

00000624

Tag Target

3043 -30/4.02

Hauptlabor.Me 219, Tel.186

17. Juli 42

Ludwigshafen

Synolversuche, 62 705

Untersuchungslabor. Dr.Wurzschmidt o. Vetr

dringend, verkürzte Laufzeit !

Betrifft Oxovertrag, Ihr Brief 11.7.42 mit Anlagen.

Falls die beigelegten Protokolle an Ruhrchemie und Henkel dem von Ihnen geplanten Brief vom 18.7. beigelegt werden sollen, muß unter allen Umständen die Bezeichnung "Synollabor." in der letzten Spalte beseitigt werden, da über das Verfahren keine Andeutung an Ruhrchemie oder Henkel gelangen darf, Wir bitten, die Spalte zu überschreiben "Me 245".

HAUPTLABORATORIUM Me
Dr. Wenzel

1942 1943

V. G. Ludwigshafen
Untersuchungslaboratorium

Dr. A. Knoll
E. Hoff

An

Herrn Dr. Zepf, Leuna
Herrn Dr. Classen, Oppau

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unser Hausruf

Unsere Zeichen

Ludwigshafen a. Rh.

(Dr. Wurzschmitt) 11.7.42 (Ks.)

Betreff

Oxovertrag

In der Anlage übersenden wir Ihnen eine Zusammenstellung der I.G.-Austaschergebnisse für die seitens der Ruhrchemie ausgetauschten 4 Proben. Gleichzeitig legen wir Ihnen Durchschlag eines Schreibens, das wir an die Ruhrchemie gerichtet haben für Ihre Akten bei. Wir bitten Sie, den anderen an der Austauschuntersuchung beteiligten Stellen Ihres Werkes je 1 Exemplar zukommen zu lassen.

Anlagen.

Dr. Wurzschmitt

For analytical procedure see

"Analytical"

Tag 3043

Tag 30402

Olefine des Oxoverfahrens.

00000627

C 11/12 Primäröl

	Op			Me		
	Lu. Anal. Labor	Scheer- mann		Anal. Lab.	Oxo- lab.	Kykol- lab.
Erstarrungspunkt	-45°					
Dichte D 20/4	0,7453			0,754	0,752	
Refraktion n_D^{20}	1,4242					
Molgew. (Gefr. Era.)	155	158			158	
% C	84,4					
% H	14,6					
% O	1,0					
S.Z.	0,35	0,38	0	0	2,2	
V.Z.	1,0	1,0	4	0,9	7,5	
OH.Z.	28	22,7	19,7	26,8	20,5	28
CO.Z.	4,3	0		1,9	2,2	
diesen Kennzahlen entspr.						
	O	0,98				
J.Z. nach Kaufmann, Ausführungsform Lu	77	77	79 ¹⁾	78	78 ¹⁾	
Hö	77	78		76	80	
Me	80			77		76
Winkler		86		79		
Klein	70	77		X)	72	
Hanus		78		78	77	78
Mac Ilhiney	112	73		74		
Rh.J.Z. bzw. J.Rh.Z.	76	79		50		72/77
H.J.Z. (PtO ₂)	78	79		77,3 ³⁾	83,5	
% PSL. (Kattwinkel)	53,9	48,3- 52,7		55,2 ²⁾	54	
% Geradkettigkeit			51/52			

1.) Nach Kaufmann Original

2.) Schüttelbürette: 54,5 %

3.) Pd-Katalysator 83,5

X streuende Werte.

7965

Herrn Dir. Dr. Herold

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)
Stickstoff-Abteilung

00000628

I.G. Ludwigshafen, L.K.-Abteilung

z. Zt. von Herrn Dr. Harbach

1:0 Target
3043-3074.02

S.-B./Hd./Gsm. 9. Juli 1942

Org.-Alkohole mittlerer Kettenlänge.

Gemäß der mündlichen Vereinbarung Ihres Herrn Dr. Kollek mit unserem Herrn Dr. Herold anlässlich der Kuro-Sitzung am 9.6. in Schkopau sandten wir Ihnen am 7. d.M. im Sammelwagen Ia 150921, in 5 Blechkannistern 903-907, je 5 kg folgender Alkohole für Ihre Versuche zur Herstellung von Weichmachern:

1.) C₇/C₈ - Alkoholgemisch,

durch Oxidieren von i-Heptylen, i-Heptylen hergestellt. Die Olefine sind durch Dehydratisierung der entsprechenden Isobutylalkohole gewonnen.

2.) C₈/C₉ - Alkoholgemisch,

Durch Oxidieren des C₇/C₈ Olefingemisches, das durch Dehydratisierung obigen Alkohols gewonnen wurde

3.) C₈/C₉ - Alkoholgemisch,

durch Oxidieren von C₇/C₈ Krackolefin der Ruhrbenzin A.G. hergestellt.

4.) C₁₀/C₁₁ - Alkoholgemisch,

durch Oxidieren von C₉/C₁₀ Krackolefin der Ruhrbenzin A.G. hergestellt.

5.) C₁₂/C₁₃ - Alkoholgemisch,

durch Oxidieren von C₁₁/C₁₂ Krackolefin der Ruhrbenzin A.G. hergestellt.

Sie erhalten diese Alkoholproben als reine Destillate, die weitgehendst frei von nichtalkoholischen Bestandteilen sind. Bei allen Proben handelt es sich ausschließlich um primäre Alkohole.

An/
Co
Hy
Ma
KW
Ph
Wa
Pat
Ing

00000629

g

Aktennotizüber die Beschaffung in Leuna am 8.7.1942, betreffs der kontinuierlichen Gestaltung
des Oxo-Prozesses

Anwesend die Herren:

Prof. Dr. Martin	}	Ruhrochemie
Dir. Dr. v. Asboth		
Dr. Roelen		
Dr. Landgraf		
Dir. Dr. Reppe	}	Ludwigshafen
Dr. Schuster		
Dir. Dr. Herold	}	(zeitweise)
H. J. Dr. Sackmann		
Dr. Wenzel		
Dr. Elbel	}	Leuna
Dr. Mauchner		
Dr. Berg		
Dr. Gemässner		

Dr. Gemässner schilderte an Hand eines Schemas (Stand v. 1.6.42) die Arbeitsweise wie sie in der Oxo-Versuchsanlage Leuna entwickelt wurde. Es wurde besonders auf die durch Kobaltcarbonylbildung eintretenden Verluste und deren Vermeidung hingewiesen, sowie auf die laufende Entfernung von Kohlenoxyd aus dem Wasserstoffkreislauf. Es wurde auch über die Erfahrungen beim Pumpen, beim Entspannen der Aufschlämme und mit dem Schmelzofen berichtet. Die Vorteile der kontinuierlichen Arbeitsweise lassen sich in folgenden Punkten zusammenfassen:

- 1.) Einsparung von Hochdruckraum
- 2.) Einfacherere Bedienung
- 3.) Bessere Wärmeableitung
- 4.) Gleichmäßigere Produkte
- 5.) Vermeidung von Kobaltverlusten

Es wurde darauf hingewiesen, daß es in der Versuchsanlage in Leuna bisher nicht möglich war, den Hochdruckraum eines Ofens voll auszufahren. Bei einer Halbbelastung von 3 konnte noch kein Rückgang des Umsatzes festgestellt werden, so daß bei dieser technischen Gestaltung für Oxo- und Hydrierung mit dieser Zahl gerechnet werden kann. Es wurde mitgeteilt, daß die Apparatur in Leuna aus S-Material ist, die Bildung von Eisencarbonyl wesentlich nachgelassen hat und anscheinend keine Behinderung der Reaktion darstellt.

Es wurde darauf aufmerksam gemacht, daß die Hydrierung gegen Kobaltverluste oder Kontaktvergiftung (Schwefel) sehr empfindlich im Gegensatz zur Oxo-Reaktion ist.

Prof. Martin wies auf die sehr gespannte Kobaltlage hin und verlangte, daß bei der technischen Durchführung jeder Kobaltverlust vermieden werden müsse. Die Erfahrungen von Leuna sind hierzu ein wertvoller Beitrag. Prof. Martin meinte ferner, daß es, mit Rücksicht auf den geringeren Kontaktbedarf für die Oxo-Reaktion, günstig wäre, für die Hydrierung einen Co-freien Kontakt zu nehmen und somit wesentlich an Kobalt zu sparen.

Dr. Herold meint, daß Kupferchromite infolge ihrer guten Hydriereigenschaften für Ester hier zweckmäßig einzusetzen wären.

Nach Ansicht von Dr. Roelen ist die Lebensdauer des Kontaktes in erster Linie von dem S-Gehalt des Gases abhängig. Er berichtete ferner, daß schon kleinste Mengen Co-Carbonyl die Oxo-Reaktion mit maximaler Geschwindigkeit verlaufen lassen, daß aber im Bereich einer niedrigeren Konzentration direkte Proportionalität zwischen Carbonylgehalt und Reaktionsgeschwindigkeit herrscht. Zu der Äußerung von Dr. Landgraf, daß Fe im Kontakt sehr störend, weist Dr. Gemässner darauf hin, daß wir in Leuna

einer Lösung statt einer Aufschlammung hingestellt. Als Nachteil wird die schlechtere Hochdruckraumausnutzung (1/10) und der größere Gehalt an hochsiedenden Anteilen angesehen.

Im Einzelnen führte Dr. Schuster noch aus: Der "Entkohlungs-ofen" lief bis jetzt maximal 65 Tage ohne Verstopfung.

Die Frage von Leuna, ob das Herauslösen des Co aus diesem Ofen auch mit Wassergas gehe, kann Lu nicht beantworten, da dies noch nicht versucht wurde.

Als Vergleich gibt Dr. Schuster folgende für die einzelnen Verfahren benötigten Reaktionsräume an (für die geplante Produktion in Holten):

	Oxostufe	Hydrierstufe
1.) Ruhrchemie diskontinuierliches Verfahren	13,5 m ³	13,5 m ³
2.) Ludwigshafen kontinuierliches Verfahren	13,5 m ³	8 (wovon die Hälfte die Entkohlung ist)
3.) Leuna kontinuierliches Verfahren	3 m ³	3 m ³

Das Verfahren ist jedoch noch nicht betriebsreif und es wurde erwogen, in der Oxo-Versuchsanlage Leuna zu gegebener Zeit einen größeren Versuch nach diesem Verfahren durchzuführen. Eine im kleinen Kreis durchgeführte Besprechung zeigte, daß die Leuna-Versuchsanlage ohne größere Änderungen für Versuche nach den Ludwigshafener Verfahren geeignet ist.

Dr. Herold wies darauf hin, daß sich nunmehr alle beteiligten Stellen davon überzeugen konnten, daß das kontinuierliche Leuna-Verfahren so weit entwickelt wurde, daß man eine Übertragung dieser Fahrweise auf die Großanlage der Zer-Gesellschaft in Holten versehen könnte.

Dr. Landgraf wies darauf hin, daß außer der Beschaffung von Maischepumpen auch betrieblich wegen der dann in Erscheinung tretenden Überdimensionierung des H-D-Raumes erhebliche Schwierigkeiten auftreten. Man müßte entweder häufig Fraktion wechseln oder den Betrieb mit Unterbrechungen führen.

Nach der "Schalenfahrweise" kommt man für den getrennten Durchsatz von 4 Fraktionen mit 8 Öfen aus (4 Oxo + 4 Hy).

Prof. Martin meint, daß die durch das kontinuierliche Fahren freiwerdende Kapazität für den Einsatz von niedermolekularen Olefinen (C₇ - C₁₀) verwandt werden könnte, welche die Zer-Gesellschaft im Lohn für die Zer-Gesellschaft herstellen könnte.

Dr. Herold weist darauf hin, daß die kontinuierliche Fahrweise nur eine H-D-Raum-Ersparnis bedingt und daher eine entsprechende Erweiterung der Zusatzaggregate erforderlich ist.

Bei der weiteren Erörterung ergab sich, daß für die Holtener Oxo-Anlage noch 50 % Tankraum in Reserve liegen und die ganze Anlage von vornherein auf 20 000 tato ausgelegt ist. Für einen großen Teil dieser Erweiterung sind die Apparate schon da, z.B. die Kompressoren. Auch die Destillationsrichtungen seien vermutlich schnell auf 20 000 tato zu erweitern.

O. I. v. Asboth weist darauf hin, daß Ergänzungen erst sehr spät eintreffen werden, da die Oxo-Anlage nach dem Speerplan an sehr schlechter Stelle rangiere.

Zusammenfassend wurde Folgendes in Aussicht genommen:

- 1.) Die Oxo-Anlage in Holten wird unter Berücksichtigung der Leuna-Erfahrungen als diskontinuierlich arbeitende Anlage fertiggebaut und in Betrieb genommen, da die Beschaffung der Apparate für kontinuierliches Fahren zu lange Fräuden würde.
- 2.) Die Techniker der Ruhrchemie beginnen sofort mit der Planung und Konstruktion für Umstellung auf kontinuierliche Fahrweise. In den nächsten Wochen wird ein Fragebogen an Leuna gesandt werden zur Klärung zusätzlicher Fragen.

- 3.) Dr. Land... wird eine Schätzung der Einsparung von Bedienungspersonal bei Umstellung auf kontinuierlich vornehmen.
- 4.) Der fertig Plan zur Umstellung soll dann von der 2er-Gesellschaft der 3er-Gesellschaft vorgelegt werden.

Gamper *Wing*

Dr. Bittorfisch
Dr. Harold
Dr. Sackmann
Dr. ...

Leuna Werke, den 25. Juli 1942
Dr.Gie./Ge.

Referat über Esteröle

Bei der Mineralölbesprechung in

Berlin am 16.7.1942

In Leuna wurden in den letzten Jahren Versuche angestellt, Esteröle, d.h. Ester, die aus Adipinsäure und höheren Alkoholen aus der Isobutylfabrikation bzw. aus Säuren, die aus den höheren Alkoholen der Isobutylfabrikation hergestellt werden und mehrwertigen Alkoholen als kältefesteste Schmieröle zu verwenden. Es ist gelungen, eine Reihe von Estern herzustellen, die dieser Anforderung in jeder Hinsicht genügen. Anlagen für Kaltstartöl für die Luftwaffe sind in Leuna und Schkopau im Bau und werden Mitte des nächsten Jahres fertiggestellt. Zusätzliche Anlagen für die Herstellung von Eisenbahnachsenöl sind im Bau. Die Produktion beginnt schon im September dieses Jahres mit monatlich 100 t und wird Ende des nächsten Jahres nach Fertigstellung der neuen Esterapparatur etwa 6 500 t betragen.

Weitere Anlagen zur Herstellung solcher Ester als Kälteautoöle für die Panzerwaffe sind in Planung. Die Ausführung wird abhängig sein von der rechtzeitigen Zurverfügungstellung von Bau- und Eisenkontingenten seitens des Baurats Vehrlein. Für diese großen Mengen von Esterölen werden sämtliche Alkohole über 180° gebraucht, die bei der Herstellung von Isobutylalkohol in Oppau, Leuna, Heydebreck und Auschwitz anfallen werden. Es besteht aber zusätzlich noch ein Mangel an verzweigten Alkoholen. Alkohole aus der Synol-synthese, die nicht verzweigt sind, sind brauchbar, da sie Stockpunkte ergeben, die undiskutabel sind. Ob Oxo-Alkohole, die aus Olefinen hergestellt werden, die bei dem Synol- oder einem ähnlichen Verfahren anfallen, verwandt werden können, kann erst entschieden werden, sobald entsprechende Produkte untersucht worden sind. Es wurde verabredet, daß Dr. Michael aus seiner Fabrikation die entsprechenden Alkohole Leuna zu Verfügung stellt.

gez. Giesen