

Englebert 5. 6. 22.

Anklipper, Lindwigs Hafen

8. Klipper Noch nicht

2. Einbaumann Klipper

Dr. ing. P. Chall
I.G. Gapel Werk Nord

Abschr/Hk

An
Herrn Dr. Kraze
I.G. Ludwigshafen, Op. 51

22. 1. 1938.

Lieber Kraze!

Heute möchte ich Sie um eine besondere Gefälligkeit bitten. Ich bin nämlich dabei, das amerikanische Autoklavenfett selber herzustellen nachdem reichliche Bemühungen bei deutschen Firmen bisher nur bei der chem. Fabrik Flörsheim einigermaßen zum Erfolg geführt haben. Das Fett besteht nach unseren Untersuchungen in der Hauptsache aus etwas eingedicktem, also polymerisiertem Ricinusöl mit einem geringen Zusatz von Aluminiumricinolat und Graphit. Ich wäre Ihnen nun dankbar, wenn Sie mir eine "Vorschrift" über das Polymerisieren speziell von Ricinusöl beschaffen könnten. Ich habe es zwar durch einfaches Erhitzen erreicht, jedoch dauert das lange und bräunt das Öl stark. Vielleicht gibt es Katalysatoren ($AlCl_2$?) dafür. Als Physiko-Chemiker bin ich in der Ölchemie nicht so bewandert und Literatur haben wir hier nicht.

Mit herzl. Gruß!

Ihr

gez. Paul Chall.

400

20.1.1938

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Herrn Dr. Chalil
I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Werk Nord
Gapel über Rathenow

Angenommen ist, daß jetzt noch etwas länger vorbelassen werden. Anschließend wird 1/2 Stunde mit 6-7 cbm Luft bei 100 mm Hg, dann eine weitere 1/2 Stunde mit ganz **Kz/HK** Luft bei mögl. **28.1.38** Vakuum (4-10 mm Hg) vorbelassen. Die Umlufttemperatur wird während dieser zweiten Zeit auf 170-175° gehalten. Nun wird die Luft abgestellt und das Öl eine weitere Stunde im guten Vakuum bei 170° gehalten.

Beim Abkühlen kann man durch einen kraftigen Luftstrom, der Lieber Herr Chalil weißt, nach etwaige scharfe Anteile abtreiben.

Im Anschluß an meine Nachricht vom 25.d.M. habe ich inzwischen mit Dr.Zorn gesprochen, der selbst nicht viel zu Ihrer Sache zu sagen weiß, höchstens als Katalysator Borfluorid vorschlagen könnte und mich im übrigen an Herrn Dr.Ufer, Werk Lu, verwiesen hat. Dieser habe sich intensiv mit dem Polymerisieren von Ricinusöl, ohne daß dieses, was, gewöhnliche Eintritt, sich durch das Erhitzen an Fettsäure anreichert, beschäftigt und auch mit der Chemischen Fabrik Flörsheim in dieser Beziehung zusammengearbeitet. Sie, wie aus Ihrem Brief her-

vorgeht, in Flörsheim in dieser Richtung mit allen Mineralölen hantieren. Heute früh war ich nun bei Herrn Dr.Ufer, um dieser schlägt Ihnen eindeutig einen 0,3%igen Zusatz von Phosphorsäure (85%ig) vor. Alle Herren waren der Meinung, daß mit Aluminiumchlorid wenig anfangen sei, da von Kolloidalen Arbeit in Kinoöl besteht. Allerdings kann Herr Dr.Ufer mir eine Arbeitsvorschrift mitgegeben, die für Flörsheim und andere Ölfabriken, allerdings für große Mengen, ausgearbeitet worden ist, und die ich Ihnen hier etwas verkürzt wiedergebe. Die Mengen können Sie sich ja entsprechend umrechnen. Die Temperaturen und sonstigen Bedingungen bleiben im kleinen wie im großen die selben. Vom Volumen her reicht es dabei schon aus, wenn man die gleichen verharten und ölen, die beim Erhitzen in Arbeitsvorschift angegeben sind. Die daher für Standöl nicht für Schmelzöle geeignet sind. Die Hauptzusätze werden in einem emallierten, mit Ölbad beheizten 1000 Liter Kessel erzielt. werden 700 kg Ricinusöl eingefüllt; dann wird unter Durchleitern von wenig Luft bei gewöhnlichem Druck aufgeheizt. Wenn 80-90° erreicht sind, wird die Luft abgestellt und bis auf 4-6 mm Hg evakuiert. Hat das Ricinusöl 110° erreicht, so werden 21 kg Phosphorsäure, 85%ig, etwa in 1/2 Stunde langsam zugeführt. Es wird weitergeheizt, sodaß in etwa 1 Stunde, vom Beginn des Zutropfens der Phosphorsäure gerechnet, 232-237° erreicht werden. Diese Temperatur wird gehalten, bis 22,5-24,5 kg Wasser nebst etwas Öl abdestilliert sind.

Hierauf wird stets unter gutem Vakuum von 4-6 mm auf 170° abgekühlt, was mindestens 1/2 Stunde dauern soll. Von 200° an wird ein ganz langsamer Luftstrom, der das Vakuum nicht stört, durch das Öl gesaugt. Wenn 170° erreicht sind, werden 2 Stunden lang je 5-6 cbm Luft (auf 760 mm berechnet) so durchgesaugt, daß eine gute Verteilung der Luft im Öl stattfindet, wobei das Vakuum auf etwa 600 mm Hg fällt. (Sie werden dabei im kleinen am besten ein Jenaer Sinterglas-Einleitungsrohr benutzen.) Das Lufteinsaugen ist beendet, wenn das Öl eine Viskosität von 14,5 - 15° E bei 50°C

28.1.1938

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Herrn Dr. Chal l, Gap el.

angenommen hat. Sonst muß etwas länger verblasen werden. Anschließend wird $\frac{1}{2}$ Stunde mit 6-7 cbm Luft bei 100 mm Hg, dann eine weitere $\frac{1}{2}$ Stunde mit ganz wenig Luft bei möglichst gutem Vakuum (5-10 mm Hg) verblasen. Die Öltemperatur wird während dieser ganzen Zeit auf 170-175° gehalten. Nun wird die Luft abgestellt und das Öl eine weitere Stunde in gutem Vakuum bei 170° gehalten.

Beim Abkühlen kann man durch einen kräftigen Luftstrom, den man über das Öl hinwegbläst, noch etwaige saure Anteile abtreiben.

Das so erhaltene Ricinusöl ist mit allen Mineralölen mischbar und hat eine Säurezahl von etwa 2.

Auf diese Weise können Sie ein einigermaßen helles Ricinusöl von jeder gewünschten Dicke erhalten. Herr Dr.Ufer schlägt Ihnen jedoch vor, der Einfachheit halber alles dieses von Flörsheim machen zu lassen und von dort direkt das gewünschte Öl oder überhaupt die fertige Schmiere zu beziehen. Anscheinend haben Sie, wie aus Ihrem Brief hervorgeht, ja schon in dieser Richtung gewirkt.

Als Graphitzusatz, das ist ein Vorschlag von mir, könnten Sie vielleicht den Kollag von de Haen benutzen, der allerdings aus einer Aufschlämmung von kolloidalem Graphit in Mineralöl besteht. Vielleicht kann man aber den kolloidalen Graphit auch ohne Mineralöl von de Haen beziehen.

Herr Dr.Ufer sagte mir noch, daß man für eine weitergehende Polymerisation von Ricinusöl, die alle drei OH-Gruppen erfassat, auch Kaliumbisulfat ($KHSO_4$) benutzen kann, wie es Hermann Wulffing in Wuppertal-Vohwinkel tut. Hierbei gelangt man allerdings zu sehr dicken Ölen, die beim Erhitzen in Stopfbüchsen und dergleichen verharzen und daher für Standöl, nicht aber für Schmierzwecke geeignet sind. Die Hauptsache beim Polymerisieren liegt darin, die beim Erhitzen stets eintretende Aufspaltung, d.h. die Säurezahl, möglichst niedrig zu halten. Ein Vorteil des amerikanischen Produktes scheint ja gerade darin zu bestehen, daß es neutral ist. Eine saure Schmiere würde Apparate- teile ja angreifen. Die Phosphorsäure muß übrigens deshalb langsam und bei keinesfalls über 150° zugelassen werden, damit ein Überschäumen vermieden wird.

Das ist, glaube ich, alles, was ich Ihnen augenblicklich beibringen kann, und ich hoffe, daß es Ihnen genügt.

Mit den herzlichsten Grüßen an Sie Alle

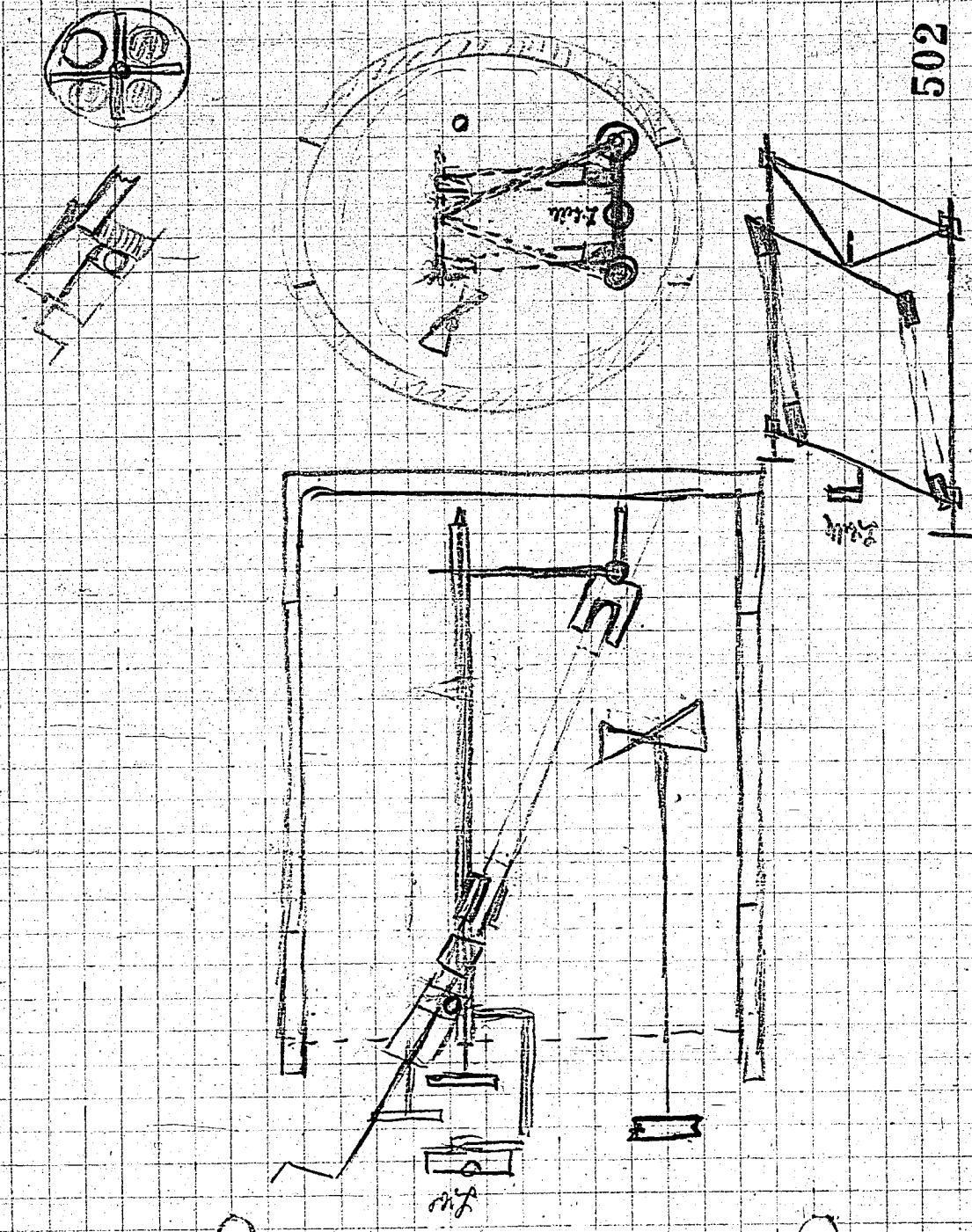
I h r

gez. Karl R. Kraze.

Ø Hr. Dr.Ufer,
(Z.K.-Leb.Z, Lu 260).

501/1.

502



Dampf & Waterproff

$$\delta_{25} = 1.25$$

Zieh. ~~50°~~ - 20°

Smp. (bulk) 45° - 55°

Kundsf., 35-10

Steppen: auf und abigt, dann wird dampfgr. gift

$$450^{\circ}\text{F} = 230^{\circ}\text{C} \quad 12-18\text{PSI}$$

$$530^{\circ}\text{F} = \text{gibt f. fl. } 280^{\circ}$$

$$40 \text{ ft}^3/\text{min} = 1000 \text{ l/min}$$

$$300^{\circ}\text{F} = 150^{\circ}\text{C mit } 10 \text{ ft}^3/\text{min}$$

Glycin ist leichter, weniger giftig vor Übergang in Erw. P; bleibt weniger s. giftig
geldt dampfgr. gift vor gewaffnem O.

$$600^{\circ}-700^{\circ} = 330-370^{\circ}\text{C dampf. gift f. füllung}$$

$$450^{\circ}-700^{\circ} \text{ in luft} = 235^{\circ}\text{C}$$

Parafin = Auszügen von Vaseline (Test 22: CCl₄ löslich, geldt C₂ löslichkeitlosigkeit von CH₃ löslich.)

Silane-Schlamm asphalt

In giftstofffilm mit Paraffin erhitzen: ohne Öl abzugehen, dann weiter sofern bis milde Fällung.
mit Öl: zuerst an Kochen

mit Säure und Katal.

mit Soda auslösen bis 40-60°

anfänglich: Emulsion trennen

oder nach Entzündl. Löffel füllung

Löffel in Öl
durch Diffusion greifen

Sulfonate v. no.

Geldt Diffusion
Löffel: Öl - Asphalt

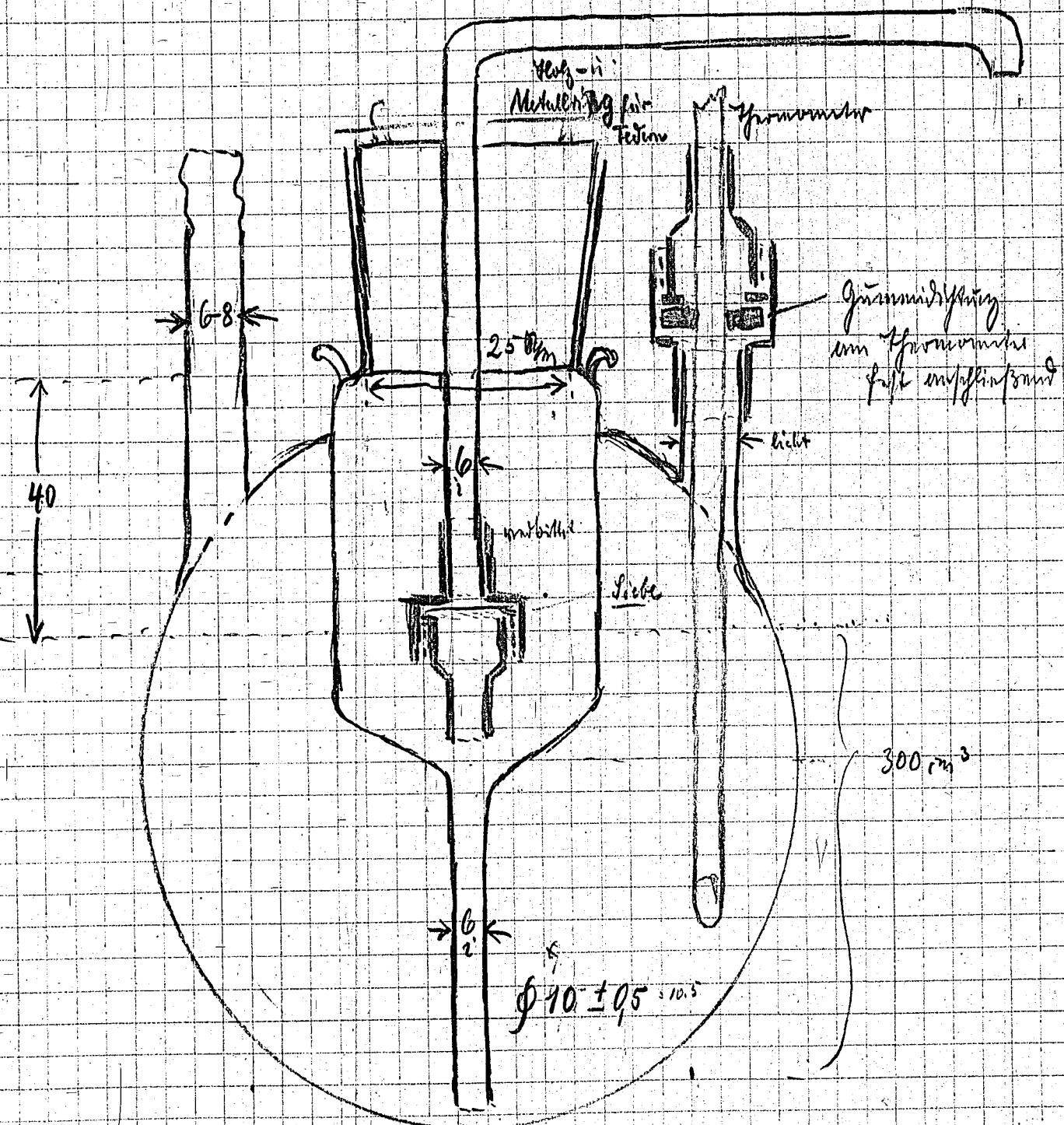
Al-Sulfonate
füllen

Wd
Glyc.
Ammonium
Tetrafor.
füllen

Wiedergabe
Oleophil löslich
Na-Tetraforat
auslösen

Hydrogenmittel
Sulfonat
Fluoridmittel v. no.

Ziff. J. M. Eng. Chem. 1920: 1230



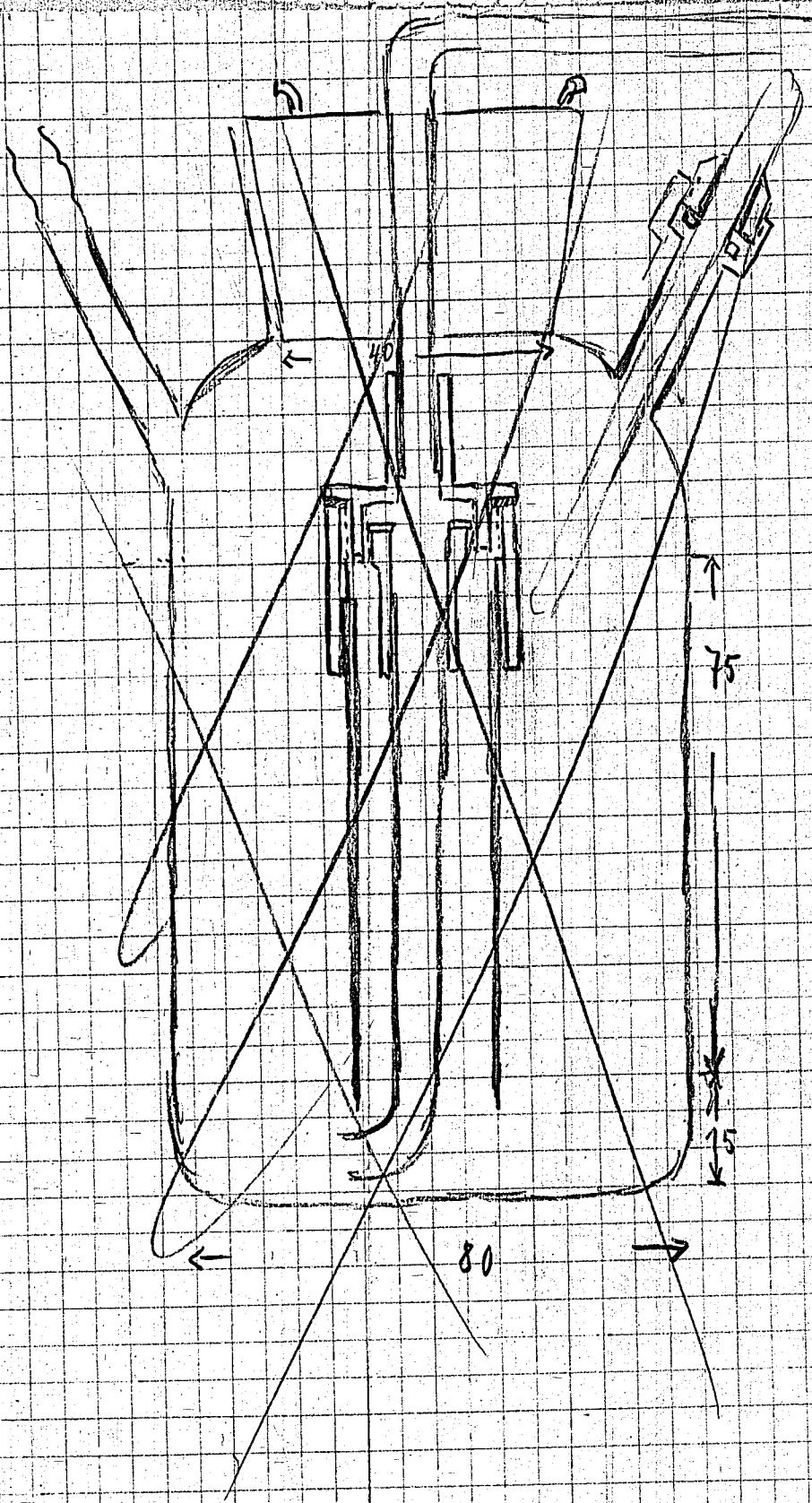


Abbildung 11. Modellbildung
für Federn

