

§ Herrn Dr. Herold
Organ.Abt.
AWP.

I.G. Ludwigshafen

Coloristische Abteilung

LK-Abteilung, La.

Kurz-Dr.B./Kts.d.

29.10.1942

S.-B./M/Val.

9. Dez. 1942

Ul.

Ihre Aktennotiz betreffend die Besprechung in Leuna am 27.10.1942 haben wir dankend erhalten.

Bei der Durchsicht derselben sind uns einige Ihnen unterlaufen kleine Irrtümer aufgefallen, auf die wir Sie an Hand unserer diesbezüglichen anliegenden Aktennotiz gern aufmerksam machen möchten.

Oxo-Alkohole

In Ihren Ausführungen über die Verzweigung der Oxo-Alkohole von Emrochemie und über den Vergleich mit dem bei Ihnen untersuchten Produkten wollen wir darauf hinweisen, daß wir bisher die Oxo-Alkohole der Emrochemie noch die von Ihnen eingesetzten Oxo-Alkohole zur Hand gehabt haben und nicht näher kennen. Zu dem letzten Produkt möchten wir hierbei daran erinnern, daß Herr Dr. Kellek entsprechende Auskunft einholen und uns davon Mitteilung machen wollte.

Über die Lage auf dem Gebiet der Oxo-Alkohole möchten wir Ihnen zur Klar- und Richtigstellung der hier herrschenden Verhältnisse folgende Übersicht geben:

<u>Verfahren</u>	<u>Olefine</u>	<u>Struktur des Olefins</u>
Isobutylacrylnitril	Gelböl	weitgehend verzweigt
Olefinpolymerisat	Polymerbenzin	sehr weitgehend verzweigt
Krackung von Fischer-Gatsch u. Kaganin II	Krackolefin	sehr wenig verzweigt
Krackung von Erdöl	Erdölelefin	weitgehend verzweigt, teilweise cyclisch
CO + H ₂	Primärelefin	wenig verzweigt

Infolge der Eigenart des Oxo-Prozesses findet während desselben ein weiterer Anstieg des Verzweigungsgrades statt, so daß selbst weitgehend geradkettige Olefine, wie z.B. ein Krackolefins Alkohol von höheren - u.a. α alkyverzweigten - Verzweigungsgrad liefern.

Da für die Ethylester nach den bisherigen Erfahrungen sinnig die einigermaßen geradkettigen Alkohole Bedeutung haben, sind die Produktionsmöglichkeiten derartiger Alkohole nachstehend zusammengestellt.

<u>Oxo-Alkohole aus:</u>	<u>Produktionslage Leuna</u>	<u>Sonstige Produktionslage</u>
Primärelefin	Z.Zt. nicht vorhanden	Im Laufe des Jahres 1943 von der Oxo-Anlage Helten zu erwarten.
Krackolefin	Z.Zt. nicht vorhanden	

In einzelnen gestatten wir uns, nach folgende Stellen Ihres Protokolls wie folgt zu berichtigen:

Nicht die Herstellung geeigneter Ozon-Alkohole macht der Naturchemie Schwierigkeiten, sondern die Beschaffung des dazu notwendigen Ausgangsmaterials. Bei der evtl. Erweiterung der Ozon-Anlage in Louisa würde nicht I.C.-Paraffin, sondern verkehrteigene Olefine zum Einsatz gelangen, oder Ertrag-Polymerbenzin. Die eine Kältefestigkeit von -10° aufweisenden Ester wurden aus dem bei der Isobutylölsynthese anfallenden Olefinen nach dem Ozon-Verfahren erhaltlichen Alkoholen gewonnen.

Mesamell

Ihre Ausführungen betr. Mesamell lassen die Bedeutung an, als ob die früher - unser Schreiben vom 16.5.1938 - bewährten Typen Mesamester Typ II und III erst jetzt in Wegfall gekommen wären, während dies schon auf Grund Ihres Prüfungsberichts vom 22.6.1938 geschehen ist. Seit dieser Zeit waren wir auf Grund der bei Ihnen gewonnenen Erkenntnisse bestrebt, eine an Disulfidester möglichst freie Ware zu liefern, was uns allerdings erst in Mesamell H gelang (s.unser Schreiben vom 2.I.1942).

Das bei der Veresterung verbleibende Neutralöl wird bei uns schon immer aus dem fertigen Ester ausgeblasen. Dies gelingt bei Mesamell I und wahrscheinlich auch bei Mesamell H bis auf 0,5 %, sobald die Anfahrtschwierigkeiten mit diesem neuen Produkt behoben sind.

Melastel und Amestel

In den Melastel- und Amestel-Produkten handelt es sich um Verköhleröl (roh) und nicht um Verköhleröl-Destillate. Der Einsatz von Mesulfel in Amestel wurde unsererseits aus dem Grunde nicht für nötig gehalten, weil eine wesentliche Verbesserung der Elastizität nicht heraussprang und die elastischen Eigenschaften von Igelit-Material für das Friedensgeschäft bei einer guten wirtschaftlichen Gummlage wahrscheinlich nicht interessieren. Es ist schon richtig, daß die Ausgabe des Weichmachers III (Amestel) damit mindfällig wird. Wir möchten Sie jedoch daran erinnern, daß dafür eine Komposition bei der Kautschuk abgesprochen wurde, und zwar mit einem Produkt, bestehend aus schwach abgetropptem Verköhleröl und Mesamell H etwa im Verhältnis 1 : 2.

Schleim

In unseren Schleimrezepten haben wir schon stets, wie u.a. auch die von Ihnen festgehaltene Schleim mit Aktivruß zeigt, das Verhältnis von Mesamell zu Verköhleröl etwa 1 : 2 bzw. 1 : 3 angesetzt. Wir haben die Versuche in dieser Richtung mit weniger als 50 % PCU und anderen Füllstoffen sowie mit Einsparung von Palatinal F durch Mesamell-Verköhleröl-Gemische mit Erfolg aufgenommen. Über die Ergebnisse werden wir Sie in einem gesonderten Schreiben unterrichten.

Damit Sie ebenfalls entsprechende Versuche ausführen können, haben wir Ihnen 10 kg Verköhleröl und 20 kg Mesamell H bereits zugestellt.

Die Viskositäten der von uns in der Besprechung vorgelegten Phthalsäureester haben folgende Hagler-Grade ergeben:

I.G. Ludwigshafen, Coler. Abt.

S.-E./Ed./Pal.

9.12.42

3

Alkoholkomponente	0°	20°	40°
C ₈ -Glykolalkohol	5,3	2,4	1,5
C ₉ -Glykolalkohol	7,3	2,8	1,3
C ₈ -C ₉ -Oxo-Alkohol	18,8	4,9	1,9
C ₁₀ -C ₁₁ -Oxo-Alkohol	20,8	5,3	2,3
C ₈ -C ₁₁ -Oxo-Alkohol	8,0	3,1	1,6

Die Oxo-Alkohole stammen aus Rohchemie-Krackolefinen.

Wir hoffen, Ihnen mit vorgenannten Ausführungen gedient zu haben und möchten Ihnen abschließend noch mitteilen, daß wir wunschgemäß zwei mittels Verkühleröl hergestellte 26er Fahrradventile an Sie zum Versand gegeben haben. Wir würden uns freuen, wenn Sie uns gelegentlich einen kurzen Befund über Ihre Fahrversuche zukommen lassen.

1 Anlage

Handwritten signature

Über die Berechnung des Themas "Oxo-Reaktion"
mit den Herren Dr. Schuster und Dr. Eilbracht in Ludwigshafen am 7. und 8.12.1942

Oxo-Synthese nach Fahrweise Ludwigshafen

Ich hat sich weiterhin mit der Durchführung der Oxo-Reaktion beschäftigt und prinzipiell an der Lies-Fahrweise festgehalten. Nachdem die Versuche mit Festkontakt allein nicht voll befriedigt hatten, wurde dazu übergegangen, außerdem noch Kobalt in Form von solchen organischen Salzen im Einspritzprodukt zu lösen.

Herstellung des Kontaktes

Kobaltozetat wird mit einem 10 - 15 %igen Überschuss der stöchiometrisch berechneten Menge Verleuffettsäure versetzt und in einem emaillierten Rührkessel auf 160° erhitzt. Es wird dann Vakuum angesetzt und die frei werdende Essigsäure abdestilliert. Sobald die gesamte Essigsäure im Vakuum abdestilliert ist, wird die Heizung abgestellt. Die Schmelze der organischen Kobaltsalze erstarrt zu einer rubinroten festen Masse, die sich leicht mechanisch zerkleinern läßt. Für diese Ansätze wird im Labor ein Rührkessel mit ca. 15 l verwendet. Es sollen jedoch auch bereits größere Ansätze mit über 100 kg durchgeführt worden sein. Löst man nun diese Kobaltsalze in Paraffinolefingemischen auf, so ist die Lösung nicht beständig. Es fällt ein Niederschlag aus, der nicht näher untersucht wurde. Löst man hingegen die Kobaltsalze in Alkoholen auf, soll es möglich sein, eine vollständig beständige 30 %ige Kobaltsalzlösung zu erhalten, obwohl meistens nur eine 5 %ige Lösung hergestellt wurde. Setzt man diese Kobaltsalzlösungen in Alkoholen den olefinischen Einspritzprodukten zu, so wirken die Alkohole als Stabilisatoren, und die Lösungen bleiben beständig und klar. Als Katalysator setzt man dem Einspritzprodukt sowie der stabilisierten Kobaltsalzlösung zu, daß die Kobaltkonzentration in der Lösung ca. 0,02 - 0,2 % beträgt = 0,2 - 2 % Kobaltsalz.

Durchführung der Oxo-Reaktion

Das kobalthaltige Olefin wird durch eine Einspritzpumpe über einen Vorheizer in den Ofen oben eingespritzt. Der derzeit in Betrieb befindliche Ofen besteht aus einem Hochdruckrohr 45 mm Ø (N-Material) ca. 3 m lang. Das Rohr ist mit 4,5 l Bimsstein gefüllt, der 1 % Kobalt enthält. Der Ofen wird auf 145 - 150°C Temperatur und auf 200 Atm. Gasdruck gehalten und ca. 6 m³ Gas/h umgewälzt (375 Normalliter pro Liter Olefinquerschnitt und Stunde). Als besonders wichtig für das Verfahren wurde hingestellt, daß der Gaskreislauf heiß gehalten werden müsse, ohne daß eine Erklärung dafür gegeben werden konnte. Bei der Apparatur wurden dafür alle Kreislaufleitungen mit Dampfmantelung versehen. Als Kreislaufförderer diente eine Pumpe mit "Ölplunger". Versuche, die unter sonst gleichen Bedingungen mit Gaskühlung und kalt laufender Umlaufpumpe gefahren wurden, brachten ganz unbefriedigende Ergebnisse. Die Belastung wurde in den Grenzen von 0,5 - 0,8 l Einspritzprodukt pro Liter Kontakt/Stunde gefahren, und darüber hinaus steigern lassen. Der Umsatz in der Oxo-Stufe liegt bei 80 % Umsatz anfänglich höher (Leuna: Anscheinend durch das ganz reichlicher vorhandene Carbonyl). In der Oxo-Stufe tritt nur eine ganz geringe Hydrierung auf. Etwa 10 - 15 % der umgesetzten Anteile stellen Alkohole dar. Der Kobaltgehalt des Reaktionsproduktes ist beim Verlassen des Ofens je nach der Fahrweise kleiner oder auch größer als der ursprüngliche Kobaltgehalt des Einspritzproduktes. Aus dem Gaskreislauf wird etwas Gas laufend entspannt. Im Entspannungs gas konnte bisher kein Kobalt nachgewiesen werden.

Durchführung der Entkobaltung

Zur Entkobaltung wird das aus der Oxo-Stufe kommende flüssige Reaktionsprodukt in einen Hochdruckofen gepreßt, der mit Bimsstein gefüllt ist. Der Ofen läuft bei 180° und 200 Atm. Wasserstoff. Die Belastung kann dabei annähernd doppelt so hoch gewählt werden wie bei der Oxidierung. In dieser Stufe werden weitere 10 - 15 % der Aldehyde zu Alkoholen hydriert. Das erhaltene Produkt enthält noch Spuren Kobalt gelöst.

Zum Vergleich sei angeführt, daß das in Leuna ausgearbeitete kontinuierliche Verfahren eine Belastung von 3 l Einspritzprodukt pro Liter Kontakt und Stunde zu 132% und einen Umsatz von fast 100 % bei Krockolefinen erzielt.

00000684

Durchführung der Hydrierung

Die Hydrierung erfolgt über B.B.E. Kontakt (Kupferchromit auf Kieselgel) bei 180° und 200 Atm. Wasserstoff. Die Belastung dieser Stufe ist ungefähr gleich der der Oxierungsstufe.

Weitere Ausbaupläne

Lu plant, diese Fahrweise in größerem Maße zu studieren. Der Umbau eines 30 l-Ofens ist im Gange und soll Anfang 1943 in Betrieb genommen werden. Weiters ist gedacht, einen 300 l-Ofen; der an anderer Stelle bisher eingesetzt war, im Frühjahr 1943 für Oxo-Studien einzusetzen. Lu will jetzt schon an die Oxo-Gesellschaft herantreten mit dem Vorschlag, die Anlage in Holten nach diesem Verfahren umzubauen. Als besonderer Vorteil wird der Wegfall der Filtration angesehen.

Ausgangsmaterialien

Als Ausgangsmaterialien dienten bisher in erster Linie Olefine aus der Michael-Synthese. Das Michaelprodukt wurde zur Befreiung von sauerstoffhaltigen Anteilen über Bleicherde bei höherer Temperatur geleitet und dann in 50°-Fraktionen zerlegt. Es wurden vorzugsweise die zwischen 50 und 200° siedenden Fraktionen eingesetzt. Der Olefingehalt dieser Fraktionen soll ca. 65 % betragen. Vom Michaelprodukt stehen etwa 2 tato zur Verfügung. Die Alkone im Bereich der Kettenlänge C7 - C10 sollen sich sehr gut als alkoholische Komponente in den Palatinolen eignen. Außer Michaelolefinen wurde mit gutem Erfolg Diisobutylen gefahren. Kleinversuche in Autoklaven wurden weiters mit sehr vielen anderen Produkten ausgeführt. Olefine, wie Pinen, Dipenten, Campher, Oktalin usw. gehen gut und ergaben zum Teil Riechstoffkomponenten. Diolefine, wie Butadien, Vinylacetylen und ähnliche ergaben schlechte Ausbeuten neben einer Vielzahl nicht näher untersuchter Körper. Dasselbe gilt auch für C-haltige Verbindungen, wie Arylsäure, Maleinsäure usw. sowie auch für deren Ester. Körper wie Allyl- und Vinylchlorid reagierten nicht.

Synthese von Ketonen und Dicköl

Ketone wurden nach der Oxo-Reaktion in Ludwigshafen bisher nicht hergestellt und auch nicht nachgewiesen. Nach Ansicht der Sachbearbeiter entstehen Ketone fast gar nicht und das Dicköl ist durch Aldehydkondensation (Aldolisierung) entstanden, ähnlich wie es J.v.Braun für den Butyraldehyd nachgewiesen habe. Bei Durchführung der Synthese nach der Fahrweise von Lu bilden sich 10 % und mehr Dicköl, berechnet auf Alkohol.

x) (Lit.: C. 34. II. 3920; Ber. dtsch. chem. Ges. 67(1934)1696-1712.)

Herrn Dir. Dr. Herold
 " Dr. Wenzel
 " Dr. Elbel/Dr. Mauthner
 " Dr. Berg/Dr. Meusel/Dr. Ballaus
 " Dr. Gemäßer

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N.117/42d

Leuna Werke, den 15.12.1942
Dr. Gem./Mu.

Vertraulich!

00000685

Aktennotiz

über eine Unterredung mit den Herren Dr. Roelen, Dr. Landgraf
und Dr. Büchner der Ruhrchemie A.G. über die Frage
der Primärolefine in Ludwigshafen am 6.u.7.12.42.

Auf die Frage, ob die Ruhrchemie A.G. jetzt nicht schon imstande wäre eine größere Menge Primärolefine an Leuna für Versuchszwecke zu überlassen, wurde mir geantwortet: Die Herstellung von Primärolefinen habe sich in Holten durch den Mangel an Eisen hinausgezögert. Auf meine Entgegnung, daß doch die Umstellung auf olefinische Fahrweise im Wesentlichen sich nur auf eine Änderung der Gaszusammensetzung beschränkt habe, wurde mir gesagt, daß dies allein nicht genüge. Zur Herstellung von Primärolefinen sind neue Öfen erforderlich, die für Mitteldruck gebaut sind. Ich erwiderte, daß doch ein Teil der Anlage in Holten als Mitteldruckanlage arbeite und daher für die Primärolefinsynthese direkt eingesetzt werden könne. Dr. Roelen sagte, daß die Öfen leider nicht für die erforderliche hohe Reaktionstemperatur geeignet sind, da der Dampfmantel nur für 18 Atm.-Dampf ausgelegt ist. Weiter sagte Dr. Roelen: Kennen Sie einen Eisenkontakt, der bei 180 - 200° vollen Umsatz erbringt? Ich verneinte diese Frage und sagte: Also, denken Sie doch daran, die Primärolefine über Eisenkontakt

und nicht über Kobaltkontakt herzustellen. Dr. Roelen antwortete, daß man Primärolefine auch über Kobaltkontakte herstellen könne, aber daß Eisen zweckmäßiger sei. Auch die Frage, ob das aus der Eisen-synthese stammende Produkt nicht nennenswerte Mengen sauerstoffhaltiger Verbindungen enthalte, wurde mir gesagt, daß man die Synthese entsprechend leiten könne und je nach Wunsch mehr oder weniger sauerstoffhaltige Verbindungen erhalten kann. Bei der von der Ruhrchemie in Holten vorgesehenen Fahrweise entsteht ein Produkt mit ca. 40-% oxierbaren Olefinen. Ungefähr 5 % berechnet auf Olefingehalt sind sauerstoffhaltige Verbindungen. Die Anlage soll Mitte 1943 fertig werden.

Auf die Frage, wieviel Olefine das über Kobalt erhaltene Primärolefin nach der derzeit in Holten laufenden Fahrweise enthalte, antwortete Dr. Büchner, daß der Gehalt an oxierbarem Olefin zwischen 14 und 16 % liege.

Dr. Landgraf teilte mit, daß er die Rohproduktdestillation der Oxo-Anlage mit Kobalt-Produkt anfahren will und gerne bereit ist, uns eine größere Menge eines vorgeschrittenen Produktes zu überlassen. Die Frage der Olefinversorgung ist für die Oxo-Anlage in Holten ein vorderhand noch ungelöstes Problem. Man denkt daran, die Anlage mit einem Gemisch aus Krackolefin und Kobalt-Primärolefin anzufahren.

Verteiler: Herrn Dir. Dr. Bütetisch

" Dir. Dr. v. Staden

" Dir. Dr. Herold

Hauptlaboratorium 2 x

v. Mummel

00000637

Aktennotiz

zur Besprechung in Ludwigshafen am 30.XI.1942 betreffend
Sulfurierung von Cxo-Alkoholen

Anwesend: Herr Dr. Hausmann } Ludwigshafen
" Dr. Bäukler (zeitweise) }
" Dr. Sneykal } Leuna
" Dr. Berg }

Allgemeine Reaktionen zur Sulfurierung

Einleitend wurde übereinstimmend festgestellt, daß Chlorsulfonsäure
die vorteilhaftesten zur Sulfurierung für primäre Alkohole verwendet
wird, da damit die Sulfurierung am eindeutigsten verläuft.

Es dürfte dazu aus. Maß bei großen Chlorsulfonsäureüberschuss doch
Nebenreaktionen auftreten können. Dies ist besonders bei stark ver-
zweigten Alkoholen (mit tertiärem C-Atom) der Fall. Es kommt dann zur
Bildung von Disulfidäuren. Für milde Sulfurierungen, z.B. für ungesätt-
igte Alkohole, wendet man auch Salze der Chlorsulfonsäure, z.B. das
Pyramid Salz an. Um das Sulfurierungsmittel alkessig zu erhalten, wird
einiger Pyramid zugesetzt. Die Kosten für Pyramid sind niedrig.

Es gab an, daß für sekundäre Alkohole die Sulfurierung mit Acetyl-
schwefelsäure durchführbar ist. Möglicherweise tritt dabei zuerst
C-C-Bindungsspaltung und Sulfurierung des entstandenen Olefins ein. Die
Reaktionsprodukte sind neben Schwefelsäureester auch Sulfosäuren.

Es dürfte aus, daß auch Ketone in ihrer Enolform mit Acetylschwefel-
säure reagieren. Die Acetylschwefelsäure stellt aber ein teures Sul-
furierungsmittel dar.

Es stellte die Frage, wie man am besten Gemische von Olefinen und
Alkoholen sulfurieren müßte.

Es wies darauf hin, daß in diesem Falle am besten die Olefine nach
dem Cxo-Verfahren in Alkohole übergeführt und dann die Alkohole
mit Chlorsulfonsäure zu sulfurieren wären. Ein zweiter Weg wäre die
Umwandlung der Alkohole in Olefine und Sulfurierung der Olefine mit
Chlorsulfonsäure. Im Hinblick auf die Synolalkohole dürfte die erste
Vorgehensweise vorzuziehen sein.

Abtrennung der Cxo-Alkohole im Gemisch mit Kohlenwasserstoffen

Es wurde die Ansicht, daß die direkte Sulfurierung des Alkohol-
kohlenwasserstoff-Gemisches gut durchführbar ist und nach Abscheidung
des Hauptanteiles der Kohlenwasserstoffe die Abtrennung des Restan-
teils durch Extraktion mit Benzol glatt verläuft.

Es ist jedoch der Ansicht, daß die Firma Henkel nur Interesse für
die primären Alkohole hätte, um geeignete Alkoholgemische herstellen
zu können und um sich die Möglichkeit offen zu halten, die Alkohole
auf anderen Wege, z.B. der Oxäthylierung, weiter zu verarbeiten.

Es ist der Meinung, daß auch in diesem Falle in Gegenwart der Koh-
lenwasserstoffe gearbeitet werden könnte und eine Abtrennung der
Kohlenwasserstoffe nach der Oxäthylierung durch Destillation und
anschließendes Weckern erfolgen kann.

Dabei ist es notwendig, um eine Abspaltung langer Ätherketten bei höheren Temperaturen zu vermeiden, vor der Abtrennung der Kohlenwasserstoffe nur eine Anhydrifizierung und die weitere Anlagerung von Äthylenoxyd nach der Abtrennung der Kohlenwasserstoffe durchzuführen.

Es stellte die Frage, ob nicht anstelle der in Kolten vorgesehener Arbeitsweise der Abtrennung der Alkohole durch Destillation, die Abtrennung der Alkohole über die Borsäureester erfolgen könnte.

Lu führte dazu aus, daß besonders bei alkoholarmen Gemischen die Abtrennung über die Borsäureester vorteilhaft erscheint. Zur Abtrennung der letzten Anteile an Kohlenwasserstoffen ist es notwendig, nach Abdestillieren der Hauptmenge der Kohlenwasserstoffe mit überhitztem Wasserdampf zu weckern. Dabei tritt eine geringfügige Verseifung der Ester ein. Die beim Weckern anfallenden alkoholhaltigen Öle werden wieder zur Borierung zugesetzt. Die Verseifung der Borsäureester erfolgt mit dem beim Eindicken der wässrigen Borsäurelösung erhaltenen Destillat mit nur 0,02 % Borsäure auf kontinuierlichem Wege. Auf diese Weise sollen die Borsäureverluste möglichst gering zu halten sein. Versuche in größerem Maßstabe konnten aber infolge Borsäuremangel nicht durchgeführt werden. Die so gewonnenen reinen Alkohole können ohne Destillation direkt sulfuriert werden. Als Material für die Borierung dienen emaillierte Behälter. Die Umgehung der Destillation erscheint Lu wertvoll, da die von Lu untersuchten verzweigten Alkohole aus Michaelolefin bei der Destillation zum Teil Wasser abspalten.

Es stellte hierzu fest, daß sich die Destillation von C₁₀ Alkoholen aus Krackolefin ohne merkliche Zersetzung durchführen ließe. Bei der Gewinnung reiner Alkohole auf destillativem Wege (vorgesehene Arbeitsweise in Kolten) fällt aber das Dicköl an, für das eine geeignete Verwendung noch gefunden werden müßte. Bei der direkten Sulfurierung würden die hochsiedenden Nebenprodukte (Dicköl) jedoch weitgehend mitsulfuriert werden. Dies stellt auch einen Vorteil der direkten Sulfurierung dar.

Lu meinte, daß eine gezielte Sulfurierung des Dicköles zur Herstellung von Textilfaserstoffen (für Viskose) für die I.G. von Interesse sein dürfte.

4) Arbeitsweise der direkten Sulfurierung der Alkohol-Kohlenwasserstoff-Gemische

Lu führte aus, daß nach der Sulfurierung (in eisernen oder auch verbleienden Behältern diskontinuierlich aber auch kontinuierlich) und Neutralisation die Abscheidung der Hauptmenge der Kohlenwasserstoffe (Vorabscheidung) durch Zusatz von 60 %igem Äthylalkohol ermöglicht wird. Das dabei anfallende Öl dürfte nach einer vielleicht noch notwendigen Destillation für motorische Zwecke direkt verwendbar sein. Die Alkoholsulfatlösungen enthalten etwa 15 - 20 % Fettalkohol und 20 % Äthylalkohol.

Das durch Extraktion mittels Benzol (Extraktionstemperatur ca. 50°) erhaltene Neutralöl enthält einen Anteil von Sulfurierungsprodukten, die von Dicköl stammen. Um eine klaglose Durchführung der Extraktion zu gewährleisten, ist es notwendig, das aus der Natronlauge entfernene Eisenhydroxyd vollständig zu Alkoholsulfatlösung auf und wird durch Zentrifugieren entfernt.

Lu führte aus, daß zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe anstelle Benzol Methanol verwendet wurde. Die hergestellten Lösungen

... Herstellung ...

... Technik ...

In ... das ... verantwortlich auf einen kleinen Gehalt an ... Säuerwerden zu vermeiden ...

... ca. 1 - 2 % be ...

... von 2 % als ...

Gefährdungsmaßnahmen für die Oxy-Synthese

... die Herstellung von Primärolefin bei der ... In ... für die Herstellung von ... nach dem Michael-Verfahren ...

... Besichtigung der kleintechnischen Extraktions ... Anlage für die ... (Durchsatz 50 ltr ... und die Verseifung der ... auch eine Besichtigung der ... Die vorgesehene ... Kesselwagen Ox-

Dr. ...
Dr. ...
Dr. ...
Dr. ...

Königsberg

Dr. Zern/Dr. Gerichte

e 127

Dr. e./Dr. Ger./Le. 17.12.1942

Oxo-Alkohole aus Neutralölen und Gelböl

Gesetzentsprüche vom 10.7.42 (Aktennote 65/42 vom 14.7.42) wurden in der Oxo-Versuchsanlage Louisa Nr. 458a größere Mengen dehydratisierter Neutralteile aus der Esteröl- und Carbonshurefabrik oxidiert.

Nachdem Ihnen bereits vor Monaten Proben der Alkohole zugehen und jedoch bis heute noch kein Abruf der Hauptmenge der Alkohole erfolgte, wurde zwischen den Herren Dr. Hanisch und Dr. Senzel vereinbart, daß diese Alkohole innerhalb der I.G. angeboten werden sollen. Wir erklären uns gern bereit, größere Proben an Sie abzugeben und bitten, uns in diesem Falle die entsprechenden Behälter nach Bau 458a, Meister Berlitz, zugehen zu lassen. Wir haben derzeit nachstehende Produkte bei uns liegen.

I. C7 - C12 Alkohole aus Gelböl (ca. 70 % Alkoholgehalt)
Siedebereich 150 - 260°C, $d = 0,837$, OH-Zahl = 244.

II. C9 - C14 Alkohole aus Neutralteil Carbonshurefabrik
Siedebereich 220 - 295°C, Alkoholgehalt = 55 - 60 %, $d = 0,871$, OH-Zahl = 183.

III. C7 - C11 Alkohole aus Neutralteil der Esterölfabrik
Siedebereich 160 - 220°C, $d = 0,843$, OH-Zahl = 236,
ca. 60 % Alkoholgehalt.

Dr. Hanisch

Dr. Gemäßner

Dr. Senzel

HAUPTLABORATORIUM

Versuchsgruppe We 219

Abschrift/Ge. 24.12.42.

Dr.Strb.5/74/16a/Dr.Hd/Dr.Zorn/Dr.Ha/El/Gr/2x32/T.

An das
Reichsamt für Wirtschaftsausbau
z.Hd.v.Herrn Dr.Kranepuhl

B e r l i n W 9.
Saarlandstr. 128

00000691

-Sa/El/Me 333a 18.12.42. R

Leuna-Esteröl II/Wehrmichtsauftrag-Nr. 4011-5592

Wir beziehen uns auf die Besprechung, die unser Herr Dir.Dr.v.Staden mit Ihnen wegen der Erweiterung unserer Oxo-Versuchsanlage hatte, und unterbreiten Ihnen nunmehr nachstehenden Antrag.
Für obengenannten Bauvorhaben besteht der Bedarf nach Alkoholen in der Kettenlänge C8-C12. An diese Alkohole werden ausserdem besondere Anforderungen in ~~ix~~ Bezug auf ihre Struktur gestellt, da diese den Stockpunkt des Esters wesentlich beeinflusst. Wir haben im Rahmen der bei uns durchgeführten Versuche zur Herstellung von Alkoholen aus Olefinen festgestellt, dass sich die durch Oxo-Reaktion erzeugten Alkohole für die Herstellung tiefstockender Öle besonders eignen, da während des Verfahrensvorgangs eine besonders günstige Anlagerung der OH-Gruppe eintritt. Auf der Suche nach brauchbaren Olefinen für die Oxo-Synthese haben wir unter anderem auch die im Ammoniakwerk Merseburg bei der Methanol- und Isobutylöl-Synthese anfallenden Neutralöle, die ebenfalls olefinischer Natur sind, untersucht und festgestellt, dass sich hieraus Alkohole für Esteröle herstellen lassen. Wir haben daraufhin bereits für das geplante Bauvorhaben Leuna-Esteröl III den Einsatz einer Oxo-Anlage für die Erzeugung der Oxo-Alkohole vorgesehen.

Im Einvernehmen mit der Ruhrchemie haben wir eine eigene Fahrweise für einen Fließprozess entwickelt, die eine erhebliche Mehrleistung aus dem Hochdruckraum herausholt. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, neben der Bedarfsdeckung die hiesige Fahrweise ~~entsprechend~~ auszubauen und im entsprechend grösseren Umfange weiterzuentwickeln. Wir können in unserer Versuchsanlage eine grössere Menge Alkohole herstellen, wenn in dem zur Anlage gehörigen Niederdruckteil einige Erweiterungen vorgenommen werden. Wir sehen hierin einige besondere Vorteile.

- 1) Wir sind in der Lage, die Grenzleistung des Hochdruckteiles zu ermitteln und können damit die entscheidenden Versuche für den Bau der Oxo-Anlage im Rahmen des Bauvorhabens Leuna-Esteröl III durchführen.
- 2) Wir sind nach dieser Erweiterung in der Lage, über 100 moto Alkohole für das Bauvorhaben Leuna-Esteröl II zu liefern und damit den Bedarf an Alkoholen sicherzustellen.
- 3) Wir betrachten es als grossen Vorteil, diese Versuche jetzt durchzuführen, um über die Erzeugung und Verarbeitung des neuen Produktes, vor Erstellung der Grossanlage, Erfahrungen zu sammeln.

~~Erforderlich~~ Erforderlich für die Errichtung der zusätzlichen Einrichtungen ist ein Bauvolumen in Höhe von RM. 40.000.- und Eisenkontingente in Höhe von 25 t Baueisen und 65 t Maschineneisen. Diese Kontingente sind im Unvorgesehenen obengenannten Bauvorhabens enthalten.

Heil Hitler
AMMONIAKWERK MERSEBURG, G.m.b.H.,
gez. Strombeck gez. v.Staden

C

00000692

[Faint, illegible text covering the upper and middle portions of the page, possibly representing a list or report entries.]

[Faint, illegible text covering the lower portion of the page, possibly representing a summary or footer section.]

Abschrift/ge. v.16.1.42.

D.Dr.Gie./Dr.Hd./Elb./Gr/2x32/T/16a.

00000694

An das
Reichsamt für Wirtschaftsausbau
z.Hd.v.Herrn Dr.Kranepuhl

B e r l i n W 9.
Saarlandstr. 128

Sa. 12.1.1943. a

Leuna-Esteröl II / Wehrmacht-Auftrags-Nr.4011-5592.

Wir beziehen uns auf die Besprechung, die unser Herr Dr. Sackmann mit
Ihren Herren Dr.Kranepuhl und Dipl.Ing. Obenaus am 11.1.1943 hatte und
sind Ihnen untenstehend aufgeführten Auftrag Nachtrag zu unserem
Bauvorhaben Esteröl II.

Da die Alkohole aus den Anlagen Heddebreck und Auschwitz für das oben-
genannte Bauvorhaben nicht rechtzeitig zur Verfügung stehen, soll ein
Teil der Alkohole durch Cmo-Reaktion erzeugt werden, um die Esteröl-
Fabrikation für den Winter 1943/44 sicherzustellen. Als Rohstoffe hierfür
werden hierfür die Cl. fine der Isobutylöl-Synthese Leuna verwendet.
Wir können in unserer Versuchsanlage etwa 100 moto Alkohole herstellen,
wenn in der zur Anlage gehörigen Niederdruckteil einige Erweiterungen
vorgenommen werden.

Die zusätzlichen Einrichtungen erfordern R: 40.000.- Bauvolumen und
ein Eisenkontingent in Höhe von 75 t Baueisen und 65 t Maschineneisen.
Diese Kontingente können aus dem Unvorhergesehenen obengenannten Bau-
vorhabens / antwo. gen werden, da jetzt schon zu übersehen ist, dass die
am 22.12.1942 haben die der Luftwaffenkommando III in Dahlen über die
deutsche Industrie-Verkehrsbehörde, so einstellte Mittelanzahlbe-
auftrag auf bewilligt. Ausführung unserer Cmo-Anlage Versuchsanlage
eingesetzt.

Die für die Ausführung der Anlagen vorgesehenen Mittel sind Ihnen zu gegebener Zeit
Mittelteilung machen.

Dr. Gie. Ritter

Dr. GIE. RITTER
Ges.n.beschr.Haftung
gez. v. Steden

179

00000675

Dr. H. H. ...	Dr.
Dr. ...	Dr.
Dr. ...	Dr.
Dr. ...	Dr.
...	...
...	...
...	...
...	...
...	...
...	...
...	...

Dr. ... 14. Januar 1945

... von ... Dr. ...

... Dr. Dr. ...

... die ...

... die ...

... die ...

Dr. ... (2)
Dr. ...
Dr. ...

Abschrift Ge. 4.2.1943.

I.G. Farbenindustrie AG.,
Coloristische Abteilung
Dr. Drap/...

Leverkusen, den 15.1.1943

Herrn Dir. Dr. Lüsslein, H6
Herrn Dr. Schwen Lu
Herrn Dr. Voos, Kalle
Herrn Dr. Hagge, 10
Herrn Dir. Dr. v. Staden, Me
Herrn Dr. Besemann, Bi

00000696

für die Sachbearbeiter der Ware

Prüfung neuer Produkte.
Textilhilfsmittel Le 2/83

Als Ergänzung zu den kürzlich angemeldeten Waschmitteln Oxosulfat I, II, III und H6 1/144 legen wir unter der Bezeichnung
Textilhilfsmittel Le 2/83

ein weiteres Waschmittel zur Prüfung vor, das ebenfalls auf der ~~Naix~~ Basis eines
Oxoalkoholgemisches aufgebaut ist.

Das Produkt ist eine weisse Paste ohne Stellmittel mit einem Gehalt von 35%
wirksamer Substanz. Es entspricht auf Grund seiner chemischen Zusammensetzung
weitgehend den Eigenschaften der Seife und kann diese in vielen Anwendungsgebieten
vorteilhaft ersetzen. Im einzelnen besitzt Le 2/83 folgende Eigenschaften:

Löslichkeit:

in heissem, weichem Wasser leicht und klar löslich. Die wässrigen Lösungen sind
schwach alkalisch und ergeben bei 5% wirksamer Substanz einen mit der Glas-
elektrode gemessenen pH-Wert von 9,2.

Härtebeständigkeit:

Die Härtebeständigkeit von Le 2/83 ist analog der Seife gering, doch sind seine
Ca-Salze leichter löslich als die Kalkseifen, so dass bei wiederholter Wäsche
ein weniger starkes Vergrauen des Waschgutes eintritt.

Säure- und Schwermetallsalzbeständigkeit.

ist bei Le 2/83 ebenso wenig vorhanden wie bei Seife.

Netzvermögen:

Die Netzwirkung von Le 2/83 ist verhältnismässig gering und stimmt in neutralen
Bädern mit der von Marseiller Seife praktisch überein. In kalten, alkalischen Bädern
ist sie besser. In heissen, alkalischen Flotten tritt nach einiger Zeit
eine Esterspaltung ein, wodurch die Netzwirkung zurückgeht.

Die Netzzahlen sind im einzelnen folgende:

	ohne Alkali		mit Alkali	
	kalt	heiss	kalt	heiss
Marseiller Seife	2,85	0,84	ca. 10	8
Le 2/83	2,83	0,8	3,5	ca. 4
Oxosulfat III	1,37	0,34	2	2,64
H6 1/144	0,9	0,22	0,85	0,9

Schaumvermögen:

Das Schaumvermögen von Le 2/83 ist in destilliertem und sodaenthärtetem Brunnen-
wasser ohne Waschgut ebenso gut wie bei Marseiller Seife, aber deutlich geringer
als bei Oxosulfat III und H6 1/144. Mit Waschgut fällt die Schaumwirkung stärker
ab als bei den Vergleichsprodukten. Im Brunnenwasser tritt analog der Seife erst
dann ein, wenn ein Überschuss über die zur Bildung des Calciumsalzes erforderliche
Menge vorhanden ist. Die Schaumzahlen sind folgende:

	<u>destilliertes Wasser</u>				<u>sodaenthärtetes Wasser</u>			
	ohne Material		mit Material		ohne Material		mit Material	
	35°C	75°C	35°C	75°C	35°C	75°C	35°C	75°C
3 g/l Mars.S.	100/80	100/80	90/80	90/75	90/80	90/75	90/85	80/60
3 g/l Le 2/83	100/90	100/80	75/60	70/60	90/75	90/80	65/45	60/45
2,5" Oxosulf.III	140/120	130/110	110/80	80/70	110/90	110/80	80/70	100/90
3 " HÖ 1/144	120/90	120/95	110/85	110/90	110/95	110/80	90/75	90/80

Waschvermögen:a) Baumwollwäsche, Mi-Strata (C.K.Vorschrift)

Le 2/83 wäscht nur in deutlich alkalischem Bereich, wobei das Optimum etwa beim pH-Wert von 10-11 liegt. - Die günstigsten Waschwerte erhält man in dest. Wasser bei einer Konzentration von etwa 3 g/l Le 2/83 und 1 g/l Soda. Unter diesen Bedingungen wäscht Le 2/83 besser als 3 g Mars. Seife 80%ig und 1 g/l Soda und auch etwas besser als 2,5 g/l Oxosulfat III. 3 g/l HÖ 1/144 stehen in der Waschwirkung deutlich zurück. Besonders vorteilhaft erscheint uns im Hinblick auf eine Schonung der Wäsche der weiche Griff der mit Le 2/83 behandelten Ware, der noch besser ist als bei Seife und ~~xxx~~ wesentlich besser als bei Oxosulfat III und HÖ 1/144.

Eine gute, aber etwas geringere Waschwirkung als in dest. Wasser besitzt Le 2/83 auch in sodaenthärtetem Brunnenwasser, worin es ebenfalls der Seife sowie Oxosulfat III und HÖ 1/144 hinsichtlich Wascheffekt und Warengriff überlegen ist.

b) Drei-Laugenwäsche

Beim Dreilaugenverfahren wäscht Le 2/83 in dest. Wasser deutlich besser als die entsprechende Menge Seife und auch etwas besser als HÖ 1/144 und Oxosulfat III. ~~xxx~~ In sodaenthärtetem Wasser ist der Wascheffekt etwas geringer und dem der Vergleichsprodukte etwa gleich.

c) Feinwäsche, Damentuch 168 Mi-Strata.

Auf Wolle zeigt Le 2/83 ohne Zuzugabe von Alkali keine Waschwirkung, während Oxosulfat III vorzüglich und HÖ 1/144 bzw. Seife noch gut waschen. Mit Alkali, z.B. Ammoniak, wäscht Le 2/83 bei einem pH-Wert von 10-11 dagegen ebenso gut wie Seife und Oxosulfat III und besser als HÖ 1/144.

In Brunnenwasser wäscht Le 2/83 mit und ohne Alkali ebenso wenig wie Seife.

d) Vollstückwäsche, 5% Weissölschmalze.

Auf weissölgeschmälzter Wolle besitzt Le 2/83 ebenso wenig Waschwirkung wie die entsprechende Menge Seife und steht damit hinter dem vorzüglich waschenden Oxosulfat III, aber auch hinter HÖ 1/144 zurück.

Stückseifen:

Nach unseren Testversuchen ist anzunehmen, dass sich Le 2/83 auch zu brauch~~xxxxx~~aren Stückseifen verformen lässt. Wir bitten Lu daher, auch in dieser Richtung Versuche anzustellen. 1 kg der salz- und wasserfreien Ware ist Lu für diese Versuche bereits zugesandt worden.

Seifenpulver:

Desgleichen bitten wir Lu um Feststellung, inwieweit Le 2/83 zur Herstellung von Seifenpulvern geeignet ist und stellen auch dafür ca. 1 kg der 100%igen reinen Ware zur Verfügung.

Zusammenfassung:

Le 2/83 ist eine 35%ige weiße Paste, die auf der Basis eines Oxoalkoholgemisches aufgebaut ist und in ihren Eigenschaften weitgehend der Seife entspricht. Das Produkt ist leicht löslich, besitzt wie Seife jedoch keine Härte-, Säure und Metallsalzbeständigkeit. Dafür zeigt Le 2/83 in alkalischem, weichem Wasser auf Baumwolle und Zellwolle eine vorzügliche Weisswaschwirkung, die der von Seife deutlich überlegen ist und auch die von Oxosulfat III bzw. HÖ 1/144 übertrifft.

Auf Wolle besitzt Le 2/83 nur in Verbindung mit Alkali, wie Ammoniak, Bicarbonat, Soda und Ähnlichen eine gute und ausreichende Waschwirkung.

Das Schaumvermögen von Le 2/83 ist ohne zusätzliches Alkali gleich der von Seife, mit Alkalizusatz besser.

Zusammensetzung und Gestehpreis geben wir auf dem üblichen Wege bekannt.

Substanzmuster senden wir an Kalle, Leuna und Bitterfeld. Die übrigen Stellen der Sachbearbeiter haben die entsprechenden Substanzmuster bereits mit unserem C.K.-Schreiben Le 8653 vom 21.12.1942 erhalten.

gez. Bayer gez. ???