

Aktennotiz

betr.: Ausgestaltung der Oxo-Versuchsanlage in Leuna Me 458a
zur Produktionsanlage (vorübergehend) für ca 2000 Jato
Alkohole zur Weichmachererzeugung

Für die Herstellung von Palatinolen als Weichmacher für besonders kältefesteste Kabel und Schuhsohlen fehlen Alkohole mittlerer Kettenlänge (etwa C₈ - C₁₂). Es besteht der Plan, einen Teil der Kapazität der zur Herstellung von Waschmittel-Alkoholen gedachten Oxo-Anlage in Holten zur Herstellung dieser Alkohole einzusetzen. Als Ausgangsmaterial soll das, nach Umstellung auf olefinische Fahrweise, anfallende Kogasin I (ca 80 - 175°) C₇ - C₁₀ Kohlenwasserstoffe Verwendung finden. Dieses Produkt hat voraussichtlich einen Olefingehalt von etwa 30 - 35 %.

Da die Oxo-Anlage in Holten nicht vor März 1943 anfahren kann, und dann die Produktion von Alkoholen für Weichmacher vermutlich auf Kosten der Waschmittel-Alkohol-Erzeugung gehen würde, soll im Nachfolgenden eine Untersuchung angestellt werden, ob es möglich wäre, in der Oxo-Versuchsanlage Leuna ca 2000 Jato mittelkettige Alkohole herzustellen.

Rohstofflage

Als Einsatzprodukt für diese mittelkettigen Alkohole könnte in Leuna außer dem Primärolefin der Fischer-Anlagen Holten und Hoesch auch folgende werkseigene oder näherliegende Produkte eingesetzt werden.

	Reinalkohol
1. Gelböl aus Isobutylölsynthese ca 100 Moto davon ca 1/3 in Alkohol umsetzbar	33 Moto
2. Neutralöl aus der Carbonsäurefabrik ca 50 - 80 Moto ca die Hälfte in Alkohole umsetzbar	35 "
3. Neutralteil aus der Esterölfabrik ca 30 - 50 Moto ca 60 % in Alkohole umsetzbar	25 "
Aus werkseigenem Rohstoff	ca 90 Moto
4. Aus Polymerbenzin von der Brabag ca 65 % in Alkohol umsetzbar.	

Nachfolgende Angaben beziehen sich auf den Einsatz eines ca 35 %igen Olefins. Bei Einsatz von Leuna-Neutralteil oder von Polymerbenzin könnte eine erheblich höhere Leistung der Anlage erzielt werden.

Verarbeitungsgang

Die nachfolgenden Überlegungen und Berechnungen sind unter der Voraussetzung gemacht worden, daß nachfolgender Verarbeitungsgang eingehalten werden kann.

- Die Rohprodukte werden als Siedebänder in einem solchen Zustand angeliefert, daß eine Vorbehandlung durch Destillation nicht erforderlich ist.

- 2. Bei Einsatz verschiedener Ausgangsprodukte erfolgt keine getrennte Lagerung, sondern eine beliebige durch die Folge der Anlieferungen bedingte Mischung.
- 3. Die Anlieferung des Rohproduktes erfolgt so regelmäßig, daß keine größeren Lieferlücken als maximal 10 Tage entstehen.

Oxo-Verfahrensgestaltung

Das olefinische Rohprodukt wird mit ca 3 - 4 % staubförmigem reduziertem Kobaltkatalysator versetzt und die Aufschlammung kontinuierlich zuerst mit Wassergas und dann mit Wasserstoff unter Hochdruck bei entsprechender Temperatur behandelt. Von den 6 in Me 458a vorhandenen Öfen ist gedacht, je 3 zu einer Gruppe hintereinanderzuschalten, wobei in der einen Gruppe die Behandlung mit Wassergas und in der zweiten die Behandlung mit Wasserstoff erfolgt. Die Maische wird nach der 1. Stufe (Oxo-Reaktion) auf drucklos entspannt, um das gelöste Kohlenoxyd zu entfernen und dann in die Hydrierstufe gepreßt. Die aus dem Hydrierofen austretende Maische wird durch Filtration vom Kontakt getrennt. Der Kontakt wird mit Frischolefin angerührt und wieder eingesetzt. Das filtrierte Umsetzungsprodukt ist meist wasserklar mit leichtem gelblichen Stich. Es enthält neben den nicht umgesetzten Anteilen (Paraffin und meist unter 10 % der Olefine) und den gewünschten Alkoholen auch bis zu 10 % der Alkoholmenge an höhersiedenden Anteilen (Dicköl durch Aldolisierung und Ketonreaktion entstanden).

Veresterung mit Phthalsäure

Versuche zur Veresterung mit Phthalsäure durch Dr. Braun und Auswertung der erhaltenen Palatinole durch Dr. Falkenberg, ergaben nachstehendes vorläufiges Bild:

Trotz der großen Neutralölmenge von ca 65 % bei den Alkoholen aus Primärolefin geht bei der Veresterung kein Alkohol mit dem Neutralöl weg. Das Neutralöl eignet sich gut als Wassertransportmittel. Eine Rückführung des Neutralöles nach Abscheidung des Wassers in den Veresterungsbehälter ist nicht notwendig. Ein Zusatz von 10 % Dicköl zu Palatinol wirkt sich nicht schädlich aus.

Nach diesen vorläufigen Ergebnissen kann das rohe filtrierte Umsetzungsprodukt direkt zur Veresterung eingesetzt werden. Sollte aus irgend einem Grunde eine Destillation des Umsetzungsproduktes und Anreicherung der Alkohole erforderlich sein, so könnte eine solche Destillation noch in der vorhandenen Destillationsanlage nach Vergrößerung der Dephlegmatoren durchgeführt werden.

Eine Lagerung des Fertigproduktes kann in Me 458a nicht über 2 Tage erfolgen. Es müßte daher für eine regelmäßige Abfuhr gesorgt werden.

Erforderlicher Durchsatz der Anlage

Unter Zugrundelegung einer Alkoholausbeute von 1/3 des Einsatzproduktes ergibt sich eine erforderliche Leistung von

0,75	stuto	Durchsatz	
18	tato	"	
540	moto	"	
6000	jato	"	

Die stündliche Einspritzmenge beträgt demnach bei einer Dichte von ca 0,72 1050 Liter.

Gasbedarf für die Umsetzung

Unter Zugrundelegung eines mittleren Molgewichtes von 155 und eines Olefingehaltes von 35 % errechnet sich bei einer stündlichen Einspritzmenge von 750 kg folgender Gasverbrauch (0° 760 Torr) 58 m³ CO und 58 m³ H₂ für Oxo-Reaktion pro Stunde

58 m³ H₂ für die Hydrierung der Aldehyde pro Stunde.

Unter den Reaktionsbedingungen lösen sich in der stündlich eingespritzten Produktmenge von 750 kg.

42 m³ CO/H₂ aus dem Wasserstoffkreislauf der Oxo-Stufe pro Stunde

26 m³ H₂ aus dem Hydrierungskreislauf pro Stunde.

Der Gesamtgasverbrauch wird demnach betragen:

etwa 160 m³ Wassergas/Stunde

etwa 85 m³ Wasserstoff/Stunde

Wärmetönung der Reaktion

Die Wärmetönung beträgt unter der Voraussetzung, daß 40 % der Hydrierung bereits in der Oxo-Stufe vor sich gehen

Oxo-Stufe: 100 kgcil/kg Einsatz = 75 000 kgcil/h bei 750 kg Einsatzung/h

Hydrier-Stufe: 50 kgcil/kg Einsatz = 37 500 kgcil/h bei 750 kg Einsatzung/h.

Methanisierung des CO aus dem H₂-Kreislauf

Unter der Annahme, daß ca 1/3 des im Kontakt enthaltenen Kobalts nach der Oxo-Reaktion als Carbonyl im Produkt gelöst vorliegt, errechnet sich ein Gehalt an in Form von CO(CO)₄ gebundenem Kohlenoxyd, von 1/3 Mol/kg Produkt = 4,5 Liter CO/kg Produkt. Bei einer stündlichen Einspritzmenge von 750 kg ergibt dies eine Kohlenoxydmenge von etwa 3,4 m³ (0° 760 Torr). Im Methanisierungssofen müßten demnach 3,4 m³ CO/h zu Methan umgesetzt werden. Die hierbei freiwerdende Wärmemenge beträgt 3 000 kcal/m³ CO = ca 10 000 kgcil/h. Die bei der Methanisierung anfallende Wassermenge beträgt pro m³ CO 0,8 Liter H₂O, daher im anderen Fall ca 2,75 Liter H₂O/Stunde.

Produktverluste durch das Produktentspannungsgas

Da die Produktentspannungsgase dem Dampfdruck des Produktes entsprechend mit Kohlenwasserstoffen beladen sind, treten dadurch nicht unerhebliche Verluste auf. Die Verluste betragen beim geplanten Einsatzprodukt (C₇ - C₁₀-Primärolefin) etwa

bei 50°C	560 g/m ³	Entspannungsgas
" 30°C	200 g/m ³	"
" 15°C	100 g/m ³	"
" 0°C	50 g/m ³	"

Bei einer Gesamtproduktgasmenge (Oxo- und Hy-Stufe) von ca 70 m³/h würde demnach der Produktverlust betragen:

	kg/Stunde	kg/Tag	Jato	% des Einsatzproduktes
50°C	35,00	840,00	280,0	4,5 %
30°C	14,00	340,00	112,0	1,85 %
15°C	7,00	168,00	56,0	0,93 %
0°C	3,50	84,00	28,0	0,47 %

Es erweist sich, wie aus obiger Aufstellung zu ersehen ist, die Notwendigkeit, die Entspannungsgase entweder durch Tiefkühlung oder durch eine A-Kohleanlage zu reinigen.

Kontaktbedarf

Bei der Größe der Anlage Me 458a ist mit einem Umlaufvolumen von ca 4 m³ Maische zu rechnen. Bei einer Kontaktkonzentration von ca 3 % ist zum Anfahren erstmalig eine Kontaktmenge von 120 kg erforderlich. Bei einer stündlichen Einspritzmenge von ca 1 m³ läuft die Kontaktmenge im Tag 6 mal um.

Wenn man nach den heutigen Erfahrungen mit einem durchschnittlichen 50 - 60 maligen Kontakteinsatz rechnet, ist der Kontakt in 10 Tagen zu erneuern. Da aber der Kontakt laufend erneuert werden soll, so sind täglich ca 12 kg Kontakt erforderlich. Aus Sicherheitsgründen wird es vorteilhaft sein, den Kontaktbedarf für 2 - 3 Monate in Vorrat zu halten. Als Kontakt wird demnach benötigt:

Lagerbestand:	ca 1 to Kontakt
Zum ersten Anfahren:	ca 120 kg "
Täglicher Kontaktzusatz:	ca 12 kg "

Die Angaben über den Kontakt beziehen sich auf Verwendung von Fischer-Synthese-Kontakt der Ruhrchemie A.G.

Kontaktreduktion

Die Reduktion des Kontaktes könnte noch in der Anlage Me 458a in der vorhandenen Reduktionsapparatur erfolgen. Bei Bezug von reduziertem Kontakt müßte für eine entsprechende Mahlanlage gesorgt werden.

Destillation

Das zum Einsatz kommende Olefingemisch C₇ bis C₁₀ siedet von 80 - 175°C. Die aus den Olefinen dieses Siedebandes entstehenden Alkohole siedeln von 178 - 255°C. Es müßte daher möglich sein, wenn das breite Siedeband C₇ - C₁₀ eingesetzt wird, durch nachfolgende Destillation des Umsetzungsgemisches 80 - 90 %ige Alkohole zu erhalten.

Arbeitsplan für Destillation

Kolonnen I (30 m³-Blase). Das Umsetzungsprodukt wird eingesetzt und bis ca 170°C abdestilliert. Wenn das hochsiedende Dicköl bei den Alkoholen verbleiben kann, wird der Sumpf direkt zur Veresterung abgegeben, sonst wird der Sumpf in Kolonnen II (10 m³-Blase) weiter destilliert. Die erforderlichen Leistungen der Destillationen liegen bei

Kolonnen I ca 18 tato = 25 m³ Einsatz/Tag
ca 12 tato = 17,0 m³ Destillat/Tag

Kolonnen II ca 6 tato = 8 m³ Einsatz/Tag
ca 6 tato = 8 m³ Destillat/Tag

Die "Fertigproduktdestillation" könnte von der bestehenden Destillationsanlage durchgeführt werden. Die Vergrößerung der Dephlegmatoren ist zur Vermeidung größerer Produktverluste notwendig.

Im nachfolgenden sei eine kurze Übersicht gegeben, welche Teile der Anlage ausreichen und welche entsprechend vergrößert werden müssen.

Lagerer: Insgesamt 300 m³ vorhanden. Reicht für ca 10 Tage Produktion, wenn Fertigprodukt gleich abgesetzt werden kann.

Bedienungsbau: Für die erforderlichen zusätzlichen Aggregate reicht der vorhandene Bau nicht aus. Es ist vorgesehen, als Erweiterung einen Ziegelbau mit Fertigbetonbindern von 7 x 20 m Grundfläche und 4,70 m Höhe westlich an den vorhandenen Bau in nord-südlicher Richtung anzuschließen.

Behälter: Neuer Behälter mit ca 2 m³ Nutzinhalt erforderlich.

Pumpen-Einsparungen: 2 neue Pumpen mit je 1 m³ Stundenleistung erforderlich.

Umlaufpumpen: Als Reserve für die voll ausgefahrenen Umlaufpumpen sind je eine für den CO/H₂- und H₂-Kreislauf vorzusehen.

Leitungen: Die Maische-Leitungen sind von NW 10 auf NW 24 zu erweitern.

Raum: Reicht aus.

Kolonnen: Zur Auswaschung des Kobaltcarbonats aus dem Oxo-Entspannungsgas ist eine leistungsfähigere Kolonne für 50 Nm³/h Gasdurchgang vorzusehen.

Abgas: Kohle-Anlage zur Verhinderung der großen durch das Produktempnungsgas bewirkten Verluste.

Filterstation: Die Filterstation reicht nicht aus und ist durch weitere Filterfläche zu vergrößern. Diese soll in 4 Schwenkfilter mit 2 m² Filterfläche (mit 50 Filterkerzen) untergebracht werden.

Reaktion: reicht aus.

Dephlegmatoren: Reicht für einmalige Destillation des Produktes aus, wenn Dephlegmatoren vergrößert werden.

Transport: Zur Transportfrage wurde von Herrn D.I. Königler der Bahnbauabteilung der Plan entworfen, in Straße VIII ein Stumpfgleis von ca 90 m Länge südlich der zwischen den Straßen C und f befindlichen Weiche anzulegen. Die Möglichkeit der Anlage einer Abfüllstation in Straße IX wird noch geprüft.

Kostenschätzung

	BTA	MTA
1 Gebäude für Pumpen und Filter 20 x 7 x 4,25 m	15 000	
1 Rührbehälter 3 m ³ mit Elektroschnellröhre	400	2 800
4 Filter	2 000	8 000
3 Filtratbehälter	2 000	7 000
2 Einspritzpumpen à 1 m ³	500	12 000
2 Umlaufpumpen à 300 Nm ³ /h	500	8 000
1 Gaswaschkolonne		3 000
1 Ammoniakschwimmerbehälter		1 000
2 Tiefkühler		2 000
2 Kondensatoren je 36 m ²		4 000
1 Kandel	2 000	
1 Abfüllstation	400	1 500
Rohrleitungen		25 000
Isolierungen 25 %	12 000	
Elektrische Installation 15 %		8 000
Betriebskontrolle 20 %		10 000
Montage 15 %		8 000
1 Stumpfgeleise	11 500	
Unvorhergesehenes	6 700	16 700
	53 000	117 000
Summe		170 000
Eisenbedarf: Maschineneisen: 65 t		
Baueisen : 25 t		

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß vom chemischen und betrieblichen Standpunkt keine Bedenken gegen die Erfüllung einer Produktionsauflage von 2000 Jato Alkohole bestehen. Durch den Übergang auf größere Filtereinheiten könnten sich allenfalls noch Schwierigkeiten ergeben, die nach den bisherigen Erfahrungen mit den kleinen Filterregatanten noch nicht überblickt werden können.

Herrn Dir. Dr. Büchfisch
 " Dir. Dr. ...
 " Dir. Dr. Giesen
 " Dir. Dr. Herold
 " Obering. Dr. Sackmann
 A.W.P.
 " Dr. Wenzel
 " Dr. Elber
 " Dr. Mauthner
 " Dr. Gemassner

[Handwritten signatures and initials]

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Farbenindustrie

Wolfen (Kr. Bitterfeld)

Wolfen, 27.10.1942

Dr. Z/Ri.

An die

Herren Mitglieder der C.K.
Gruppe Textilveredkung.Eag Target
3043 -30/4.02Betr.: Prüfung neuer Produkte.

Oxosulfat I	} Leuna.
" II	
" III	

Im Zusammenhang mit den von Lu angemeldeten Produkten 3/153 und 3/154 legen wir auf Veranlassung von Leuna 3 Oxoalkoholsulfate zur Prüfung vor. Die Produkte unterscheiden sich voneinander durch die Kettenlänge und die prozentuale Verteilung der im Gemisch enthaltenen Oxoalkohole.

Die Oxosulfate I-III liegen in Form von Glaubersalzverschnitten vor und zwar enthält

Oxosulfat I	=	42,9 %	Sulfoester
" II	=	40 %	"
" III	=	41,4 %	"

Der Rest ist Natriumsulfat. Die feinen weißen Pulver bleiben beim Lagern bei 65 % rel. Luftfeuchtigkeit und 20° C streufähig.

Die wässrigen Lösungen der Produkte mit je 5 % wirksamer Substanz sind alkalisch. Die Messung mit der Glaselektrode ergibt folgende pH-Werte:

Oxosulfat I	=	10,8
" II	=	10,7
" III	=	10,7

Das Netzvermögen der Oxosulfate ist gut und übertrifft das der Cyclanon-Marken LA und WN dopp.konz.

Im Schaumvermögen übertreffen die Oxosulfate in dest. Wasser die Cyclanon-Marken LA und WN dopp.konz. In hartem Wasser schäumt Oxosulfat I besser, als II und III, etwa wie Cyclanon LA. Cyclanon WN dopp.konz. erreicht die Vergleichsprodukte in der Schaumbildung nicht.

In der Stückwäsche mineralöl- und olivenölgeschmälzter Wolle bewirken die 3 Oxosulfate nicht die Entfettung, wie sie mit Cyclanon WN dopp.konz. erhalten wird, sind aber wirksamer, als Cyclanon LA.

Das Feinwaschvermögen auf Wolle wurde mit 40- und 20 %iger Glaubersalzverschnitten geprüft. Es ergab sich dabei, dass die Oxosulfate I-III in dieser Reihenfolge fortschreitend besseres Reinigungsvermögen aufweisen. Oxosulfat III erreicht Cyclanon WN dopp.konz. Sämtliche Oxosulfate sind deutlich wirksamer, als Cyclanon LA.

Muster lassen wir den Col. Abt. Hö, Le und Lu gesondert zugehen. Die Zusammensetzung wird auf dem üblichen Wege mitgeteilt.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

gez. Unterschriften.

Ø Herrn Dr. Herold
AWP.

Rohchemie-Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holteln

FS 3.8.42

Stickstoff-Abt.
S.-B./Hd./Gem.

9. Nov. 1942 Ul.

Krackmittelöl für Oxo-Versuche

Wir beziehen uns auf Ihr obengenanntes Fernschreiben, worin Sie uns die Lieferung von Krackmittelöl für September in Aussicht stellten. Da es bis heute noch nicht eingegangen ist und auch keine diesbezügliche Nachricht Ihrerseits vorliegt, gestatten wir uns anzufragen, ob und wann wir mit einer Lieferung von Krackmittelöl rechnen können. Für unsere weiteren Versuche und speziell auch für Bemusterung größerer Mengen Alkohole an Henkel benötigen wir weiterhin Krackmittelöl von Ihnen.

Außer an Krackmittelöl sind wir noch stärker an einer größeren Menge Primärolefin aus Ihrer Synthese-Anlage interessiert, um noch vor dem Anfahren der Oxo-Anlage in Holteln halotechnische Versuche mit diesen Olefinen durchzuführen und größere Mengen Alkohole an die verarbeitenden Stellen zu bemustern.

Wir bitten Sie, uns Nachricht zu geben, wann und mit welchen Mengen Olefinen wir rechnen können.

Heil Hitler!

An
Co
Hy.
Ku.
KW.
Ph.
Wa.
Pat.
Ing.

Abschrift/Ge. 27.11.1942.

00000676

Fernschreiben vom 25.11.1942.

RPFS Le 135 = 5 IG Leverkusan Ruhrchemie OBH 503
24.11.42./HST 17,45 für Ammoniakwerk Merseburg, Herrn Dr. Herold.

Wir sind technisch imstande, verlangtes Kracköl zu liefern, bitten aber, bei behördlichen Stellen Genehmigung zur Lieferung zu erwirken, da dieses gesamte Produkt heute in Schmieröl-Erzeugung geht. Könnten von uns aus Anfang Dezember 70 t und weitere 70 t und zwar einmalig im Januar liefern.

Ruhrchemie + Ruhrchemie OBH IG Leverkusan.

Genehmigung verständigen.

Da unsere Oxolanlage mehr Produkt verarbeiten kann, als wir bisher von Ihnen erhalten konnten, möchten wir im kommenden Jahr grössere Olefinmengen von Ihnen beziehen. Wir sind dabei besonders an Primärolefinen interessiert, da diese ja in erster Linie als Rohprodukt für die Gro-Crossversuche in Herten dienen sollen. Es scheint uns empfehlenswert zu sein, noch vor dem Anfahren der Herten Anlage grössere Mengen der Alkohole zum Stadium der Weiterverarbeitung zur Verfügung zu haben. Wir bitten Sie daher, uns mitteilen zu wollen, mit welchen Mengen Primärolefin wir rechnen können. Da hierfür eine gesonderte Freistellung notwendig ist, werden wir eine solche beantragen, sobald wir von Ihnen eine Lieferungszusage haben.

Heil Hitler!

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Ø Vers. Labor
AWP BIN

gez. Giesen

gez. Herold

Antwort a. 29538
Betrifft 27165

An	/
Co	
Hy.	
Ku.	
KW.	
Ph.	
Wa.	
Pat.	
Ing.	

Abschrift/Ge. 27.11.1942.

00000676

Fernschreiben vom 25.11.1942.

RPFS Le 135 = 5 IG Leverkusen Ruhrchemie OBH 503
24.11.42./HST 17,45 für Ammoniakwerk Merseburg, Herrn Dr. Herold.

Wir sind technisch imstande, verlangtes Kracköl zu liefern, bitten aber, bei behördlichen Stellen Genehmigung zur Lieferung zu erwirken, da dieses gesamte Produkt heute in Schmieröl-Erzeugung geht. Könnten von uns aus Anfang Dezember 70 t und weitere 70 t und zwar einmalig im Januar liefern.

Ruhrchemie + Ruhrchemie OBH IG Leverkusen.

Eingang: Städtel
1942 02706

I. G. Höchst

I.G. Ludwigshafen,
z.H. von Herrn Dr. Ulrich

I.G. Wolfen-Farben,
z.H. von Herrn Dr. Marx.

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unsere Zeichen
I. H. Laboratorium
Kr.

Frankfurt (Main)-Höchst

Betreff

2. Dezember 1942.

Im Zuge des Studiums der Verarbeitungsmöglichkeiten von Oxalkoholen bzw. Oxosäuren bitte ich auch den Typ »Lana« zu bearbeiten und der C.K. vorzulegen, da es wichtig ist zu wissen, was dieser Typ leistet. Da diese Umsetzung altes Arbeitsgebiet von Wolfen ist, Ludwigshafen aber durch die Anmeldung J. 66 729 vom 29. III. 40, in der zwar nicht speziell die Oxosäuren genannt sind, den Schutz für Lanaprodukte auf dieser Basis beantragt hat, bitte ich die beiden Werke, sich über die Arbeiten zu einigen. Zweckmässig würde die Herstellung auf Basis von Oxosäuren, wie sie den Alkoholgemischen der Sulfonate I, II und III entsprechen, erfolgen.

Ø Herrn Dir. Dr. Nüsslein, Höchst
» Dir. Dr. Herold, Merseburg

gez. Orthner