

Versuchslaboratorium
A.N. 119/40

Leuna-Werke 9.12.1942
Ra

00000493

Etag Target

304? - 304.02

Aktennotiz

über die Begegnung in Leuna Nr. 43 betreffend

"Metallcarbonyle" am 1.12.1940

Anwesende: Herr Dr. Naumann I.G. Oppau-Linz
" Dr. Wenzel Leuna
" Dr. Gemäßmer

Herr Dr. Wenzel hatte Herrn Dr. Naumann ersucht um seine jahre alten Erfahrungen auf dem Gebiet der Metallcarbonyle mitzuteilen, da die Frage der Metallcarbonyle auch bei Bearbeitung des Katalysatoren für das Oxo-Verfahren von großer Wichtigkeit ist. Es wurden verschiedene Fragen an Dr. Naumann gerichtet, über die er bereitwillig Auskunfterteilte.

Faschaffenshheit des Materials für gute Carbonylbildung

Das Metall, aus dem das Carbonyl gebildet wird, soll möglichst große Oberfläche haben. Besonders geeignet ist Kobalt das mit NH₃ aus Nitrat gefüllt und dann mit Hydrierten Metall. Die Fällung soll nicht mit Lauge erfolgen.

Behinderung der Carbonylbildung

Aus Legierungen bildet sich wenig Carbonyl. Die Legierung wird nur oberflächlich eingeschlossen. Besonders hinderlich für die Carbonylbildung erweisen sich Pb, Zn, Cu und ähnliche niedrigschmelzende Metalle. Auch Chrom und Mangan haben bei Nickel eine abschirmartige Wirkung. Auch Legierungen bestimmter Verhältnisse von carbonylbildenden Metallen wie z.B. Co/Ni-Legierungen bilden fast kein Carbonyl.

Physiologische Wirkungen der Carbonyle

Bei der Handhabung ist Nickelcarbonyl wegen seines hohen Dampfdruckes besonders gefährlich. Eisencarbonyl schon weniger und Kobaltcarbonyl in noch geringerem Maße. Es muß unbedingt verhindert werden, daß diese Carbonyle eingesetzt werden.

Im übrigen verwies Dr. Neumann auf die reichere Erfahrung von Dr. Rumscheidt und Dr. Keunecke, die speziell das Kobaltcarbonyl bearbeitet haben.

A b s c h r i f t

T.H.K.

8. Wissenschaftlicher Austausch Ludwigshafen.

Titel des Referates: über die Herstellung von Waschröhrstoffen und Textilhilfsmittel aus ungesättigten Kohlenwasserstoffgemischen durch direkte Sulfnierung oder durch Sulfierung nach ihrer Überführung in Alkohole.

Referenten:

Dr. Haussmann, Dr. Fürhäuser, Dr. Schneiders.

Datum:

6. Februar 1941.

----- 12g Target

304 - 30/4.02

1.) Ausgangsstoffe.

a) Synthese-Olefine.

Die durch Krähen natürlich vorkommender Paraffine erhaltenen höhermolekularen, olefinhaltigen Kohlenwasserstoffen, die wir schon seit Jahren in unsere Untersuchungen im Hinblick auf die Herstellung wertvoller Wasch- und Textilhilfsmittel einbezogen hatten, konnten bislang nicht in grösserem Maasse eingesetzt werden, da uns das natürliche Paraffin nur in ungenügender Menge zur Verfügung stand. An Stelle des natürlichen Paraffins ist in den letzten Jahren der aus der Fischer-Tropsch-Synthese stammende sogenannte Fischer-Gatsch getreten, der sich in genau der gleichen Weise wie das natürliche Paraffin selbst krähen und dadurch in wertvolle olefine Kohlenwasserstoffgemische überführen lässt. Wir haben ein so gewonnenes Produkt, welches bei den späteren Ausführungen kurz mit Krackbenzin-Rühr bezeichnet wird, in den Kreis unserer Betrachtungen eingezogen. Es besitzt folgende analytische Daten: $M : 190$, woraus sich eine durchschnittliche Kohlenstoffantomzahl von 13,6 berechnet, Hydrierjodzahl = 50,7, mit einem hieraus sich errechnenden Olefinegehalt von 37,8 %.

Bei Verwendung dieser Werte, die für die Versuchs- oder Ausbeuteberechnung im grossen und ganzen die Verhältnisse richtig wiedergeben, darf jedoch nicht ausseracht gelassen werden, dass es sich hierbei immer um Durchschnittswert handelt. Ein genauer analytischer Befund wird immer erst auf Grund einer Siedeanalyse und durch Untersuchung der einzelnen Fraktionen zu erhalten sein. Wir haben für das vorliegende Material eine derartige Siedeanalyse durchgeführt und dabei die unter Umständen für die Beurteilung eines Produktes nicht zu vernachlässigende Beobachtung gemacht, dass, wie aus folgender Tabelle zu ersehen ist, eine deutliche Anreicherung der Olefine in den niedriger siedenden Anteile vorhanden ist.

T a b e l l e 1.

Frak- tion	Menge	Kp. 10 mm	M ge- funden	Atome C-	HJZ	JZ theor.	% Ole- fine	% Anteile Olefine
1.	650	50-102°	150	10,7	118	169	70	25,5
2.	769	102-120°	175	12,5	85	155	58,6	22,3
3.	775	120-130°	198	14,1	58	128	45,5	17,4
4.	776	130-138°	206	15,1	55	123	44,5	17,2
5.	742	138-149°	222	15,9	36	114	31,2	11,5
6.	516	149-172°	238	17	27	106	25,0	6,4
								100,3

Wohl aus den Bestreben heraus von dem aus dem Molekulargewicht und der Hydrierjodzahl berechneten Olefinegehalt und den damit eingehenden Fehlern loszukommen, wird oft die direkte Bestimmung der sulfierbaren Anteile nach KATTINKEL¹⁾ vorgenommen. Wegen der allgemeinen Bedeutung die einer derartigen Methode zukommen kann, haben wir durch unser Untersuchungslaboratorium eine genaue Nachprüfung dieser Methode vornehmen lassen, als es sich zeigte, dass oft sehr grosse Unstimmigkeiten auftreten können. Herr Dr. Kreckow stellte durch seine Untersuchungen fest, wie in folgenden belegt wird, dass die von Kattwinkel vorgeschlagene Methode der Bestimmung der aliphatischen Doppelbindungen durch Umsetzungen des oleinhaltigen Produktes mit Borsäure-Schwefelsäure unzureichend ist und in der Regel zu niedrige Werte ergibt. Während die von Kattwinkel für die Bestimmung der Aromaten vorgesehene Umsetzung von Phosphorpentoxyl-Schwefelsäure etc. ergibt, die mit dem aus Molekulargewicht und Hydrierjodzahl bezw. den sich aus dem Mischungsverhältnis gesättigter zu ungesättigter Kohlenwasserstoffen (vgl. folgende Tabelle) errechneten, mitunter in guter Übereinstimmung stehen, jedoch auch erhebliche Abweichungen aufweisen können, wie z.B. beim Michael-Olefin 622, bei dem Wert um 9 %, um Oktadecylen 25 %ig, bei dem der Wert um 4 % zu hoch lag, was unter Berücksichtigung des Gesamtolefingehaltes Fehler von über 10 % ausmacht.

Ausgangs- material	Molekular- Gewicht	Michungs- verhältnis- (Volumen)	% Olefine aus H.JZ M-Gew.bzw. Misch-Ver- hältnis	Borsäre H_2SO_4	P_2O_5 Schwefel- säure
Crackbenzin- Ruhr	190	50,7	38,2%	22,7 Vol %	41,6 Vol %
Primärgas- öl-Ruhr	169	24,2	16,2% ⁺)	12,0 "	23,5 "
Michael- Olefin 622	179	81,0	57,2% ⁺⁺)	57,7 "	74,6 "
Crackole- fin Oppau	220	100	87,0%	27 "	79,6 "
Diisobutylen	112	-	75 Vol % Benzin	25,0	7,2 " 23,4 "
Oktodecylen	225	-	25 Vol % Olefin	25,0	nicht ausgef. 29,2 "

- +) Das Primärgasöl der Ruhrchemie enthält, auf Grund der OH-Zahl berechnet, ~ 7,15 % Alkohole, sodass sich der tatsächliche Gehalt an durch die Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure erfassbaren Substanz zu 23,35 % errechnet.
- ++) OH-Zahl des Michael-Olefin 622 = 27, Alkoholgehalt 8,7 % Gesamtsulfierbares 65,9 %.

Nach diesen Befunden erscheint einstweilen der über das Molekulargewicht und die Hydrierzahl vorgenommene Weg der Bestimmung des Olefingehalts gegenwärtig unter Berücksichtigung der Hydroxzahl als der zuverlässiger.

Obwohl im Augenblick die Herstellung oleinhaltiger Kohlenwasserstoffe durch Cracken des Fischer-Gatsches am weitesten fortgeschritten ist, liegt es in der Natur der Sache, diesen Umweg zu vermeiden und die Olefine direkt durch Totalsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff herzustellen. Die dabei auftretenden Schwierigkeiten liegen vor allem darin, dass es einstweilen technisch noch nicht möglich ist ein Kohlenwasserstoffgemisch herzustellen, das einen etwas dem Crackbenzin vergleichbaren Olefingehalt besitzt. Im Prinzip ist jedoch dieses Problem bereits einer Lösung entgegengeführt, was aus der Tatsache hervorgeht, dass uns vom Hochdruck Lu (Dr. Michael) Synthese-Olefine für Versuchszwecke zur Verfügung gestellt wurden, die einen Olefingehalt von 40 - 50 % und darüber besitzen. Das uns von der Ruhrchemie übersandte Primärgasöl besitzt

einen Olefingehalt von 16,2 % neben 7 % alkoholischen Bestandteilen. Neuere Sendungen enthielten jedoch auch schon bis zu 40 % Olefine.

b) Synthese-Alkohole.

Der Gehalt des Primärgasöles an alkoholischen Bestandteilen weist darauf hin, dass es auch möglich ist durch Totalsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff direkt zu Alkoholen zu gelangen. Ein Primärprodukt, welches ausschliesslich alkoholische Gruppen und keine Doppelbindungen mehr enthält oder zum grösseren Teil wenigstens aus Alkoholen besteht, haben wir bisher jedoch noch nicht für unsere Versuchszwecke in Händen gehabt.

Die Überführung der olefinischen Doppelbindungen, durch Reaktion mit Kohlenoxyd und Alkohol nach dem Reppé-Verfahren, oder mit Wasserstoff nach dem Verfahren der Rührchemie und anschliessender Hydrierung der dabei auftretenden Zwischenprodukte in alkoholische Verbindungen und deren Sulfonierung kann, obwohl es im ersten Augenblick zunächst als Umweg erscheint, aus dem folgenden angeführten Gründen mancherlei Fortschritte mit sich bringen. Durch die Überführung der olefinischen Bestandteile in Alkohole, die ja unter Aufnahme eines weiteren Kohlenstoffatoms vor sich geht, wird vor allem eine Veredlung des Ausgangsmaterials im Hinblick auf seine Verwendung als Aschrohstoff erzielt, wobei auch solche Olefinfraktionen verwendet werden können, die eben eines zu niedrigen Mol.Gew. für die Herstellung von Asphaltmitteln durch direkte Sulfierung nicht geeignet erscheinen. Wie bereits im ersten Teil dieses Berichtes beschrieben wird, können die olefinischen Bestandteile eines Kohlenwasserstoffgemisches auf Grund eintretender Nebenreaktionen durch die direkte Sulfierung noch nicht 100%ig in die wertvollen Schwefelsäureester bzw. in die dazugehörigen Salze übergeführt werden. Dies ist vor allem dann von gewissen Nachteil, wenn es sich um ein Ausgangsmaterial mit einem sehr geringen Gehalt an olefinischen Doppelbindungen handelt, da eine nachmalige Sulfierung der Retouröl nicht mehr lohnt. Hingegen lässt sich ein Alkohol ohne weiteres, sei es mit Chlorsulfinsäure oder mit schwachem Oleum praktisch vollständig sulfonieren, sodass der Umweg über die Einführung einer alkoholischen Gruppe zu einer Ausbeuteverbesserung führen kann. Andererseits wächst auch die zur Isolierung der Alkohole notwendige Destillierarbeit unverhältnismässig stark an, wenn sehr niedrigprozentige Olefine verarbeitet werden sollen, so dass unser Verfahren diese Alkohole zunächst als Rohprodukte zu sulfonieren und dann zu extrahieren von praktischem Interesse sein wird, wenn derartige Produkte verarbeitet werden sollen.

Die Sulfierung eines höhermolekularen Olefins im Hinblick auf die Her-

stellung eines wertvollen Waschrohstoffe zieht, wie bekannt, die Abtrennung unsulfierter Anteile z.B. durch anschliessende Extraktion nach sich, die im Prinzip gelöst ist, jedoch zu einer Verteuerung des Produktes führt.

Es besteht nun nach Einführung einer Alkoholgruppe in den Kohlenwasserstoffrest die Möglichkeit, die alkoholische Komponente aus dem zuvor sorgfältig in Einzelfraktionen zerlegten Kohlenwasserstoffgemisch durch Destillation abzutrennen und den reinen Alkohol der Sulfonierung zu unterwerfen, wodurch dann naturgemäß die Reinigung bzw. Extraktion der Sulfonate in Wegfall käme. Diese von der Ruhrchemiedurchgeföhrte Reindarstellung der Alkohole lässt sich bei den wegen ihres Waschvermögens besonders interessierenden hochmolekularen Alkoholen (über C₁₇) nicht mit der nötigen Exaktheit durchführen, da die Siedegrenzen sehr nahe aneinander rücken, und die zu einem Teil gebildeten verzweigten Alkohole unter Wasserabspaltung einen Ausbeuteverlust ergeben. Die Primäralkohole fallen dabei in der Kohlenwasserstofffraktion an, und vermindern so die Ausbeute weiter. Auf die Vehrarbeit für die zweimalige Destillation der gesamten Kohlenwasserstoffe haben wir bei niedrigprozentigen Oleinen bereits verwiesen. Nur alle diese Fälle bleibt die direkte Sulfierung der Rohalkohole und nachtragliche Reinigung der Sulfonate die aussichtreichste Methode. Bei diesem Herstellungsweg, der also über die Sulfonierung der paraffinischen Bestandteile enthaltenen Synthesealkohole und anschliessende Extraktion führt, ist allerdings im Interesse der Verwendung der bei dieser Umsetzung anfallenden Retouröle auf das Sulfonierungsmitter besondere Rücksicht zu nehmen. Bei der Verwendung von Chlorsulfinsäure zeigte es sich nämlich, dass die dabei auftretende Salzsäure sich, wenn auch nur in ganz untergeordnetem Masse, mit der alkoholischen Gruppe unter Veresterung umsetzt, wodurch chlorierte Kohlenwasserstoffe im Retouröl auftreten, die dieses für die Verwendung als Dieselöl unbrauchbar machen. Man kann aber praktisch ohne Ausbeuteverluste die Sulfierung mit hochprozentigem Oleum (ca. 60%) durchführen, wobei ~~as~~ anfallende Retouröl, das unter 0,5 % Schwefel enthält, ohne weiteres Dieselöl wiederverwendet werden kann. Für diese Sulfierung scheint die an anderer Stelle beschriebene Sulfiermaschine besonders geeignet. Es ist aber noch auf andere Weise möglich, die Alkohole von den Paraffinen abzutrennen. Die alkoholischen Bestandteile des Kohlenwasserstoffgemisches lassen sich nämlich durch Umsetzen mit Sorsäure in die zugehörigen Ester überführen, worauf man anschliessend die ~~nicht~~ umgesetzten paraffinischen Bestandteile abdestillieren kann.

Die im Rückstand verbleibenden Borsäurereste lassen sich durch Hydrolyse spielend leicht spalten, wodurch die Alkoholgemische rein erhalten werden und der Sulfonierung oder anderweitigen Verwendungszwecken zugeführt werden können. Da praktisch voraussichtlich nur geringe Verluste an Borsäure eintreten, und da neben der Hydrolyse nur eine Destillation in Frage kommt, wird der soeben beschriebene Weg der Überführung der olfinischen Bindung in alkoholische Gruppen und Isolierung der Alkohole durchaus vergleichbar mit dem oben angeführten Extraktionsverfahren, so dass wir zur Zeit auch dieses Verfahren einer näheren Prüfung unterziehne.

Es sei noch darauf hingewiesen, dass bei der Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an die Doppelbindung gleichzeitig eine Nebenreaktion verläuft, die gegebenenfalls durch eine nachträgliche alkalische Kondensation unterstützt, zu hochmolekularen Produkten führt, die zu ca. 75 % aus alkoholischen und ca. 25 % aus paraffinischen Bestandteilen bestehen.

Es sei vorweggekommen, was im folgenden Teil genauer beschrieben ist, dass sich die so erhaltenen hochmolekularen Substanzen durch Sulfonierung in vorzügliche Weichmacher für Fasermaterialien überführen lassen.

Während die bislang beschriebenen Syntheseprodukte für ihre Brauchbarkeit als Waschrohstoff und Textilhilfsmittel mit einem bestimmten Molekulargewicht, u.h. mit der für diese Zwecke notwendigen Anzahl von Kohlenstoffatomen C₁₂ - C₁₈ vorliegen mussten, sei zum Schluss noch auf einen Synthesealkohol verwiesen, der aus niedermolekularen bei der Hydrierung der Oxyde des Kohlenstoffs anfallenden Aldehyden durch Aldolkondensation, Wasseranspaltung und Hydrierung erhalten wurde.

Durch diese Reaktion wird auf der einen Seite eine neuartige Verbreitung unserer Waschrohstoffbasis erzielt, auf der anderen Seite werden dabei diese bislang nur schlecht verwertbaren niedrigmolekularen Stoffe (C₅ - C₉) in wertvollere Zwischenprodukte übergeführt.

00000500

6. März

BaedK

Wittgen

Dies würde sich sowohl auf Materialeinsatz wie Verarbeitungseignung für das Oxo-Verfahren günstig auswirken. Die Ausarbeitung eines Kraft-Verfahrens, welches besonders auf die Erzeugung eines sogenannten Oxo-Butyls als z.B. ein Katalytikum dient, ist und bleibt wiederum ein Voraussetzungspunkt bezüglich eines Katalysator Arbeitshöhenmaßes. Diesennoch noch weitere Vorteile bringt, die für die Wahl eines solchen Arbeitshöhenmaßes sprächen. Es kann über alle Stufen hinweg mit nur 5% Verlust (Gas und festen Materialien zusammen) gerechnet werden, (vergl. auch Anhang 1), was vereinfacht nach dem Rütteln des Katalysators optimistisch.

Technische-Synthese (Oxo-Verfahren)

Zur Synthesearbeit eingesetztes und einzuliegende Rosenkohle kann, da es sich um reinen Synthese-Gas handelt, weder ist, und längst kein gewöhnlicher Fischer-Scholes-Kontakt im gemahlenen Form und mit Öl angezündet verwendet wurde (vergl. Anl. 1). Verarbeitung mit Feuergeordneten ist hierfür unzureichend und zu prüfen, ebenso wie entsprechend sein. Für solche Arbeitssysteme (kontinuierlich) wird die Beschriftung "Vorarbeiten erlaubt" bestimmt. Verarbeitung mit zugesetzter Schalldampfung ist ebenfalls erlaubt.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegender Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Die Arbeitstemperatur ist auf 100°C festgesetzt. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig. Diese Temperatur ist für die Arbeit mit einem kippf. 100°C gesamt liegenden Stahlautoklav mit 500 ml Inhaltserhöhung zulässig.

Bei Benutzung des üblichen Fischer-Synthese-Kobalt-Kontaktes entsteht ca. 5-6% der Theorie des entsprechenden Aldehyds und zwar etwa gleichartige Eile mit der Aldehydgruppe in 1-Stellung und -methylverzweigtes Isomeres bei Olefinen mit endständiger Doppelbindung. Bei Propylen werden z.B. 40% Ester und 60% n-Butyraldehyd erhalten.

Der Rest an Olefin ist zu einem beträchtlich höher siedenden Rückstand umgesetzt worden, mit dem man sich noch nicht näher befaßt hat. Vielleicht ist seine Bildung später weitgehend vermieden zu können.

Mit Spezialkontakten, über welche leider nichts Näheres zu erfahren war, die aber auf die Einwirkung von Eisen abzielen und Mischkatalysatoren mit oxydischer Komponente (Al_2O_3 ?) darstellen dürften, will man schon auf 90% Ausbeute, d.h. unter 10% Rückstand gekommen sein.

Vermutlich setzt sich der Rückstand aus Ester (durch Aldehyd-Disproportionierung), Keton (Reaktion mit 2 Mol Olefin) und Alkal (Kondensation zweier Aldehydmoleküle) zusammen. Vielleicht liegen auch Polymerisationsprodukte vor.

Der Anteil an Karbonyl im Reaktionsprodukt wechselt mit Reaktionsbedingungen und Katalysator, scheint aber merklich geringer zu sein als bei bisherigen eigenen Versuchen. Immerhin ist er aber noch so groß, daß P.Ch. vorzieht, in Anschluß an die Charge ohne Entfernung sofort bei 180° mit reinem Wasserstoff weiter zu hydrieren. Das in Lösung befindliche Metall sollte sich dann auf der Kontaktmasse wieder nieder und erleichtert ihre Abtrennung erheblich. Für eine technische Erzeugung von Aldehyden bzw. Fettssäuren sind dagegen noch mancherlei Schwierigkeiten zu erwarten.

Die Aldehyd-Synthese-Reaktion verläuft im angegebenen Temperaturbereich eindeutig fein selektiv.

Außen der erzielten, nicht sonderlich voraussprechenden Karbonylbildung und der Rückstandsbildung, die hauptsächlich als Summe von einzelnen Fällen als zufälliges Auftreten gesehen ist, tritt keine weitere Nebenreaktion ein. Weder eine Olefinaufhydrierung noch Entstehung von Propan oder der kleinen Fischer-Synthese konnte beobachtet werden.

Gerade den letzten Zustand ist wertvoll, weil andernfalls die Aufarbeitung der Reaktionsprodukte erschwert wäre. Es muß jedoch festgestellt werden, daß die Reaktion durch die Arbeit des P.Ch. selbst verbraucht und entwickelt worden ist, was feststeht, daß sie die Grundlage für einen technischen Prozeß abgeben kann, der im Brutto auf das Ausgangsmaterial sehr vielseitig anwendbar sein wird. Sicher ist aber auch, daß bis zur Ausgestaltung auf Betriebsreife eine erhebliche und aufwändige Entwicklungsarbeit erforderlich ist, da es sich bei der vorgenannten erweiterten Hochdruckarbeit um einen noch unzureichend aufgeklärt wurde.

Waren die D.Pittmann
die Dr. von Seiden

hierbei

mitgearbeitet

oder nicht?

Was ist mit dem Material?

6. Mai 1941
A) 00000503

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Wb./Bu./1832/h

Leuna Werke, den 30. April 1941

Erg. Target
3043 - 30/4.02

Akternotiz.

Betr.: Oxo-Verfahren

Olefine, die dem Oxo-Verfahren (Anlagerung von CO und H₂ unter Druck zu Aldehyden und Ketonen und nachfolgender Hydrierung zu Alkoholen) unterworfen werden können, stehen durch Krackung von gesättigten Kohlenwasserstoffen oder durch eine besonders geleitete Kohlenwasserstoffsynthese aus CO + H₂ zur Verfügung. Da man diese Kohlenwasserstoffsynthese auch so führen kann (Synol-Verfahren), dass weitgehend schon in der Synthese Alkohole gebildet werden können, besteht die Frage, wie weit die nebenbei anfallenden Olefine nach dem Oxo-Verfahren ebenfalls in Alkohole übergeführt werden können oder, falls dieses Verfahren besonders billig ist, ob es ratsam erscheint, die Synthese lediglich nach der Olefinbildung zu lenken und diese Olefine dann in Alkohole überzuführen.

In folgenden wurde aufgrund der Unterlagen (Anlagekosten) für die von der I.G. und der Ruhrchemie gemeinsam geplante Oxo-Anlage für eine Verarbeitung von 10 000 jeto Olefine (C₁-C₇ für Waschmittelzwecke) eine überschlägige Gestehkostenschätzung vorgenommen. Als Ausgangsprodukt sind dabei als Beispiel die Olefine genommen, wie sie nach dem Synol-Verfahren evtl. später anfallen werden (siehe A.W. Nr. 1810 günstiger Fall). Um zu prüfen, ob es sich lohnt die Oxo-Synthese bereits vor der Abtrennung der schon vorhandenen Alkohole durchzuführen, um evtl. dadurch eine Verbilligung zu erreichen ist dieser Fall ebenfalls mit einbezogen worden.

Voraussetzungen:

Anlagekosten:

10 000 jato Olefine 10 000 jato Olefine
(70% Olefine (34% Olefine
30% KW) 56% Alk.
10% KW)

RM

RM

Vordestillation	1 410 000	
Synthese einschl. Kompr.	4 030 000	7 000 000
Fertigdestillation	1 960 000	
	7 100 000	
Borsäurebehandlung	1 300 000	
Enddestillation	1 000 000	1 500 000

In der folgenden Aufstellung (Anhang 1) sind eine Reihe möglicher Fälle gegenübergestellt. Bei einem 70%igen Olefin mit einem Ausgangspreis von

RM 35,- / kg

(auf 100 Kg Olefine bezogen) gelangt man nach der Oxo-Synthese (Ruhrchemie-Fahrweise) zu einem Alkoholpreis von

RM 66,- / kg

(Spalte 1). Die Trennung des Alkohols vom Neutralteil erfolgt hierbei durch Destillation. Eine Borsäurebehandlung hätte vielleicht nur dann Anreiz, wenn man die Vordestillation sparen könnte, d.h., wenn das Olefin bereits in solchen Fraktionen vorliegt, wie sie für die Borsäurebehandlung erforderlich sind. Dies wäre bei der bisher geplanten Aufarbeitung der Synolprodukte der Fall, so dass sich dann wahrscheinlich ein etwas niedrigerer Gestehpreis für die Oxo-Alkohole ergeben würde (%/kg = RM 66,- Spalte 2).

Wenig erscheint der Weg, die bereits vorhandenen Alkohole mit durch die Oxo-Synthese zu fahren (Spalte 3), da dadurch eine unnötige Belastung des teuren Hochdruckraumes erfolgt. Es besteht zwar Aussicht, dass durch eine Umgestaltung der Synthese in eine kontinuierliche Fahrweise ein wesentlich grösserer Durchsatz erzielt werden kann (Versuche Dr. Gemassner), auch ist es möglich, dass durch die Verdünnung der Olefine mit den bereits vorhandenen Alkoholen eine bessere

wärmetechnische Beherrschung der Öfen sich ergibt, so dass evtl. eine spürbare Verbilligung der Synthesekosten eintreten kann. Immerhin erhält man - vorausgesetzt dass die bereits vorhandenen Alkohole vollständig erhalten bleiben - auf diesem Wege ein bereits hochprozentiges Alkoholgemisch (ca. 85-90%), das zu einem Preis von etwa

RM 45.90 % kg

einstehen würde und vielleicht dann einen preislichen Anreiz hätte, wenn man es ohne weitere Reinigung seinem Verwendungszweck zuführen könnte.

Die bisherige Reinigungsmethode über den Borsäureester scheint bei einem solch hochprozentigen Produkt sicher nicht angebracht, sie wurde aber zum Vergleich trotzdem überschlagen, wobei man zu einem Mischpreis (vorhandene Alkohole + neugebildete) von etwa

RM 55.- % kg

gelangen würde.

Demgegenüber würde sich bei vorheriger Abtrennung der bereits vorhandenen Alkohole mit den bei der Oxo-Synthese gebildeten (Spalten 0 u. 1) ein Mischpreis der Alkohole von etwa

RM 52.50 bzw. 51.- % kg

(Spalten 0 u. 2) ergeben, d.h. eine getrennte Aufarbeitung würde unter den obigen Voraussetzungen sich nicht teurer stellen. Insgesamt betrachtet sind aber die Unterschiede in den Gestehskosten je nach Fahrweise nur sehr gering.

Die errechneten Gestehpreise stellen mangels genügender Unterlagen nur überschlägige Schätzungen dar.

Anlage!

Ø Herrn Dir. Dr. v. Staden
" Dr. Giesen
" Dr. Herold
" Dr. Wenzel

Leuna Werke, den 18. April 1941

Olefine aus Synol-Verfahren.

Fr. 200-250

Fr. 250-300

Fr. 300-350

Fr. 350-400

zus. 56% Alkohole
34% Olefine
10% Neutralteile

Spalte 0

Borsäurebehandlung
Alkohols 200-400
½ kg = RM 41,30

Enddestillation
½ kg = RM 44,-

Borsäurebehandlung
½ kg Alk. = RM 63,90

Enddestillation
½ kg Alk. = RM 68,40

56 Tle. 34 Tle.
Mischpreis
½ kg = RM 52,50

½ kg = RM 23,37 + 6,40
(41% olefinic neutral, 59% water)

KW 34,80

Spalte 1

Olefina ca. 70%ig
½ kg = RM 35,-

Vordestillation
½ kg = RM 41,-

Oxo-Synthese
½ kg Alk. roh = RM 57,50

Enddestillation
½ kg Alk. = RM 66,-

Spalte 2

Alk. 1
Borsäurebehandlung

Oxo-Synthese
½ kg Alk. roh = RM 51,60

Borsäurebehandlung
½ kg Alk. = RM 58,-

Enddestillation
½ kg Alk. = RM 62,40

56 Tle. 34 Tle.
Mischpreis
½ kg = RM 51,-

Spalte 3

Oxo-Synthese mit Borsäurebehandlung
½ kg Alk. roh = RM 45,90 (11.04.1941)

Borsäurebehandlung
½ kg Alk. roh = RM 52,30

Enddestillation
½ kg Alk. rein = RM 55,-

000000506