

3516-10 ✓

Bad Sachsa

Büro Sparte I
Dr. He/Hd.

Vertraulich

Oppau, den 13. März 1939

3516

Bad Sachsa

(C) Ketones from Paraffin

are

S

sh

R

-

81

3516-10

Bad Sachsa

Büro Sparte I
Dr. He/Hd.

Vertraulich

Oppau, den 13. März 1939

Ketone aus Vorlauf - FettsäurenNach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Neber).Vorläufige Kalkulation.

Angenommene Produktion : 1 bis 7,5 tate Ketone

d. entspricht einer Verarbeitung von ca. 400 - 3 000 tate Vorlauffettsäuren

Die anliegende Kalkulation der Anlage - und Betriebskosten für die Ketonisierung von Vorlauf-Fettsäuren der Paraffinoxydation stützt sich auf Angaben von Herrn Dr. Neber, die in ca. 2 1/2 monatlichem fast ununterbrochenem Versuchsbetrieb in Op 300 gewonnen wurden. In einem Ketonisierer mit ca. 63 Liter Kontaktraum konnten dabei in 24 h ca. 100 kg Vorlauffettsäuren verarbeitet werden. Die Haltbarkeit des Kontaktes, der bisher noch nicht ausgewechselt werden mußte, konnte in der kurzen Versuchszeit noch nicht festgestellt werden. Die Kontaktkosten wurden deshalb noch nicht in die vorläufige Kalkulation eingesetzt. Die Ketonisierungskosten ohne Fettsäure - und ohne Kontaktkosten ergeben sich bei einer Produktion von 1 ; 2 bzw. 7,5 tate Ketonen zu RM 14,92 bzw. RM 10,65 bzw. RM 5,86 je 100 kg Ketone.

4 Anlagen.Verteiler:

Dir. Dr. Müller-Gunradi,
Dr. Goldberg, ✓
Dr. Wietzel,
Dr. Neber,
Dr. Hegelmann.

	Zur Kasspr.	Zur Ed.	Ges.
Dr. Ringer			
Dr. Schellmann			
Dr. Hofeditz			
Akt.: Paraffinoxydation / Bezeichnet mit 269a			
Erledigt:			

Hegelmann

Anlage 1.

Ketone aus Vorlauf - Fettsäuren

nach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Heber).

Gestehpreis ohne Vorlauf - Fettsäure und Kontakt.

Einsatz an Vorlauf-Fettsäure	1,35 Tato	2,7 Tato	6,7 Tato	10 Tato
Produktion Ketone	1 Tato	2 Tato	5 Tato	7,5 Tato
" "	300 Jato	600 Jato	1500 Jato	2250 Jato
Anlagekosten RM	70 000.-	110 000.-	200 000.-	265 000.-
Belegschaft ca.	4 Mann/Tag	5 Mann/Tag	6 Mann/Tag	7 Mann/Tag
Fabrikationsspesen RM/Jahr	43 700.-	61 800.-	96 800.-	124 000.-
NaOH und H_2SO_4	1 030.-	2 060.-	5 150.-	7 730.-
Gestehpreis RM/Jahr ohne Fettsäure u. Kontakt	44 730.-	63 860.-	101 950.-	131 730.-
d.i. je 1 kg Keton ohne Fettsäure und ohne Kontakt	14,92 Pfg.	10,65 Pfg.	6,80 Pfg.	5,86 Pfg.

A n l a g e 2 .

Ketone aus V o r l a u f - Fettsäuren

nach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Neber).

Produktion 2 250 Jato = 7,5 Tato Ketone

Gesamtkalkulation je 100 kg Ketone

RM/100 kg Ketone

Chemikalien

NaOH in 50%iger Lauge 2,2 kg à RM 9,50 % kg	0,21
H ₂ SO ₄ in Säure 66° B _é 2,73 kg à RM 4,90 % kg	0,14

Sa. der Chemikalien RM je 100 kg Ketone

0,35

Fabrikationsspesen

Gehälter und Löhne	0,99
--------------------	------

Energien :

Strom 7 kWh/h	0,04
---------------	------

Heizgase 350 000 kcal/h	0,67
-------------------------	------

Wasser 25 cbm/h	0,08
-----------------	------

Pressluft ca.	0,01
---------------	------

Reparaturen, Betriebsmaterial, Labor etc.	1,08
---	------

Allgem. Fabrikunkosten, Wohlfahrt etc., Feuerschutz, Steuern u. Versicherung	0,75
---	------

Amortisation, Verzinsung (Anlagekosten
RM 265 000.-)

1,89

Sa. Fabrikationsspesen

5,51

Gestehpreis RM je 100 kg Ketone ohne Fettsäure u. Kontakt

5,86

Anlage 3

Ketone aus Vorlauf - Fettsäuren

nach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Neber).

Produktion ca. 7,5 Tato Ketone (300 Betriebstage/Jahr).

Schätzung der Anlagekosten :

	ca. RM
1 Behälter für Vorlauf-Fettsäure 3 cbm Inhalt, V ₂ A	3 000.-
1 + 1 Pumpen für Fettsäure je 0,5-0,8 cbm/h, Hw=20m, V ₂ A	3 000.-
1 + 1 Motoren zu den Pumpen je 1,5 kW inst.	1 200.-
1 Verdampfer; Rohrsystem 30 qm mit Schaumabscheider, V ₂ A	8 000.-
1 Muffel mit Brenner für 300 cbm/h Kraftgas, Muffelraum 0,5 cbm	1 500.-
1 + 1 Frischluftgebläse je 450-500 cbm/h	1 200.-
1 + 1 Motoren zu den Frischluftgebläsen je 1,5 kW inst.	1 200.-
1 + 1 Wälzgasgebläse je 3500 cbm/h bei 400° C	4 000.-
1 + 1 Motoren zu den Wälzgasgebläsen je 7,5 kW inst.	2 400.-
100+10 Kontakt-Rohre 200 mm 1 Ø, 2m freie Rohrlänge, V ₂ A	30 000.-
2 Zusatzbrenner je 50 cbm/h Kraftgas	500.-
1 Mauerwerk der gesamten Feuerungsanlage mit Feuerzügen, Schlot und sämtlichen Zubehör	24 000.-
1 Wärmetauscher 15 qm Austauschfläche, V ₂ A	5 000.-
1 Badkühler 6 qm Kühlfläche, Rohre V ₂ A	2 500.-
1 Wasserbehälter Eisen	1 000.-
1 Abscheider 0,5mØ, 1,8 m hoch, V ₂ A	5 000.-
1 Behälter für Roh - Keton 5 cbm Inhalt, V ₂ A	2 800.-
1 + 1 Pumpen für Roh-Keton je 10 cbm/h, Hw=10m, V ₂ A	1 200.-
1 + 1 Motoren zu den Pumpen je 1,5 kW inst.	1 200.-
1 Behälter für Na OH 2,5 cbm Inhalt, Eisen	800.-
1 Pumpe für NaOH 10cbm/h, Hw=10m, Eisen	600.-
1 Motor zu Pumpe 1,5 kW inst.	6 000.-
1 Rührbehälter 5 cbm Inhalt V ₂ A, mit Antrieb, Motor 2 kW inst.	300.-
1 Stellgefäß für H ₂ SO ₄ 300 Liter Inhalt, Ton	4 000.-
1 Rührgefäß verbleit 2,5 cbm Inhalt mit Antrieb, Motor 1,5 kW inst.	1 800.-
1 Behälter für Keton 5 cbm Inhalt, Eisen	600.-
1 Pumpe für Keton 10 cbm/h, Hw=10m, Eisen	600.-
1 Motor für Pumpe 1,5 kW inst.	

Übertrag

113 400.-

Schätzung der Anlagekosten (Fortsetzung)

	Übertrag	113 400.-
Rohrleitungen		28 000.-
bautechn. Beihilfe, Anstrich		6 000.-
elektr. Installation		5 000.-
Meßinstrumente und Geräte		5 600.-
Unvorhergesehenes		16 000.-
	Apparatur Sa.	174 000.-
Gebäude 2 000 m ³ umbauten Raum		46 000.-
Unvorhergesehenes		5 000.-
	Gebäude Sa.	51 000.-

hierzu für allgem. Anlagen, geschätzt RM 40 000.-
somit betragen die Anlagekosten RM 265 000.-
=====

Durch Verwendung eines Kontaktofen mit 37 Rohren bei 6 m Höhe erniedrigen sich die gesamten Anlagekosten einschl. Gebäude und allgem. Anlagen um ca. 20 000.- RM . Falls es möglich ist, nur einen einzigen Ketonisierofen von 2m Durchmesser und 4 m Gesamthöhe zu verwenden, so lassen sich die gesamten Anlagekosten um ca. RM 40 000.- erniedrigen.

A n l a g e 4 .

Ketone aus V o r l a u f - Fettsäuren

nach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Neber).

Produktion ca. 1 Tonne Ketone (300 Betriebstage/Jahr).

Schätzung der Anlagekosten

ca RM .

1	Behälter für Vorlauf-Fettsäure 0,5 cbm Inhalt, V ₂ A	800.-
1+1	Pumpen für Fettsäure je 70 Liter/h, H _w =20m, V ₂ A	1 400.-
1+1	Motoren zu den Pumpen je 0,5 kWinst.	900
1	Verdampfer; Rohrsystem 5 qm mit Schaumabscheider, V ₂ A	3 000.-
1	Muffel mit Brenner für 80 cbm/h Kraftgas	800.-
15	Kontakt-Rohre 200 mm $\varnothing$, 2m freie Länge V ₂ A	4 200.-
1	Mauerwerk der gesamten Feuerungsanlage mit Feuerzügen, Schlot etc.	4 000.-
1	Badkühler 3 qm Kühlfläche, Rohre V ₂ A, Wasserbehälter, Eisen	1 400.-
1	Abscheider 0,2 m $\varnothing$, 0,6 m hoch, V ₂ A	300.-
1	Behälter für Roh-Keton 0,8 cbm Inhalt, V ₂ A	1 200.-
1+1	Pumpen für Roh-Keton je 1 cbm/h, H _w =10m, V ₂ A	2 000.-
1+1	Motoren zu den Pumpen je 1,5 kWinst.	1 200.-
1	Rührbehälter 0,8 cbm Inhalt, V ₂ A, mit Antrieb, Motor 1,5 kWinst.	2 300.-
1	Rührbehälter 0,8 cbm Inhalt verbleit mit Antrieb, Motor 1,5 kWinst.	2 000.-
1	Behälter für Keton 1 cbm Inhalt, Eisen	400.-
	Rohrleitungen	7 100.-
	bautechn. Beihilfe, Anstrich	1 500.-
	elektr. Installation	1 000.-
	Meßinstrumente und Geräte	2 500.-
	Unvorhergesehenes	4 000.-
	Apparatur Sa	42 000.-
	Gebäude 700m ³ umbauten Raum	16 000.-
	Unvorhergesehenes	2 000.-
	Gebäude Sa	18 000.-

hierzu für Anfahrkosten usw. RM 10 000.-

somit betragen die Anlagekosten RM 70 000.-

=====

3516-11

Bad Sachsa

Anlage 3)

zu unserem Schreiben an Chemnyco vom 25.1.38 betr.
Paraffinoxydation / Netzmittel aus Vorlauffettsäuren.

Herstellungsvorschrift für Lu 369 a.

1.) Rohstoff.

Als Rohstoff für Lu 369a dienen Vorlauffettsäuren der Paraffinoxydation mit der Kettenlänge C_7-C_9 . Sie werden durch Fraktionierung des aus der Rohsäure nach Wecker abdestillierten Fettsäurevorlaufs (Säuren C_5-C_{11}) in etwa 40%iger Ausbeute gewonnen. Qualität: Erforderlich ist weitgehende Reinheit der Säuren, d.h. niedrige Esterzahl (möglichst unter 5) und wenig Unverseifbares (möglichst <1%). Die technische Gewinnung solcher Säuren geschieht zweckmäßig durch Verseifen des Oxydationsproduktes unter Druck (Harder-Beck-Verfahren). Die folgende Tabelle enthält die wichtigsten Daten der zur Herstellung von Lu 369 a verwendeten Vorlauffettsäuren:

Paraffinfettsäuren $C_7 - C_9$.

M.G.:	ca. 140 - 150
Kp. 760:	" 225 - 255° C
Kp. 0.2:	" 60 - 90° C
S.Z.u.V.Z.:	" 380 - 395
Spez. Gew. (d_4^{20}):	0,905 - 0,915

2.) Ketonisierung.

100 Teile Vorlauffettsäure der Paraffinoxydation mit der Säurezahl 380-400 werden im V_2A -Autoklaven nach Zusatz von 5 Teilen Eisenpulver unter Rühren erhitzt. Bei ca. 260° setzt die Reaktion unter Druckenstieg ein. Bei 10 Atm. wird auf 5 Atm. entspannt, wobei CO_2 und Wasserdampf entweichen. Etwas mitgerissene Fettsäure wird in einem Abstreifer kondensiert. Die Temperatur wird langsam auf 300° erhöht und das Entspannen in gleicher Weise fortgesetzt. Nach ca. 24 Stunden ist die Ketonisierung beendet. Das Produkt

$$\begin{array}{l} \text{fett. p.} = 10130 / 2 \text{ kg} \\ + 15\% = \frac{15195}{116,50} \end{array} \quad \begin{array}{l} \text{---} \\ + 10\% = \frac{122,50}{139,80} \end{array}$$

wird abgezogen und nach dem Absitzen des Katalysators über Tonsil abgenutscht. Die Rückstände werden in Benzin gelöst und filtriert, worauf das Benzin abdestilliert wird. Ausbeute: 77% Ketone.

3.) Hydrierung.

Die Ketone gemäß 2) werden mit 2% Katalysator (Kupfer z.B. Ph 86 oder HK 31) bei 200°C und 200 Atm. H_2 -Druck in ca. 2 Stunden zu den Alkoholen hydriert. Die Abtrennung der Alkohole vom Kontakt wird auf dem Saugfilter vorgenommen. Ausbeute: 96%.

4.) Sulfonierung.

100 Teile Alkohol gemäß 3) werden in etwa dem gleichen Volumen Benzin gelöst und bei 20°C mit der auf die OH-Zahl berechneten Menge Chlorsulfonsäure + 5% Überschuß, die mit dem gleichen Volumen Äthyläther bei $+10^{\circ}$ vermischt wurde, in einer kontinuierlich arbeitenden Apparatur sulfoniert und mit 10%iger NaOH neutralisiert. Nach Zugabe von 3% tertiärem Natriumphosphat (auf Trockensubstanz berechnet) werden unter Rühren Äther, Benzin und Wasser abdestilliert, bis eine, ca. 25% Wasser enthaltende Paste zurückbleibt. Ausbeute: ca. 185%. Das abdestillierte Benzinäthergemisch wird in einer Rektifizierkolonne getrennt und wieder verwendet.

$$\begin{array}{r} \text{für 100 Teile} \\ 101,30 / 2 \text{ kg} \\ + 15\% = \frac{15,80}{116,50} \end{array} \quad \begin{array}{r} 116,50 \\ + 10\% = \frac{11,65}{128,15} \end{array}$$

3516-13

28. November 1942.

Anlage 4)

Nu unserem Schreiben an Chemnyco vom 25.1.38
betr. Paraffinoxydation / Netzmittel aus Vorlauffettsäuren.

Untersuchungsergebnis der
Coloristischen Abteilung über Netzmittel 369 a.

Netzmittel Lu 369 a ist eine gelbliche, glasige Paste, welche schwach lackmusalkalisch reagiert. Das Produkt ist in Wasser ziemlich schwer löslich. Um es in Lösung zu bringen verfährt man am besten so, daß man es mit heißem Wasser übergießt und so lange aufkocht, bis es vollkommen in Lösung gegangen ist. 5%ige Lösungen sind in der Hitze klar, kalt zeigen sie eine schwache Trübung.

Infolge der schweren Löslichkeit des Calciumsalzes sind Gebrauchslösungen in hartem Wasser trüb, jedoch tritt beim Erhitzen Klärung ein. Die Säurebeständigkeit ist wie bei allen Alkoholsulfonaten begrenzt.

Netzwirkung:

Beim Netzen von Rohbaumwolle entsprechen einer mittleren Netzzeit von 120 Sekunden folgende Konzentrationen (g/Ltr.):

	neutral		+ 15 cem NaOH 40°	
	kalt	bei 70°C	kalt	bei 70°C
Lu 369a	0,35	0,15	0,35	0,2
Nekal BX extra	0,9	0,65	0,75	0,7

Netzmittel Lu 365a dürfte in USA insbesondere zur Bekämpfung von Deceresol OT der American Cyanamid Corporation Interesse bieten, welchem gegenüber es den Vorzug aufweist, daß es in Gegenwart von Alkali seine Netzwirkung nicht einbüßt.

Des weiteren kommt Lu 369a auch gegen die Texitole bzw. Tergitole der Carbide and Carbon Chemical Corp., welche bekanntlich ebenfalls Alkoholsulfonate darstellen, in Frage.

3514-13
R. Sche

Dr. Sche/GB
28. November 1942.

Anlage 5)

zu unserem Schreiben an Chemnyco vom 25.I.38 betr.
Paraffinoxydation / Netzmittel aus Vorlauffettsäuren.

Zusammensetzung des Netzmittels Lu 369a:

Trockengehalt	75%
Wirksame Substanz	ca. 60%
Tert. Na-Phosphat	2%
NaCl, Na ₂ SO ₄	) ca. 13%
Unsulfon. Alkoholbestand- teile	
H ₂ O	25%

5.00

0.8

1.68

0.00

1.7

1.0

3516-13
Rud. Sachs

Mon. 28. November 1942.
Dr. Sche/GB

3516-12

Bad. Sachs

K

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
KALKULATION Ammoniaklaboratorium: Oppau.

den 27. November 1937.

Paraffinketone.

	% v.d. Ausbeute	Preis für 100 kg x cbm RM	Wert für 100 kg Ausbeute RM
Fettsäure	130,00 %	25.- ^{*)}	32,50
Eisengulver	6,50 %	6,46	0,42
Kieselgur Nr. 761 gem.	0,13 %	41,15	0,05
Benzin (Verlust)	2,00 %	30,72	0,61
			33,58
Spesen % kg Ausbeute			12,60
			46,18

Hydrierung der Paraffinketone zu Alkoholen.

Paraffinketone	104,00 %	46,18	48,03
Kupferkarbonat P-H 86	2,4 %	198.-	4,75
Wasserstoffgas	12,5 %	4,19 / cbm	0,52
			53,30
Spesen % kg Ausbeute			14.-
			67,30

Heizmittel Lu 369a (Sulfonierung).

Alkohole	55,0 %	67,30	37,01
Chlorsulfonsäure	25,8 %	6,42	1,66
Benzin (Verlust)	0,4 %	30,72	0,12
Äther techn. (Verlust)	4,3 %	89,05	3,83
Natronlauge 50 %	26,7 %	4,76	1,27
Natriumphosphat tert.	2,25 %	22,20	0,50
			44,39
Spesen % kg Ausbeute			21,50
			65,89
100 kg Lu 369a (75 % Trockengehalt)			65,89

*), eingesetzt mit dem Paraffinpreis
* RM 20.-/100 kg + RM 5.- Destillationsspesen.

* Die roten Zahlen beziehen sich auf die Kalkulation der Alkohole für f. A. W. vgl. Sachverh. Chem. 25. 4. 38

$$\begin{aligned} & \text{fakt. Preis } 101,30 / \% \text{ kg} \\ & + 15\% = 116,50 \\ & + 20\% = 139,80 \end{aligned}$$

Aus 100 Th. Alkohol erhält man 185 Th. Alkoh. 100

3516-13
Rat Sachsa

Mon. 28. November 1942.
Dr. Sche/GB
H. Aul. / Halm.

Patentabteilung Lu

Abschrift.

22.11.1937 Sch/W.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Netzmittel Lu 369A. Ammoniaklaboratorium Oppau

Besprechung am 20. November 1937.

Anwesend die Herren:

Assessor Duden
Dr. Ulrich
Dr. v. Reibnitz

Dr. Luther
Dr. Haufmann (zeitweise)
Dr. Schönberg.

Die Prüfung des Vertrags I.G./Henkel-Imhausen ergab, daß gemäß dem brieflichen Abkommen vom 27.5.37 auch die bei Henkel und MSI anfallenden Nebenprodukte zu 50 % der I.G. angeboten werden müssen. Es fallen z.Zt. in Witten schätzungsweise etwa 1500 t Vorlauffettsäuren an, wovon etwa 750 t 7 bis 9 Kohlenstoffatome im Molekül enthalten. Danach stehen der I.G. z.Zt. 375 t Ausgangsstoffe für Lu 369A aus der Wittener Anlage zur Verfügung. Sobald die Henkel Anlage in Betrieb genommen wird und die Wittener Anlage auf 40 000 t vergrößert ist, verdoppelt bzw. verdreifacht sich die genannte Menge. Dazu kommt noch die Menge Vorlauffettsäuren, die in Oppau anfallen, sobald dort die Großfabrikation läuft. Aus der jetzt schon bestehenden Oppauer Versuchsanlage können außerdem z.Zt. schon etwa 15 Jato geliefert werden.

Ob Henkel im Ernstfalle durch unser DRP. 589 946 von der Herstellung der sekundären Alkohole aus den Vorlauffettsäuren auf einem Umgehungswege abgehalten werden kann, erscheint fraglich. Dagegen würde die Verwendung der aus den sekundären Alkoholen erhältlichen Sulfonate unsere in Deutschland allerdings noch nicht ausgelegten Schutzrechte O.Z. 5527 und O.Z. 9269 berühren.

Es sei noch bemerkt, daß die Herstellung von sekundären Alkoholen, wie sie im Lu 369 A vorhanden sind, auf der Hand liegt und von Schrauth auch beispielsweise bereits in Betracht gezogen worden ist (vgl. Niederschrift der Fettal-Sitzung vom 13.6.31 und DRP. 438 061, Seite 2, Zeile 56). Sofern die I.G. Lu 369 A nicht bringen sollte, würde die Möglichkeit bestehen, daß andere Interessenten, die die Vorlauffettsäuren in der Hand haben, diesen Weg beschreiten. Vielleicht ist sogar im AROSIN von Böhme ein Produkt dieser Art schon auf dem Markt, da sich darin Alkohole finden lassen, die keine einfachen Fettalkohole zu sein scheinen.

Wie die Lage in USA ist, wird noch geprüft.

gez. Schönberg

D.: Rechtsabteilung,
Ammoniaklabor.
Hauptlabor.
L.K.-Abteilung.