

AMMONIAKWERK MERSEBURG

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

00000652

Me 26/Dr.Hä. 17.9.42 2

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen

Die "Ruhrbenzin" stellt ab April 1943 unter Gewähr gleichbleibender Anlieferung - wegen beschränkter Rohstoff-Tankraumes am Verarbeitungsort - 6 000 tato einer Kogasin I-Fraktion von C₇-C₁₀ mit mindestens 35 % Olefinen zur Verfügung.

Diese Menge wird im Gegensatz zum umständlicherer arbeitenden Martin-Vorhaben in Leuna ungeteilt oxidiert und hydriert.

Der Rohanfall gelangt nach Schkopau und wird dort als Ganzes mittels Dampfüberführungsprozesses (dem sogenannten Azeotrop-Verfahren) verestert, wobei anstelle des üblichen Benzol-Tyrol-Gemisches zum Wasserabtreiben des Heptan-Dekan-Gemisch den gleichen Dienst tut.

Dieses abgetrennte Gemisch (etwa 4 000 tato) wandert zweckmäßig nach Leuna zurück und wird gleich an Ort und Stelle im Treibstoffsektor eingesetzt, könnte aber auch in der an sich zwischen Holten und Leuna verkehrenden Kesselwagen zurückgeliefert werden. Die Palatinole werden ab Schkopau abgefertigt.

Dieser Plan verlangt folgende Vorbereitungen, mit deren Durchführung unverzüglich begonnen werden müßte.

A) In Leuna

1. Errichtung eines Baues von 120 qm für die Vergrößerung der Filterstation und der Preßpumpenanlage.
2. Beschaffung von 4 Filtern und Aufstellung von 2 vorhandenen Einspritzpumpen und einiger Behälter.
3. Verbesserung der Entspannungsgaskühlung.
4. Schaffung einer Verladeeinrichtung.

Erforderlich: etwa 60 t Maschinen- und 20 t Baueisen.

Kostenaufwand: etwa RM 150 000,-.

B) In Schkopau

Bau vorhanden, nötig nur Herrichtung und Aufstellung von Veresterungskesseln, die aus einem anderen Vorhaben infolge Vereinfachung der Arbeitsweise verfügbar sind. Fertigung und Verladung kann in vorhandenen Einrichtungen vorgenommen werden. Kostenaufwand bleibt unter RM 100 000,-. Eisenkontingent braucht nicht beantragt zu werden.

Die Durchführung dieses Planes dürfte sich deswegen empfehlen, weil zur Erzeugung der Alkohole in der Oxo-Anlage Holten eine Erweiterung des 3-er Vertrages über das Baschmittel-Gebiet hinaus nötig werden würde. Abgesehen davon, daß noch zweifelhaft ist, ob der dritte Partner überhaupt seine Einwilligung zu einem solchen Vorhaben geben wird, steht zu befürchten, daß er einen entsprechenden Anteil dieser Erzeugung zur Weiterverarbeitung für eigene Produkte fordern wird, weil er auf gleichem Gebiet Interessen hat. Unter diesen Gesichtspunkten sind wir bereit, die Versuchsanlage für eine gewisse Zeit dafür zur Verfügung zu stellen, müßten allerdings so lange auf Versuche auf diesem Gebiet verzichten.

AMMONIAKWERK MERSEBURG

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

00000653

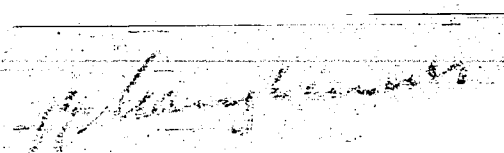
№ 26/Dr.Hd. 17.9.42

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen

Schkopau würde sich an dem Vorhaben beteiligen. Zur Durchführung in der erforderlichen kurzen Zeit bedürfen wir Ihrer nachdrücklichen Unterstützung, besonders bei den amtlichen Stellen.

Bevor der Anregung des Herrn Dr. Ambros entsprochen wird, die Angelegenheit zwischen ihm und den Herren Dr. Bütefisch und Prof. Martin bei der Oxo-Sitzung am 1. Oktober zu behandeln, sollte zweckmäßig innerhalb der I.G. eine Aussprache vorausgehen.

Herr Dr. Bütefisch beabsichtigt, in Begleitung des Rechtsunterzeichneten an der Oxo-Sitzung teilzunehmen.



B. Herr Dr. Moll, Schkopau

Herrn Dr. Bütefisch
" Dr. v. Staden
" R.W.P.
" Dr. Sackmann
Hauptlabor

Eingangsnummer 02205 ✓
 29.9.1942 02205 ✓

I. G. Ludwigshafen
 Ammoniaklaboratorium Oppau

H. Hebold

An

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
 z.Hd.Herrn Dr. W e n t z e l
 Leuna-Werke (Krs. Merseburg)

| | | | |
|--------------|--------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Ihre Zeichen | Ihre Nachricht vom | Unsere Zeichen Dr. v. Cz/OB | Tag 28. Sep. 1942 |
|--------------|--------------------|--------------------------------|-----------------------------|

Betreff Früfung Ihrer Produkte C₁₈ Oxoalkohol und der Probe 172 B
Me 776

Wir haben die Wasseraufnahmefähigkeit, einen der wesentlichsten Faktoren bei der Herstellung von Salben, geprüft und erhielten folgende Konstanten:

| Vaseline | Anteile an Substanzen | | Wasseraufnahme | Haltbarkeit |
|----------|-----------------------|-------|----------------|----------------------|
| | C ₁₈ | 172 B | | |
| 5 | 5 | - | 20 g | |
| 5 | 4 | 1 | 22,1 g | scheidet 0,9 ccn aus |
| 5 | 3 | 2 | 15 g | " 1 " " |
| 5 | 2 | 3 | 14,1 g | " 3 " " |
| 5 | 1 | 4 | 3,8 g | " 1 " " |
| 5 | - | 5 | 1,9 g | schlecht haltbar. |

Die Resultate, die dieser Tabelle zu entnehmen sind, zeigen, daß der C₁₈-Alkohol in der Lage ist, die Wasseraufnahme von Vaseline ganz wesentlich zu steigern. Ein weiterer Zusatz von der Probe 172 B verschlechtert die Eigenschaften.

Ammoniak-Laboratorium Op.

W. 27

g

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N. 92/42 c

Leuna Werke, den 8.10.42
Dr. Gem./Die./Ei.

Aktennotiz

Herstellung von Methyladipol in Me 458a

(Hydrierung von Methyladipinsäuredimethylester zu Methyladipol)

In Me 458a soll - zunächst einmalig im Großeinsatz von etwa 20 t - Methyladipinsäuredimethylester, der in der Organischen Abteilung (Dr. Jagmann) hergestellt wird, zu Methyladipol hydriert werden.

Halbtechnische Erfahrungen liegen an kleinen Methyladipolöfen im Technikum in Me 225 vor. (Dr. Diernichs)

Bedingungen

Der Ester wird mit ca 5 % Bariumkupferchromitkontakt versetzt und die Maische bei 250°C mit Wasserstoff behandelt. Das bei der Hydrierung freiwerdende Methanol wird aus dem Gaskreislauf abgeschieden. Die Hydrierung wird voraussichtlich 6-7 Stunden erfordern. Die durch den Ofen stündlich durchzuleitende Gasmenge beträgt nach den Erfahrungen von Me 225 ungerechnet ca 65 m³/h. Das aus dem Ofen austretende Gas soll durch Abkühlung auf ca 130 - 150° gehalten werden und das sich bei dieser Temperatur abscheidende Produkt in den Hydrierofen rückgeleitet werden. Durch diesen geringen Rücklauf soll verhindert werden, daß mit dem Gas zuviel nicht hydrierter Ester mitgenommen wird. (Kp10 = 100 - 140°). Die Beendigung der Hydrierung zeigt sich durch das Ausbleiben des Methanolanfalles an. Eine filtrierte Probe aus dem Ofen soll vollständig klar mit Wasser mischbar sein.

Die fertig hydrierte Maische wird filtriert. Der Kontakt kann nach Anzeigen mit frischem Ester wieder eingesetzt werden.

Vorgesehene Arbeitsweise

Der Ester wird in einem 20 m³ Tank in Me 458a eingelagert. Die Annahmung des Esters erfolgt im Annahmehälter III. Die Maische wird von Annahmehälter aus mit einer Zahradpumpe (Leistung 3 - 5 m³/h) in den drucklos-entspannten Hochdruckofen eingepreßt. In jeder Charge werden 138 kg Ester = 1 kg Mol in den Ofen gedrückt. Der Ofen bleibt auf Temperatur. Doch ist während der Einspritzung der Heizdampf abgestellt. Bei Einsatz von unreinem Ester (niedriger Siedebereich) ist vorgesehen, den Ofen durch Einleiten von Kaltwasser in den Heizmantel zu kühlen. Der Kühlwasseranschluß erfolgt an unteren Stützen (Dampfeingangsstützen) des Ofens. Nach Füllung des Ofens wird dieser angeheißt. Der Ofen mit Wasserstoff aufgefüllt und der Gaskreislauf eingeleitet.

Die Temperatur im Methanolabscheider (Ofen VI) ist zu beobachten. Sobald nach mehreren Stunden kein Ansteigen des Methanolstandes mehr wahrnehmbar ist, wird das Abscheiderventil des kleinen Methanolabscheiders geschlossen und so lange weiterhydriert bis kein Methanol mehr anfällt. Der Anfall im Abscheider wird nicht vollständig aufhören, da der Dampfdruck entsprechend auch Methyladipol im Abscheider erscheinen wird. Nach Erfahrungen von Me 225 soll die stündlich anfallende Menge weniger als 500 ccm betragen. Durch einfache Dichtebestimmung läßt sich außerdem feststellen, ob der Anfall im wesentlichen aus Methanol oder Methyladipol besteht.

Zur Sicherung wird nunmehr eine Probe aus dem Hydrierofen genommen. Das Produkt soll nach erfolgter Abtrennung vom Kontakt klar in Wasser löslich sein. 5 ccm Probe + 25 ccm H₂O. Ist dies der Fall, so wird unter gleichzeitigem Entspannen des Gases aus dem Ofen V die Maische in den Entspannungsbehälter entspannt. Die Dampfheizung wird abgeschaltet. Sobald der Ofen leer und entspannt ist, wird mit der Füllung der nächsten Charge begonnen.

Die Filtration erfolgt bis zum Durchschlagen des Stickstoffs durch die Filterkerzen. Die nunmehr im Filter verbleibende dicke Maische wird in den Anmischbehälter gedrückt. Ein Rückspülen der Filter mit Ester darf nicht erfolgen. Wenn erforderlich, sind die Filter mit Methanol zu spülen.

Das Methanol aus dem Methanolabscheider wird fallweise, während gerade eine Charge im Ofen hydriert wird, in den Entspannungsbehälter abgelassen und gelangt von dort aus in den Tank. Das Spülmethanol gelangt ebenfalls in den Methanoltank. Das Methanol wird zur Abtrennung des mitgerissenen Esters und Diols destilliert. Eventuell im Methanol enthaltender Kontakt, muß vorher abgetrennt werden.

Mengen- und Energiebedarf

- Ofenfüllung: 188 kg Ester = 1 kg Mol = 190 Liter
- Hydrierwasserstoff: Zur Hydrierung von 188 kg Ester sind erforderlich: 8 kg H₂ = 4 kg Mol = 90 m³ H₂ (0° 760 mm)
- Methanolanfall: Bei der Hydrierung von 188 kg Ester werden frei: 64 kg Methanol = 81 Liter = 2 kg Mol
- Methyladipol: Aus 188 kg Reinester werden bei der Hydrierung theoretisch 132 kg Methyladipol erhalten.
- Für 1 t Methyladipol braucht man bei 100 % Ausbente 1420 kg Ester
 " " " " 80 % Ausbente 1780 kg Ester
- Wärmebedarf:
- Gasvorwärmung: 100 m³ H₂/Stunde um 200° erwärmen 100.0,3.200 = 6 000 WE = 15 kg Dampf/h
- Aufheizen des Esters: 188 kg Ester um 200° erwärmen: 188.0,6.200 = 24 000 WE = 15 kg Dampf/h
- Abstahlung des Ofens: 13 m² Fläche zu 200 WE/h = 2600 WE = 7 kg Dampf/h
- Aufheizung der Eisenmasse des Ofens: Wärmekapazität = 500 WE/C° = 1,25 kg Dampf/C°
- Reaktionswärme: 1 kg Mol Ester = 188 kg = 24 000 WE berechnet aus den Verbrennungswärmen für Methanol dampfförmig

Die Heizung des Hydrierofens erfolgt mit Höchstdruckdampf 45 Atm. Es errechnet sich, daß eine Höchstdruckdampfzuleitung von 10 mm Ø noch gerade ausreichen würde. Besser ist es jedoch, eine Zuleitung mit 16 mm Ø zu verlegen.

Kennzahlen und Eigenschaften der Produkte1.) Methyladipinsäuredimethylester: C₉H₁₆O₄d₄²⁰ = 1,05; Kp₇₆₀ = 228 - 237°C

Stockpunkt unter -70°

Molgewicht: 188; Verseifungszahl: 425;

2.) Methyladipol: C₇H₁₆O₂d₄²⁰ = 0,790; Kp: 65°;

Stockpunkt = -105°C

Molgewicht: 32; OH-Zahl = 2500.

Für Methyladipolherstellung vorgesehene Apparate1 Tank zu 20 m³ für Rohester1 Tank zu 10 m³ für Methanol1 Tank zu 10 m³ für Methyladipol

1 Filterpumpe vom Tanklager zum Anmischbehälter

1 Anmischbehälter

1 Zahnradpumpe 3 - 5 m³ Stundenleistung

1 Hochdruckofen mit eingebautem Hochdruckrohrbündel 18/23

1 Hochdruckofen als Methanolabscheider

1 Gasumlaufpumpe (CO/H₂-Umlaufpumpe für Ofen 4 - 6)

1 Entspannungsührbehälter

1 Kontaktfilter

Neu aufzustellen oder einzubauen sind:

1. Zahnradpumpe mit Anschlußleitung zum Ofen

2. Höchstdruckdampfleitung von Verteilung zum Ofen

3. Höchstdruckdampfkondensopf.

4. Thermomeßstelle am Abscheider vom Ofen Nr. V

5. Gasverbindungsleitung Ofen V zu Ofen VI

6. Schauglas, Probeventil und Umgangsleitung am Abscheider vom Ofen

7. Probeventil am Ofen V

8. Direkte Leitung zum Anmischbehälter aus Estertank

9. Umschluß des Ofens V auf CO/H₂ Umlaufpumpe.10. Umschluß der Umlaufpumpe auf H₂ und Trennung von CO/H₂-Netz

11. Isolation der Gasausgangsleitung des Ofens V

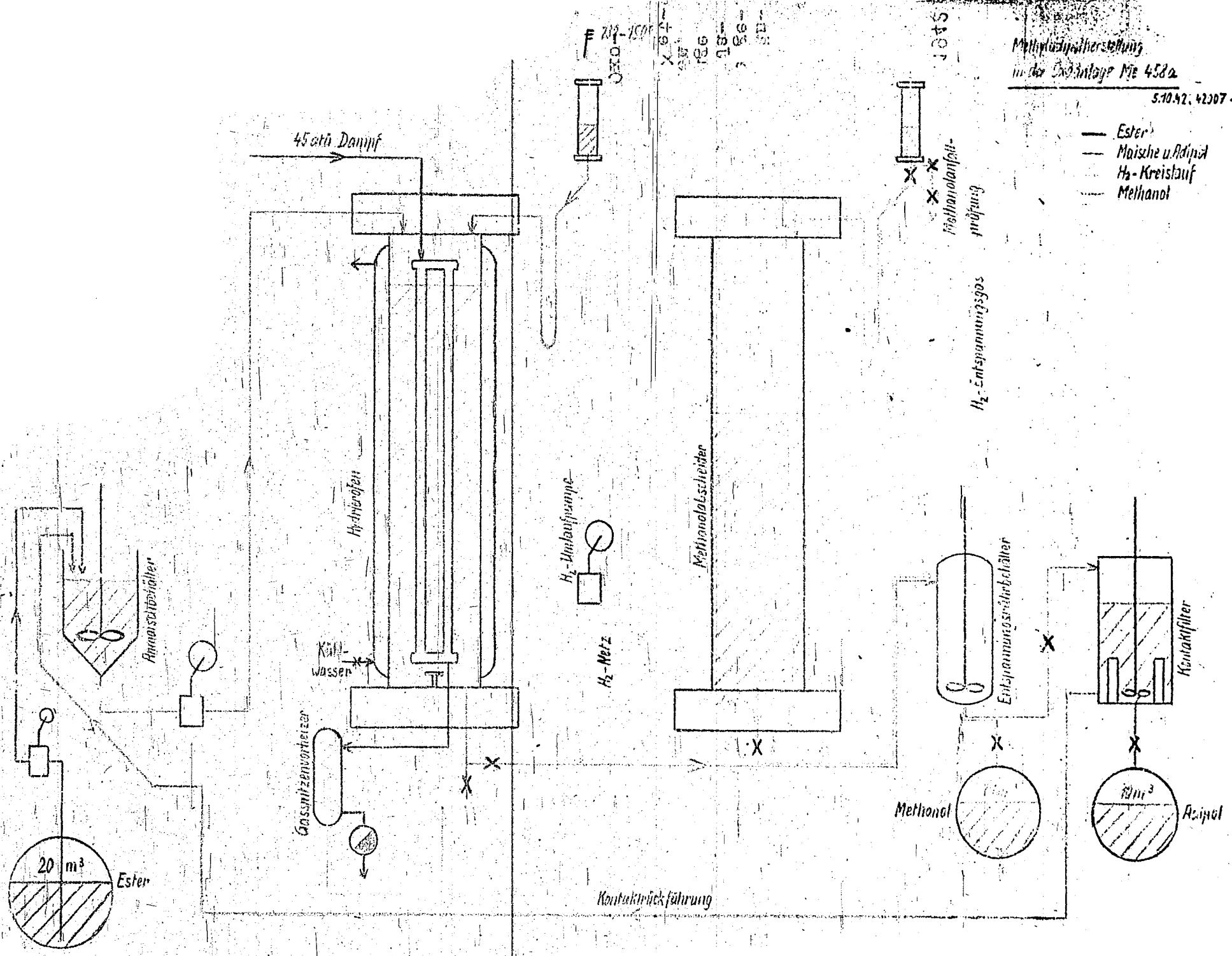
12. Anschluß einer Kühlwasserleitung am Ofen V (unterster Stutzen des Heizmantels)

♂ Herrn Dir. Dr. Herold
 " Dr. v. d. Horst
 " Dr. Wenzel
 " Dr. Elbel/Dr. Mauthner
 " Dr. Dierichs
 " Dr. Gemassner

Zeichnung siehe
 Rückseite

Methylaldehydherstellung
in der Endanlage Me 450a

5.10.42, 42307 gpa.



- Ester
- Maische u. Alkohol
- H₂-Kreislauf
- Methanol

00000658

1962

00000659

D.H.Dir.Dr.v.Staden
" " " Dr.Herold
" AWP

I.G. W o l f e n

Farbenfabrik
z. Hd. Herrn Dr. Hagge

Zwipro-Abt.

S.-B./Hd./Ri.

12. Oktober 1942.

Fr

Oxosulfate.

Wir beziehen uns auf Ihre Unterhaltung mit unserem Herrn Direktor Dr. Herold, in der Sie sich entgegenkommend bereit erklärten, die in Leuna hergestellten Oxalkoholsulfate als Textilhilfsmittel bei der Coloristischen Kommission anzumelden, da Leuna selbst der C.K. nicht angehört. Die entsprechende Anmeldung bei der Ware wird unser Herr Direktor Dr. von Staden selbst vornehmen.

Wir übersenden Ihnen daher in drei Glasflaschen je eine 2 kg - Probe von mit Natriumsulfat verschnittenen Oxalkoholsulfaten. Sie wurden gewonnen durch Sulfurierung von den in der Leunaer Versuchsanlage hergestellten Oxalkohol-Gemischen der Kettenlängen C₁₂-C₁₈, C₁₃-C₁₈, C₁₄-C₁₈ mittels Chlorsulfonsäure. Die erhaltenen Sulfurierungsprodukte wurden mit Natriumsulfat vermischt und auf dem Walzentrockner getrocknet. Die trockenen Pulver sind etwa 40%ig an wirksamer Substanz, deren Eigenschaften im Hinblick auf das Textilhilfsmittelgebiet unter besonderer Berücksichtigung der darin eingesetzten und in bezug auf Kettenlänge prozentual verschieden stark vertretenen Oxalkoholsulfate interessieren. Die Produkte bezeichnen wir wie folgt:

| | | | | |
|-----------|-----|----------------------------------|-------------------|-------------------|
| Oxosulfat | I | C ₁₂ -C ₁₈ | mit Natriumsulfat | (42,9%ig an w.S.) |
| " | II | C ₁₃ -C ₁₈ | " " | { 40%ig " } |
| " | III | C ₁₄ -C ₁₈ | " " | { 41,4%ig " } |

Wir bitten Sie nun, die Ihnen übersandten Oxalkoholsulfat-Gemische den Prüfstellen der C.K. unter besonderem Hinweis auf die Einsatzmöglichkeiten dieser Produkte im Textilhilfsmittelsektor vorzulegen. Zu Ihrer Orientierung über diese Produkte teilen wir Ihnen das Ergebnis unserer waschtechnischen Ausprüfung mit.

Für die Weißwäsche wurden die Oxalkoholsulfate mit Natriumsulfat auf 35 % wirksame Substanz eingestellt. In der Stückwäsche und Feinwäsche wurden die mit Natriumsulfat verschnittenen Oxalkoholsulfate durch Zugabe von Natriumsulfat in 40%iger Einstellung verwandt. Als Vergleichsprodukte dienten für die Weißwäsche Sekurit (Vorkriegesprodukt mit 50 % w.S.) und Lu 387 Typ, für die Stück- und Feinwäsche Lu 387 Typ. Sämtliche Vergleichsprodukte wurden für die Weißwäsche mit Natriumsulfat ebenfalls auf 35 % wirksame Substanz eingestellt. In der Stück- und Feinwäsche wurde Lu 387 Typ mit Natriumsulfat in 40%iger Einstellung verwandt.

| |
|-----|
| An |
| Co |
| Hy |
| Ku |
| KW |
| Fl |
| Va |
| Pat |
| Ing |

Äußeres, Löslichkeit, Reaktion:

Die Oxosulfate I - III liegen als feine weiße Pulver vor, deren 5%ige wässrige Lösungen bei Zimmertemperatur praktisch farblos und klar sind. Sie reagieren etwas lachmusalkalisch. Ihre Stammlösungen werden daher mit einigen Tropfen Schwefelsäure neutral gestellt.

I.G. Wolfen, Farbenfabrik

Stickstoff-Abt. 12.10.42 - 2 -
S.-B./Hd./Ri.Lagerbeständigkeit:

Die Oxosulfat-Pulver I - III wurden bei 65%iger relativer Luftfeuchtigkeit und 20°C eine Woche lang gelagert. Sie nahmen dabei nur wenig Wasser auf und blieben streufähig.

Netzvermögen: Baumwollstoff, 120 Sek., g/l.

Das Netzvermögen der mit Natriumsulfat auf 35 % wirksame Substanz eingestellten Produkte wurde in dest. Wasser von 20°C bestimmt.

| | | | | |
|------------|-----|-------------------------------------|---|-----|
| Oxosulfat | I | (C ₁₂ -C ₁₈) | : | 1.0 |
| " | II | (C ₁₃ -C ₁₈) | : | 1.0 |
| " | III | (C ₁₄ -C ₁₈) | : | 1.0 |
| Sekurit | | | : | 2.0 |
| Lu 387 Typ | | | : | 1.0 |

Diese Werte zeigen die vorzügliche Netzwirkung der Oxoalkoholsulfate.

Schaumvermögen: 1 l - Meßzylinder + Siebplatte, 35°C.

Das Schaumvermögen der mit Natriumsulfat auf 35 % wirksame Substanz eingestellten Produkte

| | | |
|-------------|-----|------------------------------------|
| Oxosulfat | I | C ₁₂ -C ₁₈ , |
| " | II | C ₁₃ -C ₁₈ , |
| " | III | C ₁₄ -C ₁₈ , |
| Sekurit und | | |
| Lu 387 Typ | | |

wurde zu 1 g und 2 g/l

- in dest. Wasser,
- in dest. Wasser + 1 g/l Soda,
- in Wasser von 15°DH, mit 2 g/l Soda 30 Minuten vorenthärtet,

ohne und mit Material bei 35°C ermittelt.

250 ccm FlotteSchaumvolumina

| | C ₁₂ -C ₁₈ | | C ₁₃ -C ₁₈ | | C ₁₄ -C ₁₈ | | Sekurit | | Lu 387 Typ | |
|--|----------------------------------|------|----------------------------------|------|----------------------------------|------|---------|-----|------------|----------|
| | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g / l |
| <u>ohne Material</u> | | | | | | | | | | |
| dest. Wasser | 1000 | 1100 | 980 | 1120 | 1020 | 1100 | 600 | 820 | 1020 | 1120 ccm |
| dest. Wasser + 1 g/l Soda | 920 | 1060 | 940 | 1120 | 880 | 1060 | 600 | 780 | 980 | 1100 " |
| Wasser v. 15°DH mit 2 g/l Soda vorenthärtet | 860 | 1080 | 860 | 1060 | 780 | 1000 | 410 | 650 | 880 | 1040 " |
| <u>mit Material</u> | | | | | | | | | | |
| dest. Wasser | 540 | 720 | 540 | 670 | 510 | 630 | 320 | 580 | 480 | 680 " |
| dest. Wasser + 1 g/l Soda | 560 | 760 | 540 | 720 | 460 | 580 | 380 | 580 | 450 | 650 " |
| Wasser von 15°DH mit 2 g/l Soda vorenthärtet | 480 | 640 | 460 | 640 | 430 | 510 | 260 | 510 | 520 | 620 " |

Oxosulfate zeichnen sich durch ein sehr ordentliches Schaumvermögen aus und bertreffen in dieser Eigenschaft Sekurit.

Härtebeständigkeit:

Wasser von 30°DH sind die Na₂-SO₄-haltigen Oxosulfate II (C₁₃-C₁₈) und III (C₁₄-C₁₈) ebenso wie Sekurit (35%ig) (2 g/l) bei Zimmertemperatur nicht härte-tändig, doch gehen sie beim Erwärmen auf 70°C schnell wieder in Lösung. Oxosulfat I (C₁₂-C₁₈) ist infolge seines höheren Gehaltes an kurzkettigen Alkoholsulfaten im Vergleich zu II (C₁₃-C₁₈) und III (C₁₄-C₁₈) bei Zimmertemperatur gleich härtebeständiger als diese und Sekurit.

Schwärkung:

1) Baumwollwäsche (Weißwäsche): Nesselstoff 445 mit 10 g nat. Anschmutzung, dreimalige Wäsche bei 95°.

In dest. Wasser und dest. Wasser mit 1 g/l Soda ist Oxosulfat I (C₁₂-C₁₈) nicht ganz so waschkräftig wie Oxosulfat II (C₁₃-C₁₈), Oxosulfat III (C₁₄-C₁₈) und Sekurit (1 g und 2 g/l bzw. 0,5 g und 1 g/l). Bei Verwendung von Wasser von 15°DH, mit 2 g/l Soda 30 Minuten vorenthärtet, sind die Oxosulfate I (C₁₂-C₁₈) und II (C₁₃-C₁₈) eher etwas weniger wirksam als Oxosulfat III (C₁₄-C₁₈) und Sekurit (0,5 g und 1 g/l). Lu 387 Typ erreicht im ganzen gesehen nicht das Weißwaschvermögen der Alkoholsulfate.

2) Wollwäsche:

In der Stück- und Feinwäsche wurden die Oxosulfate I (C₁₂-C₁₈), II (C₁₃-C₁₈) und III (C₁₄-C₁₈) gegen Lu 387 Typ unter Zusatz von Natriumsulfat in 40%iger Einstellung vergleichend ausgeprüft.

Schaumvermögen: 1l-Meßzylinder + Siebplatte, 35°C.

Es wurde das Schaumvermögen von

Oxosulfat I (C₁₂-C₁₈), II (C₁₃-C₁₈), III (C₁₄-C₁₈) und Lu 387 Typ (40%ig an w.S.) in dest. Wasser und in Wasser von 15°DH ohne und mit Material bei 35°C ermittelt.

| | <u>Schaumvolumina</u> | | | | | | | | |
|----------------------|----------------------------------|------|----------------------------------|------|----------------------------------|------|------------|------|-----|
| | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | 1 g | 2 g | / l |
| <u>ohne Material</u> | | | | | | | | | |
| | C ₁₂ -C ₁₈ | | C ₁₃ -C ₁₈ | | C ₁₄ -C ₁₈ | | Lu 387 Typ | | |
| dest. Wasser | 1080 | 1120 | 1060 | 1120 | 1040 | 1100 | 1000 | 1100 | ccm |
| Wasser v. 15°DH | 920 | 1040 | 900 | 1050 | 780 | 980 | 540 | 980 | " |
| <u>mit Material</u> | | | | | | | | | |
| dest. Wasser | 530 | 720 | 520 | 710 | 500 | 660 | 450 | 640 | " |
| Wasser von 15°DH | 480 | 720 | 430 | 660 | 460 | 520 | 320 | 620 | " |

Die Oxosulfate I - III schäumen ein wenig stärker als Lu 387 Typ.

a) Wollstückwäsche: Damentuch 168 mit 2,5 % Mineralöl geschmälzt, 5 Min. bei 45°C auf der Laboratoriumswaschmaschine gewaschen.

In dest. Wasser und in Wasser von 10°DH + 1,5 g/l Soda entfetten

I.G. Wolfen, Farbenfabrik

Stickstoff-Abt. 12.10.42 - 4 -
S.-B./Ed./Ri.

Oxosulfat I (C₁₂-C₁₈)
 Oxosulfat II (C₁₃-C₁₈)
 Oxosulfat III (C₁₄-C₁₈)

den Wollstoff etwas stärker als Lu 387 Typ (sämtliche Produkte mit Na₂SO₄ auf 40 % w.S. eingestellt). Am wirksamsten erweist sich Oxosulfat II (C₁₃-C₁₈).

Entfettung in Prozenten

| | dest. Wasser | |
|---|--------------|---------|
| | 1 g | 2 g / l |
| Oxosulfat I (C ₁₂ -C ₁₈) | 38,3 % | 55,5 % |
| Oxosulfat II (C ₁₃ -C ₁₈) | 45 % | 64,5 % |
| Oxosulfat III (C ₁₄ -C ₁₈) | 43,8 % | 64 % |
| Lu 387 Typ | 39,4 % | 50 % |

Wasser von 10°DH + 1,5 g/l Soda

| | 1 g | | 2 g | |
|---|--------|--------|-----|--|
| Oxosulfat I (C ₁₂ -C ₁₈) | 40,4 % | 52,6 % | | |
| Oxosulfat II (C ₁₃ -C ₁₈) | 48,4 % | 61,6 % | | |
| Oxosulfat III (C ₁₄ -C ₁₈) | 43,8 % | 61,3 % | | |
| Lu 387 Typ | 35,6 % | 45,4 % | | |

- b) Feinwäsche: Damantuch 166 (Verschmutzung: 3 g Talg, 1,5 g Mineralöl, 10 g künstlicher Straßenstaub), 5 Minuten auf der Laboratoriumswaschmaschine bei 35° gewaschen.

In dest. Wasser und in Wasser von 15°DH sind die Oxosulfate I (C₁₂-C₁₈), II (C₁₃-C₁₈), III (C₁₄-C₁₈) und Lu 387 Typ (40%ig) (1 g und 2 g/l) als Feinwäschmittel gleich waschkraftig. Ihr Reinigungsvermögen ist ausgezeichnet.

Zusammenfassung:

In bezug auf Lagerbeständigkeit, Netz- und Schaumvermögen sowie Härtebeständigkeit genügen die Oxosulfate den Ansprüchen, die man an ein gutes Produkt dieser Art stellt. Weiter sind sie in der Weißwäsche sowie in der Wollstückwäsche und Feinwäsche von starker Wirksamkeit. Bei Mitverwendung von Tylose wird vermutlich der Weißwascheffekt noch stärker, es dürften sich dann die Oxosulfate und Lu 387 Typ nicht mehr wesentlich unterscheiden. In dem Gemisch der Oxoalkoholsulfate ist nach unseren Befunden die C₁₂-Komponente ganz oder zum Teil zugunsten der länger-kettigen Alkoholsulfate wegzulassen, weil dadurch in der Weißwäsche und ebenso in der Wollstückwäsche das Reinigungsvermögen der Oxoalkoholsulfate gesteigert wird.

Als Anlage erhalten Sie noch ein Schreiben, dessen Inhalt Sie den Mitgliedern der F.H.K. und C.K. als Ergänzung zu Ihrem Anmeldungsschreiben übermitteln möchten. Wir danken Ihnen verbindlichst für Ihre Bemühungen.

Anlage

An die
 Herrr Mitglieder der T.R.M.
 " " " C.S.

S.-B./Ma/ai.

12. Okt. 1942

71

Prüfung neuer Produkte auf Basis von Croalkohol
Crosulfat I, II, III

Zum Anmelde-schreiben von Wolfen vom wird ergänzend mitgeteilt:

Unter der Bezeichnung Crosulfat I, II, III bringt Wolfen drei aus Croalkohol hergestellte, mit Natriumsulfat gestreckte, auf etwa 40% aktive Substanz gestellte Wachsmitel zur Anmeldung. Das Crosulfat I enthält die Alkohole C12 - C18, Crosulfat II die Alkohole C13 - C18 und Crosulfat III die Alkohole C14 - C18. Es ist den Prüfstellen somit möglich gemacht, den Einfluß der Kohlenstoffkettenlänge auf die Waschfähigkeit der verschiedenen Alkoholsulfate festzustellen. An Hand der Befunde kann dann entschieden werden, welche Molekülgrößen an Alkohol-zweckmäßig zur Sulfierung gelangen, bzw. welches Siedebereich an Olefin-Paraffin-Gemisch, sei es in Form von Krockolefin oder Primärolefin, als Rohstoffbasis für das Croverfahren, soweit der Wachsmitel-sektor in Frage kommt, verwendet werden soll.

Zusammensetzung der hergestellten Crosulfate

Crosulfat I enthält 42,9% Natriumsalze der Schwefelsäureester der Croalkohole C12 - C18, der Rest ist hauptsächlich Natriumsulfat, wenig Natriumchlorid und wenig Wasser. Die verwendeten Alkohole standen in folgendem prozentualen Verhältnis:

| | |
|-------|---------------|
| 24,0 | C12 - Alkohol |
| 18,8 | C13 - Alkohol |
| 15,5 | C14 - Alkohol |
| 13,2 | C15 - Alkohol |
| 11,5 | C16 - Alkohol |
| 9,5 | C17 - Alkohol |
| 7,9 | C18 - Alkohol |
| 100,0 | |

Crosulfat II enthält 40,0% Natriumsalze der Schwefelsäureester der Croalkohole C13 - C18, der Rest ist hauptsächlich Natriumsulfat, wenig Natriumchlorid und wenig Wasser. Die zur Sulfierung gelangender Alkohole standen in folgendem prozentualen Verhältnis:

| | |
|-------|---------------|
| 24,8 | C13 - Alkohol |
| 20,0 | C14 - Alkohol |
| 17,4 | C15 - Alkohol |
| 15,1 | C16 - Alkohol |
| 12,5 | C17 - Alkohol |
| 10,4 | C18 - Alkohol |
| 100,0 | |

S.-F./Hd/R1. 12.10.42 2

Oxosulfat III enthält 41,4 % Natriumsalz der Schwefelsäureester der Oxoalkohole C14 - C18, der Rest ist hauptsächlich Natriumsulfat, wenig Natriumchlorid und wenig Wasser. Die zur Sulfierung gelangenden Alkohole standen in folgendem prozent ualen Verhältnis:

| | | |
|-------|---|---------------|
| 26,8 | % | C14 - Alkohol |
| 23,1 | % | C15 - Alkohol |
| 20,1 | % | C16 - Alkohol |
| 16,2 | % | C17 - Alkohol |
| 13,8 | % | C18 - Alkohol |
| 100,0 | % | |

Herstellung der Oxosulfate

Als Rohstoffbasis wurden Krackolefine verwendet, die durch thermische Krackung von Paraffingas hergestellt waren. Das Ausgangsmaterial für das Oxosulfat I bildete eine Fraktion von 190° - 305° mit 56 % Olefinen, für das Oxosulfat II eine Fraktion von 210° - 305° mit 53 % Olefinen und für das Oxosulfat III eine Fraktion von 230° - 305° mit 49 % Olefinen.

Die genannten Krackolefinfraktionen wurden nach dem Verfahren der Oxo-Gesellschaft bei 300° unter 200 at Druck mit Wassergas in Gegenwart des Kobalt-Thorium-Kieselgur-Katalysators der Ruhrchemie behandelt und anschließend bei 180° und 200 at Druck hydriert. Dabei wurde das in Leuna entwickelte kontinuierlich arbeitende Hochdruck-Mische-Verfahren angewandt. Die erhaltenen Gemische aus Alkoholen und Paraffin-Kohlenwasserstoffen hatten folgende Konstanten:

| | Alkoholparaffingemisch | | |
|-----------------|------------------------|------------------|-------------------|
| | für Oxosulfat I | für Oxosulfat II | für Oxosulfat III |
| | C12 - C18 | C13 - C18 | C14 - C18 |
| d ₂₀ | 0,881 | 0,800 | 0,803 |
| OH-Zahl | 145 | 130 | 116 |

Die Sulfierung wurde in der üblichen Weise mit Chlorsulfonsäure durchgeführt. Um die Abtrennung der Hauptmenge des Unsulfierbaren durchzuführen, wurde nach der Neutralisation Methanol zugefügt. Nach Abtrennung der Hauptmenge des Neutralisates wurde der in Lösung verbliebene Anteil durch Extraktion mit Benzol entfernt. Die extrahierte Seifenlösung wurde eingedampft, mit festem Natriumsulfat vermischt und auf dem Walzentrockner getrocknet.

Patentlage

Die Oxoreaktion mit anschließender Hydrierung ist durch die Anmeldung R 103 362 und R 105 066 IVd/120 der Ruhrchemie geschützt. Für die Durchführung der Oxoreaktion nach dem in Leuna entwickelten Verfahren ist durch unsere Anmeldung I. 72948/120, I. 72924/120 und der O.Z. 13634 und O.Z. 13631 der Patentabteilung Lu. Patentschutz eingereicht worden. Die Sulfonierung der Oxoalkohole ist in allgemeiner Form durch die Anmeldung R 106 644 IVd/120 der Ruhrchemie, die Sulfierung von Alkoholparaffingemischen durch die Anmeldung I. 67 906 IVd/120 geschützt.

00000665

3.-B./Hd./Ri.

12.10.42

3

Rohtstofflage

Die als Rohstoffgrundlage für die Oxosulfate I, II, III verwendeten Crackolefine stehen leider nur in beschränkter Menge zur Verfügung. Bisher standen von diesem Produkt 200 tate, entsprechend ca. 50 tate Rein-Olefin C₁₁ - C₁₇ zur Verfügung. Die weitere Belieferung ist sehr ungewiß.

Die im Bau befindliche Anlage der Oxo-Gesellschaft in Kolten mit einer Kapazität von ca. 8000 tate Oxo-Alkohol wird nicht mit Crackolefinen, sondern mit Primär-Olefinen als Rohstoffe arbeiten. Wie im Herseburger I.H.K.-Sonderreferat vom August 1942 ("Über den Chemismus der Oxoreaktion und die Eigenschaften der aus Oxoprodukten hergestellten Waschmittel") bereits angegeben wurde, bestehen zwischen den Alkoholsulfaten auf Basis Crackolefin und denen auf Basis Primär-Olefin in bezug auf waschtechnische Eigenschaften keine wesentlichen Unterschiede. Es geben daher die Befunde der Prüfstellen an den vorliegenden Oxosulfaten auf Crackolefinbasis gute Hinweise auf die Qualitäten der im Laufe des Jahres 1943 zu erwartenden größeren Mengen an Oxosulfaten auf Primärolefinbasis.

In Vertretung von Herrn Dir. Dr. Herold

Gen. Smeykal.

7046

28597

00000666

AMMONIUMWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Leuna Werke, den 12.10.1942

Direktion
Dr. v. Stalen

An die Herren Mitglieder der Ware:

| | |
|------------------------------|------------------|
| Direktor Dr. Ambros, | Ludwigshafen |
| Direktor Dr. Müller-Cunradi, | Oppau |
| Direktor Dr. Nüsslein, | Höchst (2 x) |
| Dr. Thiel, | " |
| Direktor Dr. Bayer, | Leverkusen |
| Direktor Köhler, | Frankfurt (Main) |
| Direktor v. Heider, | " " |
| Prokurist Sinkel, | " " |
| Dr. Hagge, | Wolfen-Farben |
| Dr. Ulrich, | Ludwigshafen |
| Dr. Schwen, | " |
| Dr. Mauss, | Kalle u. Co |
| Ferner | |
| Büro Sparte I, | Frankfurt (Main) |
| | Oppau. |

Objekt: Anmeldung neuer Produkte.
Oxosulfate I, II, III, Ia, IIa, IIIa.

Ersprechend der auf der letzten Ware-Sachbearbeiterbesprechung in Frankfurt (Main) am 22.9.1942 getroffenen Abmachung überreiche ich den Prüfungsstellen Sulfierungsprodukte von Oxalkoholen unter der Bezeichnung Oxosulfate I, II, III und Ia, IIa, IIIa.

~~Die Produkte sind aus Oxalkoholen, die auf Basis Krackolefin hergestellt wurden, gewonnen. Da die verfügbare Menge Krackolefin sehr gering und die Belieferung ausserdem sehr unsicher ist, kann mit keinen grösseren Mengen Oxosulfaten als Waschrohstoff gerechnet werden. Die vorgelegten Produkte haben daher vorerst nur den Zweck, die Prüfungsstellen über die waschtechnischen Eigenschaften der Oxosulfate in ihrer Abhängigkeit von der Alkylkettenlänge zu orientieren. Die im Laufe des Jahres 1943 in Mengen von ca. 5 000 tafe in der Holtener Anlage der Oxo-Gesellschaft anfallenden Oxalkohole sind auf Basis Synthese-Primärolefin aufgebaut. Versuche haben ergeben, dass die aus Krackolefin und Primärolefin hergestellten Oxalkohole Sulfate mit wesentlich gleichen Eigenschaften liefern. Die an den vorgelegten Produkten von den Prüfungsstellen erhaltenen Ergebnisse geben sehr gute Anhaltspunkte für die Eigenschaften der ab etwa Frühjahr 1943 zu erwartenden grossen Mengen an Oxosulfaten aus Holtener Oxalkoholen auf Basis Primärolefin.~~

Oxosulfate I und Ia sind die Sulfierungsprodukte eines Alkoholgemisches von C12 - C18, II und IIa eines Alkoholgemisches von C13 - C18 und III und IIIa eines Alkoholgemisches von C14 - C18. Die Produkte I, II und III liegen als Waschmittel in etwa 40 %iger Einstellung mit Na2SO4 gestreckt vor, Ia, IIa und IIIa sind mittels Soda auf etwa 40 % wirksame Substanz eingestellt. Bei sämtlichen

| |
|-----|
| An |
| Co |
| Hv |
| Lo |
| Lu |
| Ph |
| Wa |
| Pa |
| Ing |

Produkten wurde absichtlich nur ein einfaches Gemisch mit Na_2SO_4 bzw. Na_2CO_3 gewählt und auf einen Zusatz von weiteren Waschlösungsmitteln wie Wasserglas, Phosphat, Tylose etc. verzichtet, um ein klares Bild von den waschtechnischen Eigenschaften der einzelnen Oxosulfat-Gemische unter besonderer Berücksichtigung der darin eingesetzten und in Bezug auf Kettenlänge prozentual verschieden stark vertretenen Oxosulfate zu bekommen.

Der genaue Gehalt der Produkte an wirksamer Substanz ist folgender:

| | | | | | |
|-----------|------|-------------------------------------|------------------------------|----------|---------------------|
| Oxosulfat | I | (C ₁₂ -C ₁₈) | mit Na_2SO_4 | 42,9 %ig | an waschakt. Subst. |
| " | II | (C ₁₃ -C ₁₈) | " " | 40 %ig | " " |
| " | III | (C ₁₄ -C ₁₈) | " " | 41,4 %ig | " " |
| " | Ia | (C ₁₂ -C ₁₈) | " Na_2CO_3 | 36,7 %ig | " " |
| " | IIa | (C ₁₃ -C ₁₈) | " " | 39,2 %ig | " " |
| " | IIIa | (C ₁₄ -C ₁₈) | " " | 39,5 %ig | " " |

Die Produkte liegen als feine, weisse, streufähige Pulver vor, die sehr gute waschtechnische Eigenschaften in Bezug auf Netz- und Schaumvermögen, Hartabständigkeit sowie Weisswasch- bzw. Wollwaschvermögen (Stück- und Feinwäsche) aufzuweisen haben.

Patent- und Vertragslage: Die Oxoreaktion mit anschliessender Hydrierung ist durch die Anmeldung R 103 362 und R 105 066 IV 3/120 der Ruhrchemie geschützt. Für die Durchführung der Oxoreaktion nach dem in Leuna entwickelten Verfahren ist durch unsere Anmeldungen I 72948/120, I 72924/120 und der O.Z. 13634 und O.Z. 13631 der Patentabteilung Lu Patentschutz eingereicht worden. Die Sulfierung der Oxalkohole ist in allgemeiner Form durch die Anmeldung R 106 644 IV d/120 der Ruhrchemie, die Sulfierung von Alkohol-Paraffin-Gemischen durch die Anmeldung I 67906 IV d/120 geschützt.

Herstellungsvorschrift: Die entsprechenden Crackolefine wurden nach dem in Leuna entwickelten kontinuierlichen Hochdruck-Maische-Verfahren oxidiert und hydriert. Die Sulfierung wurde in üblicher Weise mit Chlorsulfonsäure durchgeführt. Zur Abtrennung der nicht sulfierbaren Anteile wurde nach dem Neutralisieren das Sulfierungsprodukt mit Methanol versetzt und so die Hauptmenge des oben auf schwimmenden Öles abgetrennt. Der noch in der Lösung verbliebene Anteil des Neutralöls wurde durch Extrahieren mit Benzin entfernt, die extrahierte Oxosulfatlösung eingeengt, mit Natriumsulfat bzw. Soda vermischt und auf dem Walzentrockner getrocknet.

Wir übersenden den Coloristischen Abteilungen Höchst, Leverkusen, Ludwigshafen sowie Wolfen-Farben und Kalle je eine Probe der Oxosulfate I, II, III, Ia, IIa und IIIa.