß an die Besprechung der Emulgatoren und ihrer Emulsionseigenschaften wurde die Beurteilung des Herrn Dr. Löhre über die von uns übersandten Wachsester durchgesprochen. Im wesentlichen deckt sich diese Beurteilung mit den bei uns darüber vorliegenden Erfahrungen. Herr Dr. Velde bat noch um die Erläuterung der Begriffe Ölbindefähigkeit und Lösungsmittelaufnahmefähigkeit. Unter Ölbindefähigkeit wird verstanden, daß eine Mischung von 30 Teilen Wachs und 70 Teilen Öl bis 60° beständig sein muß. Die Lösungsmittelaufnahmefähigkeit wird festgestellt, indem das Wachs mit verschiedenen Mengen Öl geschmolzen wird und die Beständigkeit bei verschiedenen Temperaturen, jeweils um 5° steigend, untersucht wird. Im Zusammenhang mit diesen synthetischen Wachsestern wurde darauf hingewiesen, daß das Tafelparaffin eine hohe Ölaufnahmefähigkeit aber keine Ölbindefähigkeit hat.

000354

Blatt 4 zur Aktennotiz vom 23. Mai 1942

Vom Tafelparaffin ausgehend wurden die Eigenschaften der verschiedenen Wachse besprochen die für die Ceresinindustrie von Interesse sind. Die Wachse müssen hart aber nicht zu hoch schmelzend sein und eine gute Oel aufnehmenfähigkeit und Bindfähigkeit besitzen. Das synthetische Hartparaffin hat den Nachteil, daß der Klarschmelzpunkt über 100° liegt. Es wurde von Herrn Dr. Koetschau vorgeschlagen, das Hartparaffin durch Destillation zu trennen und zwar 70 % abzudestillieren und diesen Anteil an die Ceresinfabriken zu verkaufen, die dafür ausgezeichnete Verwendung haben würden, den 30 % betragenden Destillationsrückstand aber zu oxydieren und daraus harte Wachse mit einer hohen Ritzhärte und mit einem Schmelzpunkt über 80° herzustellen. Im Zusammenhang damit äußerte Herr Dr. Lührs, daß die von uns hergestellten Wachsester nicht die erforderliche Härte aufwiesen. Dr. Volce hatte jedoch Bedenken, ob es gelingen würde, aus Rückstandsparaffinen direkt besonders harte Säuren zu gewinnen, da bei der Oxydation auch niedriger molekulare und daher weichere Produkte gebildet werden. Es ist mindestens ebenso zweckmäßig, aus dem normalen CF III nach Abtrennung des Unverseifbaren, die zurückbleibenden reinen Fettsäuren zu trennen, beispielsweise durch selektiv-Extraktion und daraus besonders harte, hochschmelzende Säuren und Wachse zu gewinnen. Abschließend befragten wir die Herren nach Möglichkeiten des Absatzes unserer Emulgatoren bei der Firma Schlickum. Herr Dr. Lührs sagte uns, daß er im Augenblick keinen Verwendungszweck für die Produkte wüßte, da die Herstellung von Bohnermaschinen generell verboten ist und nach neuester Mitteilung der Reichsstelle auch jegliche Herstellung von Schabehöhren, auch von gemischtverseifter und reiner Wasserware, generell verboten wäre. Wir können sich hierbei nur um einen Irrtum oder ein Missverständnis handeln, da ich inzwi. schon in die Welt habe, 7)

Herr Dr. Lührs bat um Übersendung weiterer Proben unserer Oxydationsprodukte und Emulgatoren, die inzwischen auch an die Firma Schlickum abgesandt wurden. Es sollen dort weitere Versuche angestellt werden und es wurde uns zugesagt, daß wir über deren Ergebnisse genauestens unterrichtet würden.

gen. Dankenswerth

[Handwritten signature]

A.8c 5000. 11. 41. 6/0222

Das war ein toller Irrtum. Mit dem Mittel aber hat es noch eine Vermeidungsmöglichkeit und in dem Handel wird es auch verwendet. (Mitarbeiter Köln.)

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Essenhausen Station

Stellungnahme der Firma Schlickum

Ruhrchemie - Wachse :

000356

Allgemeines

Anlässlich seines Besuches in Hamburg übergab mir der Vertreter der Ruhrchemie, Herr Dr. Velde 5 Muster verschiedener, von der Ruhrchemie auf synthetischem Wege hergestellter Wachse, um sie auf ihre Eignung für die Wachse-Industrie zu prüfen.

Die 5 Muster trugen die Bezeichnung :

- 1) FP 2023,
- 2) FP 1023,
- 3) SP 1022,
- 4) SP 1301,
- 5) SP 1033.

Rein äußerlich betrachtet, handelt es sich dabei vornehmlich um braune bis gelbliche Produkte mehr oder weniger fettartiger bzw. schmierigen Charakters. Der Geruch war teilweise recht stechend salpetersäureartig, besonders beim Produkt FP 1023. Da eine Verwendung dieser Wachse in der vorliegenden Form für die Wachseindustrie mit gewissen Schwierigkeiten und Bedenken verknüpft ist, würde zunächst versucht, Farbe und Geruch nach den in der Wachseindustrie gebräuchlichen Methoden zu verbessern. Dabei stellte sich heraus, dass eine Geruchsverbesserung in verhältnismässig einfacher Weise zu erzielen ist, während die Bemühungen die Farbe zu verbessern, nur geringen Erfolg hatten. Offenbar entstehen bei der Herstellung dieser Wachse wechselnde Mengen stark färbender Nebenprodukte und müsste versucht werden, die Reaktion von vornherein so zu lenken, dass diese störenden Beimengen auf ein möglichst geringes Mass herabgesetzt werden. Besonders nachteilig machen sich diese Beimengen beim Emulgieren insofern bemerkbar, als es schwierig ist, rein weisse Emulsionen bzw. Pasten damit zu erzielen; ebenso ist es schwer, die vorliegenden Wachse infolge zu starker Eigenfärbung zur Herstellung farblosser, weisser Öl-Bohnermassen u.ä. zu verwenden.

Prüfung der einzelnen Wachse :

1.) Das Wachs FP 2023: Vom Sp. 68/70°C, von hellgelbem Aussehen, hat einen ziemlich schmierigen Griff und soll nach den Angaben der Ruhrchemie als Emulgator brauchbar sein. Dabei sollen Emulsionen bzw. Pasten vom PH-Wert ca. 7 entstehen, d.h. also die praktisch neutral sind; Basen werden für die Herstellung dieser Pasten nicht benötigt.

Ich stellte zunächst nach den Angaben der Ruhrchemie eine solche Paste wie folgt her

20 Teile Tafel bzw. Ruhrbenzin wurden mit
10 Teilen FP 2023 zusammengeschmolzen und
in die heisse Schmelze vorsichtig
70 Teile destilliertes Wasser (Siedehitz)

Unter kräftigem Rühren trat bei ca. 80°C Verbund ein; bei weiterem Abkühlen und gleichzeitigem Rühren entstand dann eine immer dicker werdende hellgelbliche Paste. Bei 50 bzw. 60°C wurde mit dem Rühren aufgehört. Die Prüfung der erkalteten Pasten ergab, daß die mit Tafelparaffin angesetzte Paste äußerlich homogener als die mit Ruhrbenzin angesetzt war. Verreibt man beide Pasten, so zeigt sich bald, daß die so hergestellten Pasten stark krümeln; mit anderen Worten, sie genügen den an sie zu stellenden Ansprüchen noch nicht. Auch als ich das Verhältnis FP 2023: Paraffin = 1:1 wählte, also die Emulgatormenge erhöhte, krümelten die erhaltenen Pasten, wenn auch jetzt in weit geringerem Masse, immer noch. Glatte, beim Verreiben nicht krümelnde Pasten erhielt ich erst durch Mitverarbeitung von Öl n. So ergaben folgende Ansätze gute, brauchbare Pasten:

- a) 15 Teile FP 2023
45 Teile Paraffinum liquidum
70 Teile H₂O
100 Teile.
- b) 15 Teile FP 2023
10 Teile Tafelparaffin 50/52°C
5 Teile Paraffinum liquidum
70 Teile H₂O
100 Teile.

Die letzte Baste b) ist besonders gut, sie läßt sich z.B. ausgezeichnet in die Haut verreiben. Aus diesen Prüfungen ergibt sich demnach, daß das Produkt sich gut zur Herstellung kosmetischer Produkte (Salben u.ä.) eignet, besonders auch auf Grund seiner neutralen Reaktion in Pastenform; denn ich konnte die Angabe der Ruhrchemie, daß der PH-Wert bei 7 liegt, durchaus bestätigen. Auch in der Textilindustrie ist es infolge dieser neutralen Reaktion für viele Zwecke gut brauchbar.

Schließlich sei noch hervorgehoben, daß es nicht möglich ist, das Produkt durch Behandeln mit 20% Bleicherde aufzuhalten.

2) Das Wachs FP 1023: vom EP. 24/8°C hatte eine bräunlich-gelbes Aussehen und war dunkler als FP 2023. Auffallend ist sein starker Säuregeruch.

Emulgierproben zeigten, daß eine glatte, gut verreibbare und nicht krümelnde Paste nur bei Zusatz von Öl-en, genau wie bei FP 2023 zu erhalten ist.

Bei diesem Produkt gelang es mir auch, geringe Mengen an Lösungsmitteln mit in die Paste zu verarbeiten nach folgenden Schema:

000358

10 Teile FP 1023
10 Teile Ruhrbenzin
10 Teile Xylol
70 Teile H₂O
100 Teile.

Bei der Herstellung einer solchen gemischt-verseiften Paste ist es jedoch ganz wesentlich, daß das Lösungsmittel erst nach Bildung der Emulsion zugesetzt werden darf, während jede abweichende Arbeitsweise zu Misserfolgen führt.

Schließlich versuchte ich auch noch die Emulgierung in Gegenwart von Alkalien wie Pottasche, hatte jedoch auch hier nur unbefriedigende Ergebnisse.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß auch dieses Wachs, genau wie FP 2023, besonders geeignet zur Herstellung von Salben, Textilhilfsmitteln u. s. ist.

3) Das Wachs SP 1022: vom Ep. 74/76°C, Farbe mittelgelb, hat lt. Angabe der Ruhrchemie eine Neutralisationszahl 12 und eine Verseifungszahl von etwa 106. An Härte erreicht es die der gewöhnlichen IG-Hartwachs nicht. Die Prüfung auf Asche ergab Abwesenheit anorganischer Bestandteile. Ich konnte feststellen, daß sich dieses Wachs für Emulsionszwecke nicht eignet; ebenso kommt eine Verwendung für Schuhcremes und Bohnermassen nicht in Frage, da die Lösungsmittelaufnahme und Bindefähigkeit viel zu gering sind. Auch die Absättigung der freien Säure durch Kalk nach dem Vorbild einzelner IG-Wachse ergab keine Verbesserung.

Ein Verwendungszweck für dieses Wachs konnte also nicht gefunden werden. Bemerkenswert ist, daß es sich durch 20% Bleicherde auf ein ziemlich helles Gelb (dagegen nicht auch Weiss) bringen läßt.

4) Das Wachs SP 1301: vom Ep 74/76°C war ziemlich dunkel und enthält lt. Angabe der Ruhrchemie ca. 30% Paraffinkohlenwasserstoffe als Unverseifbares. Die Zahlen wurden mit: N=2 1,5 und V=2 = 20 angegeben. Das Wachs war ebenfalls aschefrei. Für Emulsionszwecke eignet sich dieses Wachs nicht. Dagegen wurde Öl- und Lösungsmittelbindefähigkeit als gut befunden. So ergibt ein Ansatz:

30 Teile Wachs
70 Teile Spindelöl
100 Teile

ein recht brauchbares Lederfett; auch im Verhältnis 15 Wachs : 85 Öl konnten noch befriedigende Produkte erhalten werden. Für Bohnerpasten eignet sich das Wachs nur bei Zuschlag von Hartwachsen da seine Eigenhärte zu gering ist, ohne Zuschlag solcher Hartwach-

se ist die Glanzkraft nur mittelmäßig und die Härte des erzeugten Wachsfilms zu gering, sodass kein trittfester Bohnerwachs zu erhalten ist. Bleichversuche zeigten, dass sich dieses dunkle Wachs praktisch garnicht aufhellen läßt. Zu beachten ist, daß die relativ gute Ölbindefähigkeit wohl weniger durch das eigentliche verseifbare Wachs hervorgerufen worden sein dürfte, als vielmehr durch den hohen Anteil an Unverseifbarem.

5) Das Wachs Sp 10336 hat denselben Farbton wie Sp 1023, jedoch etwas bräunlicher. Nach Angabe der Rohchemie ist das Wachs ein Glycerinester mit folgenden Zahlen: N-Z = 5, V-Z = 100, EP = 80°C. Die Prüfung dieses Wachses zeigte, daß es infolge seiner niedrigen Neutralisationszahl nicht für Emulgierzwecke in Frage kommt. Die Ölbindefähigkeit ist nur mittelmäßig und reicht an die der IG-Wachse O und OP bei weitem nicht heran. Auch die Härte wäre noch zu verbessern.

Die Veraschungsproben ergeben Abwesenheit anorganischer Substanzen. Bei diesem Wachs wäre zu versuchen, ob sich die zu Grunde liegende Säure nicht vorteilhafter mit Glykolen, wie Propylen- und Butylenglykol, nach dem Beispiel der IG-Wachse O und OP verestern ließe; evt. könnte ein Teil der Säure noch durch Absättigung mittels Kalk oder anderer Basen gebunden werden zwecks Erzielung möglichst großer Härte- und Ölbindevermögen.

Auch für das Wachs SP 1022 käme eine ähnliche Abänderung in Frage.

Zusammenfassung:

Von den untersuchten Wachsen sind also nur wirklich brauchbar FP 2023 und FP 1023; bedingt brauchbar ist SP 1301, doch ist ein großer Nachteil die dunkle Farbe. Wenig geeignet bis völlig ungeeignet sind SP 1033 und SP 1022.