

500000
-8 JUL 1944
I. G. Offenbach

H. Hagenböcker

An I. G. Farbenindustrie Akt. Ges., EK-Abtlg., Ludwigshafen Rh.

✓ Ammoniakwerk Merseburg G.n.b.H., Leuna-Werke (Kreis Merseburg)
Stickstoff-Abteilung,

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Zeichen
DIREKTION

Offenbach (Main)
1. Juli 1944.

Betreff

Palatinol aus Cycalkohol.

Mit der Anlage überreiche ich Ihnen einen Bericht über Untersuchungen »Palatinol aus Cycalkohol«, die unser Herr Dr. Petzold durchgeführt hat und die Ihr Interesse finden dürften.

Die Muster der einzelnen Fraktionen haben wir der EK-Abteilung Ludwigshafen am 29.6. bereits übersandt. Wir bitten Sie, die anwendungstechnische Prüfung recht bald durchzuführen, damit wir alsdann Leuna die Abnahmebedingungen bekanntgeben können.

Darüberhinaus interessiert es uns sehr, ob und inwieweit die Hauptfraktionen sich bei der Anwendung voneinander unterscheiden und welche Fraktion den Weichmacher mit den besten Eigenschaften ergibt.

gez. Hagenböcker

Palatinol aus Oxoalkohol.

Wir hatten Leuna gebeten, den in einem verhältnismässig grossen Bereich siedenden Oxo-Alkohol in 4 Fraktionen zu zerlegen, um festzustellen 1. wie sich die aus den einzelnen Fraktionen hergestellten Palatinole anwendungstechnisch verhalten und 2. aus welcher Fraktion das Palatinol mit den besten Eigenschaften zu erwarten ist.

Darüberhinaus interessierte uns zu erfahren, ob die am höchsten siedende Fraktion noch einen brauchbaren Weichmacher ergeben würde, da nach unseren bisherigen Beobachtungen bei der Verarbeitung dieser hochsiedenden Anteile die nicht veresterbaren Bestandteile durch die Wasserdampf- bzw. Vakuum-Wasserdampf-Destillation nur schwierig aus den Palatinolen zu entfernen sind.

Letzten Endes sollte die Untersuchung dazu dienen, für die Oxo-Alkohole verbindliche Abnahmebedingungen festzulegen.

Wir haben die uns vom Ammoniakwerk Merseburg, Stickstoff-Abteilung, mit Schreiben vom 9.5.44 übersandten Fraktionen von Oxo-Alkohol neben dem nicht fraktionierten Alkohol (Ausgangsprodukt) mit Phtalsäure-anhydrid unter Verwendung von Schwefelsäure (0,5% berechnet auf Phtalsäure-anhydrid) als Katalysator, die mit Alpha-Salz (1,3% berechnet auf Phtalsäure-anhydrid) gepuffert wurde, und Toluol als Wasserträger verestert, es wurde jeweils ein Ueberschuss von 10% Alkohol (berechnet auf OH-Gehalt) angewandt.

Die ~~anliegenden~~ ^{anliegenden} Tabellen informieren Sie über unsere Betriebsergebnisse.

Zusammenfassung :

In dem übersandten Oxo-Alkohol (Ausgangsprodukt) liegt ein hochprozentiger Alkohol vor, der sich ~~am besten~~ besser verarbeiten lässt als frühere Lieferungen.

Vorbehaltlich der Ergebnisse der anwendungstechnischen Prüfung scheint es uns auf Grund der bisherigen Versuche und im Hinblick auf die betriebstechnischen Belange (Veresterungsgeschwindigkeit, Entfernung der nicht veresterbaren Anteile aus dem Rohpalatinol, Ausbeute) zweckmässig, zukünftig sowohl die Alkohole der Fraktion 94-160° (anteilmässig 5%) als auch die der Fraktion 220-240° (anteilmässig 7,8%) aus den Lieferungen herauszulassen und dementsprechend enger abzuschneiden.

Eine derartige Begrenzung des Siedebereiches lässt u.E. ein gleichmässigeres Fertigprodukt erwarten, da

1. nur Alkohole der C₈ und C₉-Reihe verarbeitet werden und
2. weil die in diesen Alkoholen enthaltenen nicht veresterbaren Bestandteile sich mit den uns im Betrieb zur Verfügung stehenden Mitteln noch genügend leicht entfernen lassen.

Zur Prüfung der Richtigkeit unserer Ansicht haben wir aus einem Gemisch der Fraktionen II und III (Mischungsverhältnis 48,3 : 35,6, d.i. entsprechend der Prozentanteile) ein Palatinol hergestellt; die Ergebnisse sind ebenfalls in der Tabelle aufgenommen.

Im Zusammenhang mit diesen Arbeiten war es von Interesse festzustellen, wie hoch der Anteil an sekundären Alkoholen im Ausgangsmaterial ist.

Nach unseren Beobachtungen lässt sich in einem Gemisch aus primären und sekundären Alkoholen unter geeigneten Bedingungen nur der primäre Alkohol in den Phtalsäure-monoester überführen.

Wir haben nun den nicht fraktionierten Oxo-Alkohol (Ausgangsprodukt) in dieser Weise behandelt und die nicht veresterbaren Anteile in Höhe von 11,2 % ($s = 0,8481$; 6,89% OH-OH-Zahl von 227,3) abgetrennt.

Wenn man annimmt, dass die in dem nicht veresterbaren Anteil vorhandenen sekundären Alkohole die gleiche mittlere Kettenlänge besitzen wie die veresterbaren primären Alkohole, so ergibt sich, dass der nicht veresterbare Anteil des Oxo-Alkohols aus 56 % sekundären Alkoholen und 44 % Paraffinen besteht. Somit bestände das nicht fraktionierte Ausgangsmaterial aus rund 88,0 % primärem, 7 % sekundärem Alkohol und 5 % Paraffinen. Daraus ist der Schluss zu ziehen, dass der angewandte Ueberschuss von 10 % Alkohol, auf OH-Zahl berechnet, durchaus notwendig ist, denn bei dem gefundenen Gehalt von 7 % an sekundärem Alkohol wird tatsächlich nur mit einem Ueberschuss von 3 % an primärem Alkohol gearbeitet.

Der erhaltene Monoester wurde anschliessend wieder verseift, der anfallende Alkohol durch Wasserdampf-Destillation gereinigt und mit Phtalsäure-anhydrid zum Palatinol verestert. (Es wurde hier nur die theoretisch notwendige Menge Alkohol bezogen auf OH eingesetzt. % OH : 11,75 entsprechend einer OH-Z von 386,7 und einem scheinbaren Mol.Gew. von 144,8

Physikalische Eigenschaften des Esters :

spez. Gewicht :	0.9940
Neutralisationszahl :	0.028
Verseifungszahl :	278.5
Hydroxylzahl :	0
Viskosität :	119.7 c.p.

Aus der Verseifungszahl errechnet sich für das Palatinol ein Mol.Gew. von 415.4 und für den veresterbaren Anteil des Alkohols ein solches von 137.5, was einer mittleren Kettenlänge von $C_{8.5}$ entspricht.

Palatinol

Palatinol aus Glyceralkohol.

Glyceralkohol						Angaben über die Ester daraus										Ausbeute					
	% Anteil	Siedebereich	spez. Gew.	% OH	OH Zahl	Mol. Gew.	spez. Gew.	Flamm- punkt	Narkose- limit- anzahl	Verseifung- zahl	Vergl. η_{sp}	Viskosität	Mol. Gew.	Mol. Gew.	mittl. Kettenlänge d. Alk.	verestertbare Anteile d. Alkohols	% der eingestrichen Substanz	% der Theorie	% des eingestrichen Alkohols	% des Alkohols 100 %	
					x)	x)							x)	x)							x)
Glyceralkohol nicht frakt. (Ausgangsprod.)	100.0	160-240°	0.850	10.75	354	158.1	0.9964	215°C	0.056	272.5	0.7	116.2 c.p.	410.8	140.4	C _{8.74}	88.9 %	223.0 229.0	80.3	94.2 (88.9%ig)	100.7	
Fraktion I	5.0	94-160°	0.797	4.35	143	390.8	1.0255 1.0255	-	0.224	352.7		49.0 c.p.	317.6	93.8	C _{8.41}	86.0 %	148.6 148.6	69.6	18.6 (24.0%ig)	77.4	
Fraktion II	48.3	160-200°	0.851 0.851	12.17	404	139.7	0.9969	200°C	0.056	286.5		89.0 c.p.	390.9	190.4	C _{8.03}	99.4 %	237.8 237.8	90.1	114.6 (24.0%ig)	122.8	
Fraktion III	38.6	200-220°	0.860 0.860	11.11	366	153.0	0.9948	208°C	0.028	265.8		163.5 c.p.	421.8	145.4	C _{9.1}	98.0 %	250.0 250.0	87.7	110.1 (95.0%ig)	118.9	
Fraktion IV	7.8	220-240°	0.866	9.38	307	188.4	0.9898	-	0.084	246.9		201.7 c.p.	459.6	161.8	C _{10.3}	88.7 %	244.6	79.8	90.28 (88.7%ig)	101.8	
Gemisch der Fraktionen II und III im Verhältnis 48.3 : 38.6							0.9966	-	0.1	275.3 275.3		117.2 117.2 c.p.	406.8	198.4	C _{8.6}		244.6	89.0	113.1 (effektiv)		

x) Die OH-Zahl und das scheinbare Mol.Gew. sind aus % OH errechnet.

xx) errechnet aus der Verseifungszahl des Palatinols.

Warosachbearbeiterbesprechung
28. März 1944 Leuna.

00000802

(S.7) f) Oxo-Synolalkohol

Herold berichtet über die seit der letzten Warositzung erzielten Fortschritte des Oxo- und Synolverfahrens. Die Einführung des kontinuierlichen Verfahrens ermöglicht eine erhebliche Produktionssteigerung, und zwar können 4 Öfen bei paarweisem Betrieb auf eine Produktion von insgesamt 5 000 t gebracht werden. Bereits in der 1. Stufe werden 50 % des gebildeten Aldehyds zu Alkoholen reduziert. Der Anfall an Aldehyden ist also beschränkt. Leuna bittet daher, Anforderungen auf Aldehyde möglichst einzuschränken. Für Waschmittelherstellung geeignete Oxoalkohole können in Leuna wegen Mangel an Ausgangsmaterial z.Zt. nicht mehr hergestellt werden. Die z.Zt. fabrizierten niedermolekularen Alkohole werden in Offenbach auf Phtalsäureester für Weichmacherzwecke verarbeitet (Kapazität der Versuchsanlage 100 Moto). Der Ausbau der Holtener Anlage schreitet aus den bekannten Gründen nur langsam voran. Die Destillation ist - allerdings mit anderem Ausgangsmaterial - angefahren worden. Die Oxidierung dürfte Anfang der 2. Jahreshälfte, die Gesamtproduktion im 3.-4. Quartal in Betrieb kommen. Zunächst ist schon infolge Mangel an Ausgangsmaterial nur mit einem Anfall von 200 Moto zu rechnen. Das Rohmaterial enthält nur 30 % oxierbarer Olefine. Da die niedersiedenden Anteile relativ stark vertreten sind, muß mit einem beträchtlichen Anfall an für die Herstellung von Waschmittel ungeeigneten Alkoholen gerechnet werden. Die Fraktion C₆-C₉ kann für die Fabrikation von Weichmachern eingesetzt werden; der Zwischenlauf C₉-C₁₁ ist dagegen weder für Weichmacher noch für Waschmittel geeignet.

Ulrich schlägt die Verwendung der Sulfonate in der Lederindustrie vor. Leuna hat versucht, sie zusammen mit Dickölen zu sulfurieren. Die chemische Bearbeitung der unteren und mittleren Fraktion, insbesondere mit dem Ziel einer Kettenverlängerung, so z.B. der Verdoppelung der Alkohole nach Guerbet, erscheint wichtig. Setzt man den Anfall von C₁₂-C₁₈ = 100, so ergibt sich folgendes Bild. Bei dem Einsatz von

	Crackolefinen:	Syntheseolefinen:
C ₉ /10/11	44,5	35
C ₁₂ /13	48	41,4
C ₁₄ /15	22	30,8
C ₁₆ /17	20,3	23
C ₁₈	9,7	4,8

Die Patentlage erscheint auf dem Oxogebiet - soweit sie die Verwendung betrifft - nicht besonders günstig. Die Verwendung von Oxosäuren für die Herstellung von Seifen z.B. ist nicht geschützt. Es ist eine Sammelanmeldung in Vorbereitung, die vor ihrer Einreichung bei den Sachbearbeitern in Umlauf gesetzt werden wird.

Herrn
Dr. Falkenberg
Schkopau

Big Target
3043 - 30/4.02

Dr. Gem./Schr. 27. 10. 1944 *M*

Oxoalkohole aus Schwelbenzin

Es erscheint sehr wichtig festzustellen, inwieweit Alkohole, die durch Oxidierung von Schwelbenzinen erhalten werden, als Weichmachungskomponenten geeignet sind.

Sie erhalten zur Verarbeitung auf Weichmacher und nachfolgenden Ausprüfung Proben von je 1 ltr. nachstehender Alkohole. Ich bitte Sie die Versuche und Ausprüfungen möglichst umgehend in Angriff zu nehmen, da die Ergebnisse aus die Richtung für weitere Arbeiten auf diesem Gebiet anzeigen sollen.

1.) C₉-C₁₁ Oxoalkohol aus Schwelöl von Deuben 80-135° (Al.-Ballon 29)

d=0,840; OH.Z.=215; CO.Z.=0; V.Z.=6,6; S.Z.=1,3; I.Z.=12,7

Engler-Analyse:

186°	190°	200°	210°	220°	230°	240°	250°	260°	270°	280°
sabg.	4	26	51	69	78	83	88	91	93	95%

2.) C₁₀-C₁₂ Oxoalkohol aus Schwelöl von Deuben 135-185° (Al.-Ballon 31)

d=0,864; OH.Z.=301; CO.Z.=0; V.Z.=6,5; S.Z.=0,6; I.Z.=16,15

Engler-Analyse:

220°	230°	240°	250°	260°	270°	280°	290°	300°	303°
sabg.	30	62	79	87	90	93	95	96	98%

Bitte um baldige Bekanntgabe der Ergebnisse.

HAUPTLABORATORIUM
Abtl. Versuchslabor Nr 219

Handwritten signature

Dr. für die Hauptlabor

7970

Gross *W. H. H. H. H.* Hauptlabor (Versuche) 1053

I.G. Verdingen

Ox. v. III

JH

00000803

Dir.-Abt. 25.7.44
Kl./Na.

Stickstoff-Abt. 9. August 1944
S.-B./Hd/Be.

S.

Metallbedarf für chemische Prozesse.

Bei der Synthese der Oxonalkohole setzen wir gemahlene Fischersynthesekontakt ein. Dieser Kontakt gelangt in reduziertem Zustand zur Anwendung und enthält 20 - 30 % Kobalt in metallischer Form auf Kieselgur als Träger. Ferner enthält der Kontakt etwa 2 % Thoriumoxyd und etwa die gleiche Menge Magnesiumoxyd.

Der Katalysator dient zur Überführung von Olefinen in Aldehyde durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff und Reduktion der Aldehyde zu Alkoholen.

M
Co
Hy.
Al
EW.
Pa.
Pa.
Pa.
Ing.