

NPA 17

START

**CODE DESIGNATIONS
AND ROLL NUMBER**

REEL NO.

C-15

SPECIAL NOTE FOR REEL C - 15

THIS FILM WAS DAMAGED AND GREATLY OVERDEVELOPED DURING PROCESSING IN THE LABORATORY. SINCE THE SUBJECT MATTER HAS ALL BEEN RETURNED FROM THE JICA GRIBSHIM DOCUMENT CENTER TO LONDON, IT HAS NOT BEEN POSSIBLE TO RE-SHOOT THE DOCUMENTS. HOWEVER, THE FILM HAS BEEN CHEMICALLY TREATED, AND AT LEAST 90% OF THE DOCUMENTS ARE NOW LEGIBLE. ALSO, THE START, INDEX AND END HAVE BEEN RE-SHOT AND SPLICED IN.

GENERAL SUBJECT

Miscellaneous Collection of Documents Dealing Mainly
with the OXO Process and Plastics.

Reel No. C-15

Source of documents: Bryanston Square, London

Bag No.: 5414, 3986, 5415

Filed by: JICA

Date: 28 December 1948

FRAME NO.

INDEX

FRAME NO.

0-15

In the following index, German subtitles are often not possible. The matter comprises a miscellaneous collection of papers dealing with various aspects and problems of the OXO Process; also miscellaneous chemical.

1. On distillation, with particular reference to new plant projects. Reports of conferences and correspondence with cost estimates, photos of plant items; drawings and graphs referring to distillation and plant matters. May 13, 1944. 1 - 45
2. Document: (ont)
 - a. The supply of heavy oil.
 - b. o- and p-benzy] chloride mixtures.
 - c. Separation of C11, C12 from C13, C14.
 - d. Hydrocarbon vapour pressure. December 11, 1943. 45 - 49
3. Artennotis. OXO-Verfahren.

Mixtures. OXO Process. September 23, 1941.

Im Programm der Besprechung:
On the agenda of the consultation:

 - a. Analytische Probleme.
Analytical problems. 50 - 52
 - b. Filterung.
Filtering.
 - c. Gasbeschaffenheit und Restgasentspannung.
The handling of gas, the release of waste gases.
 - d. Abföhrung der Reaktionswärme.
Evaluation of reaction temperature.
4. Viscositätsverhalten von Oxo Alkoholen.
On the viscosity of Oxo alcohols. With 13 tables and 1 graph. May 23, 1944. 53 - 68
5. Artennotis. Synthese- u. Filterfragen.
Record of a consultation on synthesis and catalyst filtering problems. February 3, 1942. 69 - 72
6. An interchange of ideas with Leuna on the matter of the cooling of the reaction tubes in the OXO synthesis. February 12, 1942. 73 - 76
7. Btr. Synthese Karbonylauswaschung. Die Herstellung von Fettalkoholen. Monatsbericht Juni 1943.
The rectification of carbonyl. The production of higher aliphatic alcohols. Nov. 7, 1942. Monthly report Oberhausen-Kolten, June 1943. 77 - 82

REV. 22.

FRAME NOS.

0-15

8. Molekulargewichtsbestimmung nach Beckmann. Gefrierpunktserniedrigung.
Molecular weight determination by the Beckmann method. Lowering of freezing point. 83 - 85
9. Herstellung v. Olefinen durch Dehydratation v. Fettalkoholen.
Production of olefines by dehydration of higher aliphatic alcohols. Aug. 2, 1944. 86 - 91
10. Beitr.: Feinfraktionierung v. o- u. p-Chloroäthanol.
Concerning the precision-fractionation of o- and p-chloroethanol. April 26, 1944. 92 - 96
11. Dicköl-Untersuchung.
Investigation of heavy oils. March 15, 1944. 97 - 99
12. Über eine Methode zur Bestimmung des Mol.-Gewichtes von Oxo-Alkoholen.
A method for determining the molecular weights of Oxo alcohols. Feb. 5, 1944. 100 - 103
13. Weiterverarbeitung v. Oxo-Produkten/Synthese höhermolekularer Ketone, sekundärer Alkohole u. dergl.
Further work on Oxo products/Synthesis of higher molecular weight ketones, secondary alcohols, etc. Feb. 5, 1944. 104 - 106
14. Bericht über die bisherigen Versuche zur Isolierung v. Olefinen aus Primärprodukten.
Report on experiments to date to isolate olefins out of primary products. Dec. 23, 1943. 107 - 109
15. Über die Synthese von ungesättigten Fettsäuren.
The synthesis of unsaturated fatty acids (with explanatory chart). Nov. 30, 1943. 110 - 112
16. Über die Isolierung und Reindarstellung höhermolekularer Olefinen aus Primärprodukten.
The isolation and purification of the higher molecular weight olefins from primary products. Nov. 9, 1943. 113 - 114
17. Vortrag von Geh. Rat Fischer im KWI am 16.4.1943.
Überblick über die Synthesen aus Kohlenoxyd u. Wasserstoff.
Lecture by Geh. Rat Fischer to KWI on 16.4.1943.
Survey of the synthesis from carbon monoxide and hydrogen. 115 - 116

FRAME NO.

FRAME NOS.

C-15

18. Bericht über den Betrieb der Butylöl-Destillier-Kolonne Oppau.
Report on the working of the butyl oil distilling column at Oppau. (With two charts). March 22, 1944.

117 - 124

19. Ver kalkulation der Herstellungskosten der Oxo-Anlage in Oberhausen-Kelton zur Herstellung v. 15000 Tafe Fettalkoholen.
Estimated production costs of Oberhausen-Kelton for a yearly output of 15000 tons per year of higher alcohols. Feb. 25, 1943.

125 - 131

20. Herrn Dr. Landgraf. Betr. Monatsbericht Januar 1944. To Dr. Landgraf. Concerning the Monthly Report, January, 1944.

132 - 133

21. Über Alkohole und Fettsäuren der Ruhrchemie.
Alcohols and fatty acids of Ruhrchemie (with tabular analysis of characteristics in synthetic washing media). March 16, 1940.

134 - 144

22. Analysen-Protokoll (Vordestillation). Rohprodukt für Oxo-Synthese.
Records of primary distillation analyses. Raw material for the Oxo-Synthesis.

145 - 152

23. Ergebnisse der Fraktionierung des C₁₆ Alkohols.
Results of the fractioning of C₁₆ alcohols. (With tables analyzing qualities as a washing-medium).

153 - 162

24. Ermittlung der olefinischen Bestandteile u. deren Zusammensetzung im Paraffin-Olefin-Gemisch d. Ruhrchemie.
Determination of the olefin components and their composition in the paraffin-olefin mixture of Ruhrchemie. Jan. 4, 1941.

163 - 171

25. Grepas of boiling points for first distillations, and estimates for the cost of equipment for first distillations from the firm of Bannag-Neguin, A.G.

172 - 200

26. Bestimmung der theor. Bodenzahl der 8 m-Kolonne des F.L. Breckungindex v. o- u. p-Chlorotoluol. Nachtrag s. Schreiben v. 16.5.44.
Theor. plates of the 8 meter column of the F.L. May 11, 1944. Refractive index of o- and p-chlorotoluene. (Addition to a letter of the 16.5.44.)

201 - 214

FRAME NO.

FRAME NOS.

- 0-15 27. Siedeverhalten von Primäröl, 179 - 250°, bei verschiedenen Ausführungen der Destillation. Vergleich zwischen Pyrring-Siedeanalyse u. Feinfraktionierung von Primärprodukt.
The behaviour of primary oil at boiling point, 179 - 250°, with the distillation carried out in different ways. Aug. 10, 1944. Comparison between the pyrring boiling-point analysis, and the precision-fractioning of the primary product. 215 - 223
28. Figures and tables of various first distillations at the Oxo plant. April 18, 1940. 224 - 238
29. Monatsbericht März/April 1944.
Monthly report March/April, 1944. 239
30. Niederschrift über die Besprechung mit Prof. Martin am 8.11.40.
Record of the consultation with Prof. Martin on the 8.11.40. (About raw materials for distillation). Nov. 9, 1940. 240 - 241
31. Physikalische Konstanten von niedermolekularen Paraffinen, Olefinen und Aldehyden.
Physical constants of paraffins, olefins, and aldehydes of low molecular weight. Nov. 20, 1943. 242 - 244
32. Betr.: Wasseraufbereitung. Berechnung der Härte des Betriebswassers nach Ersatz der Abschlämung und des Verdampfungsverlustes.
Concerning the preparation of boiler water. Working out the hardness of the water used in the plant after allowing for losses from boiler blow-off, etc. April 8, 1944. 245 - 249
33. Miscellaneous rough technical scribbles, sketches and graphs. On such matters as cooling areas in synthesis tubes, and filter surface and its relationship to various amounts of contact, etc. Feb. 1942. 250 - 267
34. The complete minutes of eight meetings of the board of the Oxo-Company. These minutes are in reversed chronological order. They date from the founding of the company on the 20 Nov. 1940, and carry on up to the 5 March 1943. The names of those present at each meeting are included. Naturally, these documents cover the entire field of the activities of the Company, and range from financial matters to problems of plant and production. The problem of labour deficiency is also brought up, particularly at the last meeting. 268 - 357

FRAME NO.

FRAME NOS.

0-15	35. Versuche zur Konzentrierung von Äthylen und Acetylen. Acetylenkonzentrierung. Experiments in concentrating ethylene and acetylene. The concentrating of acetylene. Oct. 11, 1943.	358 - 372
	36. Concerning problems of the piping of acetylene. Oct. 14, 1943.	373 - 380
	37. Further material on the matter of the concentration of gases - particularly acetylene - and the scrubbing thereof. Material on an increased accident rate is significantly included.	381 - 465
	38. Schönberröfen. Details of the Schönberröfen Furnace - presumably for prospective purchase. May 2, 1940.	466 - 469
	39. Bericht über Entwicklung der Chemischen Werke Hüls G.m.b.H. im II. Vierteljahr 1943. Report on the development of the Chem. Werke Hüls, Ltd. a. Einleitung. Introduction; mostly concerning the bomb damage suffered by the firm. b. Entwicklung der Fabrikation. The development of the manufacturing side. c. Stand u. Ausbau des Werkes. State and development of the Works. d. Energieversorgung. The power supply. e. Betriebs- u. Danbelegschaft. The personnel absenteeism brought about by the large number of the bombed-out. f. Soziales. Social welfare. g. Prozesse, Rechts-, Vertrags- und Steuerfragen. Court cases, legal-, contract-, and tax questions. h. Kaufmännisches und Finanzierung. Commercial and financial; chiefly about profits and costs. i. Werksversicherung. Insurance and minor local services, etc. j. Ärztliche Betreuung. Medical care. k. Verschiedenes. Miscellaneous; chiefly on how well the firm had done for the party.	470 - 484

MMRL NO.

FRAME NOS.

0-15

40. Monatsbericht November 1943. Fahrweise.
Monthly reports on manufacturing procedure.
November 1943.
Monatsbericht November 1943. Aldol - Fabrik.
Monthly reports of the aldol factory. Nov. 1943.
Monatsbericht der Aldolhydrierung. November 1943.
Monthly reports on the hydrogenation of aldol.
Nov. 1943.
Bilanz der Aldolhydrierung November 1943.
Balance sheet on the hydrogenation of aldol.
Nov. 1943.
Monatsbilanz Oktober 1943. Gesamtergebnis der Aldol-
Butolestufe.
Monthly balance sheet of the total yield of the
aldol-butylene glycol phase. October 1943.
The period March 1937 up to and including June
1940 is covered by correspondence on production
details, sources and supply of raw materials, etc.

485 - 713

41. Apart from the first three items in the file, the main
contents are a continuation of the various types of
reports on the hydrogenation of aldol, covering the
period from December 1943, and on up to October 1943.
The dates in each case are included and need not be
repeated. The first three items are:
Wasserstoff-Nachschaltverdichter für 700 atü.
Hydrogen valve-closing device for 700 atms.
(It seems that the original was destroyed in
a bomb attack, and no replacement had so far
arrived. This reduced output to trifling
proportions).
Lieferung von Hydrierkatalysatoren an die Buna Werke.
Delivery of hydrogenation catalysts.
Die Hydrierung des Reinaldols bei 700 atü.
The hydrogenation of pure aldol at 700 atms.
The whole file is, of course, in reverse-chronological
order.

714 - 781

42. Dr. P. Baumann, Marl, den 12. Mai 1943: Gross-
technische Destillation im Haus der Technik.
Lecture given by Dr. P. Baumann on "Large-scale
Distillation" on May 12, 1943.

782 - 807

- 42a. Betriebsvorschrift für Nokal BX trocken Emulgator
1000 Pulver.
Directions for the manufacture of "Nokal BX, dry"
Emulsifier 1000 powder.
Ausgangsmaterialien, %/100 kg Ausbeute:
Raw materials, % per 100 kilograms yield:
28.6% Butanol rein, wasserfrei.
28.6% pure, anhydrous butanol.

INDEX NO.

FRAME NOS.

C-15

42a.

24.7% Naphthalin.
24.7% Naphthalene.
51.7% 98-proz. Schwefelsäure.
51.7% sulphuric acid (98%).
72.9% 24-proz. Oleum.
72.9% fuming sulphuric acid (24%).
0.1% Sulfosäure D.
0.1% sulpho acid D.
74.3% 24-proz. Natronlauge.
74.3% caustic soda solution (24.5%).
10.0% Natriumhypochloritlösung.
10.0% sodium hypochlorite solution.
2.9% Kochsalz.
2.9% sodium chloride.
0.7% Kalksteinmehl.
0.7% powdered limestone.
0.3% Maschinenöl.
0.3% lubricating oil.

808 - 812

42b. Patentanspruch. Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Sulfonierung und bzw. oder Neutralisation. Sulfonierung von Fettalkoholen. Verfahren zur Herstellung von Sulfonierungsprodukten aus höhermolekularen Alkoholen. Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Sulfonierungsprodukten aus höhermolekularen Alkoholen.

Patent application. Process and equipment for continuous sulphonating and/or neutralisation. Sulphonating of fatty alcohols. Process for the manufacture of the products of sulphonation from alcohols of higher molecular weight. Patent application. Process for the manufacture of the products of sulphonation from the alcohols of higher molecular weight.

813 - 824

42c. Patentanspruch. Verfahren zur katalytischen Hydrierung aliphatischer Aldehyde oder Aldole.

Patent application. Process for the catalytic hydrogenation of aliphatic aldehydes or aldols.

825 - 830

43. Über die Verwertung der 1,4-Butandioldestillationsrückstände der B III-Anlage. Bericht.

On the utilization of 1,4-butandiol distillation residues at the B III Plant. A report. Nov. 30, 1944.

831 - 838

INDEX NO.

FRAME NOS.

- 0-15 44. Referat zur 26. Kule-Sitzung, 12-13.2.1943.
Über den heutigen Stand des Verbundglases mit
Kevitalen. Über den gegenwärtigen Stand auf dem
Vinylester-Gebiet.
Survey of the 26th Kule board meeting. Feb.
12-13, 1943. On the position to date of safety
glass, with adhesives. On the position to date
of the vinyl esters. 839 - 848
45. Aceton-Eisigsäure-Abteilung. Propionylchlorid aus
Propionsäure und Phosgen. Herstellung von
Propionylchlorid aus Propionsäure und Thionylchlorid.
Acetone acetic acid section. Propionyl chloride
from propionic acid and phosgene. Nov. 11, 1940.
Manufacture of propionyl chloride from propionic
acid and thionyl chloride. Aug. 26, 1940. 849 - 862A
46. Pharm. Betriebs-Labor. Jahresbericht 1942. Her-
stellung v. Labisan. (Labisan: Resorcin-mono-n-
butyläther-kohlensäure-diäthylamid).
Pharm. Works Lab. Annual report, 1942. Manu-
facture of "Labisan". ("Labisan" is: Resorcinol
mono-n-butyl ether carbonic diethylamide).
Nov. 23, 1942. 864 - 871
47. Kunstharze. Verbrauch der wichtigsten Rohmateri-
alien.
Synthetic resins. The most important raw
materials employed in the manufacture thereof.
(A tabular arrangement of specified raw
materials used in a considerable number of
I.G.'s synthetic resins). 872 - 886
48. Survey of I. G. products at Höchst covering 1944
and early 1945. The file includes a list of the
heads of the various departments, and the name of
the chief of the entire works, who is also the head
of the dept. of medicinal remedies (Prof. Dr.
Lautenschläger). 987 - 1007
49. Dr. Eagen. Bericht Nr. 20. Versuche mit Butadien-
Vinylmethylkautschuk. (Zusammen mit Herrn Dr.
Gärtner).
Dr. Eagen's report No. 20. Experiments with
butadiene-vinyl-methyl polymer. Aug. 2, 1939. 1008 - 1025

REEL NO.

FRAME NOS.

C-15

50. Dr. Hagen. Bericht Nr. 8. Über lichtechte Buna-Stabilisatoren. Kurze Zusammenfassung: In taps - Butylphenolsulfid wird ein Stabilisator für Buna gefunden, der im Gegensatz zum Vulkanisat kein Lichtverfärbung zeigt.

Dr. Hagen's report No. 8 on light-fast Buna stabilizers. Short summary: A stabilizer for Buna has been found in tertiary butylphenol sulphide, which, in contrast to phenyl-beta-naphthylamine (which was hitherto in use), shows no light-discoloration in the lighter vulcanizations. Jan. 11, 1937.

1036 - 1041

51. Charakterisierung von Stabilisatoren durch Messung der Sauerstoffaufnahme.

The characterizing of stabilizers by measuring the amount of oxygen they absorb. The account includes a number of graphs and an addendum. Jan. 18, 1940.

1042 - 1047

52. Thio glykolsäure-Äthylester.

Thioglycolic acid ethyl esters.

1048 - 1049

53. Technical opinions and reports, memos, and various types of correspondence on the stabilizers used with Buna S, Buna SS, Buna SS Sauer, and Per-bunan.

1050 - 1127

54. XI. Hauptversammlung der Deutschen Kautschuk-Gesellschaft vom 26.-28. Sept. 1938 in Hamburg.

11th Main Assembly of the German Rubber Association; held on Sept. 26-28, 1938 in Hamburg.

a. Auszug aus dem Referat von Prof. Dr. Kuhn, Kiel: "Beziehungen zwischen Konstitution und elastischem Zustand hoch-polymerer Verbindungen".

Extract from the survey by Dr. W. Kuhn of Kiel, on: "Relationship of structure to the state of elasticity in high-polymeric compounds".

b. Auszug aus dem Referat von Dr. H. Hagen, Leverkusen: "Die Plastisierung von Buna".

Extract from the survey by Dr. H. Hagen, Leverkusen: "The plasticizing of Buna".

c. Auszug aus dem Referat Dr. Ing. P. Nowak, Bln.-Charlottenburg: "Über den Einfluss kautschukähnlicher Hochpolymerer auf die physikalischen Eigenschaften von Buna-Mischungen".

Extract from the survey by Dr. Ing. P. Nowak, Bln.-Charlottenburg: "The influence of high-polymer of a rubber-like character on the physical qualities of Buna compounds".

REF. NO.

C-15

FRAME NO.

d. Auszug aus dem Referat von Dr. P. Stücklin, Opladen: "Über die hitzebeständige Buna-Mischungen".

Extract from the survey by Dr. P. Stücklin, Opladen: "On heat-resisting Buna mixtures".

e. Auszug aus dem Referat von R. Ecker, München: "Die Wertegrenzung als Mass der Reproduzierbarkeit, insbesondere bei Kerbsähigkeitsuntersuchungen".

Extract from the survey by R. Ecker, Munich.

1128 - 1136

55. Betreff: Versuchsanlage für synthetischen Kautschuk, Ker-Anlage in Debica, Polen. Bericht über die Besichtigung der Ker-Zahlenbuna-Fabrik in Debica am 7.5.1940. Polnischer Kautschuk "Ker".

Concerning: experimental plant for synthetic rubber, The Ker Plant, Debica, Poland. Report on the survey of the Ker "Zahlenbuna factory", Debica, on May 7, 1940. The Polish rubber "Ker".

Three documents on the proposed purchase of Polish Synthetic Rubber Plant at its scrap-value (70-80 000 Reichsmarks), its transport to Leverkusen, and its incorporation in I.G.'s own synthetic rubber works.

1137 - 1149

TITLE PAGE

In the following index, German subtitles are often not possible. The matter comprises a miscellaneous collection of papers dealing with various aspects and problems of the OXO Process, also miscellaneous chemicals.

FIELD PAGE

1. On distillation. With particular reference to new plant projects. Reports of conference and correspondence with cost estimates, photos of plant items, drawings and graphs referring to distillation and plant matters. May 18, 1944.

Frame Nos. 1 - 45

Al
Bryant and Martin Banning

Oberhausen-Holten, den 12.5.1944
Te./Bl.

NOTIZ

Über die Besprechung mit den Herren der Bamag am 9.5.

1. Destillationsfragen

Wasserpumpen

Eine Rückfrage bei Herrn Schober hat ergeben, daß Herr Schober keine Garantie übernimmt, wenn an der Ofenkonstruktion etwas geändert würde. Ein Zusammenschluß von 2 Ofengruppen wäre jedoch denkbar. Hierbei besteht die Gefahr, daß eine Ofengruppe wegen heißere Brennraumtemperatur stärker verdampft und ungenügend Wasser nachfließt, wodurch noch stärkere Verdampfung eintritt und der Ofen zerstört würde. Es ist zu erwägen, die ungleichmäßige Zirkulation durch Zwangsluftlauf zu steuern. Eine Wärmepumpe kommt für diese Zwecke nicht in Frage, da sie außerordentlich unwirtschaftlich ist, zu große Dimensionen hat und heute gar nicht zu beschaffen wäre.

Vordestillation

Die Destillation I soll als atm.- sowie als Vakuum-Kolonnen eingerichtet und mit Raschig- oder Intusringen 25 mm \varnothing gefüllt werden. Der Widerstand würde dann bei unserer Dampfgeschwindigkeit zwischen 0,5 u. 1 m/sec. um etwa 50 mm Wassersäule liegen. Durch erhöhtes Vakuum 10 mm Hg am Kopf und 50 mm im der Blase soll die Leistungsverminderung wieder ausgeglichen werden. Das Hauptproblem bleibt nach wie vor die Verdampferleistung. Unter sehr günstigen Betriebsbedingungen würde es sich ermöglichen lassen, mit 35 atm.-Dampf noch C_{17} zu destillieren. Die Oxidationsgesellschaft kann nicht bei der Destillation auf das C_{17} verzichten.

Nach Angaben des Herrn Dr. Bayerl ist es vollkommen gleichgültig, ob ein Strahlsauger oder eine Wasserringpumpe zur Evakuierung der Kolonnen verwendet wird. Die Charakteristik beider Apparate soll ziemlich die gleiche sein. Ebenso würde kein Unterschied zu erkennen sein, wenn man die W mit Koal. vergleicht. Herr Dr. Bayerl gibt an, daß auf die gleiche Bauaufschlagung des obersten Kondensators mit Kühlwasser die entsprechende Leistung desselben zurückzuführen ist. Diese Kondensatoren können maximal 1 200 000 W abführen, aber niemals 5 000 000 abführen. Die Wassereintrittstemperatur des obersten Kühlers konnte auf 50° durch Drosseln der 5 anderen Wassereintrittschieber gesenkt werden.

Herr Kittel macht zur Verringerung des Totvolumens und zum betriebs-sicheren Arbeiten der Anlage einige Vorschläge:

1. Parallelschalten der Kondensatoren 1, 2 und 3. Das Destillat dieser Kondensatoren wird gemeinsam durch Kondensator 4 als Schlußkühler hinabgeführt.
2. Die Fallrohrvorlage I ist so hoch zu verlegen, daß das barometrische Gefälle gerade noch gewahrt bleibt und das spezifisch leichtere Produkt zur Blase und das spezifisch schwerere (Wasser) zum Kanal abfließen kann. Diese Vorlage würde dann wie bisher, hauptsächlich als Wasserabscheider Verwendung finden. Die Fallrohrvorlage II mit der Rückfluspumpe und dem Hagler würde bis in Höhe des Vakuum-Topfes heraufgezogen. Man will damit das unerwünschte Totvolumen verringern.

Kittel ist mit dem Niveau-Regler von Siemens nicht zufrieden und würde gerne einen GZ-Regler statt den von Siemens einbauen. Die auszuglei-

ehenden Schwankungen, hervorgerufen durch Vakuum-Störungen, sind zu groß bzw. der Regler zu träge.

Herr Dr. Bayerl will jetzt nicht irgendwelche Angaben über Kostenverhältnis, Destillatabzug, Größe des Vor- und Zwischenlaufes und Rückstandes geben, sondern diese Werte durch den Versuch bestimmen. Hierfür würde sich dann die Schaltung der Produktvorlagen für die einzelnen Destillationsabschnitte ergeben.

Herr Dr. Bayerl gibt an, das betrieblichen bzw. praktischen Zwecke nach Hut- und Federflanschen verwendet zu haben, die sich leicht zerlegen und ausbauen lassen und bei unsachgemäßer Behandlung mit Unachtsamkeit eher zu rechnen ist als bei normalen Flanschen. Die Nichten sind mit Bakelit stark bestrichen und halten absolut dicht.

Die Packung an der Umwälzpumpe ist nun wegen unsachgemäßer Behandlung der Stopfbuchsen undicht geworden. Ein Metallring, der die Dichtigkeit innerhalb der Stopfbuchse leiten und aufnehmen soll, hatte durch unsachgemäße Behandlung verschoben und konnte damit seine Aufgabe nicht erfüllen. Die von Seiten der I.G. gemachten Vorschläge zur Höherstellung der Destillationsblase in der Fertigstellung sind von Herrn Dr. Bayerl als nicht erforderlich betrachtet. Der Unterschied zwischen Destillationsblase und der Stopfbuchse der Umwälzpumpe ist so groß, dass an der Stopfbuchse immerhin noch ein Überdruck von 10 mm Hg besteht. Die Dämpferohre brauchen nicht kompensiert werden, sondern einen U-Bogen mit großer Bohrenweite gleichen. Selbst wenn Kompensation einmal erforderlich wäre, so würde sich die Kolonne in bedeutend schief stellen und die Neigung der Mittelböden, die in dieser Hinsicht nicht so empfindlich sind, würde nur um 0,01 mm betragen. Montagefehler beim Ausrichten der Mittelböden sind um ein beträchtliches Maß höher.

o Herrn Dr. Landgraf
Dipl.-Ing. Drehschmidt

An die Inventar-Buchhaltung

Kostenvoranschlag für Neubau-Programm-Nr.

Betrifft: Wasserflüssiggewinnung			
Nachtrag		Ersatz	Neuforderung
Betrieb: Oxo-Anlage		Technische Abteilung	19. II
Betriebsleiter:		Abteilungsleiter:	Hilbus
Bau-Nr.: 2074		Sachbearbeiter:	heid
Zeichnerische Unterlagen:			
Begründung zum Neubau-Vorhaben: <p>Die Kürtling-Apparaturen der Oxo-Beitrieblinien haben einen Verbrauch von 300 m³ / h. Diese Wassermengen sind für die Kürtling-Ölgeschleife zur Fraktionierung des Rohproduktes der Oxo-Anlage max. nur 30 m³/h zulässig. In der Praxis wird die Speisung mit Wasser aus dem Verdampfer der Kürtling-Apparatur über einen Wärmehaubeerwärmer erfolgt, das Wasser der Kürtling-Apparatur ist weit vom Öl zu reinigen, was mindestens 150 - 200 m³/h Wasser verbrauchen werden können.</p>			
Pos.	Gegenstand	Einzelpreis B.M.	Gesamtpreis B.M.
1	Geländeaufschluss		2.000,-
2	Mischschichtung 750 m ³		3.200,-
3	Betonbau 400 m ³		17.000,-
4	Verputz u. Isolierung 800 m ²		4.000,-
5	Tenrohrleitung 300 m, Lieferung und Verlegung		3.000,-
6	2 Vertikale Kreiselpumpen einschl. Motoren		3.000,-
7	Bohrleitungen (Stahl)		1.000,-
8	Armaturen		1.000,-
9	Eisenkonstruktion		1.000,-
10	Montage		4.000,-
11	Elektrische Installation		600,-
			42.200,-

5

den 3.5.44 Ldf/Bl.

Destillation o.-p-Chlortoluol

Heft 17.4.44

Beginn: 17.4.44

Einsatz: 2 550 cm³

Nr.	Kopf t	Nr.	Kopf t	Nr.	Kopf t
159		54	161,5	66	---
160		55	161	67	---
160,5		56	160	68	---
160,5		57	160,5	69	---
160,5		58	160,5	70	---
160,5		59	161	71	161,5
160,5		60	160	72	161
160,5		61	161	73	160,5
160,5		62	160,5	74	160
160,5		63	160,5	75	---
160,5		64	160	76	---
160,5		65	161	77	---
161		66	161	78	---
161		67	160	79	---
161		68	160,5	80	---
161		69	161	81	167-9
161		70	160	82	166-9
161		71	161	83	166-9
161		72	160,5	84	165,5-85
161		73	162	85	165,5-85
161		74	162	86	165-8,5
161		75	162		
161		76	---		
161		77	162		
161		78	160		
161		79	160		
161		80	160		
161		81	160		
161		82	160		
161		83	160		
161		84	160		
161		85	160		
161		86	160		
161		87	160		
161		88	160		
161		89	160		
161		90	160		
161		91	160		
161		92	160		
161		93	160		
161		94	160		
161		95	160		

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
Herrn Dr. Haarer, IG, Oppau
Dr. Schmalenbach
(vorübergehend Gabechemie)

In Halten am 19 April 44
Anwesend:

Verfasser:

Dr. Landgraf

Durchdruck an:

die Herren

Dir. von Astor
Dipl.-Ing. Telle
Dipl.-Ing. Böhmer

Zelchnm

Datum

LdL/Bl.

8.5.44

Betrifft: Destillationsfragen

Eine Durchrechnung der Dampfgeschwindigkeit bei Vakuum ergibt, dass die Geschwindigkeit mit 30 m/sec. zwar hoch ist, aber der Dampferohr-
durchmesser mit 700 mm ausreicht. Dagegen sind im Querschnitt die
Kühler zu klein. Es wäre besser, die kürzeren Kühler zu verwenden mit
größerer Rohrsahl und in der Mitte eingefügtem Dampferohr. Die Kühl-
fläche von 400 m² dürfte ausreichend sein. Für reine Kondensation
ergibt sich bei 150° Produkttemperatur ein K von ca. 37 kcal/m² · h. Bei
einem Kühlwasserzutritt von 30° und Austritt von max 60° t für
Kühlwasser = 45°, t für Produkt + Kühlwasser = 115°.

$$\text{Gesamtwärme} = \frac{1.700.000}{400} = 4250$$

$$\frac{4250}{115} = 37 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} = \text{K}$$

Dies gilt für reine Kondensation. Sehr störend wirkt sich der hohe
Druckverlust in den Kondensatoren aus. Im Versuch wurden bei höheren
Verdampfungsleistungen am Kolonnenkopf 1/3 atm. Überdruck gemessen.
Es ist zunächst notwendig, den Druckverlust durch Parallelschaltung
der Kondensatoren mit herabzusetzen. Da der Druckverlust der ange-
wandten Horizontalkühler mit großer Bauhöhe bei Vakuum noch ungenü-
gend wird, ist ein Austausch der beiden Kolonnen notwendig. Um den bei
den Mittelböden von 2,50 m Ø auftretenden Zentrifugalwirkungen zu
beugen, werden Raschig-Ringe zur Auflage auf die Hälfte der Böden
vorgeschlagen. Bei 10 m sich ergebende Füllhöhe ist bei 50 m Kolonne
mit 100 mm zusätzlichem Druckverlust zu rechnen.

Eine Vakuumregelung erscheint erst dann möglich, wenn die Druckver-
luste in den Dampferohren und Kühlern ausgeschaltet sind. Da die
Dampfzähler nur bei bestimmten Volumina ihre spezifische Leistung
entwickeln, ist bei uns eine Vakuumregelung durch Gaseinblasen kaum

möglich. Es wird die Frage aufgeworfen, weshalb nicht Wasserpumpen bei diesem großen Volume zur Anwendung gebracht werden. Die Vakuumregelung muß direkt vor dem Strahlsauger erfolgen. Eine Regelung mit der Drosselklappe ist nach der Betriebspraxis unzulässig. Der Impulsgeber ist am Kolonnenkopf anzubringen.

Als besonders ungünstig wird die Vielzahl der Flanschen und Ventile vor allem bei der Fertigdestillation sehr beanstandet. Bei der Fertigdestillation wird im allg. möglichst alles verschweißt, zum mindesten sind bei den Flanschen Mut und Feder anzuwenden.

Besondere Bedenken erregen die unter Vakuum laufenden Flüssigkeitspumpen für Rücklauf und Produktumwälzung. Bei Einsaugen von Wasser durch die Stopfbuchsen ist mit einer geregelten Destillation nicht mehr zu rechnen. Es sei besser, bei der Produktumwälzung auf einen Zwangslauf zu verzichten oder bei der Fertigdestillation durch Höherstellung der Blasen die barometrische Fallhöhe bis zur Pumpe zu vermindern. Bei der Höhe des Destillationsgebäudes der Fertigdestillation ließe sich eine Höherstellung der Blasen durchführen. Die Rücklaufpumpen seien zweckmäßigerweise durch hochgesetzte Kühler zu ersetzen.

Die Widerstände in den Kondensatoren werden dann so größer werden, wie in der Vordestillation aufgetreten sind. Ferner lassen die langen Dämpferrohre einen hohen Druckverlust erwarten, so daß das verbleibende Vakuum von 5 mm nicht zu erreichen ist. Die Dämpferrohre sind im allg. zu lang gewählt. Es dürfte vor allem notwendig sein, Kompensatoren zwischenschalten um ein Schiefstellen der Kolonnen und damit eine völlige Ausschaltung der Wirkungsweise der Kittelböden zu verhindern.

Bei beiden Destillationen sind die Fallrohrquerschnitte zu eng (dies hat sich bereits im Versuch ergeben) und zwar sowohl für Wasser als auch für Produkt. Es tritt eine unerwünschte Injektorwirkung durch herabfallendes Produkt auf.

Das Totvolumen muß notwendigerweise herabgesetzt werden. Aus diesem Grunde erscheinen die Wasserabscheider und Niveaugefäße für die Produktabnahme als zu groß. In der gesamten Anlage erscheinen die Rücklaufpumpen als zu klein, da, wie die Versuche bereits zeigten, mit wesentlich höheren Rücklaufmengen gearbeitet werden muß. Im Übrigen ist Herr Dr. Haarer der Ansicht, daß der Belastungsspielraum der Kittelböden sehr klein ist und das Belastungsmaximum bei maximalem Verstärkungsgrad verhältnismäßig hoch liegt.

gez. Landgraf

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Herrn Dr. Klar,
I. O. Wolfen,

In Holten am Apr:11 19 44

Anwesend:

Verfasser:

Dr. Mandrat

Durchdruck an:

die Herren:

Dir. von Asboth,
Dipl.-Ing. Temme,
Dipl.-Ing. Brückner

Zeichen:

Datum:

IAf./V8.

8. Mai 1944

Betrifft

Reinigungsarbeiten

Nach Ansicht Dr. Klar ist der Durchmesser der Bamag-Kolonne der Verdampfung bei Benutzung von Kiesel-Böden mit 2,50 ϕ zu groß. Es sei in übrigen fraglich, ob das Maximum der Austauschwirkung, das zusammenfällt mit der Belastungsgrenze der Böden bei gegebenem Abtrieb das abgehende Dampferohr wird bei den in Versuchen sich ergebenden notwendigen Dampfgeschwindigkeit zu eng sein (die Durchrechnung unter Zugrundelegung von 700 mm ϕ beim nachfolgenden Besuch von Herrn Heilmannbach und Herrn Dr. Haarer ergab jedoch eine geringere Weite).

Die Kondensatoren sind offenbar zu klein mit je 100 m² Kühlfläche. Sie bieten außerdem zu viel Widerstand, da der freie Querschnitt gering ist. Dieser entspricht übrigens der Eintrittsverengung des Dampferohrs von 450 mm ϕ . Der schlanke Bau der Kondensatoren wird im Hinblick auf den Druckverlust beanstandet.

Das gesamte Totvolumen in den Destillationsapparaturen, so das bei vermindertem Rücklauf der Zwischenlauf sehr groß wird. Um einwandfrei arbeiten zu können, ist es zweckmäßig, die große Kolonne durch eine kleine zu ersetzen. Unter der Annahme, daß der Vorlauf in Verdampfung I 10%, die Fraktion I (G₁₁₋₁₂) = 40%, die Fraktion (G₁₃₋₁₄) = 32% und der Rückstand (über G₁₇) = 10% beträgt, erreichte Dr. Klar aufgrund eines von ihm neu entwickelter, uns unbekannter Vorlagen folgende Daten:

Rücklauf 7: Siedetiefe Δt 20°C, ergibt einen Trennfaktor von 1,3.
Bei Siedetiefe Δt 120°C und Rücklauf 4 ein Trennfaktor von 1,3.
Für die Fraktion II im Vakuum ergeben sich unter Zugrundelegung eines Vorlaufs von 10%, einer Fraktion G_{15,16} = 60%, einer Fraktion G₁₇ = 20% und einem Rückstand über G₁₇ = 15,16 10% ein Trennfaktor

von 1,33 bei einer 13-fachen Umdrehung...

Im Hinblick darauf, daß die zwei... muß untersucht werden, ob sich... tungenmöglichkeit befindet, u. diese... getrennt in die Synthese... bringen.

Als Dampfgeschwindigkeit für Normaldruck werden 1-1,2 m/sec. als Maximum voraussetzt. Bei hohen Dampfgeschwindigkeiten... und Versprühung eintreten. Durch die inhomogenen... Kolonne auftretende Zentrifugalkraft entsteht ein... eine parabolförmige... Ke entsteht ein... in die Kolonne... ohne Austauschwirkung erfolgt. Es... richterbildung durch... Als... große Ringe von... Steigende... würde eine geringere... Eine... ergibt, daß 40 to... 90 to...

Zwischen Kopf und Blase muß demnach mit einem 13-fachen... der im Kopf... strom... weise der...

Das... ist offenbar... geeignet. Es... Spure... punktes.

Das... ist... lichst... Vorlauf... muß...

Für die... sind... die... sind...

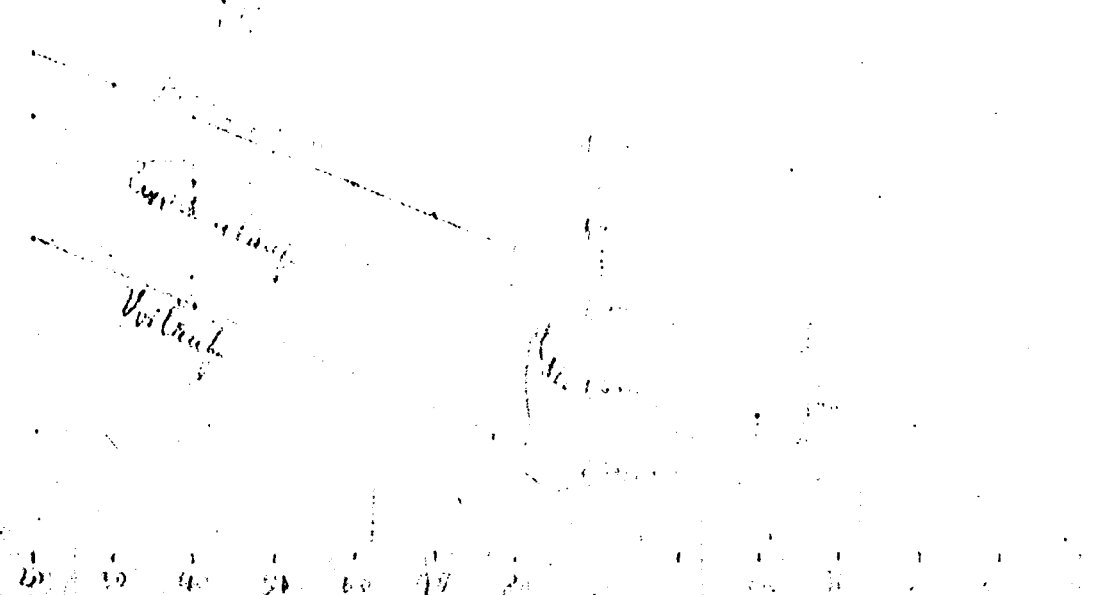
Die... sind... die... sind...

Die... sind... die... sind...

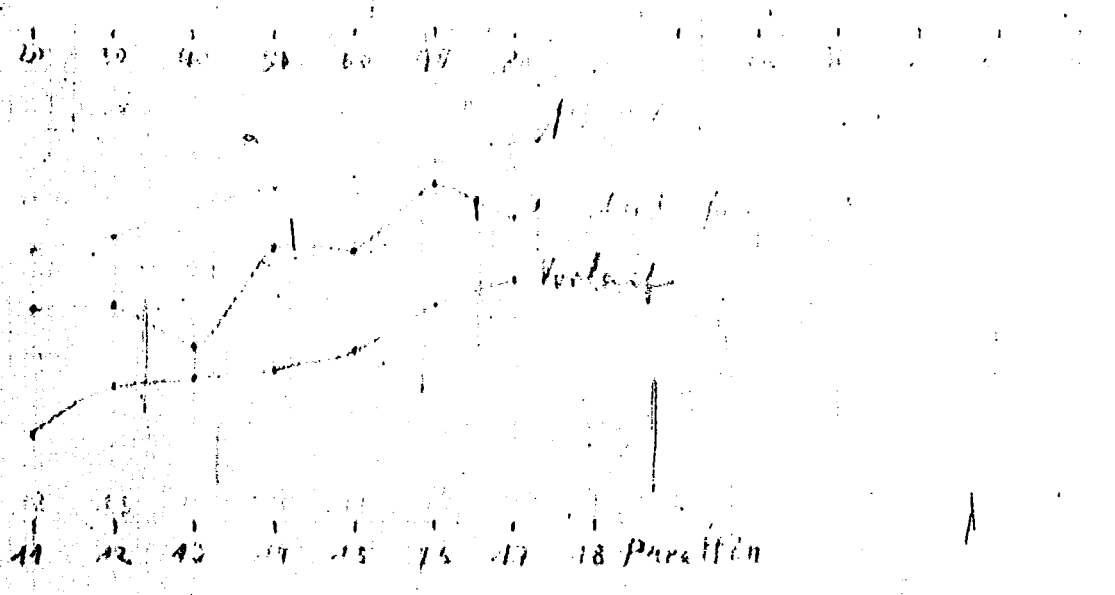
Im Vergleich wird... die... sind...

gez. Landgraf

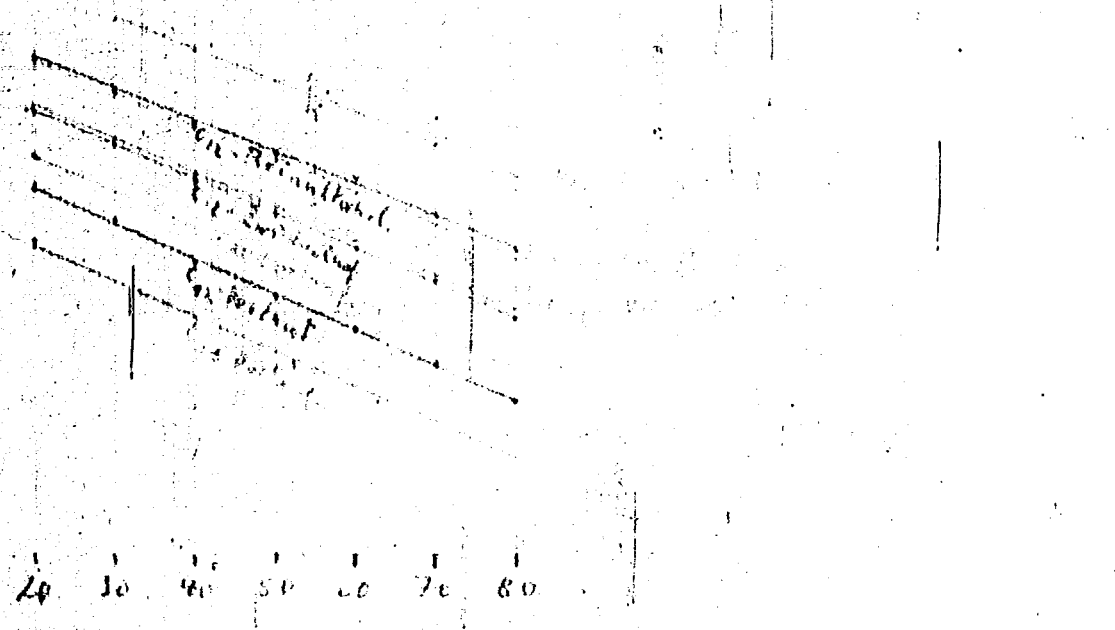
1,470 -
1,460 -
1,450 -
1,440 -
1,430 -
1,420 -
1,410 -
1,400 -
1,390 -



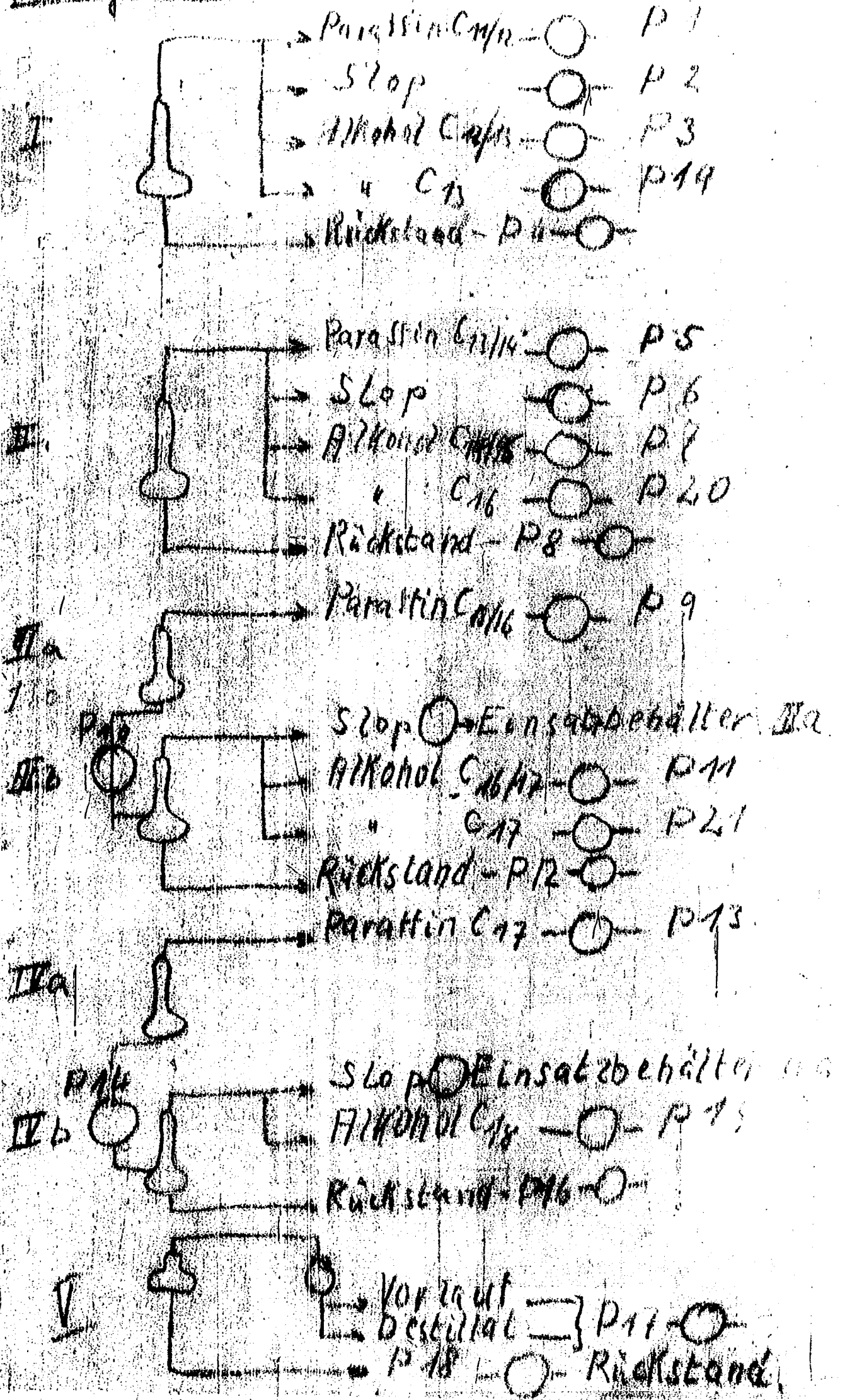
1,4500 -
1,4400 -
1,4300 -
1,4200 -
1,4100 -
1,4000 -



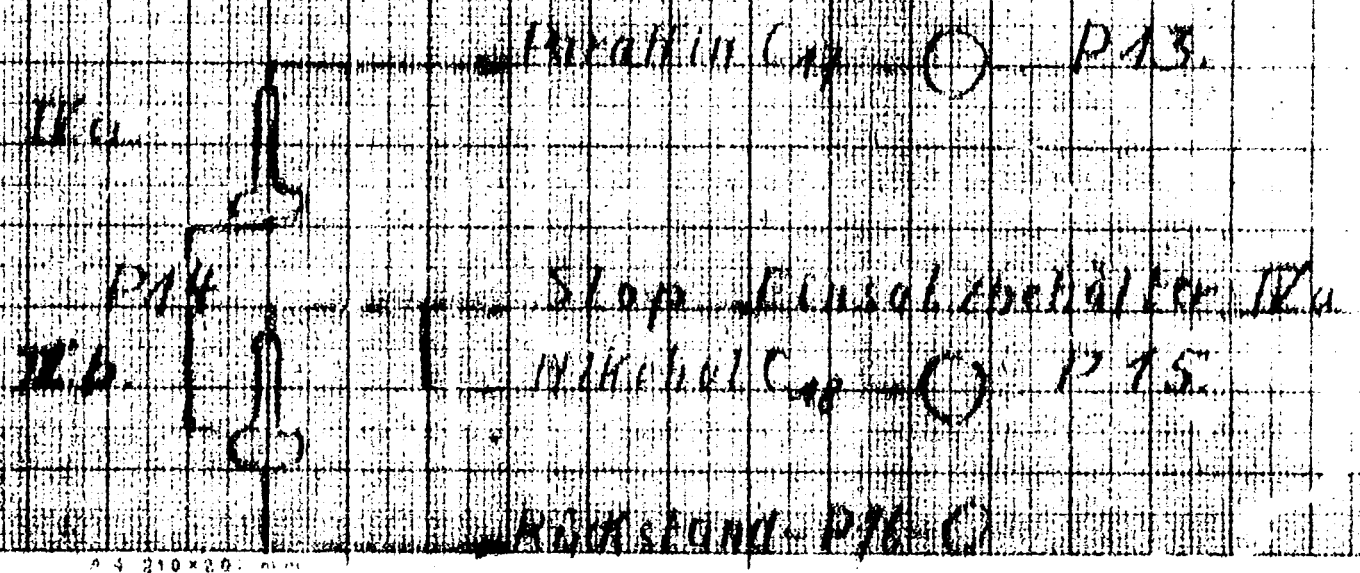
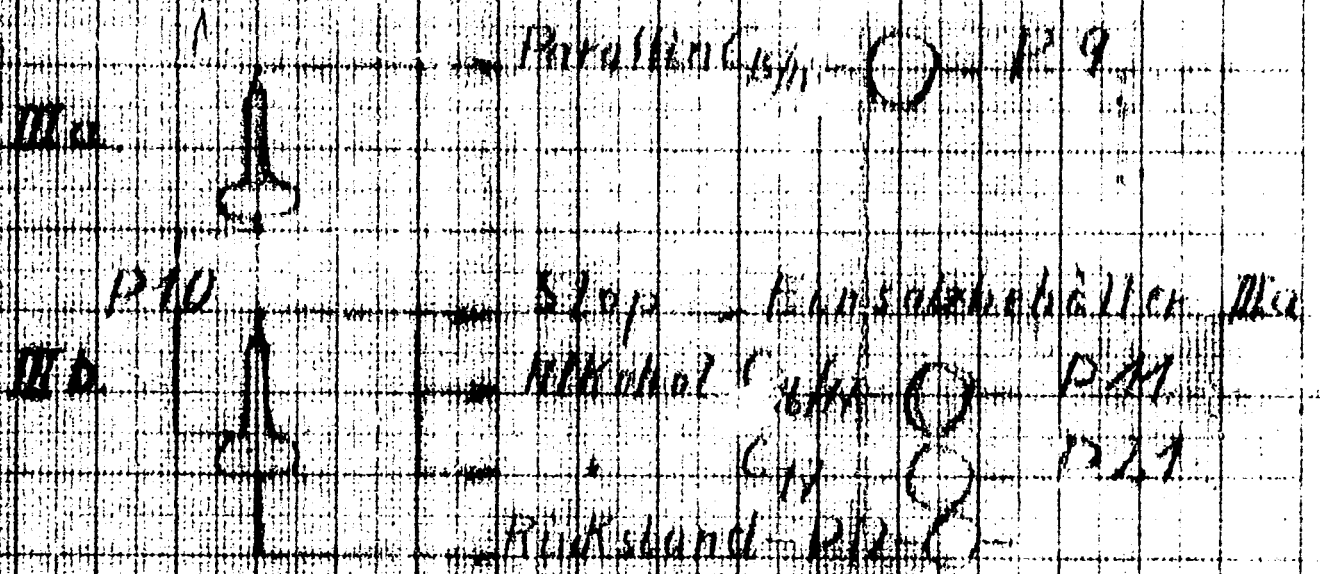
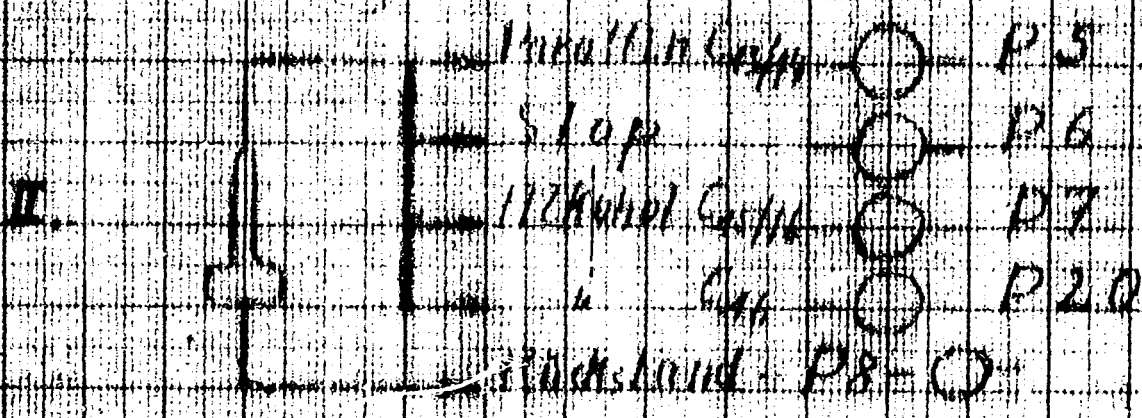
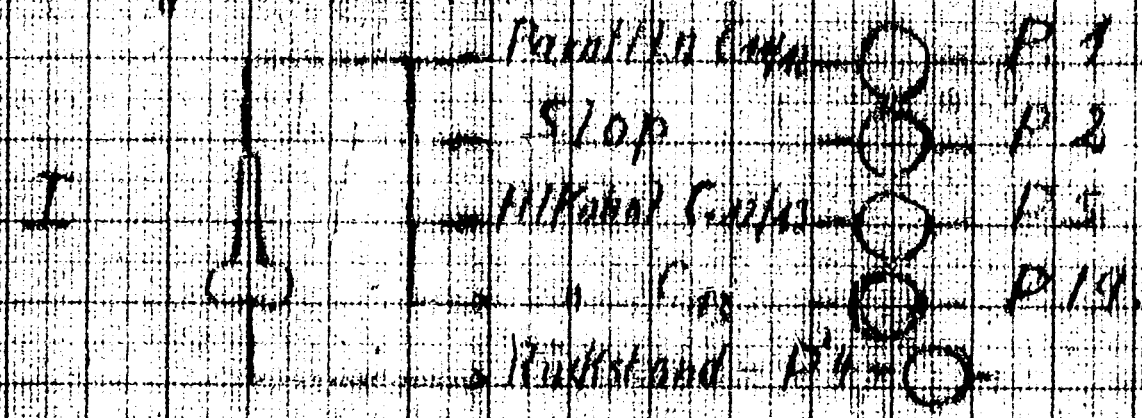
1,4600 -
1,4500 -
1,4400 -
1,4300 -
1,4200 -
1,4100 -
1,4000 -
1,3900 -

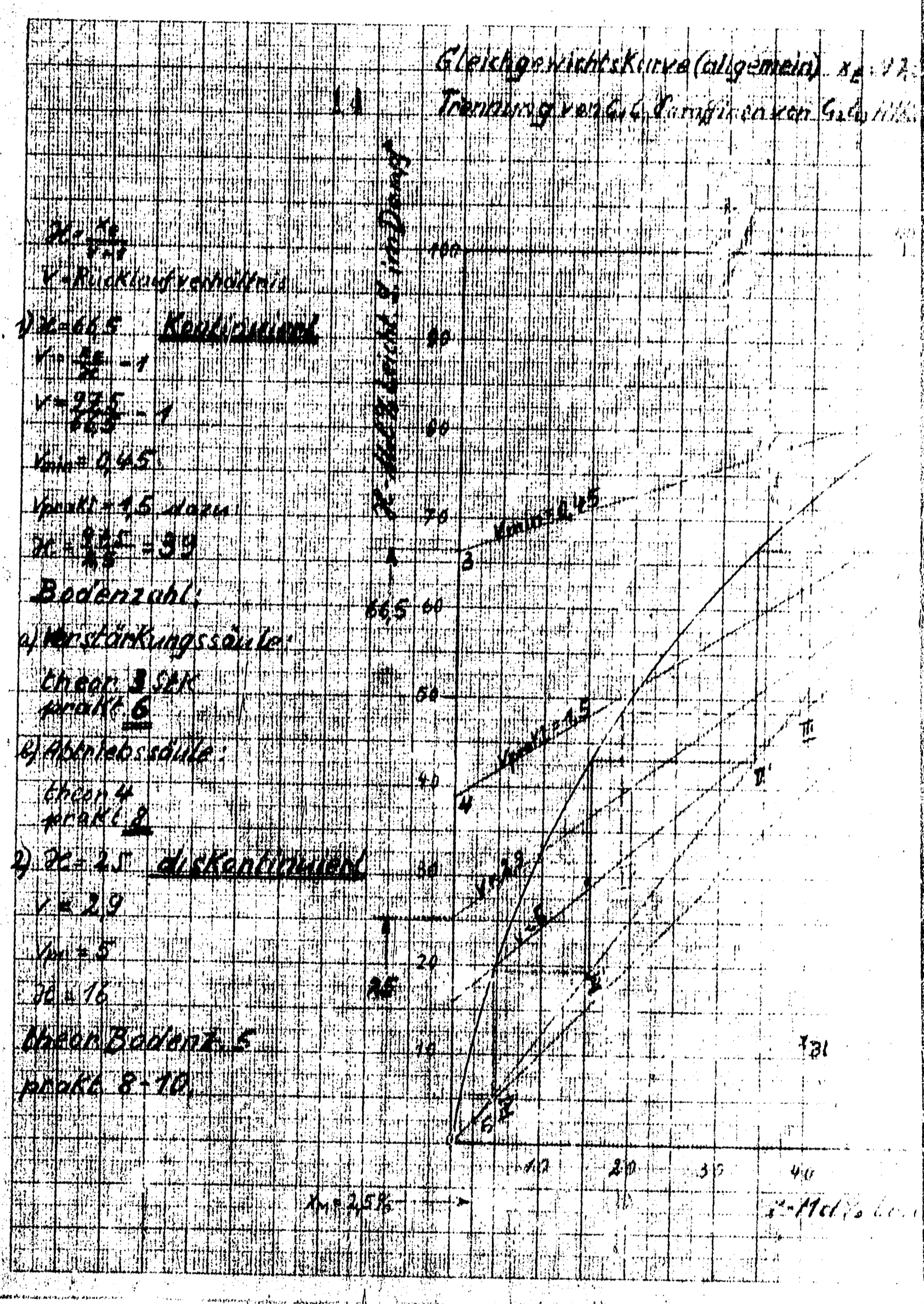
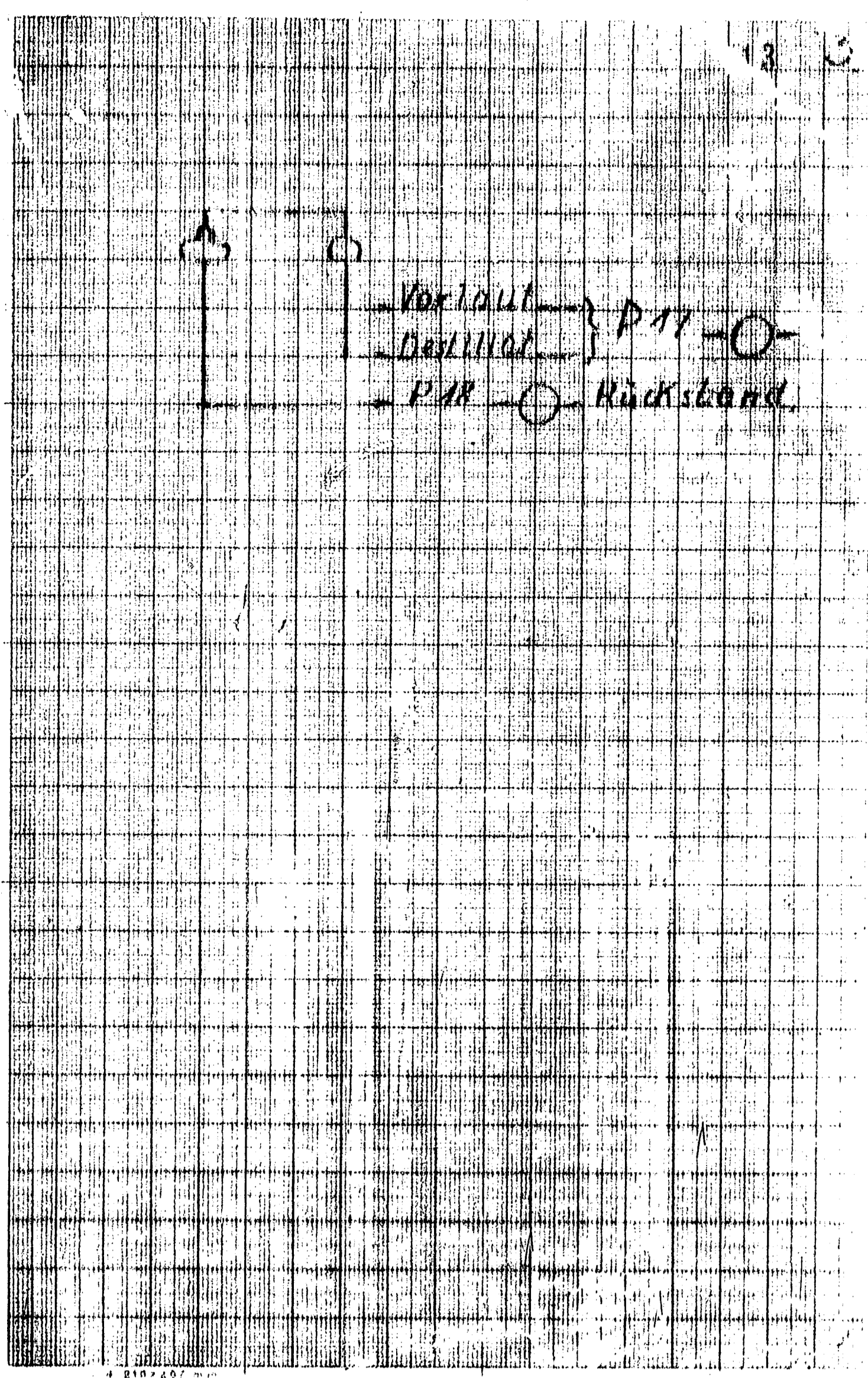


Fertigdestillation



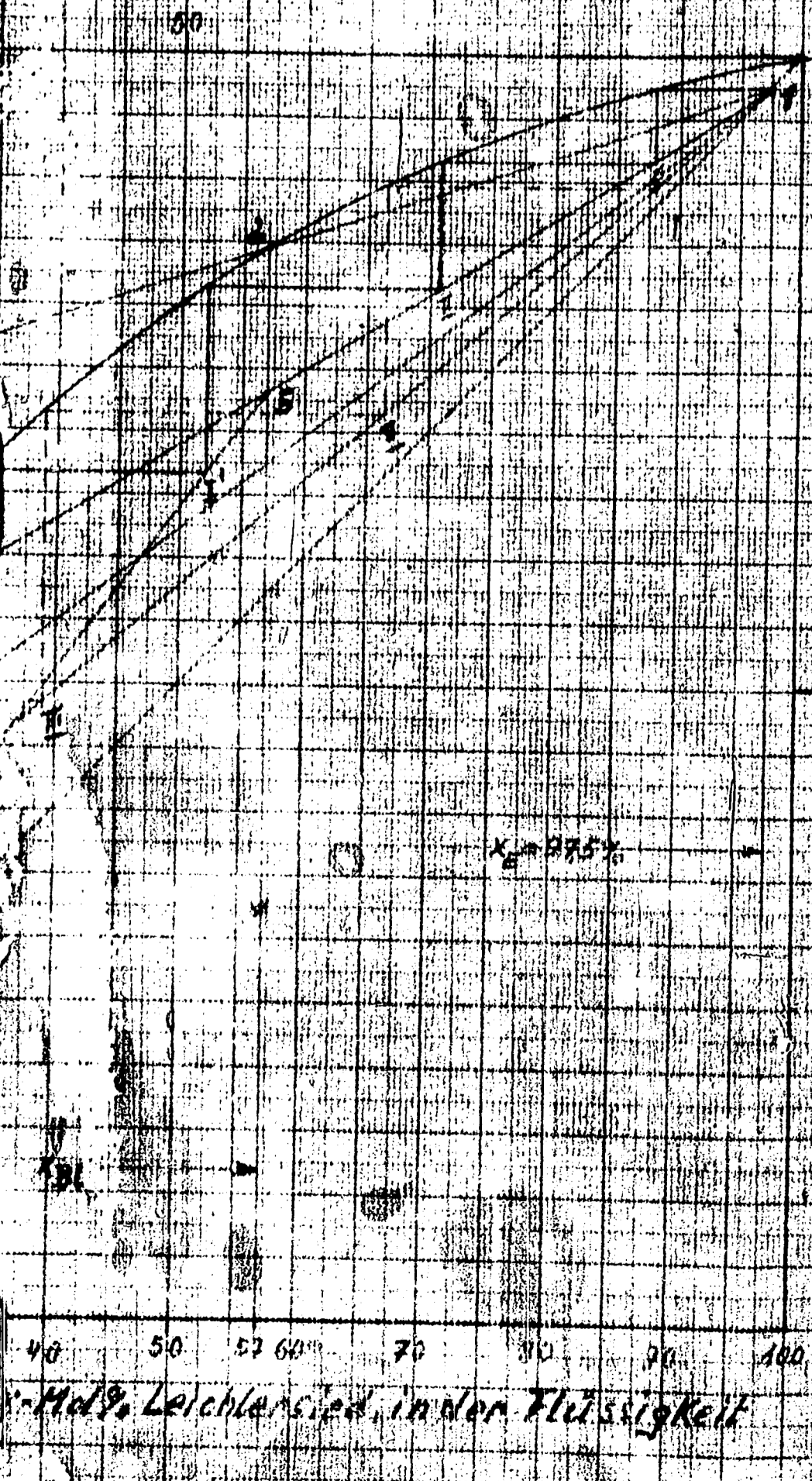
Fertlgedestillation





(allgemein) $x_2 = 17.5\%$, $x_1 = 2.5\%$, $x_{dest} = 52\%$
 Trennung von Gas Alkoholern bei 20 mm Hg

500.047



15

Gleichgewichtskurve für Alkohol Destillat

1/15

50

100
90
80
70
60
50
40
30
20
10

$n_D = 1,376$

$n_D^{20} = 1,3576$

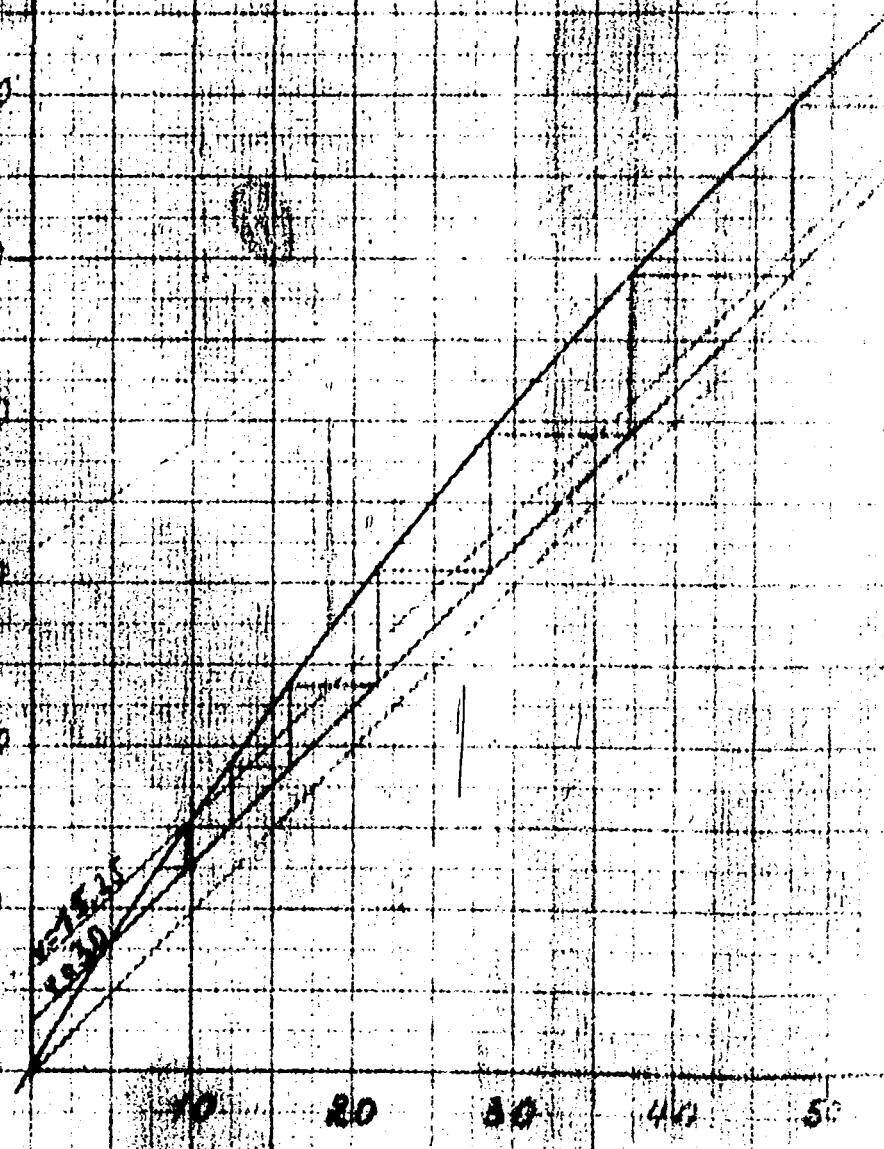
$n_D^{25} = 1,3525$

$n_D^{30} = 1,3480$

$n_D = 1,375$

$n_D = 1,374$

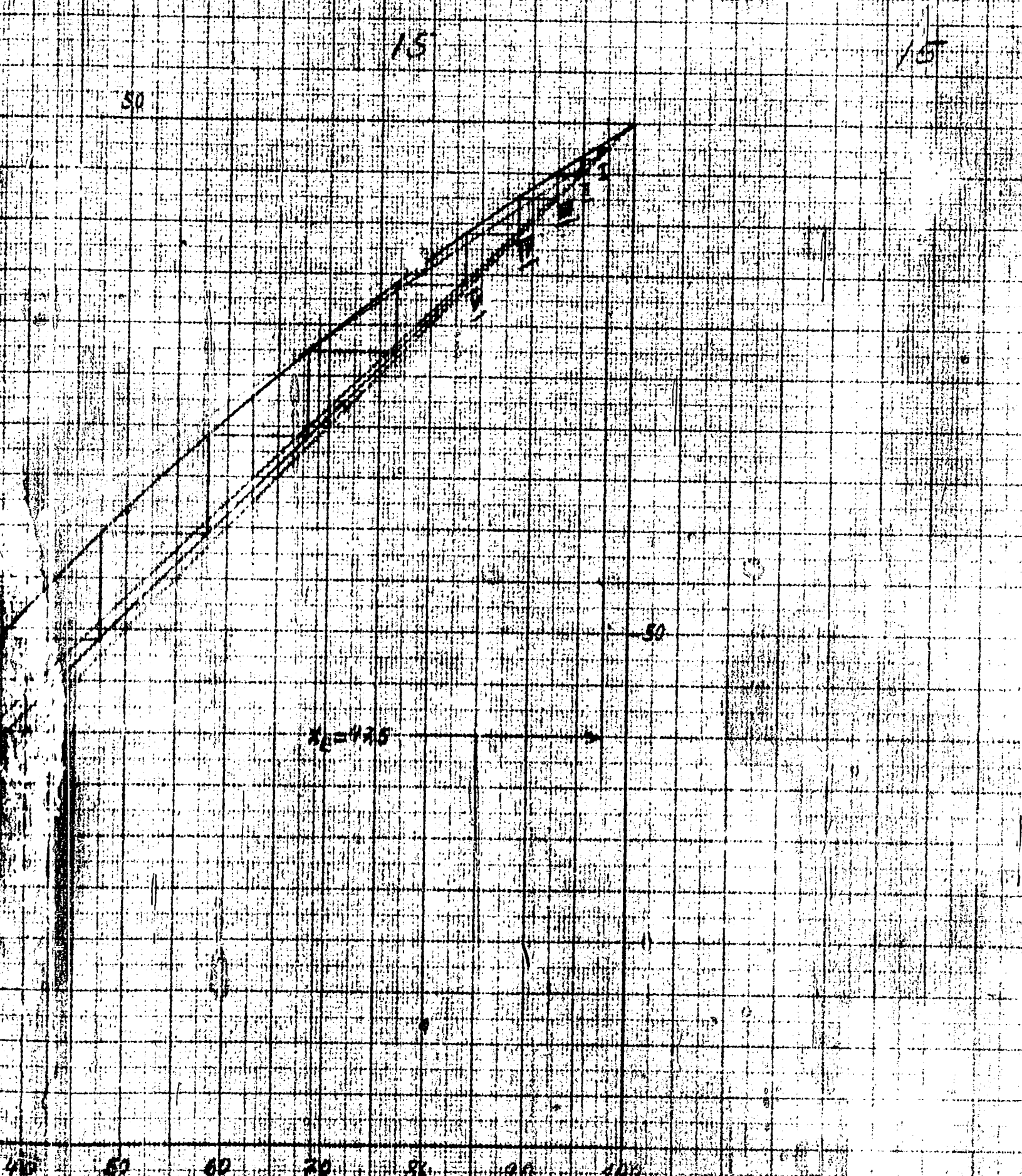
theor Bodenz = 15



x/100

500.048

Wahl. Destillation Fall P. bei 5 mm Hg



x Mol% Leicht-Stein in der Flüss.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
Herrn Dr. Haarer, IG. Oppau
" Dr. Schmalenbach
(vorübergehend Gebochemie)

In Holten am April 1944

Anwesend:

Verfasser: Dr. Landgraf

Durchdruck an: die Herren

Dir. von Asboth
Dipl.-Ing. Teme
Dipl.-Ing. Drehschmidt

Zeilenzahl:
127/Bl.

Datum:
8.5.44

Betrifft: Destillationsfragen

Eine Berechnung der Dampfgeschwindigkeit bei Vakuum ergibt, daß die Geschwindigkeit mit 50 m/sec. zwar hoch ist, aber der Dampferohrdurchmesser mit 700 mm ausreicht. Dagegen sind im Querschnitt die Kühler zu klein. Es wäre besser, die kürzeren Kühler zu verwenden mit größerer Rehrzahl und in der Mitte eingefügtem Dampferohr. Die Kühlfläche von 400 m² dürfte ausreichend sein. Für reine Kondensation ergibt sich bei 160° Produkttemperatur ein K von ca. 37 kcal/m²·h. Bei einem Kühlwassereintritt von 30° und Austritt von max 60°. Δt für Kühlwasser = 45°. Δt für Produkt + Kühlwasser $\Delta t = 115^\circ$.

$$\text{Gesamtwärme} = \frac{1\ 700\ 000}{400} = 4250$$

$$\frac{4250}{115} = 35\ \text{kcal/m}^2 \cdot h = K$$

Dies gilt für reine Kondensation. Sehr störend wirkt sich der hohe Druckverlust in den Kondensatoren aus. Im Versuch wurden bei höheren Verdampfungsleistungen am Kolonnenkopf 1/3 atm. Überdruck gemessen. Es ist zunächst notwendig, den Druckverlust durch Parallelschaltung der Kondensatoren mit herabzusetzen. Da der Druckverlust der angewandten Horizontalkühler mit großer Baulänge bei Vakuum noch ungünstiger wird, ist ein Austausch der beiden Kolonnen notwendig. Um den bei den Kittelböden von 2,50 m \varnothing auftretenden Zentrifugalwirkungen zu begegnen, werden Raschig-Ringe zur Auflage auf die Hälfte der Böden vorgeschlagen. Bei 10 m sich ergebende Füllhöhe ist bei 50 m Kolonne mit 100 mm zusätzlichen Druckverlust zu rechnen.

Eine Vakuumregelung erscheint erst dann möglich, wenn die Druckverluste in den Dampferohren und Kühlern ausgeschaltet sind. Da die Dampfstrahlruger nur bei bestimmten Volumen ihre spezifische Leistung entwickeln, ist bei uns eine Vakuumregelung durch Gaseinblasen kaum

möglich. Es wird die Frage aufgeworfen, weshalb nicht Wasserringpumpen bei diesem großen Volumen zur Anwendung gebracht werden. Die Vakuumregelung muß direkt vor dem Strahlsauger erfolgen. Eine Regelung mit der Drosselklappe ist nach der Betriebspraxis unmöglich. Der Impulsgeber ist am Kolonnenkopf anzubringen.

Als besonders ungünstig wird die Vielzahl der Flanschen und Ventile vor allem bei der Fertigdestillation beanstandet. Bei der I.G. wird im allg. möglichst alles verschweißt, zum mindesten sind bei den Flanschen Nut und Feder anzuwenden.

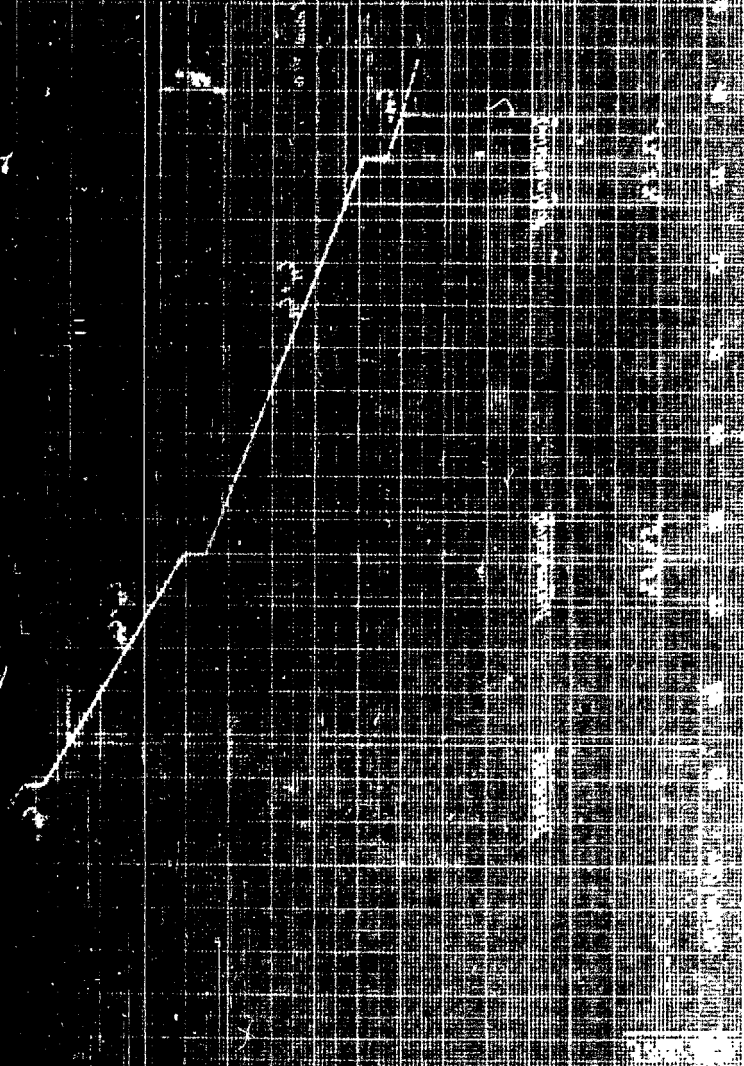
Besondere Bedenken erregen die unter Vakuum laufenden Flüssigkeitspumpen für Rücklauf und Produktumwälzung. Bei Einsaugen von Wasser durch die Stopfbuchsen ist mit einer geregelten Destillation nicht mehr zu rechnen. Es sei besser, bei der Produktumwälzung auf den Zwangsumlauf zu verzichten oder bei der Fertigdestillation durch Höherstellung der Blasen die barometrische Fallhöhe bis zur Pumpe zu vermehren. Bei der Höhe des Destillationsgebäudes der Fertigdestillation ließe sich eine Höherstellung der Blasen durchführen. Die Rücklaufpumpen seien zweckmäßigerweise durch hochgesetzte Kühler zu ersetzen.

Die Widerstände in den Kondensatoren werden dann/so größer werden als um sie in der Vordestillation aufgetreten sind. Ferner lassen die langen Dämpferohre einen hohen Druckverlust erwarten, so daß das verlangte Vakuum von 5 mm nicht zu erreichen ist. Die Dämpferohre sind im allg. zu lang gewählt. Es dürfte vor allem notwendig sein, Kompensatoren zwischenschalten, um ein Schließstellen der Kolonnen und damit eine völlige Ausschaltung der Wirkungsweise der Kittelböden zu verhindern.

Bei beiden Destillationen sind die Fallrohrquerschnitte zu eng (dies hat sich bereits im Versuch ergeben) und zwar sowohl für Wasser als auch für Produkt. Es tritt eine unerwünschte Injektorwirkung durch das herabfallende Produkt auf.

Das Totvolumen muß notwendigerweise herabgesetzt werden. Aus diesem Grunde erscheinen die Wasserabscheider und Niveaugefäße für die Produktabnahme als zu groß. In der gesamten Anlage erscheinen die Rückflusspumpen als zu klein, da, wie die Versuche bereits zeigten, mit wesentlich höheren Rücklaufmengen gearbeitet werden muß. Im übrigen ist Herr Dr. H a a r e r der Ansicht, daß der Belastungsspielraum der Kittelböden sehr klein ist und das Belastungsmaximum bei maximalem Verstärkungsgrad verhältnismäßig hoch liegt.

10 9 8 7 6 5 4 3 2 1



10 9 8 7 6 5 4 3 2 1

Herrn ~~Bitter~~ Dr. Landgraf

Wahlheim

19

Oxo-Gesellschaft
Eingegangen: 20.11.42
Beantwortet:

I.G. Griesehn.

Tagung der Destillateure
19/20. Juni 1942.

Messungen an Banag-Kittel-Böden.

Auf der Destilliertertechnischen Tagung 1939 in Bitterfeld haben wir über Messungen von Druckverlusten und Verweilzeiten an einem Banag-Kittel-Muldenboden (Abbildung 1) berichtet. Verglichen mit unserem Griesehner Glockenboden fiel besonders auf, dass beim Muldenboden mit zunehmender Gasgeschwindigkeit stark wachsen:

- a) die Stauhöhe der Flüssigkeit
- b) der wirksame Druckverlust (Diff. v. tatsächl. Druckverlust und Druckverlust des trockenen Bodens)
- c) die Verweilzeit der Flüssigkeit auf dem Boden.

Bei den inwischen in technischem Masstab in einem Versuchsapparat 1450 mm I.G. mit dem Gemisch Benzol-Toluol durchgeführten Messungen der erreichbaren Verstärkungsverhältnisse hat sich ergeben, dass dieses automatische Anwachsen von Stauhöhe, wirksamem Druckverlust und Verweilzeit keinen verbessernden Einfluss auf das Verstärkungsverhältnis ausübt. Darnach hat der Banag-Kittel-Muldenboden in seiner ursprünglichen Form gegenüber unserem Glockenboden ausser dem einfacheren Aufbau keinerlei Vorteile.

Die Banag, insbesondere der als Erfinder des Bodens an erster Stelle genannte Dipl.-Ing. Kittel, hat sich bemüht, das dem Patent zu Grunde liegende Prinzip durch sinnvolle Änderungen dennoch zu nutzbringenden Anwendungen zu führen. Die als überflüssig erkannte ausgeprägte Muldenform der einzelnen Bauelemente wurde aufgegeben. Die gewünschte dynamische Einwirkung der Dämpfe auf die Flüssigkeit wird erreicht, indem die Dämpfe durch im wesentlichen horizontal gerichtete Austrittsöffnungen durch die Böden hindurchgeführt werden. Statt auf 40-50 mm Abstand bei den bisherigen Böden liegen diese Austrittsöffnungen jetzt etwa auf 20 mm Abstand sodass das Öffnungsverhältnis von 4-5 auf etwa 10 gewachsen ist. Die schlitzförmigen Austrittsöffnungen werden so angeordnet, dass auf dem Boden insgesamt eine kreisende Bewegung entsteht, die durch

- 2 -

richtiges Abstimmen der tangentialen / zur Kreisbewegung führenden und der radialen / zum Mittelpunkt oder zur Peripherie gerichteten Komponente eine stabile, einphasige gleichmäßige Flüssigkeitsbeaufschlagung des Bodens bewirkt. Die Bauelemente dieser Böden sind einfach profilierte Streifen.

Diese Streifenböden kann man nach zwei prinzipiell verschiedenen Methoden betreiben, nämlich als Streifenböden mit und solchen ohne dynamischen Stau. Bei den Streifenböden mit dynamischem Stau (Abb. 2) sind die Dampfaustrittsöffnungen ganz oder teilweise gegen die Fließrichtung der Flüssigkeit gerichtet. Dabei können der Zulauf in der Mitte und die Abläufe aussen, oder auch der Ablauf in der Mitte und die Zulaufe aussen liegend angeordnet werden. Die Flüssigkeit wird auf den Böden dynamisch gestaut wie auf den Muldenböden.

Bei den Streifenböden ohne dynamischen Stau blasen die Dampfaustrittsöffnungen in der Strömungsrichtung der Flüssigkeit. Die Aufgabe der Flüssigkeit erfolgt längs eines Radius, Ablauf der Flüssigkeit nach einmaligen kreisförmigen Strömen über den Boden dicht vor der Zulaufstelle.

Beide Arten Streifenböden mit einem Öffnungsverhältnis von ca. 10 % haben eine untere Belastungsgrenze, die zwischen 0,4 und 0,5 m/sec. Dampfgeschwindigkeit im freien Kolonnenquerschnitt liegt. Unterhalb dieser Geschwindigkeit regnen diese Böden d.h. ein Teil der Flüssigkeit entzieht sich der Vollendung des Stoff- und Wärmeaustausches durch vorzeitiges Abtropfen auf den nächsten Boden. Bei noch größeren Öffnungsverhältnissen wird diese untere Belastungsgrenze (Regengrenze) in Gebieten noch höherer Geschwindigkeiten geschoben und damit der Belastungsbereich der Böden weiter eingegrenzt.

Mittel hat man bei einer dritten Bodenart dieses Durchregnen zum Prinzip erhoben. Maschinell geschlitzte und dabei gestreckte Bleche haben dreieckartige Öffnungen, aus denen die Dämpfe senkrecht zur Schlitzrichtung und zur Horizontalen hin abgelenkt herabfallen. Die nach unten weisenden „Dreieckspitzen“ der Öffnungen verhindern dank des grossen Öffnungsverhältnisses von 20 % und mehr

- 3 -

der Flüssigkeit auch bei hohen Gasgeschwindigkeiten den Dämpfen entgegenfließend durch den Boden hindurchzulassen. Das Arbeitsbild dieser als Horde (Abb. 3) bezeichneten Streckmetallböden ist wie das der Streifenböden eine röhrenartige, ziemlich gleichmäßig über den Boden verteilte Schicht. Es fehlen aber jegliche Zu- und Ablaufvorrichtungen. Die Flüssigkeit läuft auf dem gewählten Querschnitt durch die dreieckigen Öffnungen entgegen den Dämpfen durch die Böden hindurch. Messungen haben ergeben, dass etwa 2 Horde der Wirkung eines normalen Bodens entsprechen. Deswegen wird in folgenden stets eine Doppelhorde mit einem anderen Boden verglichen, wobei der Doppelhorde insgesamt natürlich auch nur soviel Zargenhöhe zugerechnet wird, wie einem sonstigen Boden.

Nur haben an den hier beschriebenen Bodenarten im Vergleich mit unseren Griesheimer Glockenboden Verhältnisse in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit bei Rücklaufverhältnissen 1, 3, 5 und ∞ gemessen. Die Messungen erfolgten an Einzelböden, dann zur Berücksichtigung des Mitgerissenen (Spritzer) auch an jeweils 2 Böden in unteren Schluss einer anderen 1,5 u-Kolonnen.

Arbeitsweise:

- Blase 10 m^3 , gefüllt mit ca. 20 m^3 eines Gemisches von Reindenzol und Reintoluol.
- Analyse der Boden-Zu- und Abläufe über Bestimmung der Benzenfraktionen und Auswertung mit Hilfe eines I.P.-Diagramms.
- Bestimmung der Dampfgeschwindigkeit über Messung von Temperatur, Druck und Menge des Kondensates
- Kontrolle dieser Bestimmung:
 - a) durch Messung von Menge u. Temperatur des Kondensates
 - b) durch Messung von Menge u. Wärmeaufnahme des in den Kondensatoren verbrauchten Kühlwassers
 - c) durch Messung von Menge u. Temperatur des kondensierten Benzol/Toluol-Gemisches.
- Feststellung des Benzol/Toluol-Konzentrats in Rücklauf und Produktion (dieses direkt in die Blase zurückerführt) mittels Regulierventile, Stopfen und Ringnagen.

- 4 -

Die Messungen wurden ausgeführt von Herrn Dipl. Ing. Kittel, Banga, und seinen Hilfskräften, z. B. unter Mitwirkung von Herrn Dipl. Ing. Samernann, Lenna.

Vergleichbare Ausschnitte aus den Messergebnissen sind auf den beigehefteten 4 Kurvenblättern dargestellt. Dabei war der Bodenabstand jeweils 400 mm, bei der Horde entsprechend dem Obengesagten nur 200 mm. Vor der Verwendung eines Spritzerschutzes wurde zunächst bemerkt abgesehen. Die Kurvenblätter seien im Einzelnen:

Blatt I. Griesheimer Blockboden.

hoher Druckverlust,
gutes Verstärkungsverhältnis im breiten Geschwindigkeitsbereich; ab $N_D = 1,3$ m/sec. Spritzereinfluss deutlich bemerkbar.
(infolge des kleinen Öffnungsverhältnisses und des Aufsitzens der Blocken auf den Boden, ist ein Pendeln der Boden nie aufgetreten.)

Blatt II. Banga-Kittel-Streifenboden mit dynamischen Stau.

hoher Druckverlust (Kurve etwas weiter rechts bei - stehend, aber steiler als bei I.)
Regengrenze zwischen 0,4 u. 0,5 m/sec; schon bei Dampfgeschwindigkeiten über 0,9 m/sec. hoher Flüssigkeitsstau und dadurch viel Spritzer; nur schmaler Geschwindigkeitsbereich mit gutem Verstärkungsverhältnis.

Blatt III. Banga-Kittel-Streifenboden ohne dynamischen Stau.

Druckverlust deutlich besser als bei I & II. (Wegfall des Staues).
Regengrenze wie bei II.
Verstärkungsverhältnis etwas niedriger als bei I & II, aber günstiger Belastungsbereich bestimmt breiter als bei II.

Vorbehalt: nur ein Boden in Versuchsapparatur eingebaut, daher kann der nachteilige Einfluss des Mitgerissenen (Spritzer) nicht in Erscheinung treten. Es konnte aber beobachtet werden, dass infolge Wegfall des Staues, die Spritzer erheblich weniger waren als bei II.

Blatt IV. Banga-Kittel-Hordenböden (2 Doppelhorden).

günstiger Druckverlust bis N_D od. 1,3 m/sec.
ab 0,6 m/sec. richtige Flüssigkeitsschicht auf den Boden
ab 1,4 m/sec. Flüssigkeitsstau

(zu Blatt IV)

relativ gutes Verstäärungsverhältnis im Bereich hoher
Dampfgeschwindigkeiten (0,8-1,4 m/sec.)

Auf dem Blatt V sind die Kurven der Quotienten $\frac{\Delta p}{p}$
in Abhängigkeit von W_D für alle 4 Bodenarten eingetragen.
Die Kurven stellen also für jede Bodenart die Druckver-
luste dar, die für den Verstäärkungszustand eines theoret-
ischen Bodens entstehen. Bei dieser Vergleichung scheidet
die Doppelhorde bei weitem am besten ab. Der Streifen-
boden mit dynamischem Stau bietet keinen nennenswerten
Vorteil gegenüber dem Glockenboden, der Streifenboden
ohne dynamischen Stau liegt in der Mitte zwischen
Glockenboden und Horde.

Wägt man die Vor- und Nachteile der einzelnen Bamag-Kittel
Böden gegeneinander ab, so ergibt sich im Vergleich mit den
Griesheimer Glockenböden folgende summarische Beurteilung:

- 1) Streifenböden mit dynamischem Stau schlechter als der
Glockenboden
- 2) Streifenboden ohne dynamischen Stau im Druckverlust
besser als der Glockenboden, aber
erst für Gasgeschwindigkeiten über
0,5 m/sec. verwendbar. Da die Dämpfe
den Transport der Flüssigkeit über
den Boden unterstützen, für grobe
Flüssigkeitsbeaufschlagung geeignet.
- 3) Hordenböden im Druckverlust sehr günstig, untere Grenze
für Dampfgeschwindigkeit ca. 0,8 m/sec.
ergibt Kolonnen mit kleinen Quer-
schnitten und relativ leichten Böden.

Da wir in Griesheim hauptsächlich Rektifikationen im
Vakuum betreiben und in der Belastung unserer neueren Glocken-
bödenkolonnen bisher durch den hohen Druckverlust und die da-
durch bedingte hohe Sumpf- und Bläsens Temperatur beschränkt wur-
den, haben wir als Konsequenz dieser Messungen bei der Bamag
eine mit 50 Doppelhorden (Hordenabstand 250 mm) ausgerüstete
Kolonne 1200 mm Ø in Auftrag gegeben.

Ffm.-Griesheim, im Juli 1942.

Handwritten signature

Versuche B/T 1948. Vers. App. 14-50 mm li. 9 R. Griesheimer Glackenböden

100 mm Abstand

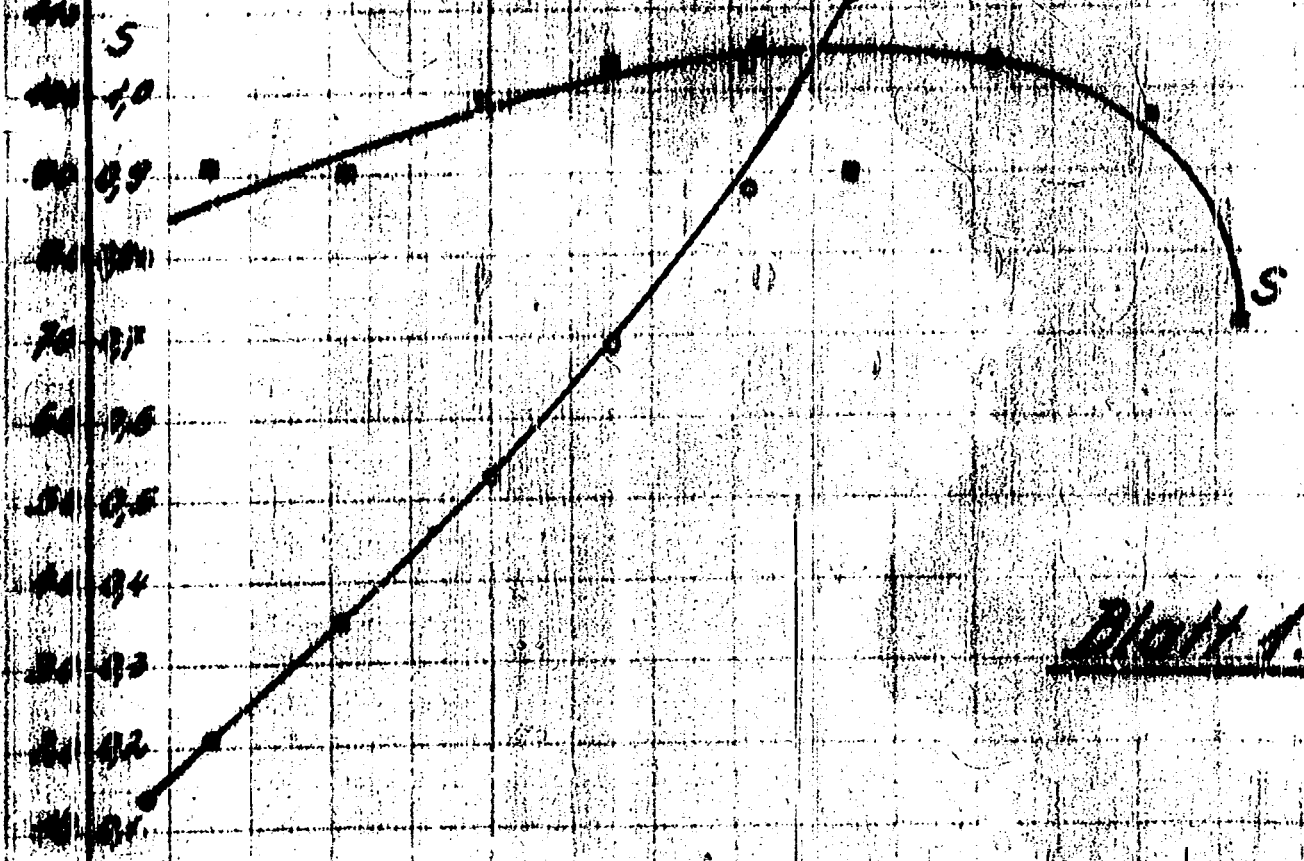
12 Glöcken, je 24 Schlitze 15 x 2 mm, aufsitzend
geometrische Tauchtiefe 10 mm
Überlaufhöhe 680 mm breit

- 200 Öffnungsverhältnis Schlitze 5,3%
- 150 " " Halsöffnung 84,9%
- 120 " " Ringräume 39%

Rücklaufführung gegensinnig

Werte für den unteren Boden

$\eta = \infty$



Blatt 1.

R. Griesheimer

Versuchs D/T 1946. Vers. App. 1450 mm
R. Dämmrigkeit - Streifenböden
aus einem Material

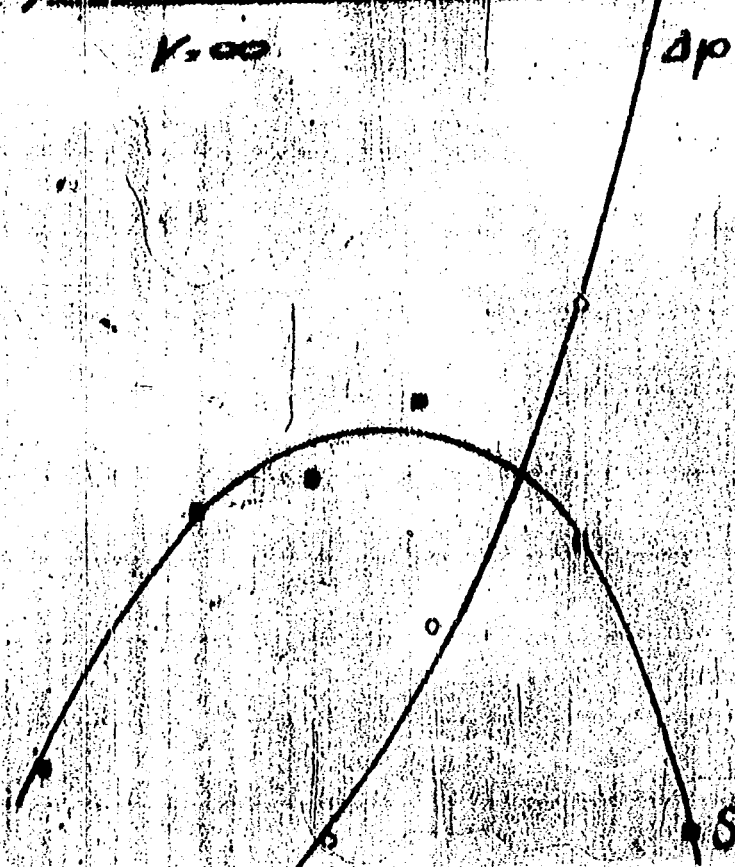
aus Gipsstein (Dichte ca. 170 kg/m³)



Dämpfe-Austrittsöffnung ca. 10 mm breit
Öffnungsverhältnis ca. 10%

Anordnung: mit dynamischen Stau
Werte für den unteren Boden

170
160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10



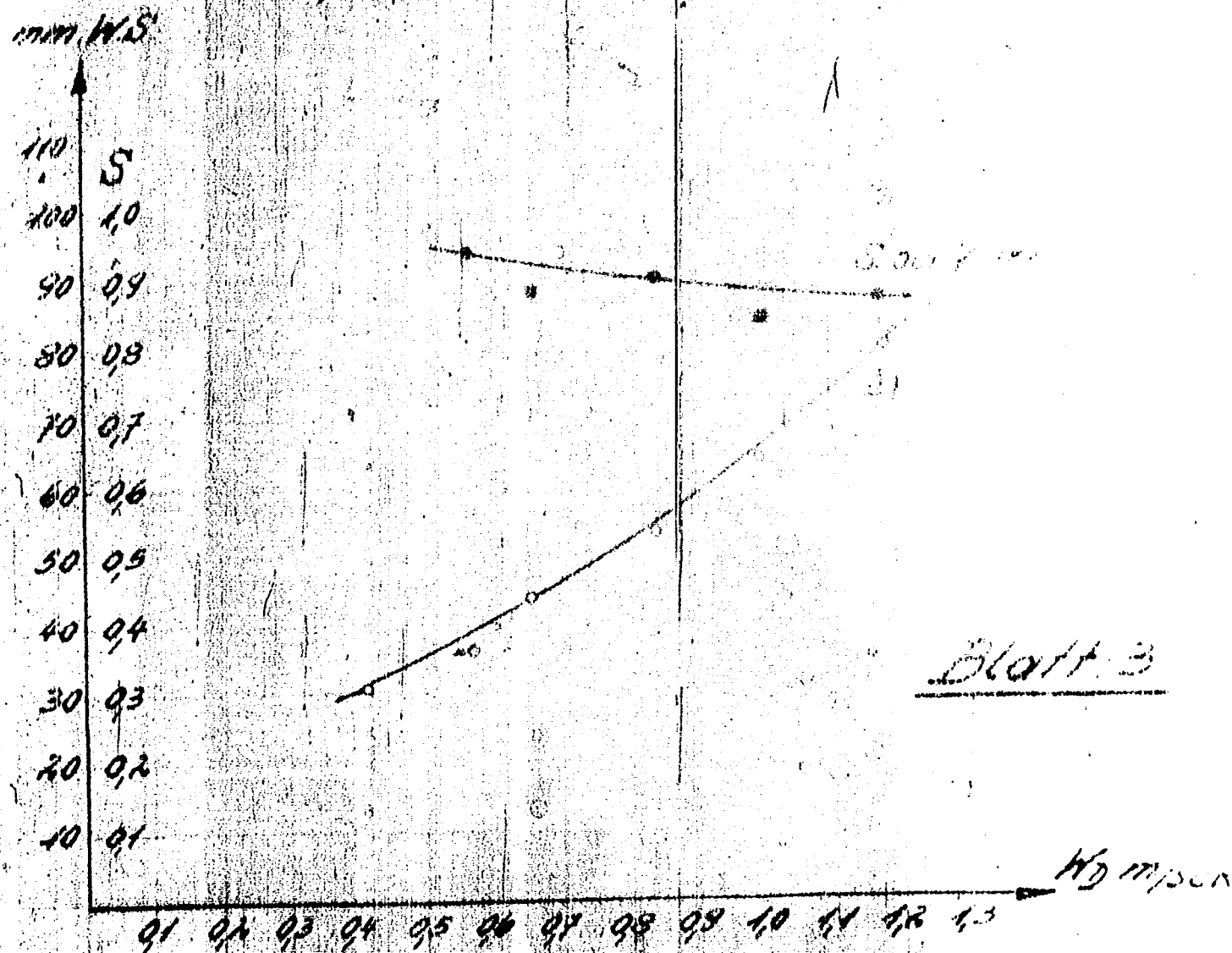
v m/sec
17 16 15 14 13 12 11 10 9 8 7 6 5 4 3 2 1

Blatt 2.

Versuche B/T 1942 Vers. App. 1450 mm li +
1 Bamag-Kittel-Streifenboden.
 aus Gußeisen (Gewicht ca. 170 kg/m²)



Dämpfe-Austrittsöffnung ca 2 mm breit
 Öffnungsverhältnis ca 10%
 Anordnung ohne dynamischen Stau
 (Die Dämpfe treiben die Flüssigkeit über den Boden.
 Durchschnittlicher einmaliger Lauf der Flüssigkeit
 über einem Boden)
 Zu- und Ablauf außen



J.G. Griesheim

Versuche B/T 1942 Vers. App. 1450 mm li +

4 Damag-Kittel-Hordenböden.

200 mm Abstand.

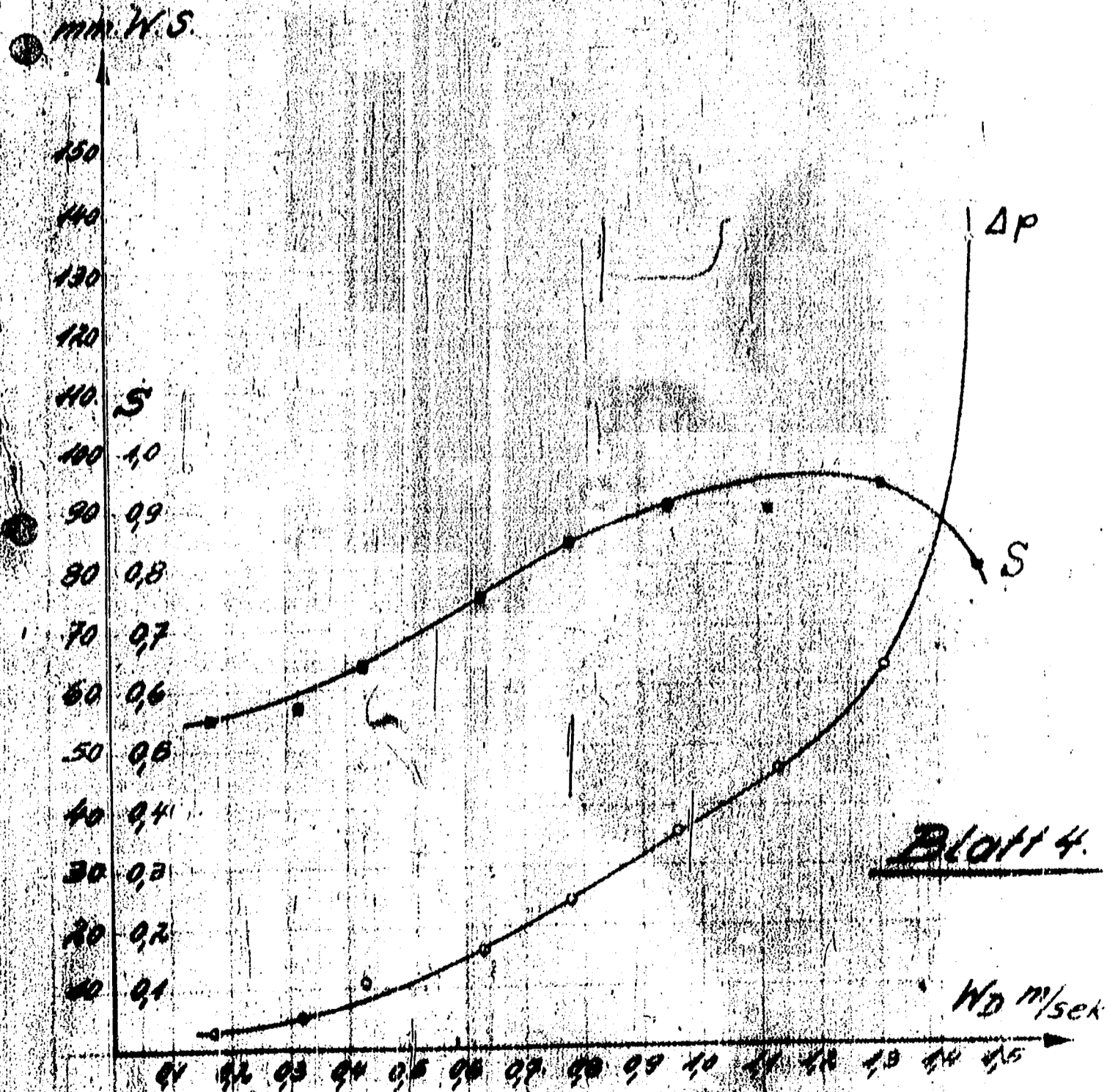
Horden aus Streckmetall 10/2 mm (je m² ca. 16 kg)

Öffnungsverhältnis ca. 20 %

Drehsinn „gleich“

Werte für eine Doppelhorde

V_{∞}



Blatt 4.

J.O. Griesheim

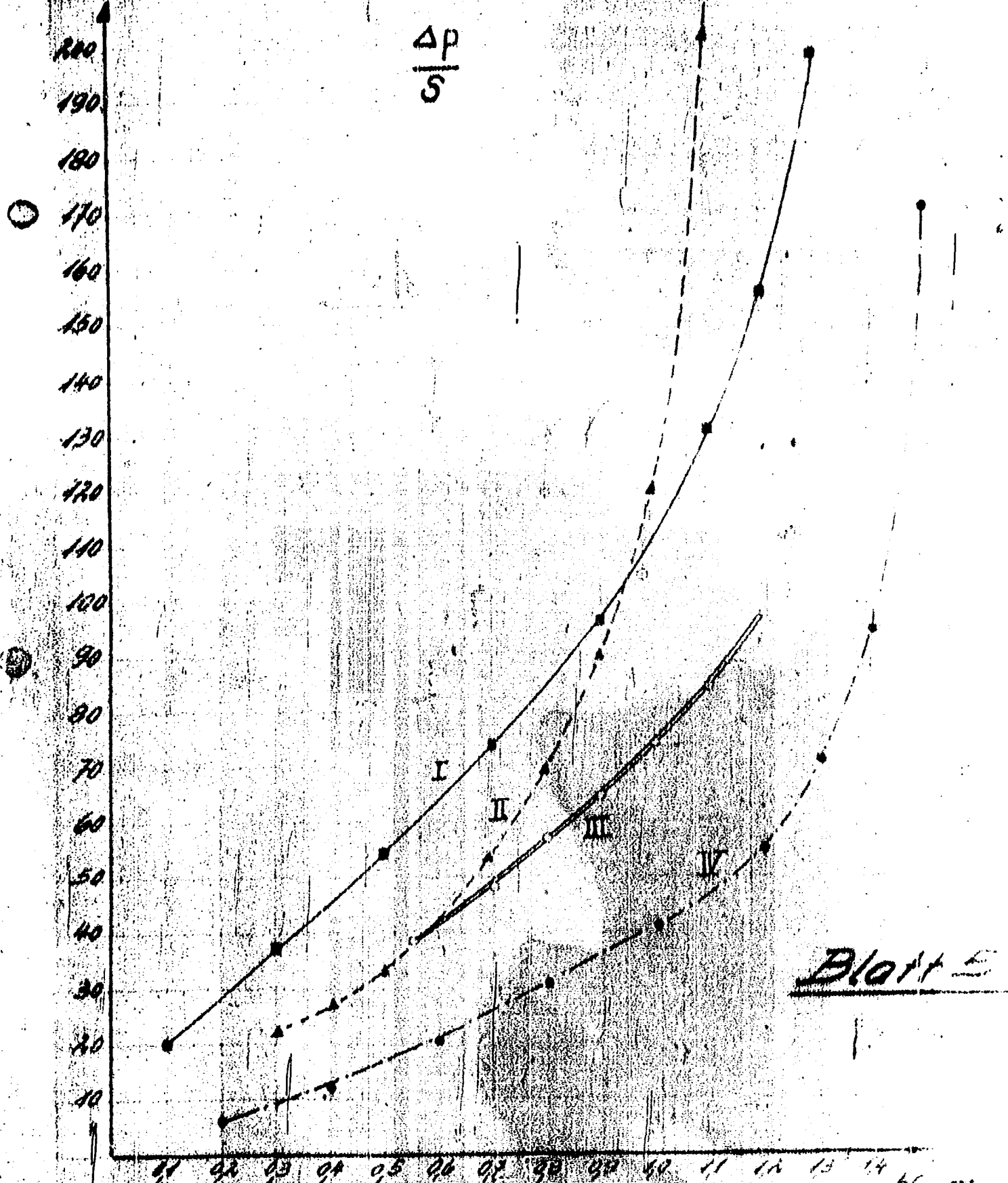
Versuche B/1 1942. Vers. App. 1450 mm i. d.

I. — Griesheimer Glockenboden.

II. - - - - - Baumag-Kittel-Streifenboden mit dynamischen Stau

III. = = = = = Baumag-Kittel-Streifenboden ohne dynamischen Stau

IV. - - - - - Baumag-Kittel-Nordenboden

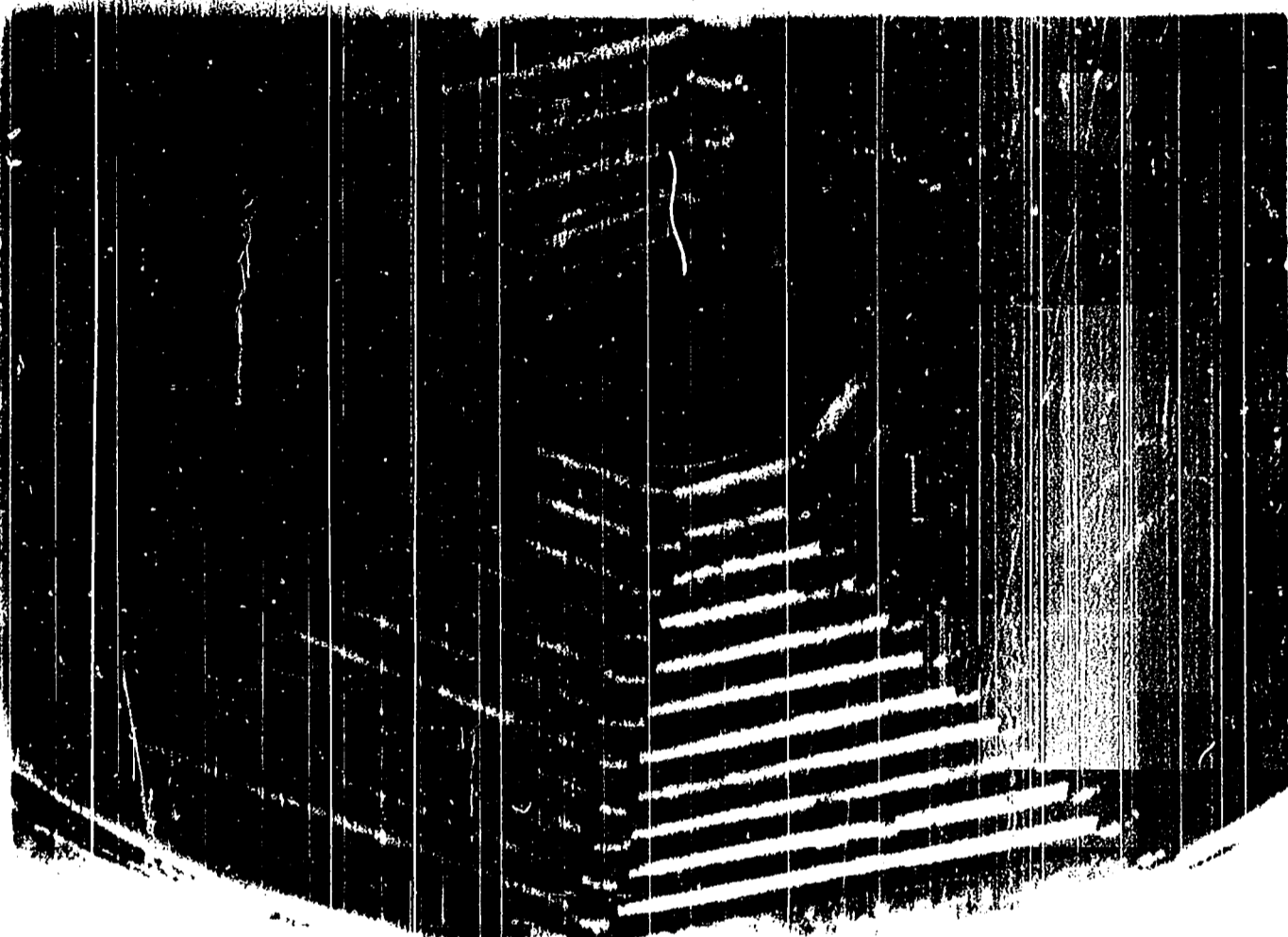


Blatt E

F. O. Griesheim

" Banag - Kittelböden "

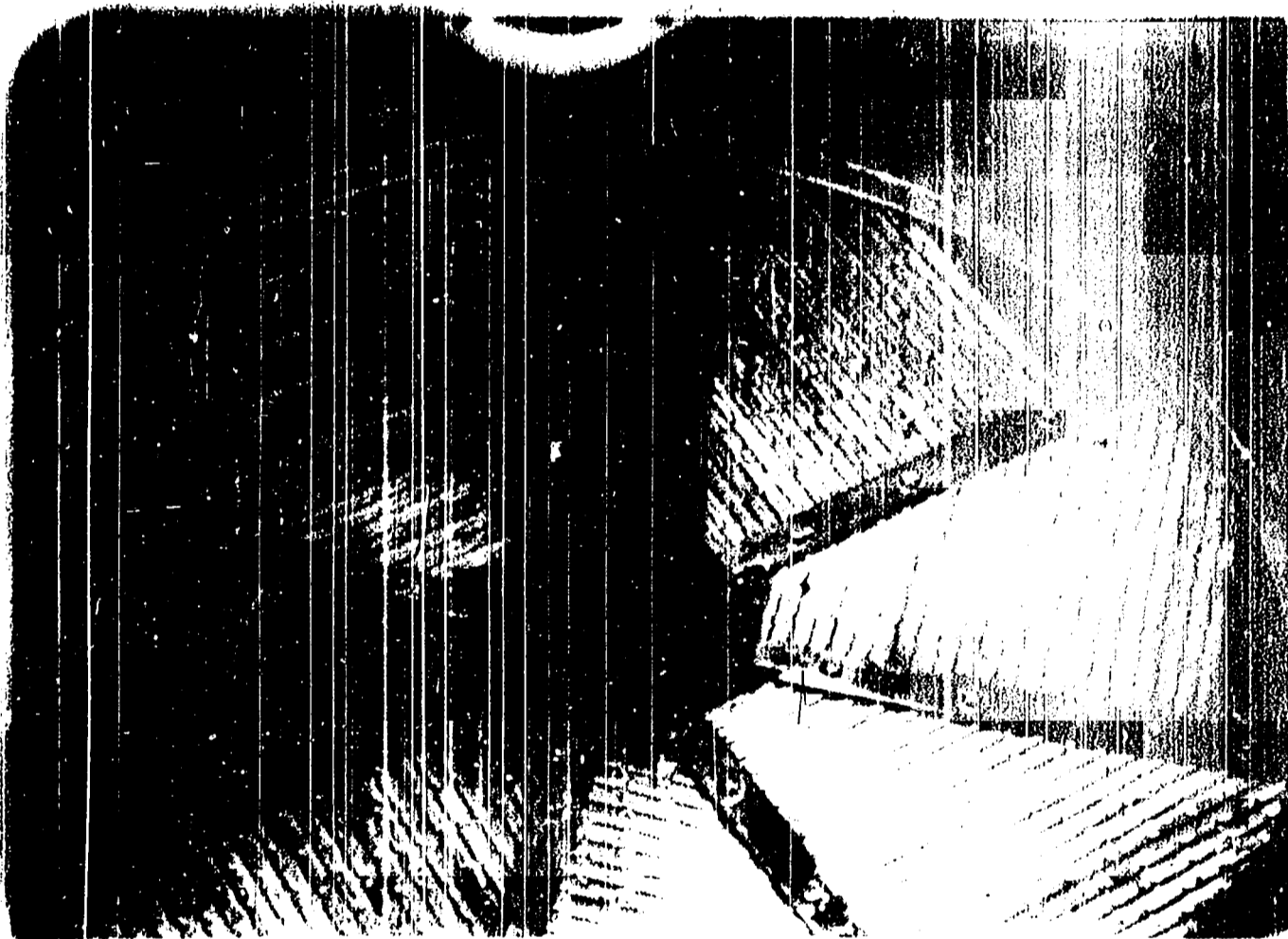
Abbildung I



Kittelböden
Banag

" Banag - Mittelstein "

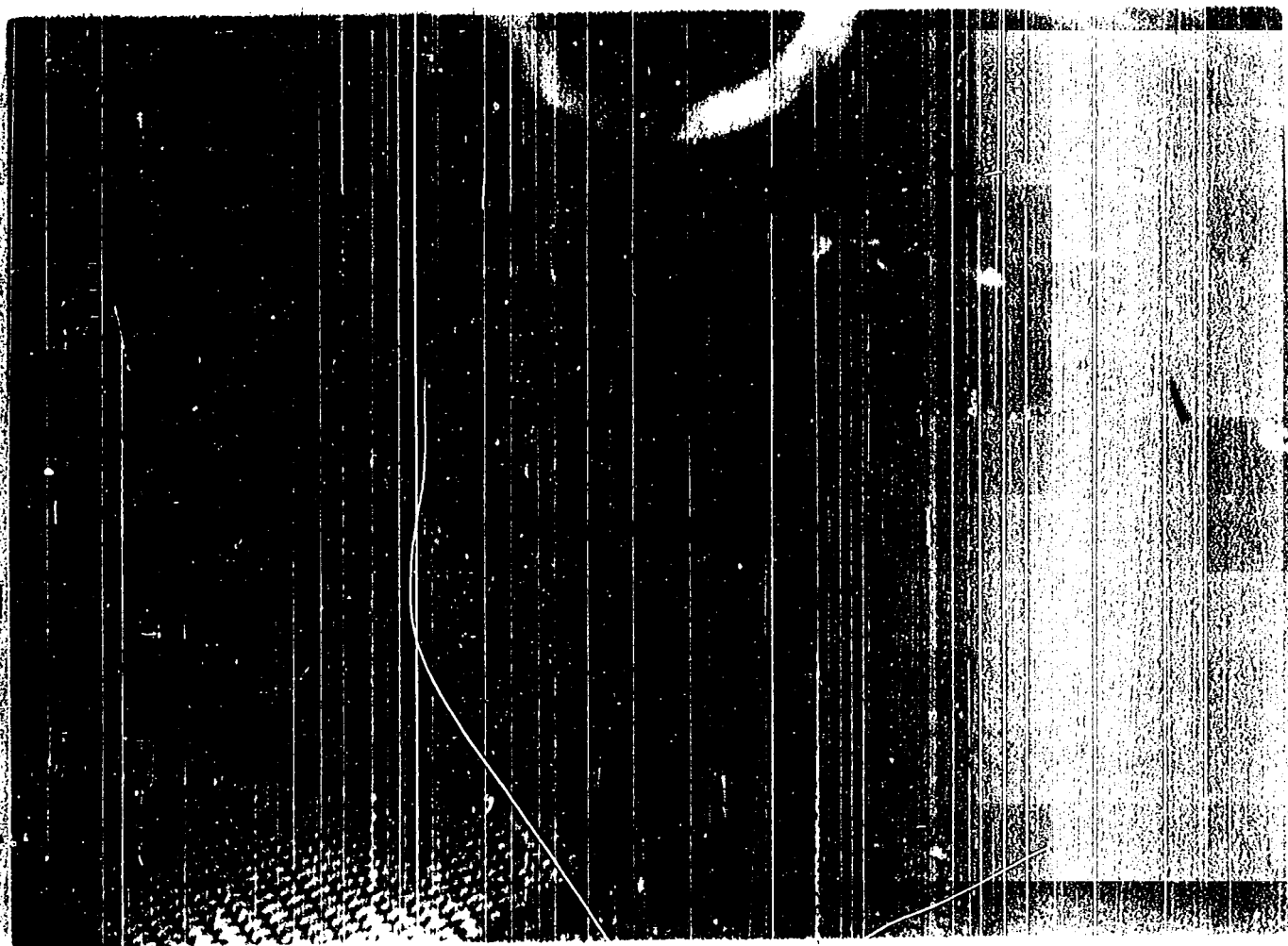
Abbildung II.



...

" Baumag - Kittel + Böden "

Abbildung III.



32

32

100

51

90

80

70

60

50

40

30

20

10

10

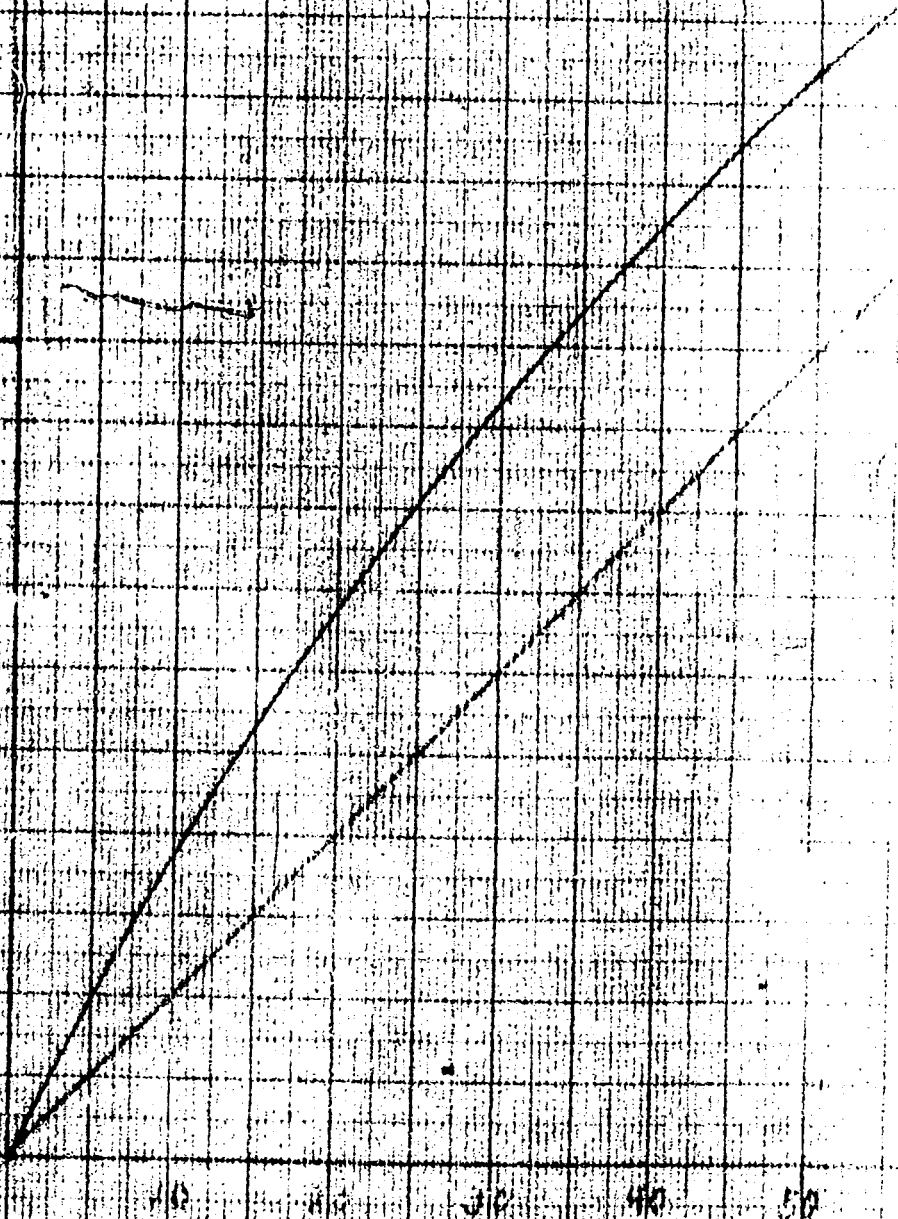
20

30

40

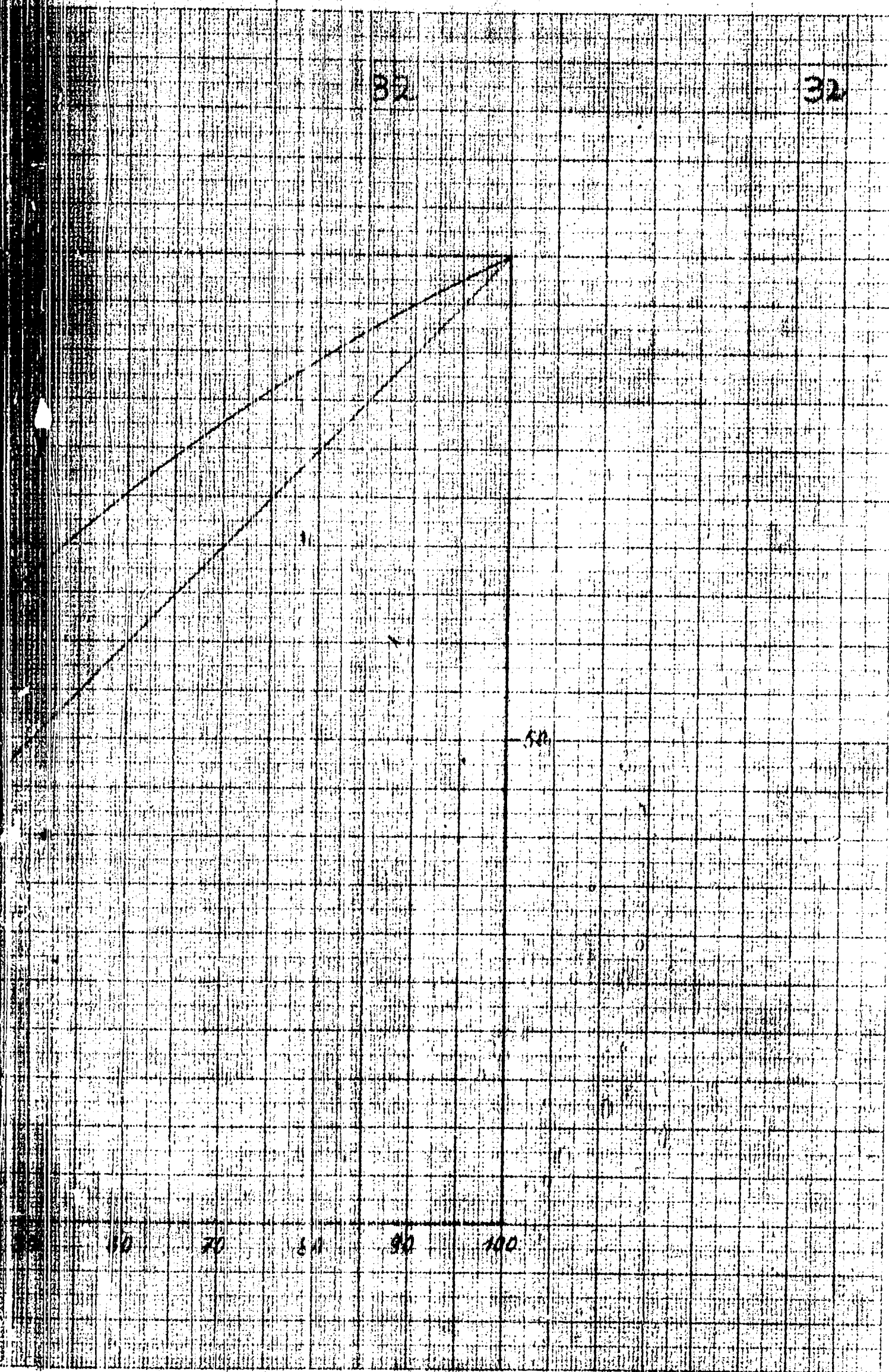
50

Current I_1 difference $161-175$
Voltage V_1 5 mV



82

32



Aktiennotiz

Über die Besprechung mit **Dr. Landgraf**

Vorgelesen **Dr. Landgraf**

Durchgeführt an:
die Herren
Prof. Dr. Martin
Hr. Dr. Engemann
Hr. Waibel
Hr. von Arboth
Dipl.-Ing. Ribus
Dipl.-Ing. Tapp
Dr. Landgraf

In **Thüringen** am **10. 02. 1942**
Anwesend: die Herren

- Dipl.-Ing. Kietel
- Dr. Engelhart
- Dr. ...
- Dr. ...
- Dipl.-Ing. Ribus
- Dipl.-Ing. Tapp
- Dr. Landgraf

Zeichen: Datum:

100/11 6.2.1942

Betrifft: **Destillationskolonne**

Die Firma ... hat die Veranlassung für die Destillationskolonne ... im Gegensatz zu den bisher vorgegebenen ...

In ... wurde ... die Beschaffung einer Versuchsanordnung mit ...

A/BC 1000 3 41 K. 227 - 1278

Blatt 2 zur Aktiennotiz vom 6. Februar 1942

... der Rücklauf wird nicht mehr ... in der Mitte ...

In dieser Kolonne mit 1,30 m ... Durchmesser wurde ein ...

A/BC 1000 3 41 K. 227 - 1278

Handwritten signature

Ruhrchemie
 Aktiengesellschaft
 Oberhausen-Mitte

Fortig-
Destillationen.

500/021

Maßstab 1:

Sammlung:

3. XII. 1940

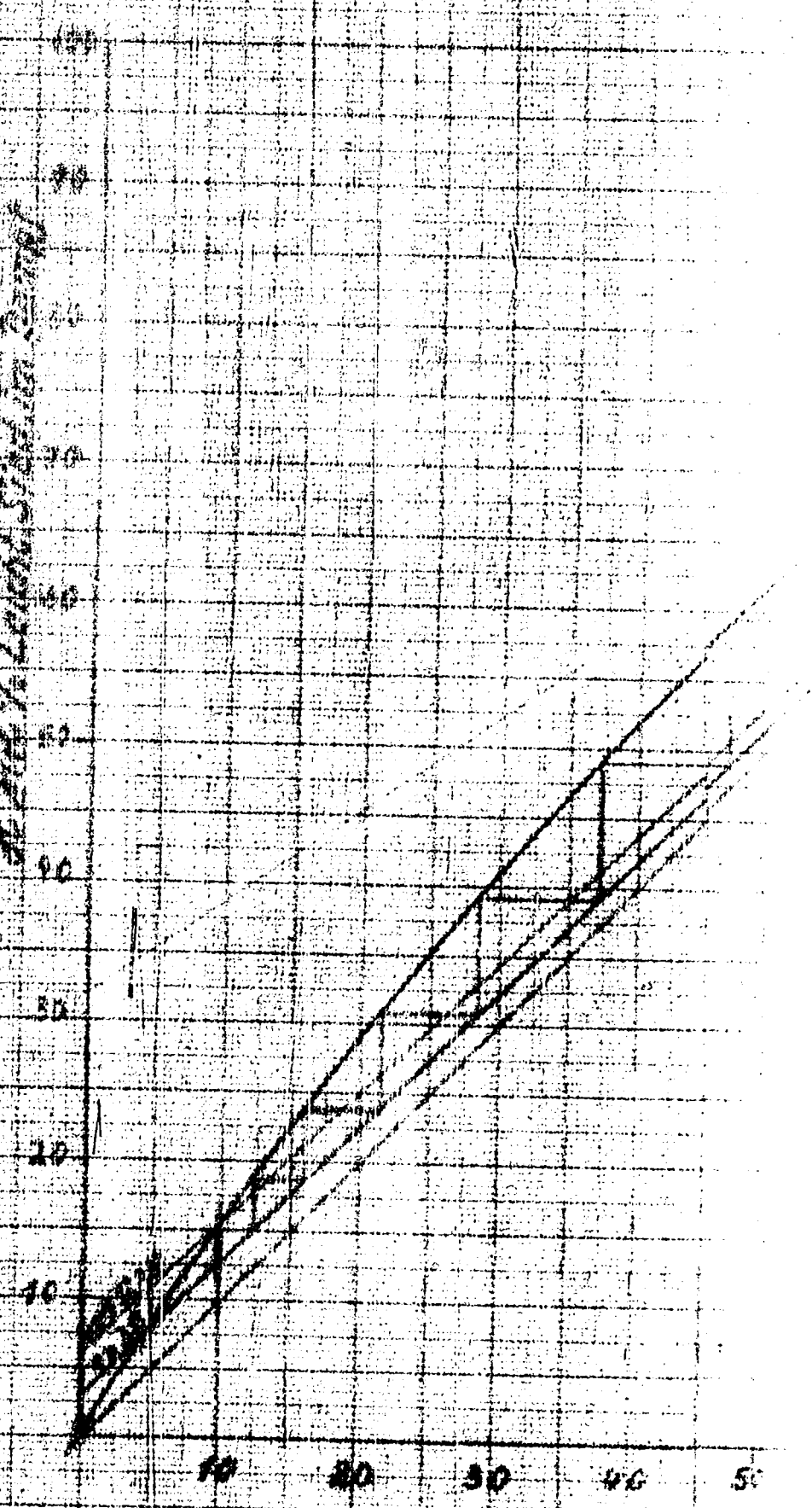
Destillation Nr.	I	II	III	IV
Gesamteintrag jato	11.060	8.540	7.320	3.620
davon Paraffine "	6.240	5.340	4.970	2.730
Alkohole "	4.820	3.200	2.350	890
C-Zahl der Paraffine	C ₁₁ +C ₁₂	C ₁₃ +C ₁₄	C ₁₅ +C ₁₆	C ₁₇
Alkohole	C ₁₂ +C ₁₃	C ₁₄ +C ₁₅	C ₁₆ +C ₁₇	C ₁₈
absoluter Druck mm Hg	20	20	5	5
Siedegrenzen der Paraffine °C	70 - 110	100 - 140	100 - 140	140 - 160
Alkohole °C	140 - 163	160 - 180	150 - 170	175 - 180
Stockpunkte der Paraffine °C	-15 - -10	- 5 - + 5	10 - 20	25
Alkohole °C	25 - 32	39 - 47	52 - 60	65

36

Gleichgewichtskurve für Alkohol in

36

Wasser



0

0

36

13. 1/2

14



16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

30

31 32 33 34 35
36 37 38 39 40
41 42 43 44 45
46 47 48 49 50
51 52 53 54 55
56 57 58 59 60
61 62 63 64 65
66 67 68 69 70
71 72 73 74 75
76 77 78 79 80
81 82 83 84 85
86 87 88 89 90
91 92 93 94 95
96 97 98 99 100

100

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
Herrn Lurgi,
Frankfurt

Verfasser:
Dr. Landgraf
Durchdruck an:
die Herren

In
München am 26.3.1931

Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann
Dipl.-Ing. von Auloch
" " Bibac
" " Tapp
Dr. Koelen
Dr. Landgraf ✓

Sondermann v. d. Lurgi

Landgraf v. d. Lurgi

Zeichen: Datum:

M 32

München, den 26. März 1931

Betrifft:

Vertikale, vertikale - Gas-Fraktionierung.

Wir hatten der Lurgi die Alkohol-Destillation Fall III, Trennung von $C_{15}^{+0,16}$ Paraffin (A) von $C_{15}^{+0,17}$ Alkohol (B) als Aufgabe gestellt. Bei einem Vakuum von 5 mm Hg wird demnach mit größtmöglicher Reinheit A bei $100 - 105^{\circ} C$ siedend von B bei $150 - 170^{\circ} C$ siedend zu trennen. Die zwischen den beiden Komponenten auftretende Siedelücke von $10^{\circ} C$ ließ nach der Niederschläge von Tiegeln nicht auffindbar. Sie wurde durch Siedepunktbestimmungen der beiden Komponenten A und B ermittelt.

Herr Sondermann schilderte zunächst die Arbeitsweise der kontinuierlichen Lurgi-Destillation bei der Fettsäuredestillation, die als besonderiges Problem bis jetzt bearbeitet wurde. Die Trennung geht so vor sich, dass die G-fractionen $C_{15}^{+0,16}$ von $C_{15}^{+0,17}$ abgezogen werden. Beträgt der Verlauf 15 % des Gesamtansatzes, so ist min. 2 % bezogen auf den Gesamtansatz schwerer-siedender mit übergegangen, das entspricht aber auf unsere Verhältnisse übertragen einer Reinheit des abdestillierten Produktes von 90 %, bezogen auf die Komponente A.

Bei der Lurgi-Destillation ist eine Überhitzungsgefahr nicht vorhanden, jedoch in Falle einer Verharzung oder Verkantung des vorhandenen geringen Niveaustandes muss die letzte Klase von Zeit

zu Zeit zwischen ca. 2 bis 6 Tagen völlig entleert und gereinigt werden. Die Gefahr der Verharzung und Verkrustung ist aber bei uns sehr gross. Der in der 2. Klasse befindliche Kolben mit ca. 400 Ltr. enthält noch einen Teil destillierbares Produkt. Dieses muss also als Verlust gerechnet werden.

Die Ausführung für den vorliegenden Fall würde folgende sein: Die Klasse 2) mit 2 m ϕ und ca. 600 Ltr. Füllung, mit aufgesetztem Verstärker von 1,6 m ϕ und ca. 200 m Höhe. Nachgeschaltet ist eine Klasse von 1,6 m ϕ ohne Verstärker mit 400 Ltr. Allenfalls die 2. Klasse ist lediglich durch Verdampfung und Kopfkuhlung regulierbar. Nach den vorliegenden Erfahrungen der Lurgi dürfte eine grössere Reinheit als die in Witten erreichte in kontinuierlichen Verfahren nicht zu schaffen sein. Bei grösserer verlangter Reinheit müsste die Kolonne vergrössert werden; dieser Vergrösserung ist jedoch durch den entsprechenden höheren Druckverlust eine Grenze gesetzt.

Lurgi wird um ein kurzes Briefangebot über die gestellte Aufgabe ersucht, wobei von der Lurgi eine Garantie nicht übernommen werden kann.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
der Lurgi
Frankfurt

in Keltan am 26. 3. 1941

Anwesend:

von der Lurgi: Gondermann
von der RW: Ribus
Dr. Landgraf
Tapp

Verfasser: Nebenstehende

Durchdruck an:

RW: Prof. Martin
v. Asboth
Ribus

Hentel &
Gie.: Direktor Funk

Oze: Dr. Landgraf

Zeichen:

Datum:

26. März 41

462 Abt. TB, TA, Wit..

Betrifft:

Partielldestillation Sae-Anlage.

Wir haben der Lurgi die Alkoholdestillation, Fall III, Trennung von C 15 + C 16-Paraffin (A) und C 16 + C 17-Alkohol (B) als Aufgabe gestellt. Bei einem Vakuum von 5 mm Hg sind demnach Paraffin (bei 100-110° C siedend) von Alkohol (bei 150-170° C siedend) zu trennen.

Die Lurgi schlägt für diesen Fall eine Hochvakuumdestillationsanlage vor, bestehend aus 2 hintereinander geschalteten Destillationsbläsen mit einem vorgeschalteten Vorwärmer. Eine derartige Destillationsanlage steht bereits in der Schmierölfabrik der Ruhrchemie, wo sie jedoch unter bedeutend einfacheren Bedingungen arbeiten hat. Auch bei der Destillation der synthetischen Fettsäure wird von der Lurgi eine ähnliche Anordnung gewünscht.

Die Blase I hat etwa 2 m Ø und ca. 600 l Füllung mit aufgesetztem Verstärker von 1,6 m Ø und 4 m Höhe, der als Raschigkolonne ausgeführt ist. Nachgeschaltet ist die Blase II von 1,6 m Ø mit Verstärker mit 400 l Blasenfüllung. Der Rückfluss ist leicht durch Verdampfung und Kopfkühlung regulierbar.

Bei dieser Schaltung erreicht die Lurgi bei der Destillation der synthetischen Fettsäure folgende Trennschärfe:

Der Vorlauf enthält den Vorlauf nicht mehr als 1

Gen.

zur Abnahme von

25. März 1944

schwerflüchtige und der Rückstand nicht mehr als 1 % leichtflüchtige Bestandteile, bezogen auf das in die Destillationskammer eingesetzte Rohmaterial. Das entspricht aber auf unsere Verhältnisse Übertragen einer Reinheit des Abdestillationsproduktes von nur 90 %, bezogen auf die Komponente A.

Nach den vorliegenden Erfahrungen der Lurgi kann eine größere Reinheit als die in Witten erreichte im kontinuierlichen Verfahren nicht angestrebt werden. Bei verlangter höherer Reinheit dieser Vergrößerung ist jedoch durch den zwangsläufig erzielten Druckverlust eine Grenze gesetzt.

Entsprechend der engen Siedelücke muss schon zur Erlangung einer Reinheit von nur 90 % ein grosser Zwischenlauf abgezogen und auf die Klasse I wieder aufgegeben werden, so dass sich für die Behälter die notwendigen Dampfzonen stark erhöhen. Eine grössere Reinheit als 90 % wird sich mit dieser Anordnung nicht erreichen lassen, da bei denn, es wird die Rücklaufmenge der Klasse I um ein Vielfaches gesteigert. Dadurch steigen natürlich auch der Dampfverbrauch und die Anlagekosten. Die von uns geforderte Reinheit von mindestens 90 % wäre nur dann zu erzielen, wenn der Zwischenlauf herausgenommen und getrennt aufgearbeitet wird.

Es ergibt sich also, dass die kontinuierliche Destillation mit der Lurgi-Klasse in vorliegenden Falle bei der geforderten Reinheit energie- und anlagekostenmässig teurer werden muss, als eine diskontinuierliche Anlage. Ausserdem kommt dazu, dass bei der Lurgi-Destillation der eingedickte Rückstand lange in der Klasse bleibt. Er wird demnach erhitzt, so dass die Gefahr einer Verkantung des Heizrohrsystems sehr gross ist. Aus diesen Gründen muss nach Angaben von Herrn Sondermann von Zeit zu Zeit, spätestens wahrscheinlich nach 6 Tagen entleert und gereinigt werden, so dass die kontinuierliche Fahrweise bedeutend beeinträchtigt wird.

Gen.: Dr. Landgraf

Mikus

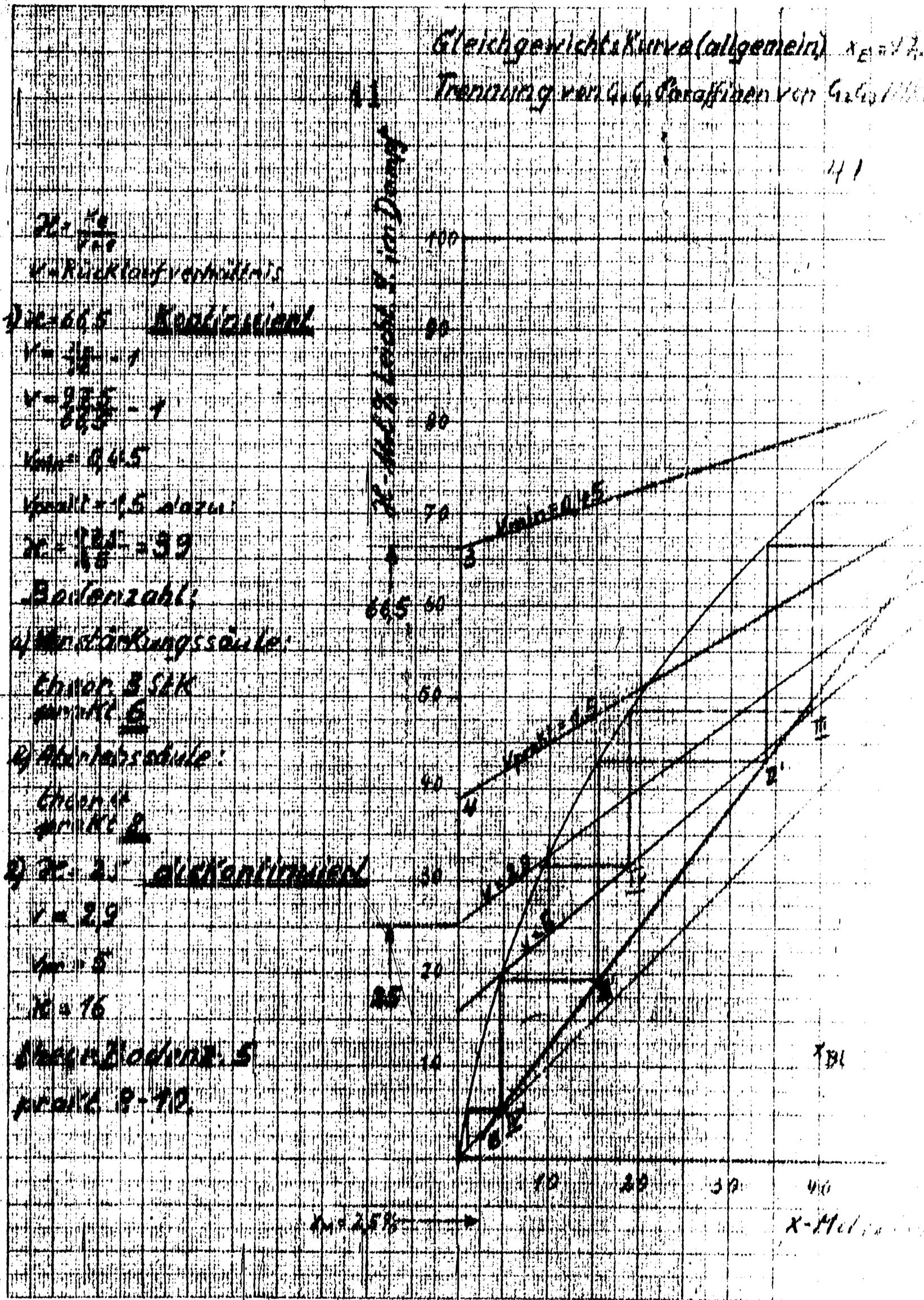
Tapp

fa

April 1944

00

Gleichgewichtskurve (allgemein) $x_E = 2.1$
 Trennung von G. Caraffinen von Gelösl.

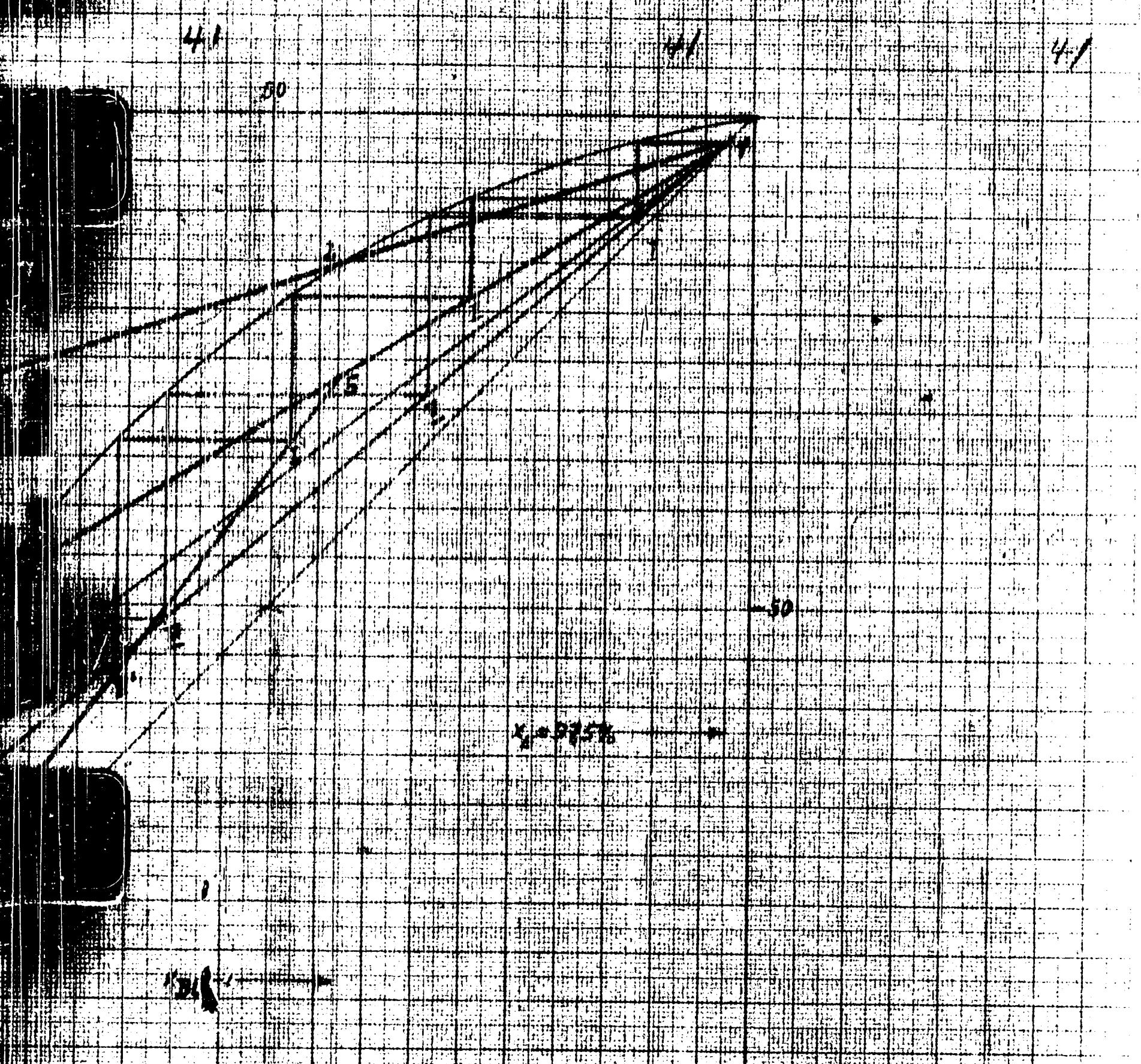


$\frac{H_1}{H_2}$
 Rücklaufverhältnis
 1) $V_{min} = 66.5$ **Konzentration**
 $V = \frac{1}{1.5} - 1$
 $V = \frac{2.5}{2.5} - 1$
 $V_{min} = 0.45$
 $V_{prakt} = 1.5$ dazu:
 $x = \frac{1.5}{1.5} = 39$
Bodenzahl:
 4) **Abwärtsstufe:**
 1) **aufwärtsstufe:**
 2) $V_{min} = 2.1$ **diskontinuierl.**
 $V = 2.9$
 $V = 5$
 $V = 16$
 3) **Stufen Bodenzahl 5**
 $V_{prakt} = 9-10$

$x = 2.1$

X-Menge

$x_1 = 9.5\%$; $x_2 = 2.5\%$; $x_3 = 5.7\%$
 von G.G. Plankton bei 20 mm Hg



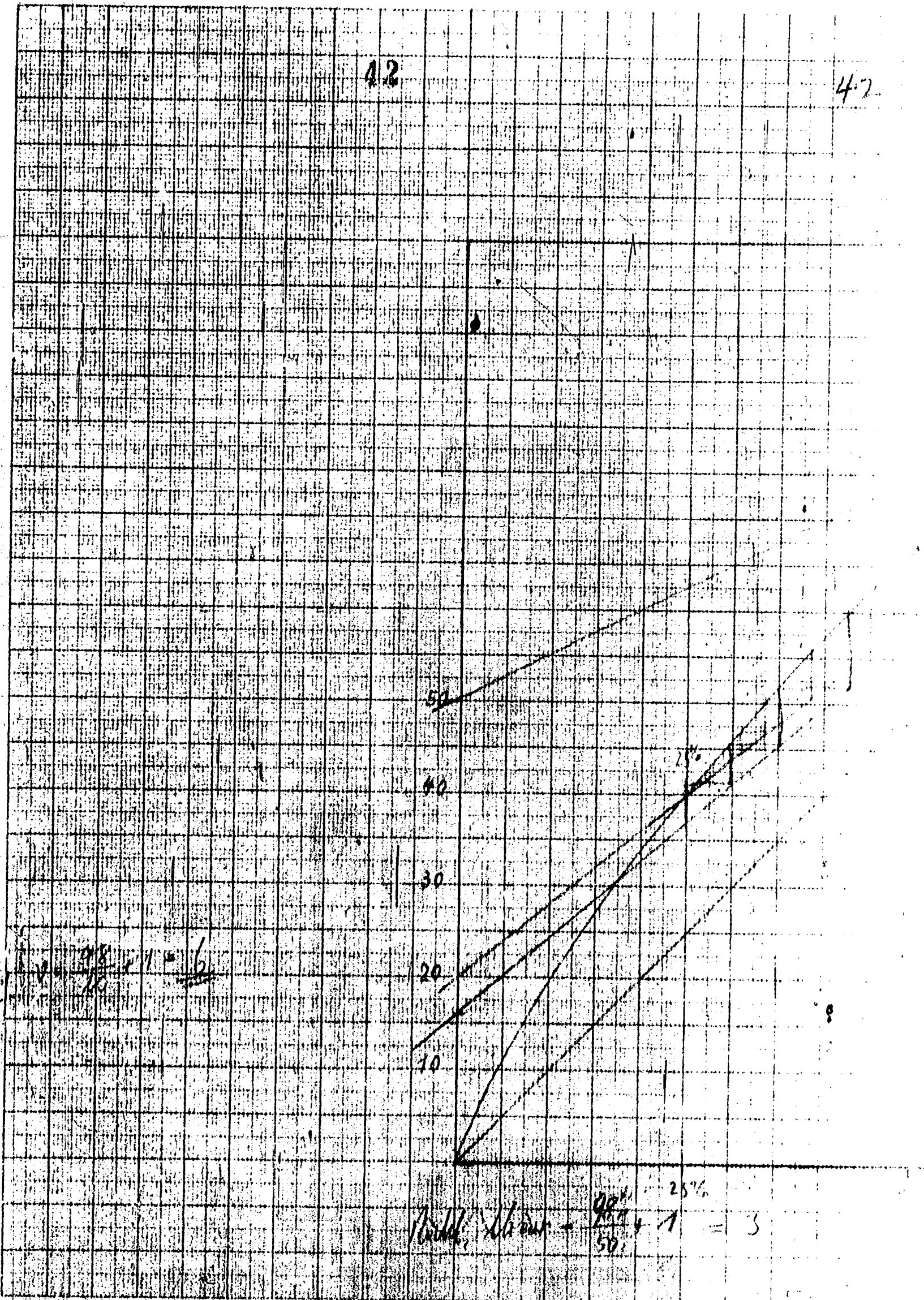
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

x-Mul% Leichenstand in der Flüssigkeit

10

42

42



then $\frac{28}{10} \times 1 = 2.8$

total shown = $\frac{28}{50} \times 1 = 0.56$ 25% = 3

28



28

42

42

42

72

71%

50

25%

50

60

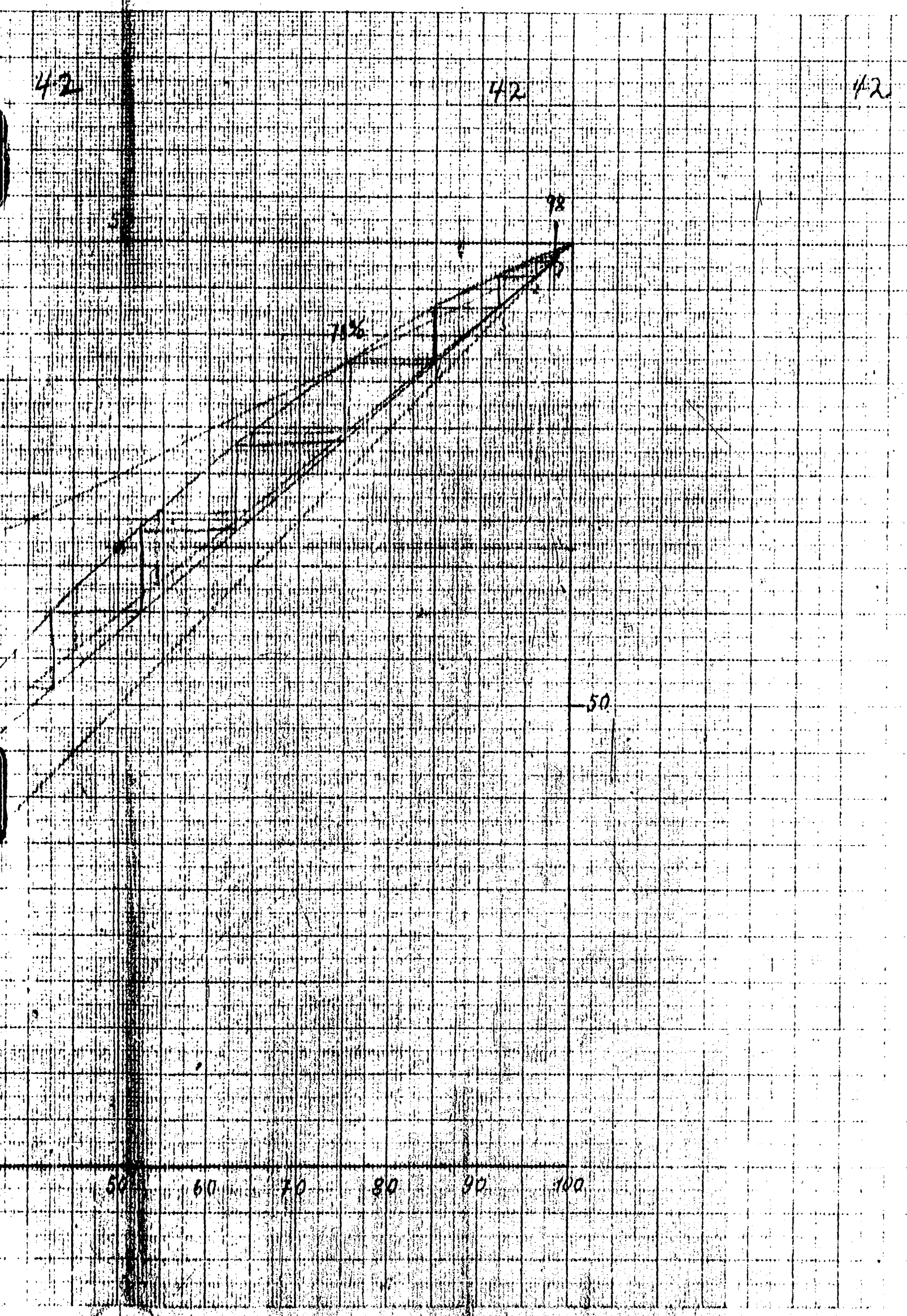
70

80

90

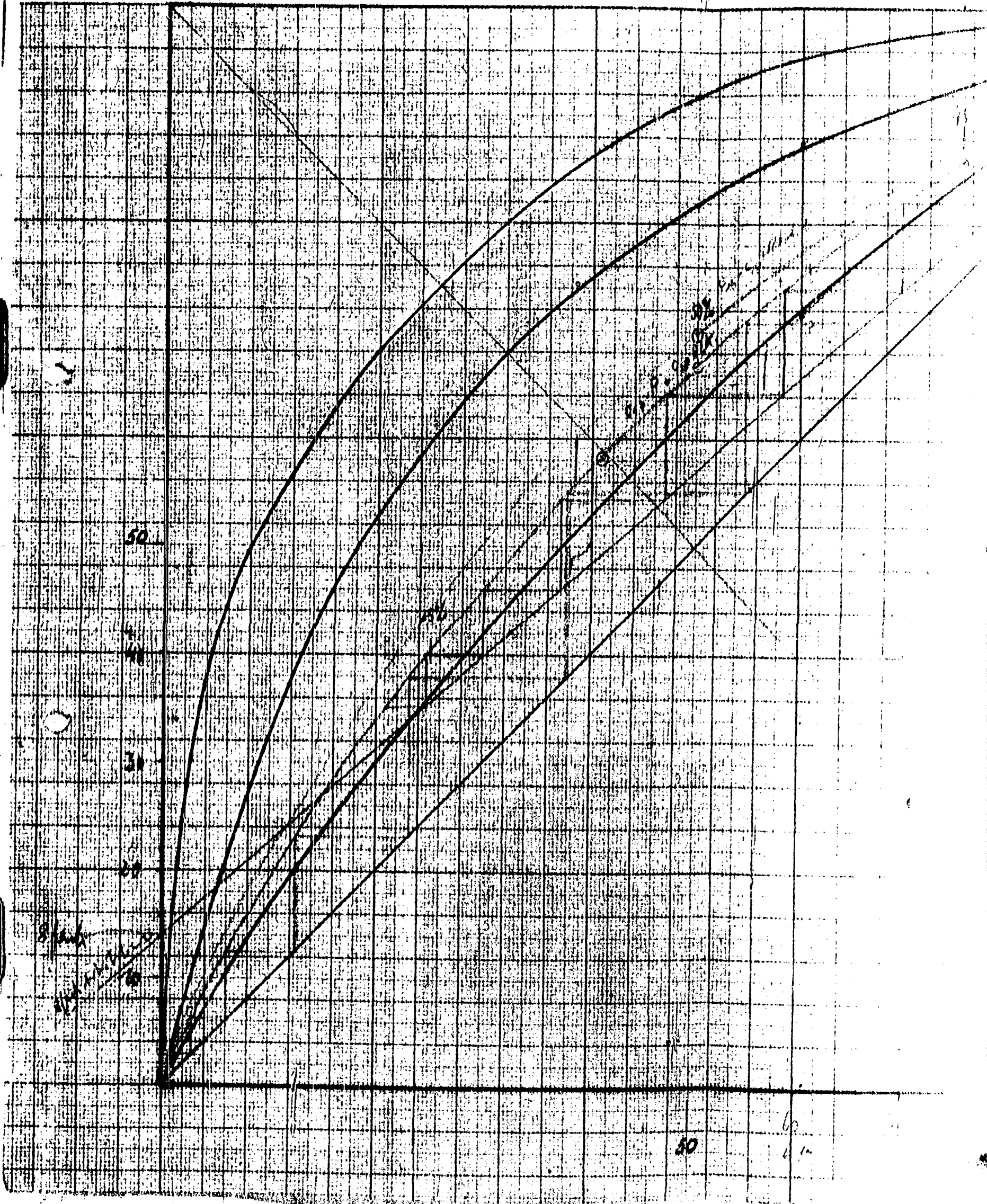
100

3



43

50

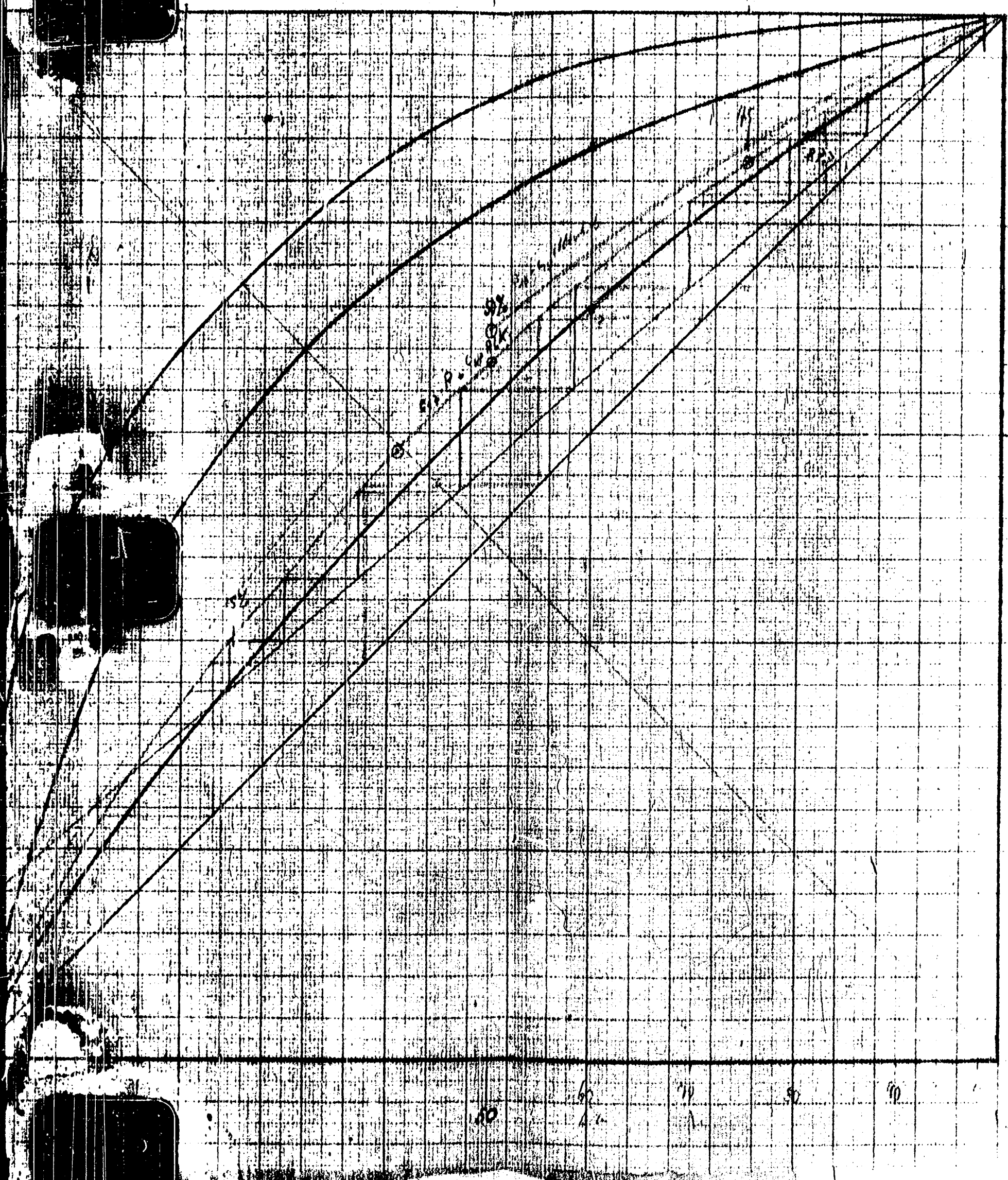


43

50

36"

43



50

50

50

60

70

80

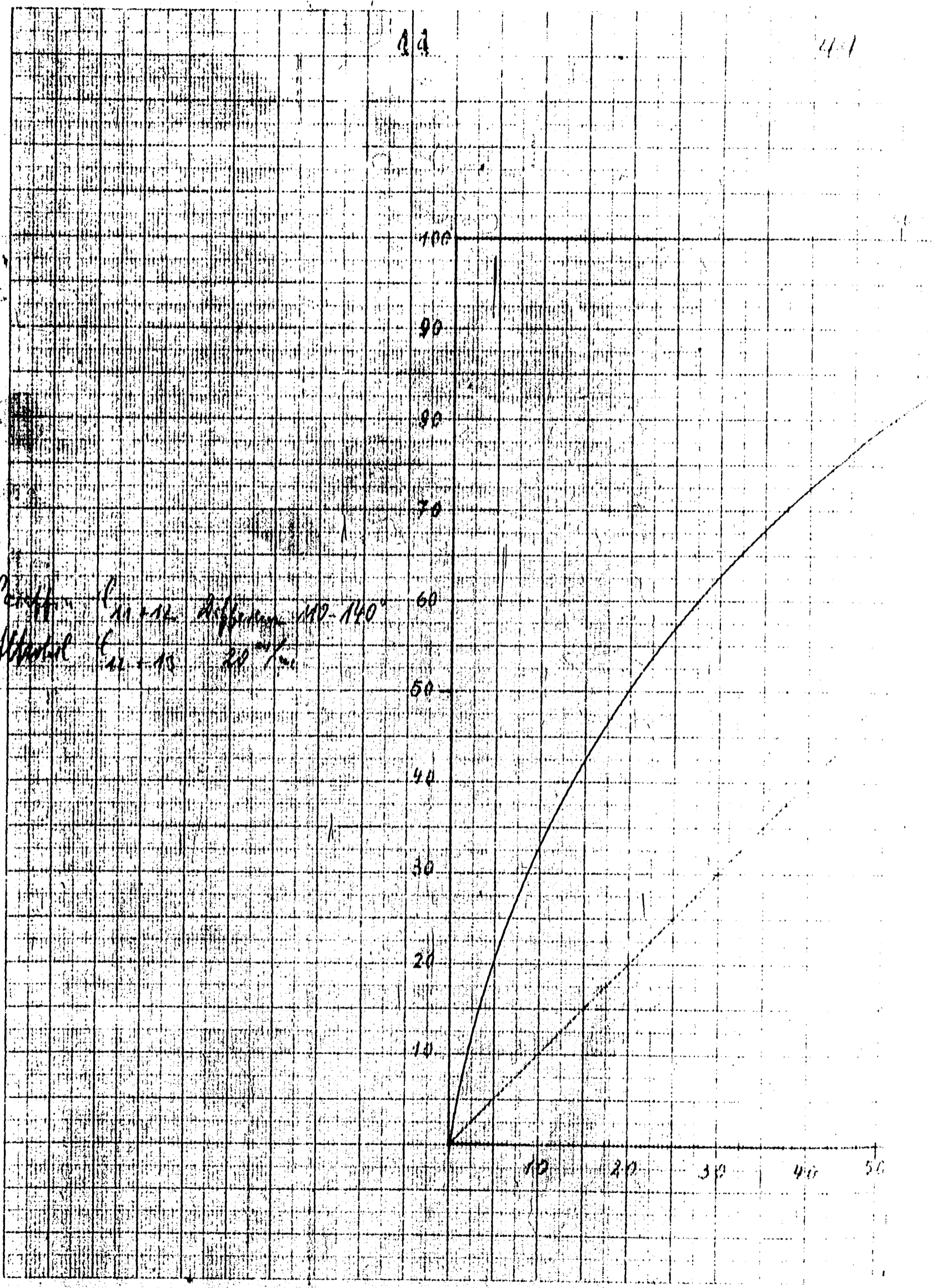
90

0

44

441

I Permitt. Curves Difference 110-140°
 Attenual Curves 20-40%



44

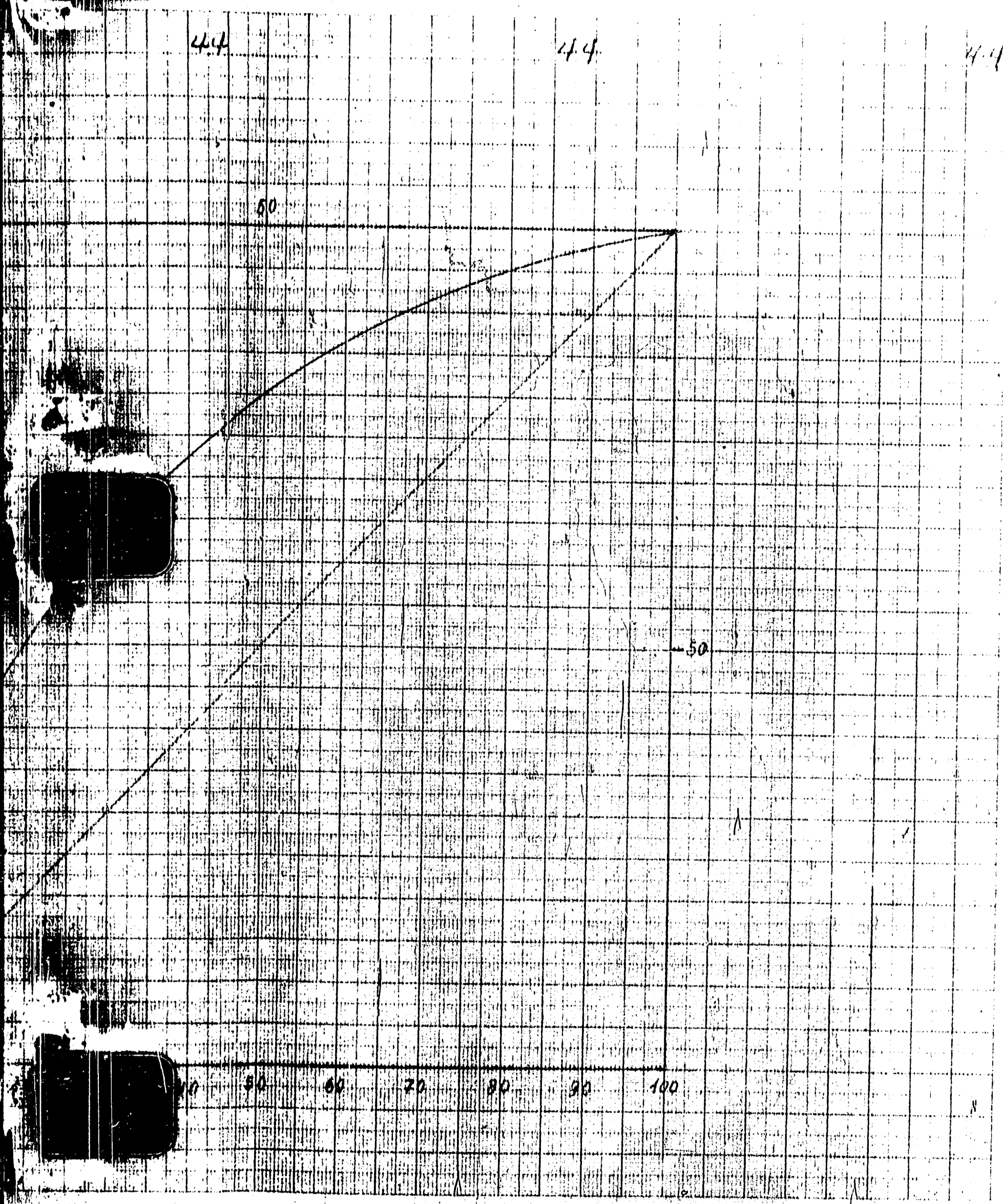
44

44

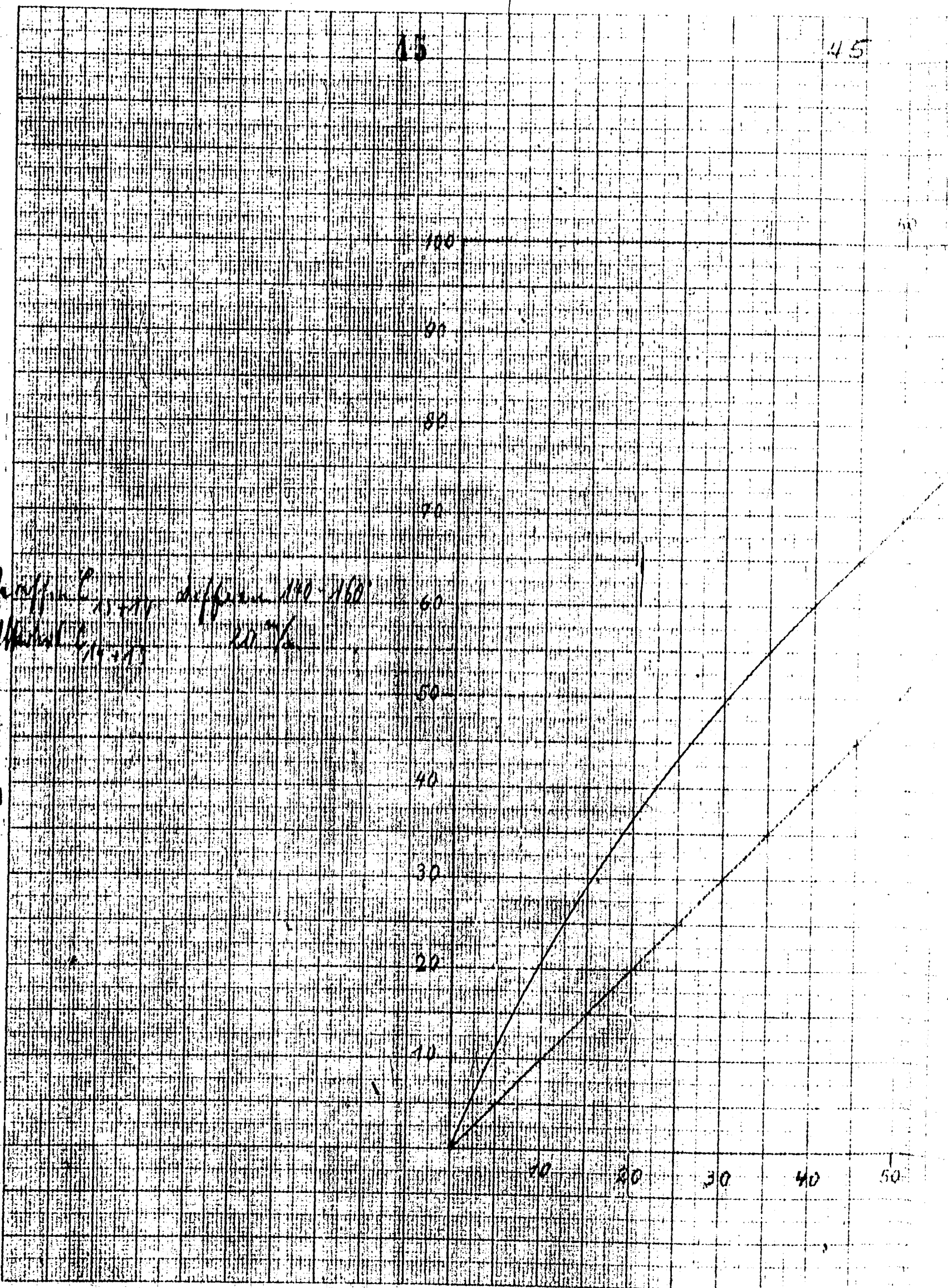
50

50

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100



II *Reiffel*, *diff. 180-160*
1937
1937



45

145

45

50

50

30

40

50

60

70

80

90

100

11

TITLE PAGE

2. Documents on:

- a. The supply of heavy oil.
- b. o- and p-benzyl chloride mixtures.
- c. Separation of C11, C12 from C13, C14.
- d. Hydrocarbon vapour pressure. Dec. 11, 1943.

Frame Nos. 46 - 49

Firma

Zschimmer & Schwarz
Chemische Fabrik Dörlau
Greis-Dörlau (Thür.)

Dr.Hu./T. M.div. 24.9.43
Wissensch.Abt.

Laf./V8.

11.12.43

Betreff: Lieferung von Dioksil.

Wir kommen heute zurück auf Ihr Schreiben vom 24.9.43 an Herrn Professor Dr. M a r t i n, in dem Sie um weitere Lieferung von Dioksil zu Versuchszwecken bitten. Da die Versuche zeitweise durch Personalmangel unterbrochen waren, ist es nicht möglich gewesen, früher eine Probe an Sie zu versenden. Es liegt jetzt eine Menge von 8,5 kg. Dioksil aus der Fabrikation von Fettalkoholen mit den Kohlenstoffzahlen C₁₁ bis C₁₇ vor, das wir Ihnen gern zusenden, allerdings unter der Bedingung, das wir von Ihnen über den Verwendungszweck des Materials Aufschluss erhalten.

Die Kennzahlen des Produktes sind:

OH-Zahl	81,81
CO-Zahl	4,91
N ₂	1,51
V ₂	32,21
H ₂	30,91
Jodzahl	4,71
d ₂₀ 0,8582	n _D 1,4582
d ₅₀ 0,8370	n _D 1,4462
Mol.Gew.	453,2.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.

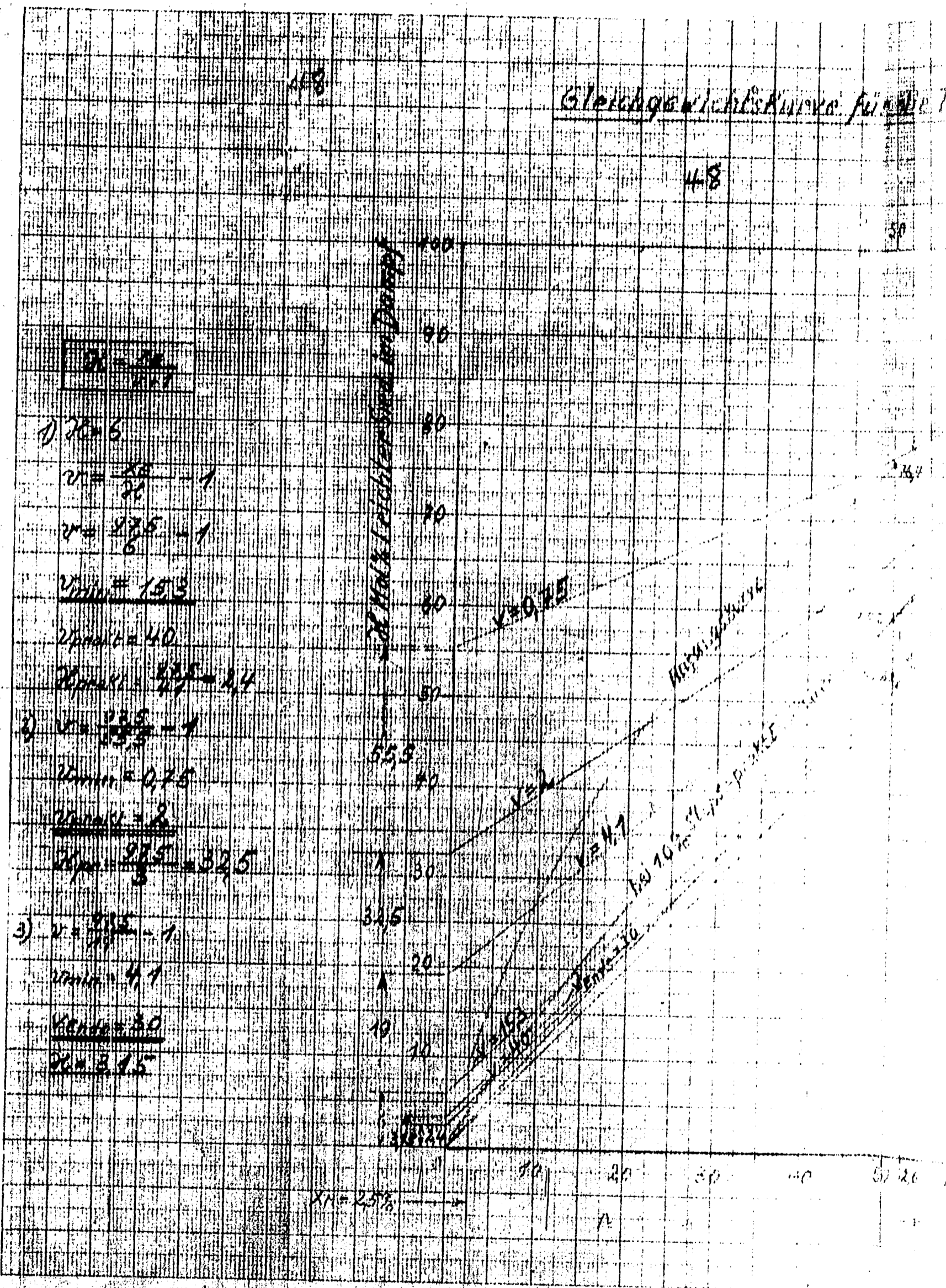
Oberhausen-Holten, den 26.5.1944
Ldf/Rl.

o- und p-Chlortoluol-Gemische

Bestimmung des Prozentgehaltes n. Brechungsindex u. E.P.

Id.-Nr.	n_D^{20}	% o-Chlor toluol n. n_D^{20}	E.P.	% o-Chlor toluol n. E.P.	Bemerkungen
1.)	1,5241	70,8	- 42,1	66,8	
2.)	1,5238	64,0	- 37,3	63,3	
3.)	1,5237	62,0	- 33,8	60,2	
4.)	1,5233	52,8	- 25,6	51,7	
5.)	1,5230	46,2	- 21,2	46,7	Best. d. H. Agnes
6.)	1,5223	30,8	- 10,9	32,7	
7.)	1,5219	22,1	- 3,3	20,6	
8.)	1,5211	4,0	+ 4,4	6,4	
9.)	1,5209	9,0	+ 6,6	1,8	
10.)	1,5230			30,7	
11.)	1,5230			-	
12.)	1,5230	46,2		30,0	
13.)	1,5230			29,3	
14.)	1,5230			28,4	
15.)	1,5230			28,5	
16.)	1,5246	82,2		78,6	
17.)	1,5245	80,0		78,6	
18.)	1,5230	46,2		29,8	
19.)	1,5246	82,2		77,0	
20.)	1,5231	48,5		29,8	E.P.-Best. d. Baumg
21.)	1,5243	75,5		77,0	
22.)	1,5231	48,5		28,4	
23.)	1,5243	75,5		76,7	
24.)	1,5230	46,2		28,3	
25.)	1,5243	75,5		76,7	
26.)	1,5243			76,7	
27.)	1,5240				
28.)	1,5240	68,6		75,6	
29.)	1,5240				
30.)	1,5230	46,2		27,6	

Gleichgewichtskurve für die T...



$v = \frac{p_1}{p_2}$

1) $v = 6$

$v_1 = \frac{25}{21} = 1$

$v_2 = \frac{27.5}{6} = 4.58$

$v_{\text{mittel}} = 15.3$

$27.5 \cdot 6 = 165$

$27.5 \cdot 1 = 27.5$

2) $v = 1.7$

$v_{\text{mittel}} = 0.75$

$27.5 \cdot 1.7 = 46.75$

$27.5 \cdot 1 = 27.5$

3) $v = 10$

$v_{\text{mittel}} = 4.1$

$27.5 \cdot 10 = 275$

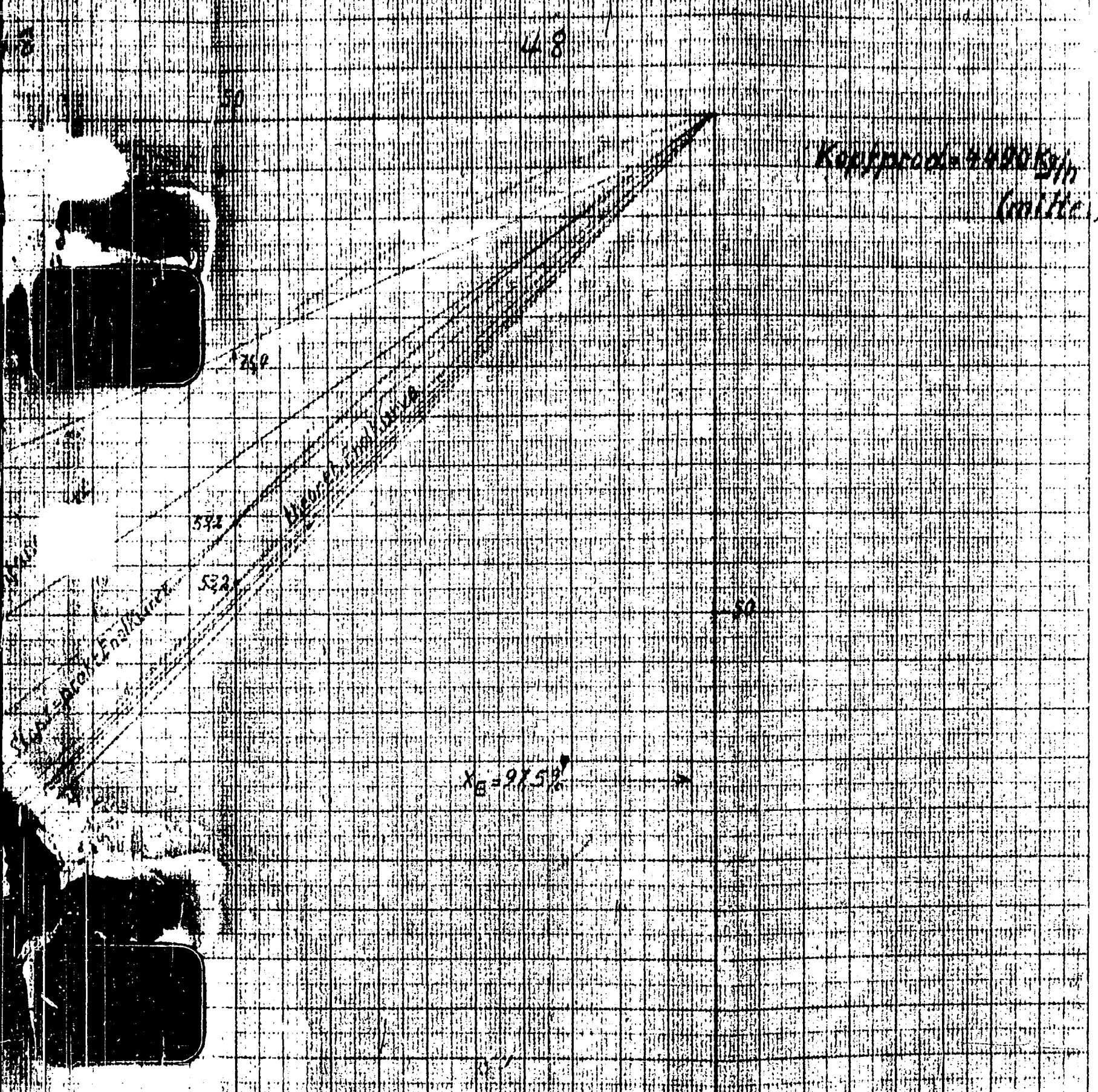
$27.5 \cdot 1 = 27.5$

$X_1 = 25\%$

500.049

Vertikale Trennung von Cu_2O von Cu_2S bei $p = 760 \text{ mm Hg}$

CJ
1/1



→ x Mol % Leichteres in der Flüssigkeit

TITLE PAGE

3. Aktennotiz. OXO-Verfahren.
Minutes. OXO Process. Sept. 23, 1941.
Im Programm der Besprechung:
On the agenda of the consultation:
- a. Analytische Probleme.
Analytical problems.
 - b. Filterung.
Filtering.
 - c. Gaswirtschaft und Restgasentspannung.
The handling of gas, the release of
waste gases.
 - d. Abführung der Reaktionswärme.
Evaluation of reaction temperature.

Frame Nos. 50 - 52

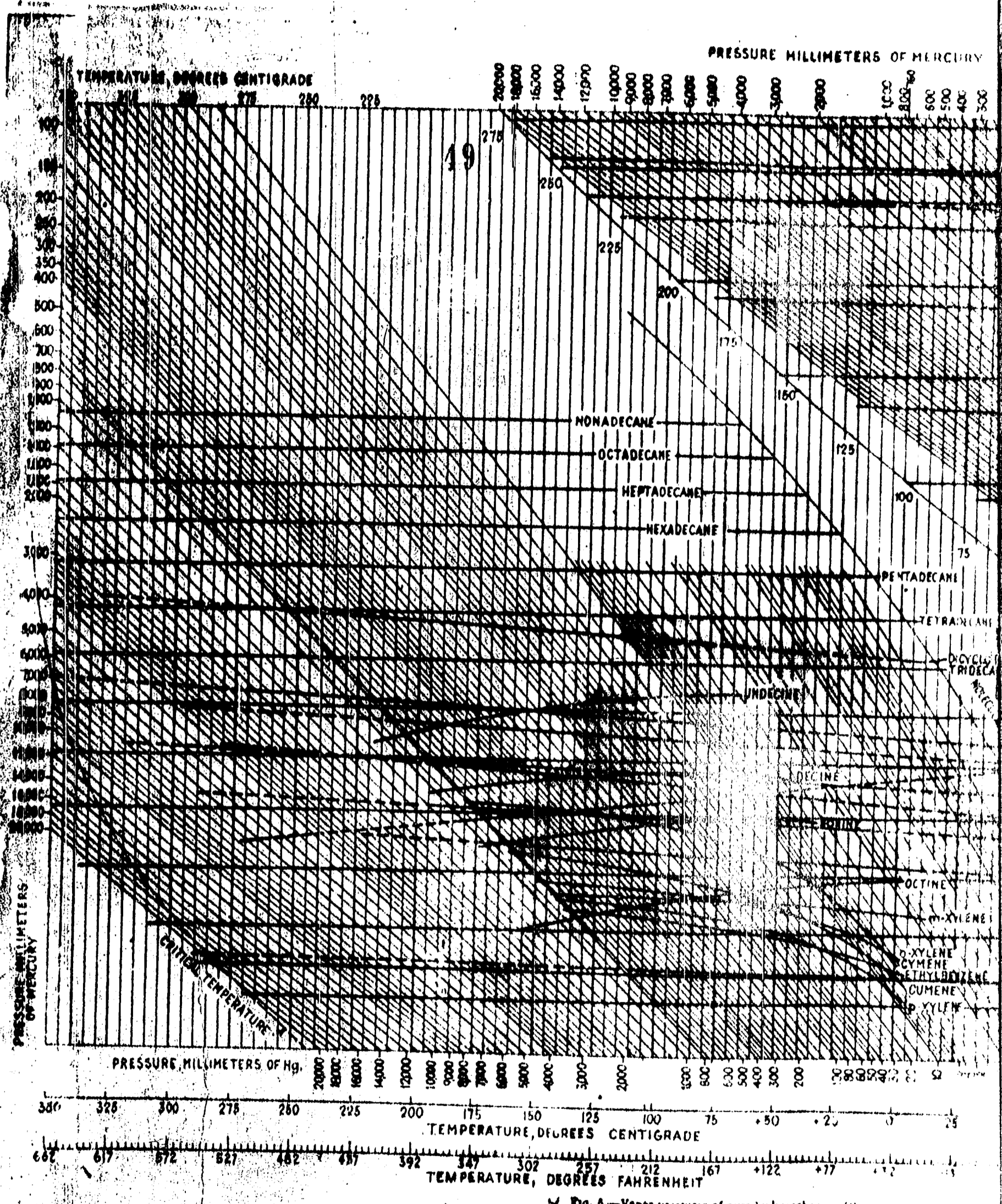


Fig. 6.—Vapor-pressure of pure hydrocarbons (Courtesy of ...)

Aktennotiz

Über die Besprechung mit der Fa. I.G. Farben.

Verfasser: Dr. Landgraf

in Merseburg am 11.9. 1941

Durchdruck an: die Herren

Prof. Dr. Martin

Dir. Dr. Hagemann

Dir. von Asboth

Dr. Roelen

Dipl. Ing. Bibus

Laube

Dr. Landgraf

Anwesend: die Herren

Dr. Herold

Dr. Elbl

Dr. Wenzel

v. d. Fa. I.G. Farben

Dir. von Asboth

Dr. Roelen

Dr. Landgraf

v. d. Fa. ROH

Zeichen:

Datum:

Abt. TB.Ldf./Wf.

23.9.41

Betrifft: Oxo-Verfahren.

Im Programm der Besprechung:

- 1.) Analytische Probleme.
- 2.) Filterung.
- 3.) Gaswirtschaft und Restgasentspannung.
- 4.) Abführung der Reaktionswärme.

zu 1.) Herr Dr. Herold schlug vor, die am Montag in Ludwigshafen zu verhandelnden Analysen-Probleme vorzubespreehen. Man einigte sich dahin, die Untersuchungen zur direkten Ermittlung der Konstitution der Fettalkohole von den Bestimmungen, die den Reinheitsgrad der zu liefernden Produkte feststellen sollen, abzutrennen, und die Konstitutionsermittlung nicht zur Beurteilung der Preiswürdigkeit heranzuziehen. Die Bestimmung des Schwefel-Phosphorsäure-Löslichen soll zur Bestimmung der Reinheit vorgeschlagen werden.

zu 2.) Die von uns vorgesehene Filterung auf einem Planfilter wurde durch Herrn von Asboth näher erläutert. Hierbei wurden die Bedenken gegen eine Filterung mit Filterkerzen begründet. Dieses letztere Verfahren gestattet nicht die vollständige Abtrennung des Alkohol-Paraffin-Gemisches vom Filterkuchen. Es verbleiben durch das frühzeitige Durchschlagen von Druckgas grössere Mengen Schlamm im Filter. Dies führt dazu,

51

dass bereits gebildeter Alkohol über die Anmischung wieder in das Reaktionsrohr gelangt und in der Aldehyd-Synthese anwesend ist. Da dies nach unserer Ansicht zur Bildung von Nebenprodukten führt, ist die Filterung auf einem Planfilter durch das hier mögliche Trockenblasen so gut wie ausgeschlossen. Dr. Elbl wandte ein, dass die Reinigung der Filterfläche nur durch öfteres Gegenspülen mit Öl erreicht werden kann. Nach unseren im Versuch gemachten Beobachtungen, ist dies nicht notwendig, wenn die Filterfläche jeweils genügend mechanisch gereinigt wird. Ein weiterer Vorteil des Planfilters ist die Tatsache, dass sich bei Beginn der Filtration die groben Anteile zuerst auf der Filterfläche niedersetzen und so eine Filterhilfe bilden. Von Seiten I.G. wurden Zeichnungen ihrer Versuchsanordnung mit Filterkerze vorgelegt, die sich von den in unseren Versuchen verwendeten Anordnungen nur durch die Befestigung der Filterkerzen unterschieden. Leuna verwendet ein beiderseits offenes Filterrohr. Bei Besprechung der Zeichnung musste von Seiten I.G. zugegeben werden, dass relativ erhebliche Mengen Flüssigkeit im Filterraum verbleiben. Dr. Elbl wies auf die Notwendigkeit hin, das Filter heizbar zu gestalten, um eine Filtertemperatur von über 100°C beibehalten zu können. Dies soll bei unseren Planfiltern noch vorgesehen werden.

zu 3) Herr von Asboth führte hierzu aus, dass mehrere Gesichtspunkte für die Entspannung auf 20 atü nach der Reaktion zu berücksichtigen seien. Der Kompressionsverlust, der übrigens umstritten ist, da eine Entspannung an einer Stelle in der Appratur notwendig sei, um erneut Flüssigkeit einzubringen, wurde in Kauf genommen, da

- 1) verhindert würde, dass CO in die Hydrier-Stufe übertritt.
- 2) ein Verschleiss in Rohrleitungen und Schaltelelementen vermieden wird. Die Kompressionsleistung bis 20 atü bleibt ohnehin erhalten. I.G. verwendet in ihrer Versuchsanordnung Widia-Vertile, deren Preis für unsere Dimensionen kaum erschwinglich ist und deren Beschaffung überhaupt fraglich erscheint.

Über die Möglichkeit des Gasübertrittes war bezügl. der Ursachen keine Übereinstimmung der Ansichten vorhanden. Herr von Asboth vertrat den Standpunkt, dass grosse Mengen Gas mechanisch in der Flüssigkeit bei höherem Druck gespeichert sind, während Dr. Herold nur die gelöste Menge anerkennen will.

Tatsache ist jedoch, dass Leuna so grosse Gasdurchtritte hat, dass grössere Schwierigkeiten in der Hydrier-Stufe bestehen. Schliesslich wurden unsere Gesichtspunkte doch anerkannt, da wir insbesondere die Absicht haben, Hochdruckhähne zu verwenden, die ein rasches Öffnen zum vollen Querschnitt erlauben.

- zu 4) I.G. wies auf die schwierige Beherrschung der Reaktionstemperatur im unteren Gefässraum des Reaktionsrohres hin. In Leuna sind Temperaturen im unteren Teil bis 185° gemessen worden, während oben die gewünschte Reaktionstemperatur von 130° noch vorhanden war. Eine Betrachtung des Querschnittes des in Leuna veränderten Reaktionsrohres brachte Aufschluss über diese Unregelmässigkeiten. Das dort verwendete Reaktionsrohr ist unten konisch eingezogen und an dieser Stelle ohne Kühlfläche. Der Rohrquerschnitt ist um rd. 50 % grösser als bei unserer Versuchsanordnung, ohne dass die Kühlfläche entsprechend vergrössert worden wäre. Unter Berücksichtigung des Umstandes, dass Leuna hoch olefinische Anteile (ca. 60-70 % Olefingehalt) eingesetzt hat, ist es erklärt, dass die Reaktion unter den gegebenen Kühlverhältnissen nicht mehr beherrscht werden kann. Leuna wird aufgrund unserer Angaben die Kühlfläche sofort vergrössern. Wir erläuterten unsererseits, dass wir die Kühlfläche für die Grossanlage noch um über 30 % besser dimensioniert vorgesehen haben, als es unserer Anordnung im Versuch entsprach. Nach Fertigstellung und Änderung ihrer Apparatur wird uns I.G. nochmals zur Besichtigung der Versuchsanlage einladen.

Handwritten signature

TITLE PAGE

4. Viscositätsverhalten von Oxo Alkoholen.
On the viscosity of Oxo alcohols.
With 13 tables and 1 graph. May 23,
1944.

Frame Nos. 53 - 68

4

53

Oberhausen-Holteln, den 22.5.1944

Ag/Bl.

Herrn Dr. Landgraf

23 MAI 1944

Betr. Viskositätsverhalten von Oxo-Alkoholen

Mit Schreiben vom 7.8.44 ist hierüber schon mal berichtet worden. Die vor einiger Zeit erneut aufgenommenen Versuche gleicher Art bezweckten in der Hauptsache das Viskositätsverhalten von Alkoholgemischen, wie sie bei der Synthese produziert worden, festzustellen. Es war leider nicht möglich, eine lückenlose Reihenfolge der Alkohole mit den C-Zahlen C_{11} bis C_{18} zu erhalten; auch war die Reinheit der zur Untersuchung gelangenden Alkohole wesentlich geringer als die bei den damaligen Versuchen benutzten Produkte. Das Ergebnis der chemisch-physikalischen Untersuchung der Alkohole ist in folgender Tafel zusammengestellt.

Untersuchung der verwendeten Produkte

Alkohol	OH-Zahl	%-ol	NZ	VZ	OG-Z	JZ	d_{20}	n_{40}^D
C_{11}	291,9	89,6	1,3	3,8	2,1	0,1	0,8324	1,4303
$C_{12/13}$	271,8	93,3	0	4,4	8,1	1,0	0,8353	1,4307
C_{14}	242,4	92,6	0,8	2,9	1,0	1,4	0,8365	1,4350
$C_{14/15}$	240,9	95,3	1,8	4,0	6,2	1,2	0,8409	1,4357
C_{15}	246,7	100	2,9	3,6	1,6	1,4	0,8416	1,4390
$C_{15/16}$	226,0	94,6	1,9	4,4	6,3	0,5	0,8106/40	1,4410
C_{16}	207,2	89,5	0,4	5,5	4,4	1,1	0,8286/40	1,4424
C_{17}	243,9	100	0,2	4,4	3,5	2,1	0,8322/40	1,4456
$C_{17/18}$	212,9	99,8	0,8	1,9	5,9	0	0,8146/40	1,4460
C_{18}	176,1	85,0	1,0	4,6	3,6	1,1	0,8334/40	1,4471
C_{16} S. Ja. 44	220,3	95,3	0	0,4	1,5	0,7	0,8122/40	1,4445
C_{17} S. Ja. 44	196,7	89,8	0	0,9	3,3	0,5	0,8133/40	1,4456
$C_{16/17}$ S. Ja. 44	223,2	99,2	0,2	1,6	3,7	0,2	0,8134/40	1,4446

Mit Ausnahme vom Gemisch $C_{12/13}$ waren die mit $C_{14/15}$, $C_{15/16}$, $C_{16/17}$ und $C_{17/18}$ durch Mischen der Einzelkomponenten hergestellt worden, und zwar zu je 50%.

Die beiliegenden Tabellen enthalten die Ergebnisse der Einzeluntersuchungen, wobei in den meisten Fällen verschiedene Fallkugeln bei ein- und derselben Temperatur benutzt wurden. Es sollte ermittelt werden, ob hierbei Unterschiede auftreten. Wie aus den Zahlenangaben hervorgeht, stimmten in den meisten Fällen die jeweiligen zwei Messungen überein. Die z.T. geringen Unterschiede dürften innerhalb der Fehlergrenze liegen. Ein Vergleich der jetzigen Viskositätswerte mit den früheren läßt sofort erkennen, daß der Alkohol mit der geringeren Reinheit auch den kleineren σP -Wert aufweist. So ist z.B. für den C_{11} -Alkohol dieser Wert um 25-35%, je nach der Versuchstemperatur, als bei der früheren Messung, obwohl der Unterschied hinsichtlich Reinheit nur 8,5% beträgt. Dieser große Unterschied im Viskositätsverhalten scheint bei den höheren Alkoholen nicht so sehr in Erscheinung zu treten, als wie bei den niederen. So macht dieser für den C_{16} -Alkohol etwa 13% aus, obwohl die Differenz in der Reinheit ebenfalls 8-9% beträgt. Aus diesen Andeutungen geht schon hervor, daß es schwierig sein wird, Aufschluß über die Güte eines Alkohols durch sein Viskositätsverhalten zu bekommen.

Was nun die σP -Werte für die untersuchten Alkoholgemische betrifft, läßt sich sagen, daß sie etwa das Mittel der Viskositätsmessungen der beiden Alkoholkomponenten darstellen. Ein besonderes Verhalten war nicht zu beobachten.

Wie sich Viskositätsmessungen von Alkoholen für die Strukturbeurteilung verwerten lassen, kann noch nicht gesagt werden. Es müßten für solche Untersuchungen Alkohole mit genau definierter Struktur zur Verfügung stehen.

Alkohol C₁

Ag/Bl.

Temp. °C	Fallseiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K. Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität cP
	Einzel-W mm.	Mittel-W mm.					
13,5	39,4 39,3 39,4	39,4	3	0,0744	-	0,8358	21,3
20,5	21,5 21,3 21,3	21,4	3	0,0744	-	0,8521	11,6
30	111,5 111,4 110,1 111,1	111,8	2	0,00993	0,0015	0,8251	8,0
30	14,7 14,6 14,5 14,6	14,6	3	0,0744	0,0015	0,8251	7,9
40	81,9 81,6 81,2	81,5	2	0,00993	0,0030	0,8164	5,9
50	58,9 58,3 58,3 58,4	58,5	2	0,00993	0,0045	0,8084	4,3

Alkohol 0_{12/13}

Ag/Bl. 56

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K. Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität oP
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
10	68,3 68,3 68,3 68,3	68,3	3	0,0744	-	0,8428	37,0
	523,1	523,1	2	0,00993	-	0,8428	27,8
20	324,4 324,4 324,5 324,0	324,3	2	0,00993	-	0,8353	23,5
	40,9 40,9 41,0 41,0	41,0	3	0,0744	-	0,8353	22,2
30	26,5 26,6 26,6 26,7	26,6	3	0,0744	0,0015	0,8292	14,4
	206,0 206,2 206,5 206,3	206,3	2	0,00993	0,0015	0,8292	14,9
40	17,6 17,8 17,8 17,6	17,7	3	0,0744	0,0030	0,8242	9,6
	132,7 132,5 132,7 132,8	132,7	2	0,00993	0,0030	0,8242	9,6
50	95,0 95,0 95,0	95,0	2	0,00993	0,0045	0,8162	6,9
	12,6 12,6 12,5	12,6	3	0,0744	0,0045	0,8162	6,8

ALKOHOL C₁₄

Ag/Bl.

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K.Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität CP
	Hinzel-W sec.	Mittel-W sec.					
10	77,3 77,6 77,1 77,1	77,3	3	0,0744	-	0,8448	41,8
	10,7 10,7 10,8 10,5	10,7	4	0,591	-	0,8448	41,4
20	46,2 46,0 46,0 46,0	46,1	3	0,0744	-	0,8361	25,0
	354,8 354,8 354,9 351,7	354,8	2	0,00993	-	0,8361	25,7
30	239,6 232,1 230,1 230,9	232,7	2	0,00993	0,0015	0,8292	16,8
	29,5 29,3 29,4 29,5	29,5	3	0,0744	0,0015	0,8292	16,0
40	19,5 19,4 19,6 19,6	19,5	3	0,0744	0,0030	0,8233	10,6
	155,2 153,9 156,5 154,7	155,1	2	0,00993	0,0030	0,8233	11,2
50	100,8 101,2 101,2 101,0	101,1	2	0,00993	0,0045	0,8185	7,3
	13,7 13,5 13,5 13,7	13,6	3	0,0744	0,0045	0,8185	7,4

Alkohol: C₁₄/15

Ag/Bl. 38

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K. Dichte	Dichte des Alkohols	Menge in g
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
10	11,2 11,1 11,3 11,2	11,2	4	0,531	-	0,8462	43,3
	78,5 78,3 78,5 78,4	78,4	3	0,0744	-	0,862	42,4
20	47,5 47,5 47,5 47,5	47,5	3	0,0744	-	0,8404	25,7
	363,7 363,9 363,8 363,9	363,8 227,5	2	0,00993	0,0015	0,8333	16,3 16,5
30	30,5 30,4 30,7	30,5	3	0,0744	0,0015	0,8333	16,5
	227,8 227,0 227,8 227,5	227,5	2	0,00993	0,0015	0,8333	16,5
40	20,3 20,0 20,2 20,2	20,2	3	0,0744	0,0030	0,8270	11,0
	149,2 149,0 149,3 149,3	149,2	2	0,00993	0,0030	0,8270	10,8
50	104,3 104,5 104,4 104,4	104,4	2	0,00993	0,0045	0,8199	7,6
	14,1 14,0 14,0 14,0	14,0	3	0,0744	0,0045	0,8199	7,5

Alkohol 0,15

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K.Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität cP
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
10°	11,5 11,6 11,6 11,5	11,6	4	0,531	-	0,8489	44,8
	82,9 82,9 83,0 82,8	82,9	3	0,0744	-	0,8489	44,8
20°	49,5 49,3 49,3 49,5	49,4	3	0,0744	-	0,8430	26,7
	357,3 357,0	357,1	2	0,00993	-	0,8430	25,8
30°	31,2 31,2 31,2 31,2	31,2	3	0,0744	0,0015	0,8355	16,9
	4,4 4,6 4,6 4,7	4,6	4	0,531	0,0015	0,8355	17,4
40°	20,6 20,6 20,5 20,8	20,6	3	0,0744	0,0030	0,8289	11,2
	155,6 157,7 158,4 159,5	157,8	2	0,00993	0,0030	0,8289	11,4
50°	14,3 14,3 14,3 14,3	14,3	3	0,0744	0,0045	0,8230	7,8
	107,9 107,7 107,9 107,7	107,8	2	0,00993	0,0045	0,8230	7,8

Alkohol 15/16

Ag/Bl. 60

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K.Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität cP
	Einzel- W. sec.	Mittel-W. sec.					
30	35,9 35,9 35,1 35,8	35,9	3	0,0744	0,0015	0,8156	19,5
	268,3 268,0 268,1 268,0	268,1	2	0,00993	0,0015	0,8156	19,4
40	23,5 23,5 23,5	23,5	3	0,00744	0,0030	0,8106	12,8
	175,0 174,0 174,4 174,5	174,5	2	0,00993	0,0030	0,8106	12,7
50	16,1 16,2 16,2 16,1	16,2	3	0,0744	0,0045	0,8026	8,8
	117,8 117,8 117,2 117,4	117,5	2	0,00993	0,0045	0,8026	8,5

Alkohol: C₁₆

Ag/Bl.

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Dichte	Ag/Bl	Sp
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
30	41,5 41,5 41,7 41,6	41,6	3	0,0744	0,0015	0,8362	22,5
	314,1 314,6 314,1 314,5	314,3	2	0,00993	0,0015	0,8362	22,7
40	207,1 207,1 207,1	207,1	2	0,00993	0,0030	0,8286	15,0
	26,9 26,8 26,9 26,9	26,9	3	0,0744	0,0030	0,8286	14,6
50	18,3 18,2 18,2 18,2	18,2	3	0,0744	0,0045	0,8230	9,9
	146,8 146,6 146,9 146,8	146,8	2	0,00993	0,0045	0,8230	10,6

Alkohol: C₁₆, Sendung vom Januar 1944

62

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für ρ-Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität
	Einzel-W -sec.	Mittel-W -sec.					
40	31,8 31,6 31,7 31,8	31,7	3	0,0744	0,0050	0,8122	17,2
	244,5 244,5 245,0 244,8	244,7	2	0,00993	0,0030	0,8122	17,7
50	21,4 21,3 21,3 21,3	21,3	3	0,0744	0,0045	0,8074	11,6
	170,7 170,0 170,2 170,4	170,3	2	0,00993	0,0045	0,8074	12,4

Alkoholi 16/17, Sendung von Januar 44 Ag/Bl.

Temp. °C	Fallzeiten		Kugel- Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K.Dichte	Dichte des Alkohols	Viskosität
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
35	41,2	41,1	3	0,0744	0,0022	0,8169	22,3
	41,0						
	41,2						
	41,1						
40	33,0	33,0	3	0,0744	0,0030	0,8134	17,9
	33,0						
	33,0						
40	248,8	249,1	2	0,00993	0,0030	0,8134	18,1
	249,9						
	248,9						
	248,8						
50	22,5	22,4	3	0,0744	0,0045	0,8064	12,2
	22,3						
	22,4						
	22,4						
50	164,0	163,7	2	0,00993	0,0045	0,8064	11,9
	163,5						
	163,8						
	163,6						

Alkohol: C₁₇

Ag/Bl.

64

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K.Dichte	Dichte des Alkoh.	
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
40	35,4 35,6 35,4 35,6	35,5	3	0,0744	0,0030	0,8322	19,2
40	267,0 267,0 267,0	267,0	2	0,00993	0,0030	0,8322	19,3
50	23,6 23,8 23,8	23,7	3	0,0744	0,0045	0,8268	12,9
50	199,3 199,0	199,1	2	0,00993	0,0045	0,8268	14,4

Ag/Bl.

Alkohol 0,17, Sendung von Januar 1944

Temp. °C	Fallzeiten		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.- Tab. für K. nicht	Korrektur AL	
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
40	35,7	35,8	3	0,0744	0,0030	0,8133	12,5
	35,8						
	35,7						
	35,8						
50	23,2	23,2	3	0,0744	0,0045	0,8080	12,6
	23,2						
	23,2						
	23,2						
50	171,8	172,1	2	0,06993	0,0045	0,8080	12,5
	172,0						
	172,2						
	172,3						

Alkohol 17/18

Ag/Bl.

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wert für K. Dichte	Dichte des Alkohols	Ag/Bl.
	Einzel-W sec.	Mittel-W sec.					
40	47,3 47,4 47,3 47,3	47,3	3	0,0744	0,0030	0,8146	25,7
50	24,9 24,9 24,9	24,9	3	0,0744	0,0045	0,8094	13,5

Alkohol: C₁₈

Ag/Bl:

Temp. °C	Fallzeiten:		Kugel Nr.	Kugel- Konstante	Korr.-Wab für K. Dichte	Dichte des Alkohols	
	Einzel-W sec.	Mittel-W. sec.					
50	26,2	26,1	3	0,0744	0,0045	0,8264	14,42
	26,1						
	26,0						
	26,0						
D	198,7	198,8	2	0,00993	0,0045	0,8264	14,4
	198,9						
	198,8						
	198,9						

fractionation

p-ChloroTol

100 %

total

90

80

70

60

50

40

30

20

10

30

20

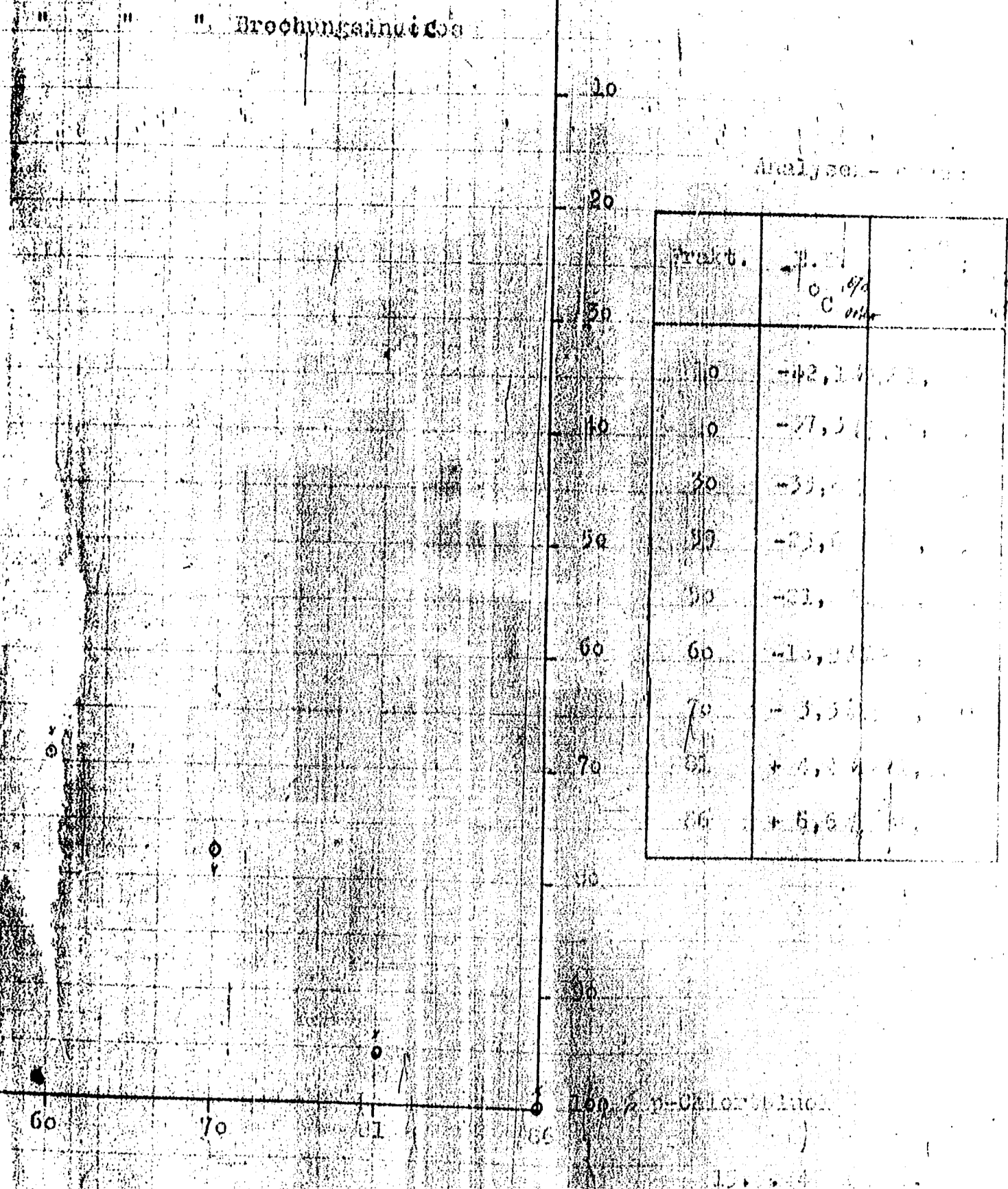
30

39

fraction

... - und p-Chloroalcol

... ermittelt nach den Erstarrungspunkten



TITLE PAGE

5. Aktennotiz. Synthese- u. Filterfragen. Record of a consultation on synthesis and catalyst filtering problems. Feb. 3, 1942.

Frame Nos. 69 - 72

Aktennotiz

über die Besprechung mit Leuna

Vorfasser: Dr. Landgraf

Durchdruck an: die Herren Prof. Dr. Martin, Dir. Dr. Hagen, Dir. Wibel, Dir. von Arboth, Dr. Roelen, Dr. Landgraf

In Leuna am 16.17.1942

Anwesend: die Herren Dr. Hagen, Dr. Wibel, Dr. Roelen, Dr. Landgraf, Dr. Händner, Dr. von Arboth, Dr. Roelen, Dr. Landgraf

Zuhanden: RUM, Odo

Datum: 3. Febr. 1942

Befehl: Synthese- und Filterfragen

Die Besprechung sollte vor allem Fragen der Reaktionswärmeabführung und der Kompaktfiltration behandeln.

1. Synthese

Von Seiten I.G. waren schon vorher Besprechungen dahin geltend gemacht worden, dass es uns nach unserer Ansicht nicht möglich sein werde, das aufstehende Reaktionsrohr abzuführen. Auf Verlangen von I.G. legte Dr. Landgraf nochmals die Gedankengänge der von uns gewählten Arbeitsweise dar. Die wesentlichen Einwände konnten von Seiten I.G. nicht gemacht werden. Eine Verwickeltheit in der Auffassung war bezüglich des Wasserstromes in dem Reaktionsrohr-Einbaue in den Syntheseröhren vorhanden. I.G. vertritt den Standpunkt, dass durch die aufstehende Reaktionswärme mehr Wasser verdunstet, als durch Kondensation des nur langsam abgeführten Dampfes ersetzt wird. Da wir jedoch die Absicht haben, das durch Entspannung freigesetzten Dampf als Wasser zu kondensieren und bei nicht ausreichender Kühlung des Systems durch Entspannung Kaltwasser wieder einzuspeisen, ist dieser Einwand ebenfalls unbegründet.

Es sei hier auf Grund unserer einseitigen Angaben das Kühlfließenverhältnis seiner Versuchsanlage durch einen detaillierten Kühlrohr...

Blatt 2 zur Aktennotiz vom 3. Februar 1942

an Reaktionsgefäßsummen günstiger gestaltet. Das Kühlfließenverhältnis entspricht jetzt unserer Versuchsanordnung. Trotzdem wurde behauptet, dass eine Wärmeabführung in genügender Ausmaße nicht durchzuführen sei, obwohl eine intensive Kühlung durch Kondensation des Dampfes aus dem Kühlsystem vorgesehen wurde. Es wurde vor allem behauptet, dass die von uns vorgesehene Entspannung des Dampfes wirkungsvoller sei, als die durch einen stärkeren Kühlwasserstrom bewirkte Kondensation des Dampfes aus dem Reaktionsrohr und dem Nebentank. Von Arboth wandte hier noch, dass die Abführung der Reaktionswärme durch einen Wasserkreislauf grundsätzlich gegenüber einer Entspannung sein müsse, da bei der Abführung der Wärme durch Wasser nur die spezifische Wärme des Wassers zur Verfügung stehe, während bei Entspannung die Verdampfungswärme des Wassers einbezogen ist.

In eine Klärung in dieser Frage vorerst nicht möglich war, sollte in der Versuchsanlage von Leuna ein Versuch mit dem später zu erwartenden Ölfließgehalt von 35 - 40 % vorgenommen werden. Dem Einwand von Dr. Hagen, dass man noch bemerkt sei, den Ölfließgehalt zu steigern und so die Abführung der Anlage zu erschweren, wurde erwidert, dass unser Kühlsystem mit 30 % mehr Kühlfließen versehen sei, als in den Versuchsanlagen. Durch eine Störung im Kühlwerk der Versuchsanlage konnte jedoch nur eine 6,5-Fraktion mit 70 % Ölfraktion eingesetzt werden. Trotz dieser ungünstigen Verhältnisse gelang es, durch einflüssiges seitliches Entspannen des Dampfes die Reaktion durchaus in der Hand zu behalten. Es stellte sich im Gegenteil heraus, dass sich der von Leuna vorgenommene Kühlfließen in dem Innern des Reaktionsrohres sehr günstig auswirkte. Die Reaktions Temperatur war während der ganzen Versuchsdauer in unteren Teilen des Ofens tiefer als in der Mitte und oben. Es gelang sogar, die Reaktion durch verhältnismäßig kurzzeitiges Entspannen des Kühlsystems zum Stillstand zu bringen oder nur in oberen Teilen des Rohres zu erhalten, während unten die Reaktion durch das einfließende kältere Gas bereits unterbrochen war.

Die Herren von Leuna hatten vorher eingeklagt, dass sich in unteren Teilen des Rohres in allgemeinen eine auf 180 - 200 ° überhitzte Zone bilde, die sämtliches Gas verbräuche und dann langsam mit der Erreichung des Ölfließgehalts nach oben wandere. Um dies zu verhindern, wurde die Gasströmung getrennt werden. Dadurch sei aber die Reaktion in der angegebenen Zeitraum bei weitem nicht zu Ende zu führen. Durch einflüssiges Entspannen des Dampfes über das Kühl- und Heizsystem ge-

Blatt 3 zur Aktennotiz vom 3. Februar 1942

Es sei jedoch in Versuch, die Ausbildung einer derartigen Zone voll-

Die Hydrisierung zu Alkohol wurde im Versuch noch nicht gemeinsam durch-

lung es jedoch im Versuch, die Ausbildung einer derartigen Zone voll-
kommen zu unterdrücken.

Die Hydrierung von Alkohol wurde im Versuch noch nicht gemeinsam durch-
geführt. Die Herren von Leuna behaupteten aber auch hier, dass besonde-
re Schwierigkeiten auftreten. Einige Beobachtungen sind von uns bisher
nicht gemacht worden. Bemerkenswert ist die in Leuna in den Hydriergas-
reaktor eingeschaltete Methanisierung. Das durch Lösung in Gas Hy-
drierungs übergeschleppte CO wird Methan umgewandelt.

Die Beschäftigung der Versuchs-Apparate in Leuna zeigte noch einige
weiteren von ev. zu beachtende Mängelheiten.

1. Die Messung des bei einem Druck von 200 atü austretenden Wasser-
dampfes wird nur die Veranschlagung durch eine Ringwaage sehr empfindlich
gemessen.

2. Die Destillier-Apparate ist mit Differenzdruckmessern zwischen
Kolbenkopf und Base ausgerüstet.

3. Die Konstanzhaltung des Vakuums in der Destillier-Apparate geschieht
durch besondere Vakuumregler. Die Konstanzhaltung des Wasser-Dampfdruck-
sowie des Wasserdruckes für die Vakuum erzeugenden Dampfstrahlaugen
geschieht nach Mitteilung Dr. Kibel nicht zum Aufrechterhalten eines
gleichbleibenden Vakuums.

4. Während der im Augenblick herrschenden strengen Kälte bewährt sich
die in Leuna vorgenommene Behausung der Fraktionleitungen mit einze-
ligen einfachen Dampfleitungen nicht. Häufige Produkte außer Roh-
produkten¹¹⁻¹² sind unter diesen Umständen bei einer Außentemperatur
von rund - 12° eingefroren.

Im übrigen ist die Versuchsanlage in Leuna sehr gut ausgestattet. Sie
besteht aus:

6 Stück Syntheseröhren zu ca. je 8 Mtr. Höhe und je 200 mm lichten
Durchmesser. Die Reduktion des Kontaktes erfolgt in Stabform bei 400°
nach dem Prinzip des Vinkler-Generators. Eine eingebaute keramische
Filterkerse verhindert das Wegdrühen von Kontaktstaub. Messinstrumente
sind reichlich vorhanden und stimmen wie alle Hochdruckgeräte (Valvul-
ven usw.) aus eigener Werkstatt. Betreut wird die Versuchsanlage
durch einen Dr.-Ing. als Maschineningenieur, mindestens 4 Chemiker
und einen Meister mit der entsprechenden Menge Arbeiter.

11. Kontakt-Filterung.

I.G. teilte seine Beobachtungen bei der Filterung mit. Es sind demnach

vor allen Dingen Maßnahmen zu treffen, die dem Filterackmann schon
günstig sein müssen. Beispielsweise, daß der Beginn der Filterung
nicht mit dem vollen Druck vorgenommen werden darf, um die Poren nicht
zu verstopfen.

Des weiteren hatte I.G. auch Erkenntnisse gesammelt, die für das Ver-
stehen der Filterung von Wichtigkeit erscheinen. Die teilweise Verfedern-
ung des Filterkornes durch wiederholten Einsatz erschwert die Filte-
rung im Laufe der Zeit. I.G. hält daher eine Rückspülung und ein wie-
derholtes Abschleifen der Filterflächen für unbedingt notwendig. Schon
bereits wurde der Standpunkt vertreten, dass es besser sei, eine
Schicht Kontaktmasse auf der Filterfläche zu belassen und nur
die darüber abgesetzten Kontaktteile bei der erneuten Mischung ab-
zustreifen. Bemerkenswert erscheint die Beobachtung von I.G., daß es
zur Erhaltung der Filtergeschwindigkeit besser ist, das Filter nicht
trocken zu saugen und den übrigbleibenden Kontaktschlamm bei der
nächsten Filterung wieder mit einzusetzen. An Hand von Diagrammen leg-
te I.G. dar, dass verarbeitete, keramisches Filtermaterial die Kon-
taktfilterung ausserordentlich erschwert.

TITLE PAGE

6. An interchange of ideas with Leuna on the matter of the cooling of the reaction tubes in the OXO synthesis. Feb. 12, 1942.

From Nov. 78 - 78

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Kolten

Oberhausen - Holten, den 12. 2. 1942.
Ldf./Bl.

N O T I Z

für die Akten

Betr.: Schreiben I.G. Leuna-Werke
vom 5. Februar 1942.

I.G. Leuna hatte seinerzeit Einwendungen gegen unsere Synthesenanordnungen folgender Art erhoben:

"Nach Versuchen in Leuna, wird die durch ein eingebautes Kühlsystem vorgesehene Kühlung in den Reaktionsröhren der Oxo-Synthese nicht ausreichen. Es tritt nach dort gemachten Beobachtungen folgender Effekt ein:

Das unten in das Reaktionsrohr eintretende Gas bringt die Reaktion derart in Gang, dass Überhitzung von über 130 - 140°C eintritt, das Gas bis auf die Inerten vollständig versackt wird und sich so eine Überhitzungszone ausbildet, die im Verlauf des Olexinverbrauches in der Flüssigkeit langsam nach oben wandert. Selbst nach Angleichung der Kühlflächen in Leuna an die ursprüngliche Anordnung der Ruhrochemie bleibt der Erfolg einer wirkungsvollen Kühlung aus. Es wurden Bedenken gegen die in Aussicht genommene Art der Anordnung mit eingebautem Röhren-Kühlsystem geäußert. Die Folge der beobachteten Erscheinungen sei eine verzögerte Abführung des Gasdurchsatzes und somit eine starke Verzögerung der gesamten Reaktionszeit. Hierdurch dürfte es kaum möglich sein, den vorgesehenen Durchsatz in der im Bau befindlichen Oxo-Anlage zu erreichen."

In der Beiratsitzung vom 6. Januar wurde daher verabredet, daß Leuna einen Versuch durchzuführen, der vor allem der Frage der Abführung der Reaktionswärme dienen sollte. Dieser Versuch am 17.1.1942 gab unserer Auffassung voll Recht, da es möglich ist, durch einfaches Entspannen des Dampfraumes über dem Kühlwasser eine ausreichende Abführung der Reaktionswärme durchzuführen. (Meine Notiz vom 3.2.42).

In einem Schreiben vom 5.2.1942 nimmt I.G. Leuna-Werke zu dem

- 2 -

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Kolten

- 2 -

durchgeführten Versuch Stellung. In Übereinstimmung mit unserer immer geäußerten Auffassung heißt es unter Punkt 3, daß die Entspannung im Heizsystem das Durchgehen der Reaktion verhindert wird und daß die Reaktion sogar zum Stillstand gebracht werden kann.

Zu 3. "Es war nicht möglich, eine gleichmäßige Verteilung der Temperaturen im Ofen zu erwirken. Die Temperaturdifferenz zwischen dem Element "Oben" und Element "Unten" erreichte während der Abführung der Reaktion durch Dampfentspannung ca. 15°C."

Leuna stellt hier in Übereinstimmung mit uns das Gegenteil von dem früher von Leuna vertretenen Auffassung fest. Nach den im Schreiben beigelegten Diagrammen ist die Temperatur in Reaktionsrohr unten niemals höher als oben. In der Tat ist bei zu starker Kühlung eine Temperatur-Differenz von ca. 15° zwischen oben und unten vorhanden. Durch den angestrebten und unbedingt einzuhaltenen normalen Verlauf beträgt diese Temperaturdifferenz 2 - 4°. Dies ist erwünscht, da das unten eintretende Frischgas bei niedrigeren Temperaturen reagieren soll, als das im oberen Teil durch abkühlende Restgas.

Zu 4. "Durch das Kühlen erlischt im unteren Teil des Ofens die Reaktion, durch die dadurch bedingte Verzögerung war es nicht möglich, die Reaktion in der geplanten Zeit von etwa 20 Minuten zu Ende zu bringen."

Die Gesamtzeit von 20 Minuten ist für die Oxo-Synthese nicht vorgesehen. Bei vorsichtiger Kühlung wird es möglich sein, die von uns vorgesehene Zeit von rund 30 Minuten einzuhalten.

Zu 5. "Trotz der langen Verweilzeit von 65 Minuten im Oxo-Ofen unter Gasströmung erreichte der Umsatz lediglich 80 % (Nach Destillation ermittelt). Etwa 30 % des umgesetzten Olefins waren in hochsiedende Produkte (Dioköl) umgewandelt."

Es muß hier eigentlich heißen: wegen der langen Verweilzeit von 65 Minuten im Oxo-Ofen wurden 30 % an hochsiedenden Produkten gebildet. Der Rest der nicht umgesetzten Olefine kann durch Steigerung der Temperatur am Ende der Reaktion oxidiert werden.

Zu 6. "Bemerkenswert erscheint der Temperaturanstieg im Ofen nach Unterbrechung der Gasströmung, obwohl auch das Frischgas im Ofen

- 2 -

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Kolten

til geschlossen war (Anscheinend Nach-Reaktion gelüfter Gas-
anteile)."

Diese Nachreaktion ist von uns schon beobachtet worden. Sie
tritt vor allem bei "Durchgehen" der Reaktion infolge ungenü-
gender Kühlung auf. Trotz Gasabschaltung zeigt sich dann noch
eine erhebliche Temperaturerhöhung und zugleich eine Drucksteigerung
(Gasverbrauch) im geschlossenen System.

Leuna Blatt" Es wird jedoch nicht möglich sein, die Temperaturen im Ofen
2, einander weitgehend anzugleichen, und es dürfte daher schwierig
sein, die richtige Meßstelle zur Steuerung des Siemens-Reglers
zu finden."

Die Steuermaßstelle ist im Reaktionsrohr unten vorgesehen, wo
dort das Einsetzen und das Durchgehen der Reaktion erfasst werden
muß. Außerdem befinden sich unten und oben Temperatur-Meß-
stellen für einen Zweifarbenschreiber. Diese Messungen können
jederzeit zur Heiz- und Kühlregelung als Richtlinien dienen.
Eine besondere Vorheizung der Gase erscheint nicht notwendig,
da sie während des Umlaufs nur eine geringe Abkühlung erfahren
werden, die aus den obenangegebenen Gründen sogar erwünscht ist.

Zusammenfassend ist zu bemerken, daß der Versuch bewiesen hat,
daß die von Ruhrchemie vorgesehene Kühlung in den Reaktions-
rohren nicht nur vollständig ausreichen wird, dass sogar ge-
nügend Reserven vorhanden sind, um gegebenenfalls höherprozent-
tige Olefine einzusetzen. Die Reaktionszeit wird sich mit dem
Olefingehalt von über 50% etwas verlängern. Dies ist in Ver-
suchen bei Ruhrchemie bereits festgestellt.

Die Dickölbildung während des Versuchs ist auf Grund der
Unterbrechen der Reaktion zurückzuführen.

Als Regel gilt hier folgendes:

Das Ausbeutemaximum liegt bei durchgehend eingehaltenem Tem-
peraturbereich von ca. 125 - 128°. Dadurch ist schon eine gewisse
Reaktionsdauer bedingt. Olefinverlust tritt bei ca. 130° auf
darüber ein. Dickölbildung entsteht durch geringe Temperaturschwankungen
aktion z.B. durch Senkung der Temperatur oder durch
Wiederanfahen der Reaktion.

- 4 -

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Kolten

- 5 -

Die Hydrierung muß nach der Beendigung der Reaktion
folgen. (Mit Einschluß der Reaktion ist in Leuna Blatt
masse im ganzen 110 Minuten im Oxo-Ofen verblieben).

Auch die bei I.G. während der Hydrierung beobachteten Schwierig-
keiten sind hier nicht benannt. Erfahrungsgemäß ist die gleiche
träger, wenn in der Oxo-Stufe viel Dicköl gebildet wurde.
(Infolge Aufspaltung höher molekularer Verbindungen).

Ddr. Herrn Prof. Dr. Martin
" Dir. Dr. Hagemann
" Dir. von Asboth
" Dr. Roelen.

TITLE PAGE

7. Btr. Synthese Karbonylauswaschung: Die Herstellung
von Fettalkoholen. Monatsbericht Juni 1943.
The rectification of carbonyl. The production of
higher aliphatic alcohols. Nov. 7, 1942. Monthly
report Oberhausen-Holten, June 1943.

Frame Nos. 77 - 82

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Kolten

Oberhausen-Holten, den 11. 11. 1938
Ldf./78.

Notiz für die Akten.

Beitrag Synthese-Karbohydrazidherstellung.

Mit Herrn Obering. H e r b o c k von Fa. H o e c h l. folgende
Besprechung statt. Herr Herbeck schlug vor, zur Auswaschung
Karbonyl mit Einsatzül ein Rohr von 300 mm l. mit 4 Schlitzen
zu verwenden. Das Rohr soll aus 4 Schlitzen mit je 125 mm Länge
bestehen. Der obere Schlitze ist als Abstreifer mit Raschig-Ring
ausgebildet. Die ganze Kolonne stellt eine Glockenblende dar mit
Bodenabstand von 125 mm dar. Die Glocke hat ungefähr die Form einer
Acht und hat ca 600 mm Umfang. Anstelle der Schlitze sind die Vor-
kon, um Verstopfungen im Betriebe zu vermeiden, unter mit Zueh-
versehen. Der Flüssigkeitsstand von jeder Boden beträgt 50 mm. Die
Glocke hat 40 mm Tauchtiefe.

Wir rechnen damit, daß wir eine Gasgeschwindigkeit von ungefähr
125 m³/Stunde bei 20 atü haben. Für jede Kolonne (4 sind für die
4 Schlitze vorgesehen) sind 2 Flüssigkeitsbehälter von je 1,0 m³
Inhalt gedacht. Jede Füllung soll ungefähr 2 Stunden vorhalten.
Die Pumpen sollen ebenfalls von der Firma H o e c h l. geliefert
werden. Die Gasregulierung auf 20 atü soll mit Überströmventilen
geschehen.

Ddr. Herren Tenne,
Schwarz.

gez. Land...

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Rotteln

Hydrierung von Kohlen

Oberhausen-Rotteln, den 16.7.43
Ldt./V8.

Notiz.

Beprechung in Leuna am 16.7.43 betr. Versuchkolonnen
für Carbonylauswaschung.

Leuna verwendet Glocken mit je 12 Schlitzchen von 2 mm x 10 mm,
der gesamte Schlitzquerschnitt beträgt $240 \text{ mm}^2 = 2,4 \text{ cm}^2$.
Dies entspricht einer Gasgeschwindigkeit von 1 m / Sekunde
Schlitz.

Für eine Gasgeschwindigkeit von 200 nm^3 verwendet Leuna eine
Rohrquerschnitt von 90 mm, bei einer Rohrlänge von 233 cm.
Dieses Rohr besitzt 20 Böden.

Bei unserem kontinuierlichen Verfahren wurden bei 700 l und
 350 nm^3 Gas verbraucht. Hier würde eine Rohrlänge von 350 cm
und einem Durchmesser von 120 mm nicht ausreichen. Die Glocken
müßten entsprechend größer gewählt werden.

gez. Landgraf

Oberhausen-Holtten, den 7.11.1942
Ldf./Bl.

Notiz
über

die Herstellung von Fettalkoholen

1.) Wesen und Reaktionschema der Oxo-Synthese

Unter Anwendung der Oxo-Synthese werden Olefine durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff (Wassergas) zu Aldehyden und durch weitere Hydrierung mit Wasserstoff zu Alkoholen mit definierter Kettenlänge umgesetzt.

Die Anzahl der Kohlenstoffatome wird hierbei jeweils vom eingesetzten Olefin zum gebildeten Alkohol um eine Einheit vermehrt, so daß sich beispielsweise beim Einsatz der Olefine im Siedebereich des Dieselöls mit den Kohlenstoffzahlen C₁₁-C₁₇, Fettalkohole mit Kohlenstoffzahlen C₁₂-C₁₈, ergeben. Der Einsatz von Olefinen mit Kohlenstoffzahlen oberhalb C₁₇ und vor allem unterhalb C₁₁ ist ohne weiteres möglich.

Die in Oberhausen-Holtten zur Erzeugung von vornehmlich Fettalkoholen der Fertigstellung entgegengehende Oxo-Anlage gliedert sich in 3 Betriebsteile.

- 1.) Vordestillation
- 2.) Oxo-Synthese
 - A. Aldehyd-Synthese
 - B. Hydrierung zu Alkohol
- 3.) Fertigdestillation

Von Ruhrchemie Aktiengesellschaft werden 2 Fraktionen Rohöl, im Durchschnitt ca. 35-35% Olefinenthaltend und bei 175-250° sowie 250-310° siedend, übernommen.

In der Vordestillation wird die Fraktion 175-250° bei Atm.-Druck in 2 Anteile mit den Zahlen

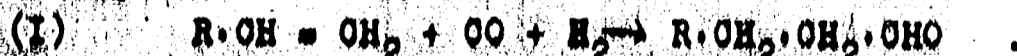
C₁₁+C₁₂, C₁₃+C₁₄

zerlegt. Die Fraktion 250-310° wird im Vakuum in

C₁₅+C₁₆ und C₁₇

aufgeteilt. Die Zerlegung ist notwendig, um nach erfolgter Synthese die Alkohole vom übrigbleibenden Paraffin trennen zu können.

Die Oxo-Synthese zu Aldehyd erfolgt in Hochdruckrohren unter Mischung von CO₂H₂O-Kontakt bei ca. 130° und 150 atü Druck. Das dazu notwendige komprimierte Wassergas wird in die Flüssigkeit eingepresst und ungepumpt. Die Umsetzung der Olefine zu Aldehyden erfolgt nach



Das Produkt wird in Hochdruckrohre gleicher Bauweise überführt und hier erfolgt die Hydrierung zu Alkohol bei 180° und 150 atü mit Wasserstoff nach



Die Kohlenstoffzahl ist nunmehr vom Olefin zum Alkohol um eine Einheit erhöht.

Nach der Trennung vom Kontakt in einer nachgeschalteten Filtrieranlage wird das Reaktionsprodukt der Fertigdestillation zugeführt. Hier erfolgt zum Teil unter Anwendung hohen Vakuums (bis 5 mm Torr) die Trennung der in der Synthese erhaltenen Alkohol-Paraffin-Gemische. Die Paraffine $C_{11}-C_{17}$ gehen unverändert als hydriertes Dieselöl zurück. Die destillierten Fettalkohole $C_{12}-C_{18}$ sind rein und zur Weiterverarbeitung bereit.

2.) Möglichkeiten der Produktions-Erhöhung von Fettalkoholen.

a) Durch Umstellung der im Bau befindlichen Anlage auf kontinuierlichen Betrieb.

Der gegenwärtige Ausbau mit periodischer Fahrweise ermöglicht bei einem Einsatzprodukt mit 33% Olefin eine Erzeugung von 10 000 jato Fettalkoholen. Wird auf Grund der in Leuna durchgeführten Versuche die Umstellung der gesamten Synthese auf kontinuierlichen Betrieb vorgenommen, so lassen sich im gleichen Reaktionsraum ca. 24 000 jato herstellen. Augenblicklich ist die Umstellung von 2 Oxi- und 2 Hydrierrohren in Vorbereitung, während 7 Röhrchen in periodischen Betrieb laufen sollen. Hiermit kann die Produktion bei 33% Olefin im Rohöl auf rund 14 000 jato Fettalkohol gebracht werden. Bei dem später vorgesehenen Ausbau der Gesamtanlage werden sich diese Zahlen ungefähr verdoppeln.

b) Durch zusätzliche Beschaffung von olefinischem Einsatzmaterial

Die Erhöhung der Olefinmengen durch Änderung der Fahrweise in der Kohlenwasserstoff-Synthese gestaltet sich schwierig, da bei den vorhandenen Apparaten nur eine Änderung der Synthesegaszusammensetzung einigen Erfolg verspricht. Es kann allerdings nur mit einer geringen Erhöhung der Olefinausbeute gerechnet werden. Andererseits wird jedoch die Lebensdauer der Kontakte gefährdet. Das Normalprodukt der drucklosen Synthese enthält ca. 6-8% Olefine in der Dieselölfraktion und läßt sich durch Änderung der Gaszusammensetzung bis ca. 16% Olefin steigern, so daß die zu erwartende zusätzliche Olefinmenge nur gering ist. Mehrversprechend ist die Anwendung der bei der Spaltung anfallenden Dieselölfraktionen, die sich im allgemeinen als sehr olefinreich erweisen haben. Es müßte möglich sein, derartige Fraktionen in niedrigen Temperaturen von rund 170-310° auch aus Anlagen der erhaltenden Spaltanlagen zu erhalten. Auf diese Weise dürfte die Erhöhung des Olefingehaltes vom Oxo-Einsatzprodukt eine erhebliche Steigerung der Produktion erwartet werden. Bei der jetzt im Bau befindlichen Anlage, die mit teilweise kontinuierlichem Betrieb rund 14 000 jato Fettalkohol bei 33% Olefingehalt im Rohprodukt erzeugen kann, werden sich bei Erhöhung der Olefinmenge folgende Ausbeutezahlen ergeben:

bei 40% Olefingehalt rund 19 000 jato,
bei 50% Olefingehalt rund 22 000 jato.

Da bisher durchgeführte Versuche mit Spaltprodukten Olefingehalte mit 50% und darüber zeigten, dürfte der zuletzt genannte Weg der Beschaffung von Olefinen nur Spaltanlagen der erfolgversprechendste sein.

Die Arbeiten des Laboratoriums beschränkten sich in der Hauptsache auf den weiteren Ausbau der allgemeinen Analysemethoden für Oxo-Produkte. Vom Forschungslaboratorium Herborn Alkoholproben wurden hauptsächlich auf ihren Nischenalkoholgehalt untersucht. Hierbei zeigte sich, daß die gefundenen Werte um 6% höher lagen, als die Differenz des aus der OH-Zahl berechneten Alkoholgehaltes gegen 100 ausmacht. Es wird angenommen, daß diese Unstimmigkeiten durch die vorgeschlagene Sulfidationsmethode selbst begründet wird. Aus diesem Grunde sind Versuche vorgesehen, die diese Verhältnisse klären sollen.

Neu aufgenommen wurde in die Reihe der allgemeinen Arbeitssachen die Bestimmung der Carbonylzahl mittels Hydroxylaminhydrochlorid. Als Untersuchungsobjekte wurden benutzt: Primäralkohole, Alkohol-Vor- und Zwischenläufe sowie Keimalkohole. Erfahrungsgemäß liegt die CO-Zahl bei diesen Produkten in der Größenordnung von 5 - 10 Einheiten. Laut Ausführungsform sollen für jede CO-Zahl-Bestimmung 75 cm³ NH₂OH-Lösung angewendet werden. Von uns durchgeführte Untersuchungen haben aber gezeigt, daß auch mit 50 cm³ NH₂OH-Lösung ebenso gut auskommt, wie dies in der folgenden Zusammenstellung zum Ausdruck gelangt:

CO-Zahl-Bestimmungen:

Bei Anwendung von	50 cm ³	75 cm ³ NH ₂ OH
Probe 26	9,1	9,1
27	6,9	6,9
28	3,4	3,4
29	5,9	5,9
30	4,7	4,7
31	5,6	5,6
38	5,0	5,0
46	5,2	5,2
47	5,7	5,7

Die geringen Abweichungen dürften innerhalb der Fehlergrenze liegen, während andererseits bei Reihenuntersuchungen die Anwendung von 50 cm³ NH₂OH-Lösung eine merkbare Einsparung an Reagenzien mit sich brachte. Ich schlage daher vor, daß die Methode nunmehr noch 50 cm³ NH₂OH-Lösung für jede CO-Zahl-Bestimmung verwenden.

Neben den üblichen Labor-Glasgeräten gingen in Laufe

hier ein: das Viskosimeter nach Höppler und der Siemens-Ozonicator.

Während der letztere noch nicht in Betrieb genommen wurde die Unterweisung in den Gebrauch des Viskositätsmessers. Für reinalkohole, die aus Druckglas hergestellt und 100% deklariert waren, wurden folgende Werte für die Viskosität, ausgedrückt in cP, gefunden:

Alkohol:	cP bei 20°C
C ₁₀	4,76
11	5,70
12	6,17
13	7,91
16	11,44
17	13,88

Als Näherungswerte für unsere Alkohole können die angegebenen Zahlenwerte später ohne weiteres herangezogen werden, da eine Nachprüfung eine gute Übereinstimmung ergab.

Angefangene Versuche, den Alkoholgehalt durch SFL-Bestimmung zu ermitteln, wurden einstweilen eingestellt, weil einige der mitgelieferten wenigen Butyrometer zu Bruch gegangen sind, was darauf hindeutet, weil an der Zentrifuge noch Änderungen in der Haltevermögen zu beobachten sind. Im Gerber-Gerät durchgeführte Bestimmungen ergaben aber für den C₁₀ und C₁₆-Alkohol den Wert von 100% sowohl für das reine Produkt als auch im Gemisch 1:1 mit Dehan.

Ferner seien die Werte mitgeteilt, die für das Mol.Gewicht des Alkohols (Ringprobe) bei der Nachprüfung gefunden wurden:

Lösungsmittel Dioxan:

Mol.Gewicht a) 384,77
b) 315,26
c) 329,74

Mittelwert: 343,25

ber.C-Zahl: 16,00

Lösungsmittel Benzol:

Mol.Gewicht: a) 255,27
b) 244,60

Mittelwert: 249,98

ber.C-Zahl: 16,55

Neben diesen Arbeiten wurden noch die Aufräumung und Reinigung der Dunkelkammer und des Geräteraumes durchgeführt sowie mit der Reinigung des Labor-Magazins begonnen.

TIME PAGE

8. Molekulargewichtsbestimmung nach Beckmann. Gefrier-
punktserniedrigung.
Molecular weight determination by the Beckmann
method. Lowering of freezing point.

Frame Nos. 83 - 85

Oberhausen-Holtan, den 30.11.1941

Ldf./Bl.

Molekulargewichtsbestimmung nach Beckmann

(Gefrierpunktserniedrigung)

Das Beckmannsche Verfahren ist anwendbar für Lösungsmittel deren Erstarrungspunkt unter der Raumtemperatur liegt und mit Kältemischungen erreichbar ist.

Ausführung: In das trockene Gefrierrohr, das in einem Luftmantel wiegt man das Lösungsmittel ab, 15 - 25 g, und setzt das eingestellte Beckmannthermometer und den Rührer mit einem gut schließenden Korkstopfen ein. Das Gefrierrohr mit dem umgebenen Gefäß, das den Luftmantel bildet, wird in ein Gefäß eingesetzt in dem sich die Flüssigkeit (Eiswasser, Kältemischung) befindet, deren Temperatur 2 - 3° unter dem Erstarrungspunkt des Lösungsmittels liegt. Ist die Flüssigkeit im Gefrierrohr 1 - 2° unterkühlt, so hebt man die Unterkühlung durch Rühren oder Impfen auf. Unter regelmäßigem Rühren verfolgt man den Temperaturanstieg, (Erstarrungswärme) bis zum konstanten Maximum. Nach dem Abtreten wird die Methode wiederholt, bis übereinstimmende Werte erreicht sind. Eine genau gewogene Menge des zu untersuchenden Stoffes wird durch den Seitenstutzen eingebracht und durch Rühren vollständig gelöst. Dann wiederholt man die Ep-Bestimmung (mit geringer Unterkühlung) und fährt in gleicher Weise fort. Feste Stoffe werden durch ein langes Wägebüchsen oder in Pastillenform eingebracht. Für Flüssigkeiten benutzt man eine Wägepipette mit mehrfach abgelenktem Auslaufschenkel, kapillarem Auslauf. Zum Impfen wird ein "Impfstift" (Glasrohr mit einer offener Spitze) benutzt. Er steckt in einem Reagenzglas mit dem Lösungsmittel, das in der Kältemischung zum Erstarren gebracht ist. Das Impfen erfolgt durch den Seitenstutzen, indem man auf die gehobenen Rührer haftende Flüssigkeit eine Spur erstarrter Flüssigkeit überträgt. Ist das Lösungsmittel hygroskopisch, so läßt man den Rührstiel in einem Rohr gehen, durch das seitlich trockene Luft (oder H₂) eingeleitet wird, oder man dichtet ihn in seiner Führung durch eine dünne weiche Gummihülle ab.

Der Erstarrungs- oder Gefrierpunkt (Ep) einer reinen Flüssigkeit ist die Temperatur, bei der feste und flüssige Stoffe im Gleichgewicht sind, also müssen dann auch ihre Dampfdrucke gleich sein. Da der Dampfdruck der Lösung eines nicht flüssigen Stoffes geringer ist als der des Lösungsmittels, so muß auch ihr Ep unter dem der trockenen Flüssigkeit

keit liegen, wobei vorausgesetzt ist, das reines Lösungsmittel kristallisiert.

Die Gefrierpunktserniedrigung (e) steht wie die Siedepunktserhöhung in engem berechenbaren Zusammenhange mit dem osmotischen Druck. Sie ist bei den meisten Konzentrationen proportional der in 1000 g Lösungsmittel gelösten Molenzahl (σ). Für die Gefrierpunktserniedrigung besteht folgende Beziehung:

$$e = E_e \cdot \sigma$$

E_e , die "kryoskopische Konstante" oder "molare Gefrierpunktserniedrigung" ist für die Natur des Lösungsmittels bestimmt und läßt sich berechnen nach:

$$E_e = \frac{R \cdot T_e^2}{1000 Q_e}$$

T_e = Erstarrungspunkt abs.

Q_e = Schmelzwärme

R = Gaskonstante im kalorischen Maß = 1,987 g cal.

E_e = wird meist mit Hilfe "normaler" Stoffe empirisch bestimmt.

Molare Gefrierpunktserniedrigung

Anorganische Stoffe			Organische Stoffe		
	$T_e - 273$	E_e		$T_e - 273$	E_e
Br	- 7.32	8.31	CCl ₄	- 24.7	11.0
Hg	-38.87	390.0	HCOOH	8	11.0
P	44.4	32.2	CH ₂ COOH	16.65	11.0
Pb	326.9	1225	CO(NH ₂) ₂	132.1	11.0
H ₂ O	0.00	1.86	C ₆ H ₆	5.5	11.0
H ₂ SO ₄	10.45	6.9	C ₆ H ₅ OH	41	11.0
Na ₂ SO ₄ · 10H ₂ O	32.37	3.37	C ₆ H ₅ NO ₂	5.67	6.8
POCl ₃	1.25	7.6	C ₆ H ₅ NH ₂	5.96	5.7
SnBr ₄	29.45	28.0	C ₅ H ₅ N	-40	4.7
			Dioxan	11.0	11.0

Wenn s g Substanz vom M.G. = M in L g Lösungsmittel gelöst sind, kommen auf 1000 g Lösungsmittel $1000 \frac{s}{M \cdot L}$ Mole

Also ist nach

$$e = E_e \cdot \sigma$$

$$M = \frac{E_g \cdot 1000}{e \cdot L}$$

Gegenüber dem Siedeverfahren hat die Gefrierpunktbestimmung den Vorteil vom höheren Druck unabhängig zu sein. Die großen Konstanten bedingen größere Temperaturunterschiede. Ein Nachteil ist die geringe Löslichkeit vieler Stoffe und die unbequeme Lage des Erstarrungspunktes.

Relativer Bestimmung des M.G. von Naphthalin und Benzol (E_g 5,5), (K₁₀ bad) Eiswasser.

26 - 25 g frisch destilliertes thiophenfreies Benzol werden eingewogen. Thermometerstand nach Aufschlag 1. 2.670, 2.668, 2.670, Mittel 2.669.
2. 2.666, 2.668, 2.664, Mittel 2.666. Gesamtmitel 2.668. Nach Auflösen von 0,16 g Naphthalin war der Thermometerstand 2,419, 2,418, 2,418 im Mittel 2,418. Daher $e = 2,668 - 2,418 = 0,250$. Nach $\frac{R \cdot T_0}{e \cdot 1000}$

ergibt sich (mit $E_g = 5,12$) $M = 124,7$ (statt 128,1).

Bei dem geschilderten Verfahren treten zwei Fehlerquellen auf, die beide das M.-G. zu niedrig ergeben: 1. Das Ausfrieren von Lösungsmittel macht die Lösung konzentrierter als sie sich aus der Einwaage berechnet. 2. Ein zu kaltes Außenbad läßt den Ep. zu tief finden und bewirkt dadurch eine verstärkte Lösungsmittelausscheidung. Es muß deswegen auf geeignete Kühlbadtemperaturen und geschwinde Beendigung des Versuches geachtet werden. Eine andere Fehlerquelle (allerdings nur selten) liegt darin, daß sich das Lösungsmittel nicht rein, sondern in Mischkristallen abscheidet, dann ergibt sich das M.-G. zu hoch. Abhilfe ist nur durch Wechsel des Lösungsmittels zu schaffen.

Die Arbeitsweise für Lösungsmittel mit hochliegenden Ep. unterscheidet sich von der beschriebenen nur durch andereartige Benutzung des Zählbades. Man wird an Stelle des Gefäßes mit dem Temperaturbad einen dünnwandigen Becher mit geeigneter Füllung (H₂SO₄, Glycerin, Paraffin) benutzen, diese erhitzen, bis das Lösungsmittel im Gefrierrohr geschmolzen ist und dann der freiwilligen Abkühlung überlassen, aber aber man taucht Gefrierrohr und Luftmantel gemeinsam in ein Bad geeigneter Temperatur und setzt sie nach Schmelzen des Lösungsmittels in eine Wappackung oder einen Weinholdbecher.

TITLE PAGE

9. Herstellung v. Olefinen durch Dehydratation v. Fettalkoholen.
Production of olefines by dehydration of higher aliphatic alcohols. Aug. 2, 1944.
Frame Nos. 96 - 91

Chemische Gesellschaft
Ag./Bl.
- 3 AUG 1943
Beauw.

Herrn Dr. J. A. D. G. R. A. F.

Betr.: Herstellung von Olefinen durch Dehydratation von Alkoholen

Es ist bekannt, Hydroxylgruppen enthaltende Verbindungen durch Abspaltung in die entsprechenden Olefine umzuwandeln. Man benutzt man hierfür Al₂O₃, H₂PO₄, P₂O₅, ZnCl₂ dergl., die man den Nachteil aber haben, auf die primär entstandenen Olefine einwirkend einzuwirken und somit zu einer Verschlechterung der Olefine führen.

Im D.P. 735 417 hat sich die Böhme Fettchemie ein Verfahren ausgesprochen, daß die Umwandlung primärer Alkohole in Olefine durch Gegenstand hat. An Stelle der oben erwähnten Katalysatoren benutzt man die Ausgangsstoffe der thermischen Zersetzung in Gegenwart von Naphthalinsulfonäuremonohydrat und erhält Ausbeuten von 70 bis 80%. Die zugestzte Menge beträgt bis zu 10 Gew.-% bezogen auf den Ausgangsstoff.

In früheren Versuchen haben wir auch schon die Verwendung von Sulfosäuren als Wasserabspaltungskatalysator untersucht, und zwar p-Toluolsulfosäure. Wenn wir dann als keinen Erfolg mit dieser Säure erzielten, so lag der Grund darin, daß einerseits die Zugestzmenge wohl zu gering war, andererseits die Arbeitstemperaturen und Reaktionszeiten zu niedrig lagen.

Angeregt durch das Böhme-Patent, haben wir die damaligen Versuche neu aufgenommen und die erhaltenen Ergebnisse mit denen verglichen, die wir bei der Nachprüfung des Böhme-Patentes erhielten. Eine eingehenden Zusammenstellungen enthalten die Ergebnisse unserer Versuche. Als Ausgangsstoffe benutzten wir Oxo-Alkohole verschiedener Molekülgrößen. Es waren dies:

- 1.) C₁₂-Alkohol mit OH-Zahl 293,1, entspr. 97,4% Alkohole
- 2.) C₁₄-Alkohol mit OH-Zahl 238,6, entspr. 91,3% ol
- 3.) C_{12/17}-Alkoholgemisch mit OH-Zahl = 236,8.

Aus den mitgeteilten Zahlenangaben geht eindeutig hervor, daß die Ausbeuten durch Dehydratisierung von Alkoholen in erheblicher Weise vermindert, wenn an Stelle des β-Naphthalinsulfonäuremonohydrats die p-Toluolsulfosäure als Wasserabspaltungskatalysator benutzt wird. Die Ausbeuten liegen praktisch in der selben Größenordnung und sind

Dehydratisierungs-Versuche mit Alkoholen

Einsatzmenge: je 100 g Alkohol
Theor. Ausbeute an Olefine C₁₂: 88,0 g

A. Versuchsbedingungen

Vers.-Nr.	Katalysator	Kat.-Menge Gew.-%	Verg.-Temp. °C
1	H ₂ PO ₄	50	235 - 240
2	"	25	245
5	β-Naphthalinsulfon- säuremonohydrat	10	260
9	p-Toluolsulfosäure	10	270
12	"	5	280
7	"	15	250
8	β-Naphthalinsulfon- säuremonohydrat	15	250

B. Ausbeuten

Vers.-Nr.	Kat.-Menge Gew.-%	Olefinprod. g	Jodzahl	Olefinanteil %	Ausbeute in % der Theorie
1	13	73,5	127,9	84,8	62,3
2	12,5	67,8	146,5	97,2	65,9
5	8,5	86,8	115,3	76,6	66,5
9	11	5,3	103,6	69	3,6
		74,4	129,2	85,7	63,8
12	8	56,5	104	69,0	38,9
7	17	65,7	124,4	82,6	54,3
8	13,5	63,5	123,4	81,8	52,0

Dehydratisierungs-Versuche mit Alkohol

Einsatzmenge: je 100 g Alkoholgeruch

Vers-Nr	Katalysator	Kator- menge Gew. %	t	Temp.	U. O- menge
21	β -Naphthalinsulfon- säuremonohydrat	10	30	275	1,5
22	"	10	30	275	1,5
23	p-Toluolsulfosäure	10	275	275	1,5
24	"	5	30	275	1,5

Dehydratisierungs-Versuche mit Alkohol

Einsatzmenge: je 100 g Alkohol

Rheor. Ausbeute an Olefin C_{14} : 83,5 g

A. Versuchsbedingungen:

Vers-Nr.	Katalysator	Kator-Menge Gew. %	Vers-Temp. C	Reuer der Erhitzer
16	β -Naphthalinsulfon- säuremonohydrat	10	275	1 1/2
17	"	5	302	2
18	p-Toluolsulfosäure	10	280	2
19	"	5	305	2
20	"	10	280	2

B. Ausbeuten:

Vers-Nr.	H ₂ O-Menge g	Olefinprod. g	Jodzahl	Olefinanteil		Ausbeute in % der Theorie		Sonstige Kennzahlen der Produkte		
				%	g	%	g	OH-Z	A-Z	D-Z
16	11	42 38,7	125,4 118,5	97,0	40,8	48,8	91,3	0	6,5	130,7
				91,5	35,4	42,5				
17	9	81,0	123,1	95,2	77,1	92,2	0	3,9	116,5	
18	11	68,5 6	123,5 75,5	95,5	65,4	78,4	82,6	0	4,2	96,5
				58,4	3,5	4,2				
19	9,2	85,0	120,6	93,2	79,3	95,0	0	0,6	12,1	
20	11,5	72,0 5,0	123,2 98,2	95,3	68,6	82,2	86,8	2,0	-	117,5
				76,0	3,8	4,6				

ohen bis zu 95 % der Theorie. Der besondere Vorteil des Verfahrens liegt u.a. in der bedeutend einfacheren Herstellungsweise des verwendeten Katalysators. Die Herstellung der p-Toluolsulfosäure erfolgte nach der Gattermann-Vorschrift, wobei auf eine mehrmalige Umkristallisation des Rohproduktes bewusst verzichtet wurde. Das zur Nachprüfung des Böhme-Patentes benutzte β -Naphthalinsulfonsäuremonohydrat wurde nach der von O. Witt in den Ber. 48, S. 751 (1915) gegebenen Vorschrift dargestellt, die einen

wesentlich größeren Zeitaufwand erfordert als die der p-Toluolsulfosäure.

Um festzustellen, welchen Einfluß das Wasserabspaltungsmittel auf den Sitz der Doppelbindung im entstandenen Olefin ausübt, wurden bei einigen Versuchen über die Ozonide die endständige Jodzahl bestimmt. Die vergleichende Zusammenstellung enthält die folgende Tabelle:

Vers-Nr	Ausgangs-Alkohol	Untersuchung der erhaltenen C ₁₂ -Olefine:			
		JZ n. Kfm.	Ozon-Jodzahl	E.J.Z.:	Endständigk.
5 ⁺)	C ₁₂	115,3	150,8	18,8	12,5
9 ⁺⁺)	"	129,2	150,9	16,2	10,8

+) Kator: β -Naphthalinsulfonsäuremonohydrat

++) " : p-Toluolsulfosäure

Überraschenderweise stimmen die ermittelten Ozonjodzahlen mit dem theoretischen Wert von 150,9 für das C₁₂-Olefin genau überein, während nach der Kfm.-Methode 76,6% bzw. 85,7% dieses Wertes gefunden wurden.

Man ersieht aus dieser Aufstellung, daß die p-Toluolsulfosäure keine merkbare Verschiebung der Doppelbindung gegenüber der Wirkung von β -Naphthalinsulfonsäuremonohydrat ausübt. Über den tatsächlichen Isomerisierungsgrad läßt sich noch nichts aussagen, da uns der Sitz der Hydroxylgruppe in den verwendeten Alkoholen nicht bekannt war. Da alle bekannten Dehydratisierungskatalysatoren, wie H₃PO₄, Al₂O₃ usw. mehr oder weniger eine Verschiebung der Doppelbindung bei der Herstellung von Olefinen aus Alkoholen bewirken (vergl. hierzu F. Asinger: Über Doppelbindungs-Isomerisierung bei der Herstellung von höhermolekularen aliphatischen geradkettigen Olefinen, Ber. 75, 1242 (1942)), wäre es interessant, zu einem späteren Zeitpunkt an Alkoholen bekannter Struktur die Wirkung der p-Toluolsulfosäure nachzuprüfen. Im günstigen Falle wäre damit eine weitere Möglichkeit gegeben, Strukturuntersuchungen an Alkoholen durchzuführen.

Zusammenfassend läßt sich also folgendes sagen: Beider Herstellung von Olefinen, ausgehend von Oxo-Alkoholen, durch katalytische Dehydratisierung

Dieser Produkte, kann in gleich guter Weise wie das β -Naphthalinsulfosäuremonohydrat des DRP. 735 417 auch die p-Toluolsulfosäure verwendet werden.

Da wir die Anwendung dieses Katalysators schon versuchten, ohne daß wir Kenntnis vom Inhalt des Böhme-Patentes hatten, schlage ich vor, daß wir, ebenso wie die Böhme-Fettochemie ihr β -Naphthalinsulfosäuremonohydrat, uns die Verwendung der p-Toluolsulfosäure als Wasserabspaltungskatalysator bei der Herstellung von Olefinen aus Alkoholen schützen zu lassen.

TITLE PAGE

10. Betr.: Feinfractionierung v. o- u. p-Chlortoluol.
Concerning the precision-fractionation of o- and
p-chlorotoluene, April 26, 1944.

Frame Nos. 92 - 96

92
Oberhausen-Holten, den 25.4.1944

Ag/Bl.

Herrn Dr. Landgraf

Cy. 6000

23 APR 1944

Beaufw.

Betr.: Feinfraktionierung von o- u. p-Chlortoluol

Um die Trennwirkung unserer neuen Feinschnittkolonne zu überprüfen, wurde in der vergangenen Woche aus der Vordestillation stammendes o- u. p-Chlortoluolgemisch in ununterbrochenem Betrieb fraktioniert. Bei einem Rücklaufverhältnis von 1:100 wurden pro Std. ca. 25-30 cm³ Destillat = 1 % Einsatz abgenommen.

Zur Beurteilung der erhaltenen Fraktionen diente neben der Ermittlung der Dichte in erster Linie die Bestimmung des Erstarrungspunktes (Methode nach Griesheim). Die ermittelten Werte liegen zwischen -48°C zu Anfang der Destillation und +6,5°C zu Ende der Destillation.

Die Auswertung dieser Ergebnisse ergibt nun auf Grund der Unterlagen von Herrn Drehschmidt folgendes:

Wir haben in den ersten 10 Fraktionen eine Anreicherung an o-Chlortoluol um 30%, nämlich von etwa 41 auf 71%, Erstarrungspunkt des Ausgangsgemisches = -16,8°C gegenüber ca. -48°C in den ersten Destillaten. Das würde bedeuten, daß die Wirksamkeit unserer Kolonne 17 theoretischen Böden gleichkäme, d.h. daß bei einer Gesamtlänge von einem Meter 6 cm der Kolonne einem theoretischen Boden entsprächen. Dieser Wert (6 cm = 1 theor. Boden) stimmt meines Wissens mit dem von Hilberath in seinem Vortrag angegebenen für eine Kolonne ähnlicher Bauart gut überein.

Überhausen-Holten, den 12.3.1944

Herrn Dr. Landgraf
 =====
 SV N-HO

Betr.: Ergebnis unserer Untersuchungen über Dicksäure

SV N-HO Dicksäure 0,15
 1,0

Das bei mäßiger Raumtemperatur z.T. erstarrende Produkt zeigte:

OH-Zahl = 110,4
 JZ = 3,7
 NZ = 1,0
 VZ = 31,9
 Mol. Gew. = 197,2

- 1.) Wasserdampfdestillation
- 2.) Fraktionierung im Vac.
- 3.) einfache Vac.-Destillation
- 4.) Destillation bei 13 mm (260°C)
- 5.) Destillation bei 13 mm Sphärendruck.

Ergebnisse:

Zu 1.) Bei Anwendung von ~300° überhitztem Wasserdampf werden 8,3% des Produktes in Form eines dunklen Destillates erhalten mit OH-Z=78,7; NZ=0; VZ=24,2; JZ=12,7. Nicht weiter untersucht.

Zu 2.) Die Fraktionierung im Vac. wurde ohne Anwendung einer Kolonne durchgeführt. Von 327 g Einsatz gingen über:

Fraktion	1	2	3	4	5
OH-Z	130,7	106,3	67,8	2,8	0
NZ	0,3	0,2	5,6	0,1	0
VZ	7,1	11,8	3,5	4,5	38,7
JZ	2,5	3,2	10,7	9,9	0
n ₂₀	1,4551	1,4565	1,4572	1,4606	1,4616

Die erhaltenen Fraktionen, teils flüssig, teils zu einer hellen Masse erstarrend, zeigten bei mikroskopischer Betrachtung das Vorhandensein länglicher Kristallnadeln. Die Einzeluntersuchung ergab:

Frakt.	1	2	3	4	5
OH-Z	130,7	106,3	67,8	2,8	0
NZ	0,3	0,2	5,6	0,1	0
VZ	7,1	11,8	3,5	4,5	38,7
JZ	2,5	3,2	10,7	9,9	0
n ₂₀	1,4551	1,4565	1,4572	1,4606	1,4616

-b.w.-

Mit 51,9 g der Reaktion 2, gelöst in 100 cm³ Aceton, wurde durch stufenweise Abkühlen eine fraktionierte Ausfällung angestrebt, Es wurden erhalten:

D. Abk. auf	+ 5°	0°	-5°	-15°	-25°
Menge in g	15,65	25,42	13,7	2,25	
Mol. Gew.	314,5	384,8	301,5	331,4	316,1
OH-Z	15,3	14,4	12,7	16,4	-
VZ					

D. Abk. auf	Menge in g	Mol. Gew.	OH-Z	VZ
- 40°	4,85	9,1	305,4	-
< - 40°				

Die ersten drei Fällungen erstarrten bei Raumtemp. zu hellen Körpern, die übrigen stellten hellbraune Flüssigkeiten dar. Man kann nicht sagen, daß durch diese Arbeitsweise eine einwandfreie Trennung in Ester- und Alkoholanteile erfolgt sei. Da bei dieser Art der Aufarbeitung die erhaltenen Destillate und Fraktionen ihrer Menge nach zu gering waren, um weitere Untersuchungen damit durchzuführen, wurde in einem weiteren NaO-Destillation des Ausgangsprodukts der destillierbare Anteil zu einer einzigen Fraktion vereinigt.

Zu 3.) Von 563 g Diäthyläther wurden bei 260°/4 mm (445 mmHg) 449,6 g (entspr. 80%) 95% bis 260°/4 mm (560 mmHg) 113,4 g (20%) 15% erhalten.

Die Untersuchung der Destillate ergab:

OH-Zahl	VZ	JZ	Mol. Gew.
1,0772	26,5	5,4	338,5
	54,7	18,4	295,9

87,5 g des zuerst übergegangenem Anteils wurden mittels Chloroform in den Schwefelsäureester übergeführt und anschließend mit NaOH neutralisiert. Es wurden erhalten: 159,7 g sulfonates von pastenartiger Konsistenz. Farbe hellgelb. Zur Beurteilung des Gebrauchswertes dieses Sulfonates wurden neben den üblichen Untersuchungen auch solche kolloid-chemischer Art angestellt und die ermittelten Werte mit denen eines aus hochprozentigem Alkohol 0,12/12 hergestellten Sulfonats verglichen.

1.) Chem. Untersuchung des Sulfonats:

H ₂ O	2,9%
unsulf. Anteil	19,4% (OH-Zahl 10,8; VZ 37,6; JZ = 16,4)
% SO ₂	20,9%

Kolloidchemische Daten

Sch. Zahl bei:		20°	80°
N.W.H.	0,5% Lösung	11,2	11,7
N.W.H.	2% Lösung	16,4	12,6
N.W.H.	2% Lösung	20,8	14,0
N.W.H.	Sulfonat aus Alkohol	4,5	2,8
N.W.H.	0,12/13, 0,5% Lsg.	2,02	
H.W.Z. bei:		20°	80°
	0,5% Lsg.	2 Min.	
		38 Sek.	1 Min. 35 Sek.
		48 "	1 " 50 "
		12/13, 0,5%	2 " 10 "
		48,4	(67,8)
		44,6	73,3
		33,8	86,9

Das aus dem destillierten Dicköl hergestellte Sulfonat weicht, wie aus den Zahlen hervorgeht, in seinen Eigenschaften nicht allzusehr von dem des aus Alkohol 0,12/13 hergestellten Sulfonates ab.

Weiterhin wurden 150 g des gleichen Destillatanteiles mit 50 g Fettsäure 0 verestert. Der Verlauf der Umsetzung wurde durch Bestimmung der NZ überwacht. Nach 30-stündiger Reaktionszeit wurde ein Estergemisch mit folgenden Kenn-Daten erhalten:

OH-Z - 12; NZ = 5; VZ = 92,5.
Mol.-Gew. = 460.

Eine Destillation des teilweise erstarrten Produktes bei dem z.Zt. bestmöglichen Vacuums erwies sich als unmöglich, sie führte vielmehr zu einer Farbverdunklung und Geruchsverschlechterung des Esters.

Zu 4.) 200 g des ursprünglichen Dicköls wurden bei 5° mit Nitriersäure behandelt. Das erhaltene Reaktionsprodukt zeigte eine deutliche Farbaufhellung, ließ sich aber mit überhitztem Wasserdampf ebensowenig übertreiben wie das Dicköl selbst. Nähere Untersuchungen haben wir nicht durchgeführt.

Zu 5.) Schließlich haben wir das Dicköl auch ohne Anwendung von Vac. zu destillieren versucht, Von 329 g gingen bis 326°C über: 270,0 g, entspr. 82,2%, die folgende Kenn-Daten aufwiesen:

OH-Z = 136,4; Jz = 49,7.

Ein aus diesem Destillat hergestelltes Sulfonat zeigt folgendes

Verhalten:	0,8	0,8		
Sch-Zahl:	7,11	8,55		
0,5% Sl.	12,0	10,5	H.w.Z. 2 Min. " 10,5 cm ³	H.w.Z. 2 Min. 20 Sek.
1,0% Sl.	14,8		2 " 5 Sek. 7,5 "	1 " 55 "
2% Sl.			1 " 55 "	1 " 50 "
Oberflächenspannung:	50,6		44,8 dyn	
Sulfonatlösung:	0,5		1	

Einzelunterschiede zwischen den aus dem Dioköl gewonnenen Sulfonate lassen aus diesen Zahlen zwar nicht erkennen, doch konnte festgestellt werden, daß die Schaumbildung beim letzteren Sulfonat erheblich günstiger war als beim zuerst hergestellten. Man könnte annehmen, daß dieses Verhalten durch die Einführung einer zweiten Sulfogruppe in das Molekül bedingt ist, sofern es sich um einen ungesättigten Alkohol beim vorliegenden Destillat handelt. Es ist deshalb vorgesehen, dieses Produkt, das also neben einer hohen OH-Zahl auch eine bedeutende Oxidzahl aufweist, erneut zur Oxidation zu bringen und dieses Oxidprodukt auf seine Eigenschaften zu untersuchen.

Mit diesen Arbeiten haben wir die Untersuchung des Dioköls C₁₇ einweitert abgeschlossen. Es konnte gezeigt werden, daß auf verhältnismäßig einfache Weise das Dioköl in wesentlich wertvollere Produkte umgewandelt werden kann.

Mol.-Gew. = 480
OH-Zahl = 121,5

Das Destillat der teilweise oxidierten Dioköl-Produkte hat den S. 84. Die Destillation wurde unter Vakuum (ca. 10 mm) bei 170°C durchgeführt. Die Destillate wurden bei 20°C mit Wasser gemischt. Das erhaltene Reaktionsprodukt zeigte eine deutliche Schaumbildung. Die Schaumbildung ist aber mit hochkonzentriertem Wasser gemischt abnehmend. Wie bei den Dioköl-Produkten haben wir die Schaumbildung untersucht.

OH-Zahl = 120,4
Mol.-Gew. = 480

SIXE PAGE

**11. (M) - Interviewing.
Investigation of heavy oils. March 15, 1944.**

Frame Nos. 97 - 99

Oberhausen-Holten, den 21.2.1944
Ag./Bl.

Herrn Dr. Landgraf

OKO-Gen
21 FEB 1944
Bew.
15

Betr.: Dioköl-Untersuchung

Zur Verfügung stand eine kleine Menge von dem der Fa. Zschimmer & Schwarz zugesandten Dioköl C₁₁/17, dessen Kenn-Zahlen zu OH-Z = 81,8, OO-Z = 4,9, NZ = 1,5, VZ = 32,2, Mol.Gew. = 433,2 ermittelt wurden. Zunächst wurde eine Auftrennung durch Vac.-Destillation angestrebt, infolge verschiedener Störungen mußte diese jedoch vorzeitig abgebrochen werden. Das bei 3 mm Vac. bis 150° übergegangene Destillat (6,6%/Einsatz) zeigte:

OH-Z = 199,4, JZ = 4,2.

Die übrige Menge des eingesetzten Produktes wurde unter Aufhebung des Vacuums rigoros weiterdestilliert. Erhalten wurden: 44 g, entspr. 30,4% bis 240°)

OH-Z = 29,6

JZ = 68,9, OJZ = 71,4, EJZ = 33,8.

Der hierbei verbliebene a.T. feste Rückstand zeigte: OH-Z=0, JZ = 24,6.

2. Vacuum-Destillation

Einsatz: 237 g. Es gingen über:

Frakt. 1: bis 215-220° und 0,8 mm ; 30,4%

2: " 240-250° " 1,5 mm ; 23,6%

Rückstand: 97 g = 41%.

Die Untersuchung der Fraktionen ergab:

Frakt.	OH-Z	JZ	NZ	VZ	Mol.-Gew.	n _D ²⁰	d ₂₀
1	133,3	5,6	1,5	32,4	198,2	1,4521	-
2	112,4	6,8	1,1	24,9	298,8	1,4571	0,8538
R	62,1	8,3	0	47,6	525,9	1,4635	0,8682

Die Menge war zu gering, um noch weitere Untersuchungen vorzunehmen. Wir haben vom F.L. heute weitere Dioköle erhalten, um diese Arbeiten auf breiter Basis fortzusetzen und zwar im Sinne folgender Ausführungen:

1.) Die rigorose Destillation ergibt ein Destillat mit einer beträchtlichen Jod- und OH-Zahl. Es ist möglich, daß hierin Olefine und Alkohol vorliegen. Es kann aber auch sein, daß ein Olefin vorliegt. In diesem Falle könnte man versuchen, eine Sulfonierung vorzunehmen und das gewonnene Sulfonat auf seine Kapillaraktivität zu untersuchen (Best. von: Schaumzahl, Halbwertszeit, Oberflächenspannung) oder auch das Produkt erneut zur Oxosynthese verwenden. Ferner könnte ein solches Produkt ozonisiert werden, die erhaltenen Oxoide zu den entsprechenden Säuren aufgearbeitet und mit den vorhandenen OH-Gruppen verestert werden. Hierbei würden, falls hochmolekulare Verbindungen vorliegen, Ester gewonnen, die den Wachsen nicht unähnlich wären.

2.) Die Vac.-Destillation des Dicköls gibt in der Hauptsache stark hydroxylhaltige Destillate, deren Molekülgröße bei etwa 20 C-Atomen liegen dürfte. Man könnte versuchen, sie mit Fettsäuren zu wachsähnlichen Körpern zu verestern bzw. durch weitere destillative Trennung hieraus Einzelbestandteile zu isolieren.

Wohlfahrt

OXO Plant

Ag. / Bl.

Analysis of C₁₁/C₁₇

Oberhausen-Holten, den 2. Dez. 194

Herrn Dr. Landgraf

9

Betr.: Untersuchung von Diesel C₁₁/C₁₇ (F.L.)

Die Kennzahlen dieses Produktes sind:

OH-Zahl:	81,8
OQ-Zahl:	4,9
NZ:	1,3
VZ:	32,2; EZ : 30,9
Jodzahl:	4,7
d ₂₀ : 0,858 ;	n ₂₀ ^D : 1,4582
d ₅₀ : 0,8370 ;	n ₅₀ ^D : 1,4462
<i>mol. Gew. (rel. Mitt)</i>	433,2

R

TITLE PAGE

12. Über eine Methode zur Bestimmung des Mol.-Gewichtes
von Oxo-Alkoholen.
A method for determining the molecular weights of
Oxo alcohols. Feb. 5, 1944.

Frame Nos. 100 - 103

Oxo-Gesellschaft

- 8 FEB 1944

Boan. W.

Oberhausen-Holteln, den 5. Februar 1944
Ag./Bl.

Über eine Methode zur Bestimmung des Mol.-Gewichtes von
Oxo-Alkoholen.

(Mitteilung aus dem Laboratorium der Oxo-Gesellschaft mbH).

Es ist bekannt, daß die Werte der Mol.-Gewichtsbestimmungen im Gefrierpunktapparat nach Beckmann z.T. recht erhebliche Unterschiede aufweisen. Die Fehlergrenze bei dieser Methode beträgt $\pm 5\%$. Es wurde gefunden, daß man nach der unten näher beschriebenen Methode auf einfachere Weise in viel kürzer Zeit zu bedeutend besseren Ergebnissen gelangt.

Im Prinzip wird hierbei genau so verfahren wie bei der Beckmann-Methode, d.h. man ermittelt die Gefrierpunktdropression, die ein Lösungsmittel nach Zusatz des betr. Alkohols anzeigt und berechnet hieraus nach der bekannten Formel:

$$M = \frac{k \cdot 100 \cdot S}{\Delta \cdot L}$$

das Molekulargewicht. Als Lösungsmittel wird Phenol benutzt, das ebenso wie die Alkohole eine polare OH-Gruppe enthält und dessen Gefrierpunktkonstante K unter Verwendung von reinem, kauflichen Amylalkohol (Merck) zu $K = 77,82$ ermittelt wurde.¹⁾

Apparatur: Die Ausrüstung ist denkbar einfach und besteht, wie aus der beigegebenen Skizze ersichtlich, aus dem Gefrierrohr, dem Luftmantel, einem V₂A-Rührer und einem in $1/10^\circ$ geteilten Laboratoriumsthermometer von 0 bis $+ 50^\circ$.

Ausführung der Mol. Gew.-Bestimmung: Von dem über CaCl_2 zuvor getrockneten Phenol werden 18-20 g in das Gefrierrohr eingewogen, das Thermometer und Rührer eingesetzt und in einem etwa 45° warmen Wasserbad das Phenol zum Schmelzen gebracht. Die Thermometerkugel muß vollkommen in das geschmolzene Lösungsmittel eintauchen. Hierauf umgibt man das Gefrierrohr mit dem Luftmantel und beobachtet nun das stetige Fallen des Thermometerfadens. Ebenso wie bei der Beckmann-Methode steigt das Thermometer, nachdem sich einige Kristalle des Lösungsmittels schon gebildet haben, plötzlich bis zu einem konstant bleibenden Maximum an. Diesen Vorgang wiederholt man mehrmals hintereinander, bis die Abweichungen höchstens $0,01$ bis $0,03^\circ$ betragen. Man nimmt das Mittel und

notiert den erhaltenen Wert als den Gefrierpunkt des Lösungsmittels.
Nun wagt man 0,5 bis 1,0 g des zu untersuchenden Alkohols in das Gefrierrohr ein und führt die Gefrierpunktsbestimmung in der oben geschilderten Weise durch.

Aus der ermittelten Gefrierpunktsdifferenz wird dann das Mol.-Gewicht nach der angegebenen Formel berechnet.

Im beigefügten Anhang sind einige Mol.-Gew.-Bestimmungen aufgeführt, die an Oxo-Alkoholen verschiedener Molekülgröße ausgeführt wurden.

Der Vorteil der hier aufgezeigten Methode gibt außer der Einfachheit und schnellen Ausführung der Bestimmung durch die bessere Genauigkeit der gefundenen Werte klar zu erkennen.

x) *Meyl H. Prahl; Angew. Chem. 3...*

Selexanalysen

zur Bestimmung des Mol.-Gewichtes von Oxo-Alkoholen. Lösungsmittel: Phenol $K = 77,2^{\circ}$

lfd. nr.	Substanz	Einwaage an: Phenol g	Alkohol g	Konzentr. g/100 g/Lsg.	Depression Δ°	Mol.Gew. ber.	theor. Mol.Gew.	Abweichung
1	C ₁₁ - ol	20,4769	0,5502	2,69	1,20 ^o	174,2	172,2	+ 2,0
2	"	18,5123	0,5509	2,98	1,35 ^o	171,5	172,2	- 0,7
3	C ₁₄ - ol	20,1022	0,5095	2,53	0,92 ^o	214,2	214,2	+ 0,0
4	"	19,7018	0,4561	2,22	0,84 ^o	214,4	214,2	+ 0,2
5	C ₁₅ - ol	19,0330	0,4035	2,12	0,72 ^o	229,1	228,2	+ 0,9
6	"	21,0292	0,4018	1,91	0,65 ^o	228,7	228,2	+ 0,5
7	C ₁₆ - ol	18,5101	1,3371	7,22	2,23 ^o	241,2	242,2	- 1,0
8	"	18,8125	0,8635	4,60	1,48 ^o	241,3	242,2	- 0,9
9	C ₁₆ - ol	18,7741	0,3714	1,98	0,62 ^o	248,3	242,2	+ 6,1
10	"	18,9296	0,3589	1,90	0,60	245,9	242,2	+ 3,7
11	C ₁₇ - ol	21,6682	1,4063	6,49	1,94 ^o	260,3	256,2	+ 4,1
12	"	19,0348	0,6323	3,32	1,00 ^o	258,5	256,2	+ 2,3
13	C ₁₈ - ol	18,6478	0,5567	2,99	0,86 ^o	270,1	270,2	- 0,1
14	"	20,7831	0,3794	1,63	0,52 ^o	273,2	270,2	+ 3,0

Oxo-Gmb.H. Gerät für Mol-Gewichts- Bestimmungen

Bemerkung: Material: Jen-Glas

Rührer

Thermometer
Lüftmantel
Gefrierrohr

TITLE PAGE

13. Weiterverarbeitung v. Oxo-Produkten/Synthese höhermolekularer Ketone, sekundärer Alkohole u. dergl.
Further work on Oxo products/Synthesis of higher molecular weight ketones, secondary alcohols, etc.
Feb. 3, 1944.

Frame Nos. 104 - 106

Oberhausen-Holteln, den 17.1.1944
Ag./Bl.

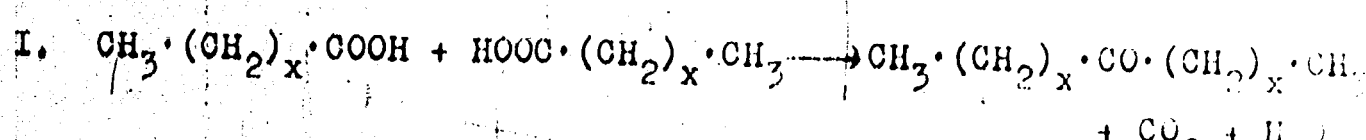
Herrn Dr. Landgraf

3 FEB 1941

Betr.: Weiterverarbeitung von Oxo-Produkten/Synthese höhermolekularer Ketone, sekundärer Alkohole u. dergl.

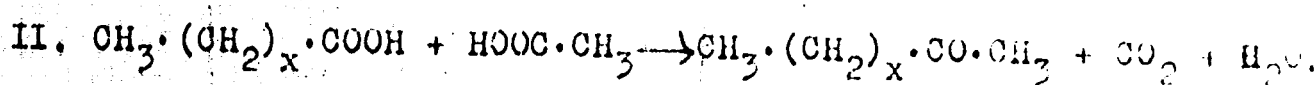
Mit Schreiben vom 30.11.43 berichtetet ich über die Möglichkeiten zur Synthese von höheren ungesättigten Fettsäuren, ausgehend von unseren Oxo-Produkten. In Fortsetzung dieser Überlegungen gibt der folgende Bericht eine Übersicht, wie man, ebenfalls von unseren Synthese-Produkten ausgehend, zu weiteren bisher unbekanntem Verbindungen gelangen könnte. Ich möchte aber noch besonders darauf hinweisen, daß es sich bei den folgenden ebenso wie die auch im oben erwähnten Schreiben/Wiedergelegten Erörterungen um reine theoretische Überlegungen handelt, deren praktische Ausführung einem späteren Zeitraum vorbehalten bleiben muß.

Die Synthese von Ketonen gelingt auf mannigfache Weise, so erhalten z.B. nach dem F.P. 879903 der deutschen Hydrierwerke AG. aus den Alkylsulfuren der Paraffinnoxidation einfache Ketone gemäß folgender Gleichung:



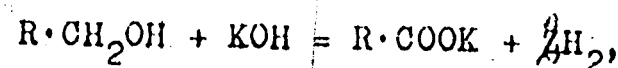
Diese Umsetzung ist aber nur bis zur Caprylsäure, also mit 8 C-Atomen, ausgedehnt worden.

Andererseits werden gemischte Ketone erhalten, wenn an Stelle einer der beiden Komponenten Essigsäure verwendet:



Diese Reaktion wurde, so viel mir bekannt, bis auf die Laurinsäure (C₁₂) ausgedehnt.

Da uns später mit Hilfe der Oxo-Synthese Fettsäuren bis zu 18 C-Atomen im Molekül ohne weiteres zugänglich sind, sei es durch Oxydation der entsprechenden Aldehyde oder durch Umsetzung der Fettalkohole mit Alkali nach:



wäre es interessant, diese Ketonisierung nach den oben angeführten

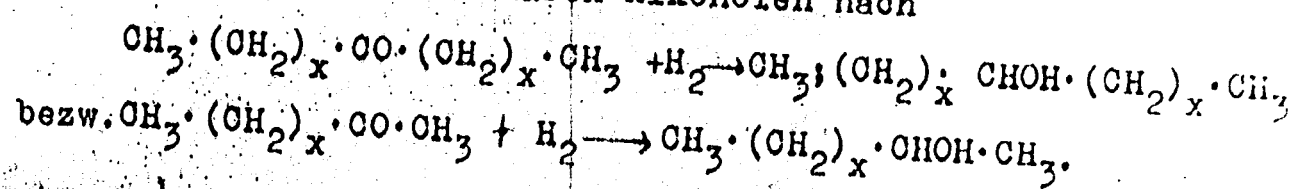
- 2 -

- 2 -

Aktionsschemen I und II auch auf die höhermolekularen Glieder auszudehnen.

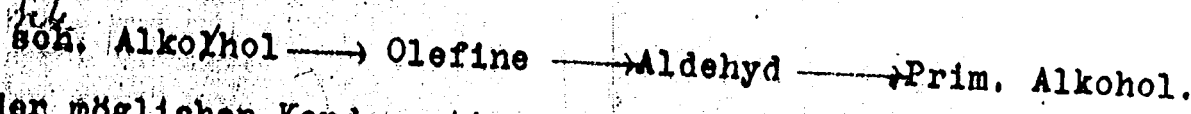
Die auf diese Weise erstmalig dargestellten höheren Ketone müßten weiteren Umsetzungen zugänglich sein und zwar:

1. der Hydrierung zu sekundären Alkoholen nach

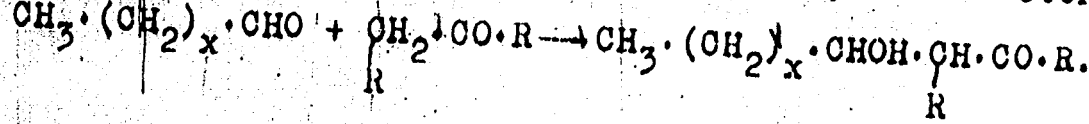


Im ersten Falle befände sich die Hydroxylgruppe in der Mitte eines langen Kettenmoleküls, im zweiten dagegen in β-Stellung. Es taucht die Frage auf, in wie weit sich die aus solchen Alkoholen hergestellten Schwefelsäureester von denen der aus primären Fettalkoholen hergestellten unterscheiden.

2. Dehydratisierung der erhaltenen sek. Alkohole zu den entsprechenden Olefinen und hieraus die Gewinnung primärer verzweigt-kettiger Alkohole über die Oxo-Synthese nach:

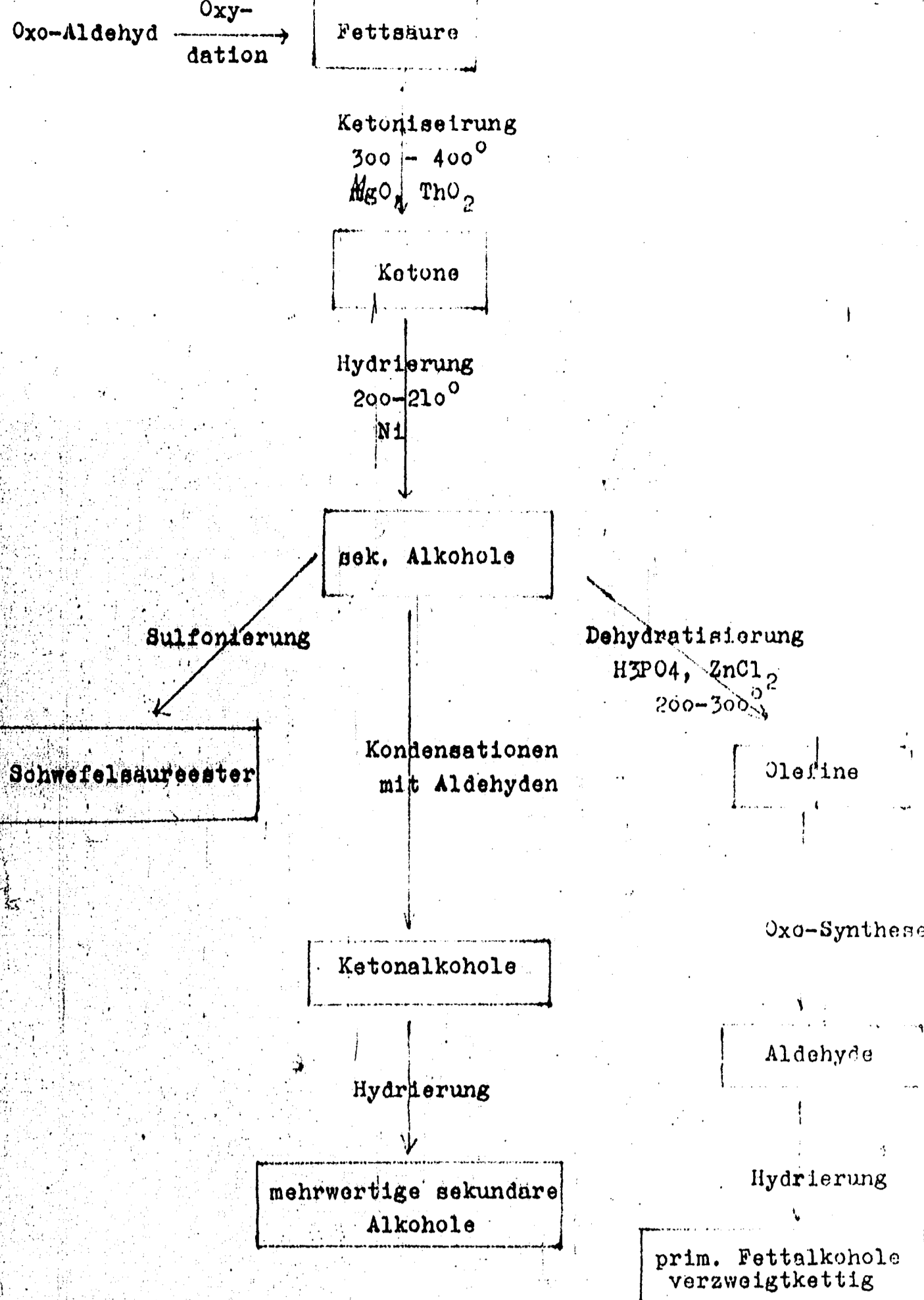


3. der möglichen Kondensation mit Oxo-aldehyden zu Ketonalkoholen:



und Reduktion der letzteren zu einem zweiwertigen, sekundären Alkohol.

Das beiliegende Schema enthält die aufgezeigten Möglichkeiten schematisch dargestellt, die aber noch erweitert werden können.



TITLE PAGE

14. Bericht über die bisherigen Versuche zur Isolierung
v. Olefinen aus Primärprodukten.
Report on experiments to date to isolate olefins
out of primary products. Dec. 23, 1943.

Frans Nos. 107 - 109

Oxy-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen - Helten

Dec. 23, 1943

Es sei vorweggenommen, daß es sich bei diesen Arbeiten um Orientierungsversuche für später vorzunehmende Arbeiten handelt, die hin eine genaue Ausbeutebestimmung, die in zwei Teile und zwar:

- 1) Isolierung von Olefinen aus Primärprodukten,
- 2) Herstellung von Olefinen aus Alkoholen durch Dehydratisierung.

Zu 1.) Das für diese Versuche verwendete Primärprodukt wurde durch die Mittelrauc-Synthese und zeigte:

d ₂₀ °:	0,7624	OH-Zahl:	14,5
Jodzahl:	49,4	SPL:	4,5

Aus etwa 7 l dieses KW-Gemisches, unterhalb einer Destillationsdrucke von 150-300°C, wurden durch mehrmaliges Fraktionieren mit Hilfe von Wälder-Kolonne unter Anwendung von etwa 15 cm Vakuum destillierte Fraktionen herausgeschritten, die ihrer Siedetemperatur nach physikalischen Daten nach den K.W. ihrer Kohlenhydrate C₁₀ bis C₁₄ entsprechen. Die folgende Zusammenstellung enthält die Kennzahlen dieser Fraktionen:

Fraktionen:	1	2	3	4	5
C-Zahl:	10	11	12	13	14
d ₂₀ °:	0,7432	0,7417	0,7551	0,7661	0,7717
n _D 20°:	1,4181	1,4219	1,4261	1,4298	1,4317
Jodzahl:	69,4	61,5	55,6	50,5	45,5
OH-Zahl:	27,8	29,5	26,1	23,2	19,0

Es galt zunächst, aus diesen Fraktionen die in ihnen enthaltenen Olefine in möglichst großer Reinheit zu isolieren bei weitest möglicher Ausschaltung irgend welcher Strukturänderungen. Zwei Methoden zeigten sich anscheinend hierfür in der Praxis als brauchbar, nämlich:

- 1) Die Überführung der Olefine in die Bromide nach Zeller, Lehmann und Rückverwandlung in die Olefine durch Wiederumsetzung des Broms durch Zinkstaub und Eisessig oder Alkalien.
- 2) die Überführung der Olefine in ihre Quecksilberaddition durch Zinkstaub und deren Zersetzung durch Verdünnen mittels Hg-Acetat und deren Zersetzung durch verdünnte Mineralsäure.

-II-

Für unsere Untersuchungen wurde die letztere am einfachsten durchgeführt. Zu dem Zweck wurde Quecksilbersalz aus vorzusammen mit Chlorwasser hergestellt. Die ersten Versuche wurden mit Fraktion 3, Jodzahl: 55,6 entspr. 36,8% Olefine, durchgeführt.

a) 138 g Primärprodukt (= 69,2 g C₁₂-Olefin) mit 2 g Amylalkohol verdünnt und nach Zusatz von 150 g Hg-Acetat 2 Std. geschüttelt. Die Aufarbeitung lieferte ein Produkt mit JZ = 72,5.

Die Ursache für die nur geringe Olefinanreicherung kann bei der Verwendung von nicht einwandfreiem Hg-Acetat, zu geringe Reaktionszeit; Verwendung von Amylalkohol an Stelle von CH₃OH, Abwesenheit der Paraffine anstatt durch Vakuum-Destillation durch eine einfache Dampfdestillation; Benutzung von NaCl statt NaBr. Der Versuch wurde unter Berücksichtigung der aufgeführten Punkte durchgeführt.

b) 205,6 g Primärprodukt (= 75,2 g C₁₂-Olefin) nach Verdünnung mit 250 cm³ Butylalkohol mit 150 g Hg-Acetat zur Umsetzung gebracht. Das Endprodukt zeigte JZ = 93,0. Das angestrebte Ziel, ein paraffinreiches Olefin zu erhalten, auch im letzten Falle bei weitem nicht erreicht. Der Versuch wurde auch mit Fraktion 2, Jodzahl: 61,5 entspr. 37,8% C₁₁-Olefin durchgeführt.

c) 250 cm³ Primärprodukt mit 500 cm³ CH₃OH + 100 g Hg-Acetat 2-3 Std. geschüttelt. Erhalten wurde ein Endprodukt mit JZ = 93,0.

Die Quecksilberacetatmethode, die keineswegs einwandfrei Olefingemische bis zu C₁₄ angewandt wurde, ist offenbar für die höhermolekularen Stoffe, die meist in erheblichen Mengen in Form vorliegen, nicht ohne weiteres übertragbar. Die Fraktionen der eingangs erwähnten Fraktionen des Primärproduktes wurden darum nicht fortgesetzt, statt dessen sollen nunmehr die Herstellung von Olefinen aus Alkoholen durch Dehydratisierung

Zu 2.) Bei den verwendeten Alkoholen handelte es sich um Produkte der Oxy-Synthese mit Reinheitsgraden bis zu 98%. Ihre Kohlenstoffgröße entsprach den C-Zahlen 10 bis 14. Zunächst wurde die bekannten Wasserabspaltungskatalysatoren (Zinnchlorid, Phosphorsäure, Aluminiumoxyd usw.), die gleichzeitig auch dehydratisierend wirken, durch andere zu ersetzen. Zur Anwendung gelangte nach Gattormann hergestellte p-Toluol-sulfonsäure,

die nur durch eine geringe Säurezahl (≈ 10) von der p-Toluol-sulfonsäure abgetrennt werden konnte. In einem ersten Versuch wurde versucht, unter Beachtung der oben erwähnten Punkte die Olefinanreicherung bei einem C₁₁-Alkohol herbeizuführen:

Verw.:	750 g Alkohol, OH-Z = 320;
Kator:	30 g (115 g); Temp.: 130°.

Roholefin: 65 g, Jodzahl = 137,3, entspr. 3,5%
Niederkat.: 130 g (= 30%). JZ = 118,3; OH-Z = 31; entspr. 27%.

Die hier beschriebene Methode zur Gewinnung von Olefinen ist eine Weiterentwicklung der Methode von ...
erhalten und die Olefinen durch Destillation abgetrennt.
versucht, unter Verwendung der Olefinen, vornehmlich ...
beutebilanz bei einem C_{11} -Alkohol war:

angew.: 720 g Alkohol, OH-Z = 320;
Kator: 26 Cl_2 (115 g); Temp.: 130° .
Roholefin: 675 g, JZ = 137,3, entspr. 4,7%
Rückstand: 150 g (=21%), JZ = 116,3; OH-Z = 0; Mol. gew. 278.

Das erhaltene Olefin wurde daraufhin in der schon beschriebenen
Weise mit Et-Acetat von den Begleitstoffen abzutrennen.
Angew.: 150 g Olefingelisch (= 41,7 g C_{11} -Olefin),
Et-Acetat (zuvor in 20 cm^3 CH_3OH gelöst) 100 g.
Die Aufarbeitung liefert ein Produkt mit JZ = 122,3, OH-Z = 0,
Olefin und OH-Z = 12,3, entspr. 4,7% Alkohol. Die
Abtrennung von den sauerstoffhaltigen Verbindungen
nicht restlos gelungen, in einem solchen Produkte
man eben diese letzten Anteile mit Na-K-Lösung abtrennen
können.

Diese Versuche werden, soweit Betriebsanalysen nicht möglich,
auf die höheren Homologen der Alkohole ausgedehnt.

Schließlich sei noch erwähnt, daß versucht wurde, in einer
geringeren Menge Primärprodukt auf den Wege über die Olefine
Abbau derselben zu den entsprechenden Fettsäuren durchzuführen.
Die vorliegenden Olefine machen zu wünschen. Daß dies
nicht ganz gelang, dürfte daran gelegen haben, daß die
Fingehalt des Primärproduktes mit 30% zu niedrig war.

Menge der zu erwartenden Fettsäuren ebenfalls zu gering.
2.) die Aufarbeitung des Ozonisierungsproduktes
von 15 g erfolgen konnte, weil die vorhandene Menge
Aufarbeitung auf einmal nicht zuließ. Hierdurch
nide, die an sich schon ziemlich unbeständig sind,
herum und würden zum Teil zersetzt. Sobald alle
Materialien zur Verfügung stehen, werden die Versuche
dieser Richtung wieder aufgenommen.

Zusammenfassend kann man sagen, daß die bekannte Quecksilber-
methode der Olefinabtrennung von Paraffinen, die
bei niedermolekularen Stoffen angewandt worden ist, bei
sichtigung besonderer Maßnahmen auch auf die höhermolekularen
K.V. mit Erfolg benutzt werden kann.

TITLE PAGE

15. Über die Synthese von ungesättigten Fettsäuren.
The synthesis of unsaturated fatty acids (with
explanatory chart). Nov. 30, 1943.

Frame Nos. 110 - 112

Chemische Gesellschaft

- 1 DEZ 1943

Bean...

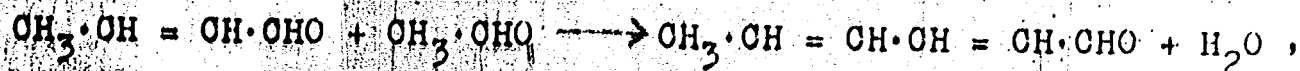
Oberhausen-Holten, den 30.11.1943

Ag./Bl.

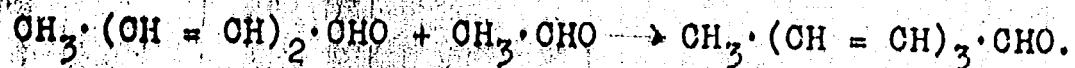
55 Über die Synthese von ungesättigten Fettsäuren

Es sind zahlreiche Versuche bisher bekanntgeworden, auf synthetischem Wege hochungesättigte Monoverbindungen darzustellen, die in ihren Eigenschaften die Holzöle ähnlich sind. Letztere stellen bekanntlich ein Gemisch aus solchen ungesättigten Säuren dar und spielen eine große Rolle bei der Lak- und Firnisherstellung. Die wertvollen Eigenschaften dieser Säuren, die man als "trocknende Öle" zusammenfaßt, sind bedingt durch das Vorhandensein einer oder mehrerer konjugierter Doppelbindungen. Der Weg, solche Säuren durch Dehydrierung gesättigter Fettsäuren zu erhalten, hat zu keinem brauchbaren Ergebnis geführt. Im Handel bekannt geworden ist unter dem Namen "Synourin" ein Produkt, das nach dem Verfahren von Scheiber durch Dehydratisierung von Ricinusöl gewonnen wird. Hauptbestandteil dieser Produkte ist die 9,12-Linolsäure $\text{CH}_3 \cdot (\text{CH}_2)_5 \cdot \text{CH} = \text{CH} \cdot \text{CH} = \text{CH} \cdot (\text{CH}_2)_7 \cdot \text{COOH}$, die also eine konjugierte Doppelbindung aufweist.

Vorgänge, die die Synthese ähnlicher mehrfach ungesättigter aliphatischer Verbindungen gestatten, sind in der organischen Chemie seit längerem bekannt. Bei diesen Vorgängen, als Knoevenagel'sche Reaktion bezeichnet, handelt es sich um die Kondensation von Aldehyden, wobei sekundäre Amine (z.B. Piperidin) die Rolle des Katalysators übernehmen. So erhält man beispielsweise aus Crotonaldehyd und Acetaldehyd das Hexatrienal:

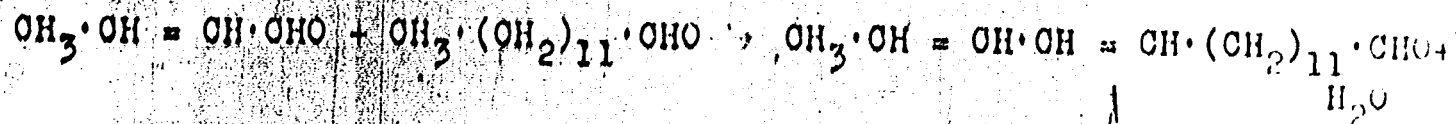


das wiederum mit einem weiteren Molekül Acetaldehyd zu Octatrienal kondensiert werden kann:



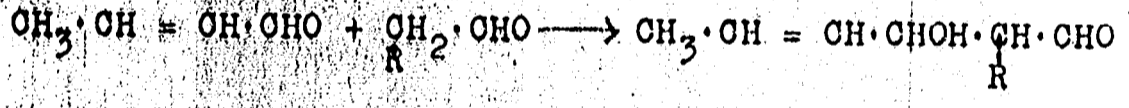
Die Überführung dieser Aldehyde in die entsprechenden ungesättigten Fettsäuren geschieht durch Kondensation mit Malonsäure und anschließender Decarboxylierung.

Da uns späterhin höhermolekulare Aldehyde zwischen C_{10} bis C_{20} in hoher Reinheit zur Verfügung stehen, wäre es einmal interessant, statt des Acetaldehyds bei einer solchen Kondensation einen höheren Aldehyd, z.B. Tridecylaldehyd, zu verwenden. Falls nun die entstehende Methylgruppe des letzteren mit der Aldehydgruppe des ersteren reagiert, würde ein Olefinaldehyd folgender Konstitution entstehen:



Es würde also bei dieser Kondensation ein ungesättigter Aldehyd resultieren, der konstitutionell der 9,11-Linolsäure nicht unähnlich wäre. Die Oxydation der Aldehydgruppe lieferte dann die ungesättigte Fettsäure, die man ihrerseits wieder nach vorheriger sog. "Blockierung" der Carboxylgruppe erneut in die Oxo-Synthese einsetzen und auf diese Weise vielleicht zu mehrbasischen Säuren kommen könnte. Andererseits wäre denkbar, den entstandenen Olefinaldehyd selektiv zum entsprechenden Alkohol zu hydrieren, wobei die Doppelbindungen als solche erhalten bleiben. Man käme auf diese Weise zu einem ungesättigten Fettalkohol. Von diesen Verbindungen ist bekannt, daß sie bei der Veresterung mit Schwefelsäure Substanzen mit besonderen kapillaraktiven Eigenschaften ergeben, die also neben externen "Estergruppe" auch noch eine oder zwei "interne" Estergruppen enthalten. Weiterhin könnte man auch den ungesättigten Alkohol ebenfalls zur nochmaligen Oxo-Synthese benutzen und würde in diesem Falle zum mehrwertigen Alkohol gelangen. Das folgende Schema bringt die hier aufgeführten Möglichkeiten in einer übersichtlichen Form, wobei zu beachten ist, daß an Stelle des hier benutzten Tridicylaldehyd jeder andere beliebige Oxo-Aldehyd verwendet werden kann.

Die hier aufgeführten Erwägungen gingen von der Voraussetzung aus, daß die reaktionsfähige Carbonylgruppe des ungesättigten Aldehyds mit der CH_2 -Gruppe des gesättigten Aldehyds reagiert. Meistens wird es aber so sein, daß nicht die CH_2 -Gruppe reagiert, sondern das der CHO-Gruppe benachbarte α -Kohlenstoffatom, dessen Wasserstoffatome ungleich reaktionsfähiger sind. Formelmäßig würde die Kondensation wie folgt dann verlaufen:

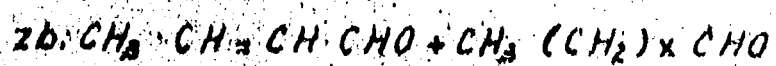


Es entsteht also ein ungesättigtes Aldol, das in α -Stellung eine Verzweigung aufweist. Nun spalten an sich Aldole leicht Wasser ab und man würde im obigen Falle einen 2-fach ungesättigten Aldehyd erhalten, der entweder eine konjugierte oder kumulierte Doppelbindung enthalten kann, je nach dem Verlauf der Wasserabspaltung. Die lange Kohlenstoffkette des gesättigten Aldehyds befindet sich in diesem Falle in der Seitenkette. Die in dem Schema angedeuteten Umsetzungen wären ~~wären~~ aber mit diesem Kondensationsprodukt auszuführen.

Oxidation

Kondensation von Aldehyden

Datum 24.11.11
11.11.11



Ungesättigte Aldole

Wasserabspaltung

Olefin-Aldehyde

Oxydation

Ungesättigte Mono Carbonsäuren

Selekt. Hydrierung

Olefin-Alkohole

Sulfonierung

Oxo-Synthese

Trocknende Öle

Textil-Hilfsmittel

Mehrwertige Alkohole

Oxo-Synthese

Oxydation

Sulfonierung

Mehrbasische
Gsa Carbonsäuren

Textil-Hilfsmittel

TITLE PAGE

16. Über die Isolierung und Reindarstellung höhermolekularer Olefine aus Primärprodukten.
The isolation and purification of the higher molecular weight olefins from primary products.
Nov. 9, 1943.

Frane Nos. 113 - 114

Oxo-Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
Oberhausen-Holtten

Oberhausen-Holtten, den 9. 11. 43
Ag./V8.

Über die Isolierung und Reindarstellung höhermolekularer Olefine aus Primärprodukten.

Im Rahmen unserer Oxo-Synthese wird es nicht uninteressant sein, zu wissen, aus welchen Olefinen unsere Fettalkohole aufgebaut sind, allem, welche Struktur diese Olefine aufweisen, in welchem Maße sie verzweigt-kettig aufgebaut sind bzw. an welcher Stelle ihnen sich die umsatzfähige Doppelbindung befindet. Das der K.W.-Synthese entstammende Benzingericht ist schon mehrfach Gegenstand chemischer Untersuchungen gewesen mit dem Ziel, Aussagen über seine Zusammensetzung machen zu können. So berichteten schon 1929 *Tropisch* und *Koch* (vgl. *Brennst.Chemie* 10, 337, 1929) "Über das synthetische Benzin aus Wassergas." Die Arbeit erstreckte sich allerdings nur auf den bis 150° siedenden Anteil des K.W.-Gemisches, also auf die Molekülgröße C₉. Als wichtigstes Ergebnis dieser Untersuchungen verdient die elegante Methode der Abtrennung der Olefine von Benzingerichten mit Hilfe von Hg-Acetat hervorgehoben zu werden.

Die Untersuchung der Dieselölfraktion, also von der Kohlenwasserstoffgröße bis C₁₈, hatte eine Arbeit von *Koch* zum Ziel (vgl. *Brennst.Chemie* 16, 185 und 190 (1935)). Hierbei wurde die Isolierung einzelner Kohlenwasserstoffe durch mehrfachen fraktioniertes Destillieren angestrebt. Das Ausgangsgemisch wurde jedoch vorerst einer Reinigung unterworfen, so daß die Olefin-K.W. als solche nicht vorliegen konnten.

Die neueste Veröffentlichung in dieser Richtung (vgl. die Bemerkungen von *Hilberath*: Untersuchungen über die Zusammensetzung des synthetischen Benzins aus CO und H₂ usw.) befaßt sich ebenfalls wie die erwähnte Arbeit von *Tropisch* und *Koch* mit der Untersuchung des leicht siedenden Anteils des Primärproduktes und zwar bis zur Molekülgröße C₇, wobei eingehend die Hg-Acetatmethode der Olefinabtrennung geschildert wird.

Aus diesen Schriftumsangaben geht hervor, daß man bisher nicht versucht hat, eine Isolierung und Identifizierung der höhermolekularen Olefine des Primärproduktes, wie sie für unsere Oxo-Synthese erforderlich kommen, durchzuführen. Ebenso wenig ist mir bekannt geworden, daß von anderer Seite über diesen Gegenstand gearbeitet worden ist.

Mit diesen Hinweisen gibt sich die Kennzeichnung der gestellten Aufgabe zu erkennen. Um zum Ziele zu gelangen, gibt es nun folgende Möglichkeiten:

- 1.) die destillative Trennung des Primärproduktes,
- 2.) den oxydativen Abbau des Primärproduktes über die Ozonide zu Fettsäuren und Überführung der letzteren in Aldehyde, Hydrazide usw.
- 3.) den Abbau der synthetischen Alkohole zu den entsprechenden Olefinen entweder durch Dehydratisierung oder Überführung in bekannte Verbindungen (Acetone usw.)

Was die experimentelle Durchführung betrifft, so läßt sich hieraus folgendes sagen:

Zu 1.) In den meisten Fällen wird es nun so sein, daß der Olefinanteil 50 % des Primärproduktes nicht übersteigt. Eine Anreicherung der Olefine durch Fraktionierung anzustreben, wird wohl zwecklos sein, da die Siedepunkte der Olefine und Paraffine einheitlicher Molekülgröße zu nahe beieinander liegen bzw. sich vielfach überschneiden. Zweckmäßiger wird man so verfahren, daß man zunächst mit Hilfe von Hg-Acetat die Olefine von den Paraffinen abtrennt, aus den Hg-Verbindungen durch Säure die Olefine in Freiheit setzt und nunmehr das paraffinfreie Olefinemisch der Fraktionierung unterwirft.

Zu 2.) Liegen olefinreiche Primärprodukte vor, kann man sofort versuchen, hieraus durch Ozonisation die Ozonide der vorhandenen Olefine herzustellen. Anschließend können in bekannter Weise die entsprechenden Fettsäuren hergestellt werden, die ihrerseits wieder nach vorheriger Fraktionierung in bekannte Abkömmlinge umgewandelt werden können. Im Falle, daß ein ^{olefin} Primärprodukt vorliegt, wird man sich hier erst den Weg über die Hg-Olefinverbindung gehen müssen und anschließend erst die Ozonide darstellen.

Zu 3.) Neben den bekannten Wasserabspaltungsverfahren zur Herstellung von Olefinen mittels H_3PO_4 , ~~aus Al_2O_3 usw.~~ könnte man diesen Reaktionsablauf zu verbessern suchen z.B. durch Anwendung neuartiger Katalysatoren. Das erhaltene Olefin könnte anschließend nach Punkt 1 bzw. 2 weiter aufgearbeitet werden. Die direkte Umsetzung der Alkohole zu andersartigen Verbindungen, deren Identifizierung und Vergleich mit Vertretern gleichen Aufbaues aber anderer Herstellungsart würde ebenfalls Rückschlüsse auf die Konstitution des Ursprungs-olefins zulassen.

TITLE PAGE

17. Vortrag von Geh. Rat Fischer im KWI am 16.4.1943.
Überblick über die Synthesen aus Kohlenoxyd u.
Wasserstoff.
Lecture by Geh. Rat Fischer to KWI on 16.4.1943.
Survey of the synthesis from carbon monoxide and
hydrogen.

Frame Nos. 115 - 116

Cxo-Gesellschaft

20 APR. 1943

Beantw.

Betr.: Vortrag von Geh. Rat Fischer im KWI am 16.4.1943.
Überblick über die Synthesen aus Kohlenoxyd u. Wasserstoff.

Die Ausführungen des Vortragenden behandelten:

- 1.) Kohlenwasserstoffe aus CO und H₂
- 2.) Weiterverarbeitung der Kogasinprodukte
- 3.) Sauerstoffhaltige Produkte aus CO und H₂
- 4.) Historischer Überblick

Im einzelnen führte er hierzu folgendes aus:

Zu 1.) Ausgehend von der Methansynthese aus CO und H₂ (BASF) und Sanderens an Ni bei 200° - 300° (1902), die keine H₂ und CH₄ erhielten, werden die ersten Anfänge der Benzinsynthese (nach Fischer-Tropsch beschrieben, die Temperaturen um 200° und Katalysatoren Ni, Co u. Fe anwendeten. Anschließend wird die Mitteldrucksynthese nach Fischer-Fischer beschrieben, die bei 200° Kator und Temp. von 200° versieht bei Drücken von 5-10 atm. Als Schritt bezeichnet Fischer die Verwendung von Fe an Stelle von Co, die aber bei gleichen Drücken eine Temp. von 240° erfordert. In der Folge auch die Art der Produkte derart beeinflusst, dass flüssige Produkte mit höheren Olefingehalten entstehen. Bei der Paraffinsynthese an Ru-Katoden geschilfert, die bei 200° oberhalb 150 atm und Temp. zwischen 200 - 300° arbeitet. Die schmelzende Kohlenwasserstoffe mit Schmp. bis zu 176° sind die in letzter Zeit im KWI ausgearbeitete sog. "Isosynthese", die die Synthese von vornehmlich verzweigten Aliphaten ermöglicht. Es ist geteilt, daß sie bei Drücken über 100 atm und Temp. von 200° sonst werden weitere Einzelheiten nicht bekanntgegeben.

Zu 2.) Hierbei beschränkte der Vortragende sich auf die folgenden Reaktionsmöglichkeiten:

- a.) Polymerisation von Olefinen zu Schmierölen
- b.) Polymerisation von Butylol zu Butylkautschuk
- c.) Anlagerung von CO + H₂ an Olefinen (Oxo-Synthese)
- d.) Gewinnung von Polymerbenzin
- e.) Thermische Spaltung zu Olefinen

f.) Oxydation zu Fettsäuren, Seifen
g.) Anlagerung von H_2O zu Alkoholen usw. usw., wobei merkwürdigerweise unterlassen blieb, darauf hinzuweisen, daß die Reaktion nach der Oxo-G.m.b.H. ihre technische Verwirklichung gefunden hat, wobei bei der Oxydation zu Fettsäuren der Fall war.

Zu 2.) Es werden zunächst die Arbeiten der BASF aus dem Jahre 1902 besprochen, woran sich eine ausführliche Beschreibung der Synthese nach Fischer-Tropsch, durchgeführt an alkalisierten Fe-Katoden und Drucken über 100 at, anschließt. Dann wird die Selektivität des CH_3OH der BASF geschildert, die die Verwendung von $ZnO-Cr_2O_3$ -Katalysatoren, ohne Alkali, vorsieht. Nach Natta sei es fernerhin gelungen, durch Zusatz von Alkali zu $ZnO-Cr_2O_3$ -Katalysatoren, höhere Alkohole, vornehmlich 1-Butylalkohol, aus $CO + H_2$ zu synthetisieren. Als Ziel der Probleme bezeichnet der Vortragende dann die Synthese von Formaldehyd aus $CO + H_2$ und damit auch der mögliche Aufbau von Kohlenwasserstoffen. Als Ausklang seines Vortrages brachte Vortr. eine historische Übersicht in Form einer Zeittafel über die Synthesen aus Kohlenmonoxid und Wasserstoff, angefangen mit der CH_4 -Synthese nach Sabatier und Boudoussin im Jahre 1902 bis zur Isosynthese nach Fischer-Pichler im Jahre 1926, die den Entwicklungsgang der Chemie der Aliphaten darlegen.

TITLE PAGE

18. Bericht über den Betrieb der Butylöl-Destillier-
Kolonne Oppau.
Report on the working of the butyl oil distilling
column at Oppau. (With two charts). March 22,
1944.

Frame Nos. 117 - 124

B e r i c h t

Über den Betrieb der Butylöl-Destillier-Kolonnen Oppau.

In der Butylöl-Destillation der I.G. in Oppau (Bau 590) wurde im Frühjahr 1943 von der Bamag Abtl. 11 eine Destillierkolonne aufgestellt, mit welcher das anfallende Rohbutylöl unter einem Druck von 4 atü stabilisiert werden soll. Diese Kolonne entstammte einer von Abtl. 7 für Credit Minier vorgesehenen und später annullierten Lieferung und war anfänglich mit 34 Glockenböden ausgerüstet.

Die Betrauung der Abteilung 11 mit der Aufstellung der Kolonne und ihrem gleichzeitigen Umbau auf Kittelböden erfolgte aufgrund einer Besprechung, welche ich am 1.9.42 mit den Herren Obering. Giehne, Dipl.-Ing. Boesler sowie Dipl.-Ing. Stoffels hatte. Ausschlaggebend war hierbei vor allem die Überlegung, daß durch die Fahrweise der Anlage eine sehr starke Flüssigkeitsbelastung des Abtriebssteiles der Kolonne bedingt ist, eine Beanspruchung, für welche die Kittelböden aufgrund zahlreicher Vergleichsversuche bei weitem die besten Erfolge aussichten versprochen. Dazu wurde dem obigen sowie dem weiteren Umstände, daß das Produkt vorwiegend aus wässrigen Alkoholen besteht und daher Neigung zum Schäumen besitzt, durch Verwendung zusätzlicher Spritzerschutzhorden aus grobem Streckmetall besonders Rechnung getragen. Das Prinzip der Anlage geht aus dem beigefügten Schema (Blatt 1) hervor. Das ankommende Rohbutylöl hat im wesentlichen folgende Zusammenstellung:

1,5	2%	Dimethyläther	F
0,8	2%	Olefine	D
0,9	2%	Ketone	D
5,8	2%	Methanol	S
1,6	2%	Propyl-Alkohol	S
24	2%	Wasser	S

Das Rohbutyl wird durch den Vorwärmer 4 von der Temperatur des Vorratsbehälters 1 (15-20°) auf t_2 angewärmt und kann über eine Eintrittsleitung an drei verschiedenen Stellen (I-III) in die Kolonne 1 eingespeist werden.

Die Zerlegung des Gemisches in der Kolonne soll nun in der Weise erfolgen, daß E + D über Kopf abgenommen werden, wobei E die Anlage größtenteils gasförmig über das Druckhalteventil 6 verläßt. Das Rücklaufverhältnis $v = \frac{R}{D}$ richtet sich nach der gewünschten Zusammensetzung von D (22% Olefin).

Die maximale Rücklaufmenge R ist gegeben durch die Förderleistung der Rücklaufpumpe 5 ($7 \text{ m}^3/\text{h}$). Aus der Zusammensetzung von M und D bzw. der gewünschten Anreicherung des Olefingehaltes von 2% auf 22% folgt, daß sich

$$\frac{D}{M} = \frac{1}{11}$$

verhalten, woraus die bereits erwähnte, starke Flüssigkeitsbelastung des Abtriebssteiles der Kolonne klar hervorgeht.

Die Kolonne selbst besitzt eine lichte Weite von 1080 mm. Die Anordnung der Einbauten ist aus Blatt 2 ersichtlich. Der Abstand von Grund (I) und Deckhorden (II), welche gleichlaufend jeweils rechts-(a) bzw. linksdrehend (b) angeführt sind, beträgt in diesem Falle 190 mm. Über den Deckhorden sind, in 90 mm Entfernung, drallfreie Spritzerschutzhorden (III) aus grobem Streckmetall angeordnet, deren Abstand zu den darüber liegenden Grundhorden sich demnach auf 100 mm beläuft.

Die erste Inbetriebnahme der Anlage am 2. Juni 1943 führte, entgegen allen Erwartungen, zu völlig unbefriedigenden Ergebnissen, indem die Kolonne bereits bei sehr kleinen Belastungen ($M = 5-6 \text{ m}^3/\text{h}$) Überreißerscheinungen aufwies. Dieser Überstand konnte auch in den darauf folgenden Tagen nicht behoben werden, obwohl eine genaue Nachrechnung, welche ich bei meinem Besuch am 8. und 9. 6. in Oppau aufgrund der mir

-II-

-II-

zur Verfügung stehenden Daten vornahm, eine für Kittelböden äußerst geringe Belastung der Kolonne ergab. Angesichts dieser Tatsache waren nur zwei Erklärungen möglich: entweder funktionierten die Mengenregler, insbesondere der Niveauregler im Sumpf der Kolonne, nicht einwandfrei, oder es waren beim Einbau der Horden in die Kolonne Fehler unterlaufen. Da die erste der beiden Möglichkeiten von der Betriebsleitung mehrfach und mit größter Bestimmtheit verneint wurde, und da außerdem der Einbau der Horden in die Kolonne von dem betreffenden Monteur erstmalig und, entgegen den getroffenen Verabredungen, ohne mein Beisein vorgenommen worden war, entschloß ich mich, die Anordnung der Einbauten in der Kolonne durch einen erfahrenen Spezialarbeiter nachprüfen zu lassen. Von unbedeutenden Fehlern abgesehen, konnten bei dieser Kontrolle jedoch keine Anhaltspunkte entdeckt werden, welche das Versagen der Kolonne auch nur im entferntesten zu erklären imstande gewesen wären. Die nach Wiedereinbau mit Luft und Wasser durchgeführten Strömungsuntersuchungen ergaben, wie nicht anders zu erwarten war, eine bedeutend größere Schluckfähigkeit der Horden gegenüber Raschigringen (25x25 mm).

Nachdem hiermit der doppelte Beweis für das Funktionieren der Kolonne selbst erbracht worden war, wäre anzunehmen gewesen, daß man demnach auf die erste der oben erwähnten Versionen zurückgegriffen hätte, zumal angesichts der Überlastung, welcher die Werke heutzutage ausgesetzt sind, ein nicht oder nur mangelhaft funktionierender Regler keine allzu große Seltenheit darstellt. Mein Verdacht wurde nach dieser Richtung hin bestärkt durch die Fahrweise, mit welcher sich schließlich, wenn auch nur behelfsmäßig, dennoch ein größerer Durchsatz durch die Kolonne erreichen ließ, indem der Vorwärmer, welcher ursprünglich als AUSTAUSCHER geschaltet war, nunmehr als Vorverdampfer mit der Hauptmenge des Heizdampfes beschickt wurde. Die Tatsache, daß die Kolonne in diesem Falle keine Überreißerscheinungen aufwies, ist m. E. nur dadurch zu erklären, daß der Flüssigkeitsstand im Sumpf der Kolonne infolge Versagens des Reglers weit in den Abtriebssteil hineinragte. Beim Betreiben des Aufkoochers im Sumpf der Kolonne wurde dadurch eine Mammtpumpenwirkung ausgelöst, die zu den beobachteten Folgen führte. Umgekehrt trat dies bei Zuführung der Hauptwärmemenge durch den Vorwärmer naturgemäß nicht ein, da ja hierbei der Dampf nicht durch die Flüssigkeit hindurchzufließen gezwungen war.

Obwohl also alle Anzeichen für die Notwendigkeit einer Überprüfung der Regler sprachen, war es mir leider nicht möglich, die verantwortlichen Stellen der I.G., insbesondere Herrn Giehne, von der Zweckmäßigkeit dieses leicht durchführbaren Schrittes zu überzeugen. Vielmehr wurde der nach Wiedereinschalten der Kolonne in den Destillationsprozeß naturgemäß erneut und in gleicher Weise auftretende Überstand i. G. -seitig nunmehr mit der Schaumneigung des Rohbutylöls erklärt, und es wurde ohne jeden näheren Anhaltspunkt im Zusammenhang damit behauptet, daß die Kittelböden besonders schaumempfindlich seien. Im direkten Gegensatz hierzu habe ich mich von Anfang an auf den Standpunkt gestellt, daß die Kittelböden infolge ihrer Rotationsströmung eine ausgesprochen schaumvernichtende Wirkung haben müssen, wie auch die in der Versuchsgruppe Dr. Edder, Ludwigshafen durchgeführten Messungen mit Athylalkohol-Wasser, ungeachtet der Schaumneigung dieses Gemisches, die erheblich größere Durchsatzleistung der Kittelböden gegenüber anderen Kolonneninbauten ergaben. Leider war die Stellungnahme der BAMAG in dieser Angelegenheit von vornherein nicht entschieden genug und gab damit Anlaß zur Entstehung haltloser Gerüchte, welche u. a. auch in das Ludwigshafener Büro weiterkolportiert wurden und, da dieses Büro für die Glycol-Destillation Auschwitz eine Kittelkolonne in Auftrag gegeben hatte, daselbst große Beunruhigung auslösten und fast zur Annullierung des Auftrages geführt hätten.

-II-

-III-

Der vorerwähnten Einstellung bezüglich der Ursache für das Versagen der Kolonne entsprechend, verlangte Herr Giehne zunächst die Untersuchung der Kittelböden auf Schaumempfindlichkeit. Diese Messungen sollten auf einem Prüfstand der Firma Canzler in Düren vorgenommen werden und wurden von Herrn G. als Vorbedingung für die Erlaubnis betrachtet, die Kolonne in Oppau mehrere Tage lang von der BAMAG aus fahren zu dürfen. Demgegenüber machte ich geltend, daß - im wohlverstandenen Interesse des Kunden - zunächst einmal die Verhältnisse an Ort und Stelle geprüft werden müßten, bevor neue Hypothesen die dazu, wie ich nochmals betone, lediglich von Vermutungen ausgingen, mit erheblichem Zeitaufwand auf ihre Stichhaltigkeit hin nachgeprüft würden.

Es wurde in dieser Frage schließlich eine Einigung erzielt, indem die I.G. von ihrer Forderung abging und unser Herr Dr. Wisselink Anfang Oktober mit der Klärung der Frage nach dem unbefriedigenden Funktionieren der Kolonne beauftragt wurde. Die in Oppau inzwischen eingetretenen Fliegerschäden verhinderten allerdings eine sofortige Lösung dieser Aufgabe, da die Kolonne vorübergehend für andere Destillationszwecke benutzt werden mußte. Nachdem auch der weitere Versuch, die Kolonne nach der von uns erstmalig in Griesheim angewandten Methode systematisch mit Ortho- und Parachlortoluol als reinem Zweistoffgemisch auf ihre Trenn- und Durchsatzleistung hin zu untersuchen aus Zeitmangel vorerst zurückgestellt werden mußte, wurde die Anlage wieder ihrem ursprünglichen Zweck zugeführt und mit Rohbutylöl beschickt, womit die Voraussetzung zur Klärstellung des strittigen Problems nunmehr gegeben war.

Es wurde deshalb beschlossen, die Kolonne im Rahmen eines Versuches, welche I.G.-seitig von Herrn Dr. H a a r e r, BAMAG-seitig von Herrn Dr. Wisselink und mir gemeinsam durchgeführt werden sollte, gleichmäßig mit der zurzeit zur Verfügung stehenden Rohbutylölmenge ($M = 20 \text{ m}^3/\text{h}$) zu beschicken und unter sorgfältiger Kontrolle aller Regelorgane die Heizdampfmenge schrittweise vom Vorheiz- auf den Aufkocher zu verlagern ($G_{M1} = 0$; $G_{M2} \text{ max.}$; wobei $G_{M1} + G_{M2} = \text{const.}$). Um die Vorgänge in der Kolonne selbst möglichst schnell und genau verfolgen zu können, war beabsichtigt, die Differenzdrücke im Verstärkungs- sowie im Antriebsteil der Kolonne an p_1 und p_2 getrennt zu messen. Leider war es uns jedoch trotz wiederholter Bemühungen nicht möglich, die Differenzdruckmesser in einen betriebsfähigen Zustand zu versetzen, was vor allem darauf zurückzuführen sein dürfte, daß die starke Kondensation der Dämpfe in den Steigleitungen, welche zu den Niveaugefäßen führen, Flüssigkeitspfropfen bildet. Es wäre künftig erforderlich, diese Leitungen zumindest zu isolieren, wenn nicht gar zu beheizen.

Wir mußten uns im vorliegenden Falle darauf beschränken, die Zusammensetzung des Kopfproduktes als Kriterium für den Betriebszustand der Kolonne zu betrachten, da ein Überreifen von Rohbutylöl einen starken Rückgang des Olefingehaltes im Destillat auslösen würde. Natürlich ist durch diese Fahrweise eine etwas längere Wartezeit zwischen den einzelnen Versuchspunkten erforderlich, die in dem vorliegenden Falle mit 30-45 Minuten bemessen. Die Latenzzeit ist dieser Überreifezeit außerdem an dem partiellen Anstieg der Rücklaufmenge R zu erkennen.

Diese Versuche wurden am 16. d. M. begonnen und bis zum 22. d. M. durchgeführt. Die Meßwerte sind in Tabelle I, ihre Auswertung in Tabelle II zusammengestellt. Der Gang der Auswertung ist nachstehend wiedergegeben. Es muß vorausgeschickt werden, daß angesichts der vielfältigen und schwankenden Zusammensetzung des Produktes Näherungsrechnungen durchgeführt werden konnten. Trotzdem wurde ein größtmäßiges an Genauigkeit angestrebt und zweifelsohne erreicht.

Die im Vorheiz- bzw. Aufkocher zugeführten Wärmemengen errechnen sich aus:

$$Q_{M1} = G_{M1}(t'' - t') - 15\%$$

$$Q_S = G_S(t'' - t') - 15\%$$

Hierbei ist ($p_D = 11,5 \text{ ata}$; $t_D = 240^\circ$); $t'' = 696 \text{ kcal/kg}$
 $t' = t_{Da}$

Der Abstrahlungsverlust ist, der Jahreszeit entsprechend, mit 15% angenommen.

Für die dem Rohbutylöl im Vorwärmer zugeführte Wärmemenge gilt außerdem:

$$Q_{M2} = M \cdot \rho_M \cdot \Delta t_M$$

$$M' = M \cdot \rho_M \text{ kg/h}$$

$$\rho_M \approx 850 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_M \approx 0,92 \text{ kcal/}^\circ\text{C h}$$

$$\Delta t_M = t_{M2} - t_{M1} \text{ }^\circ\text{C}$$

Hieraus folgt die Bedingung:

$$Q_{M1} = Q_{M2}$$

welche, wie die Aufstellung in Tab. II zeigt, mit etwa 10% Genauigkeit erfüllt wird.

Die im Kondensator abgeführte Wärmemenge ist:

$$Q_K + Q_R$$

wobei:

$$Q_K = K' \cdot r_K$$

$$K' = K \cdot \rho_K \text{ kg/h}$$

$$K = R + Dm^3/\text{h}$$

$$\rho_K \approx 750 \text{ kg/m}^3$$

$$r_K = 200 \text{ kcal/kg}$$

und

$$Q_R = R' \cdot t_u \cdot q_K$$

$$R' = R \cdot \rho_K \text{ kg/h}$$

$$\Delta t_u = t_K - t_R$$

$$q_K \approx 0,7 \text{ kcal/}^\circ\text{C}$$

Hieraus errechnet sich die effektive Dampfgeschwindigkeit im Verstärkungsteil der Kolonne zu:

$$w_{\text{veff}} = \frac{Q_K + Q_R}{\rho_K \cdot r_K} \cdot 22,4 \cdot \frac{273 + t_K + t_M}{2} \cdot \frac{1}{P} \cdot \frac{1}{3600 \text{ (h)}}$$

$$P = 4 \text{ ata}$$

$$\rho_K \approx 42 \text{ kg/Mol}$$

$$F = 0,915 \text{ m}^2$$

Demgegenüber ist die effektive Dampfgeschwindigkeit im Antriebsteil der Kolonne gegeben aus:

$$w_{\text{aeff}} = \frac{Q_S}{\rho_S \cdot r_S} \cdot 22,4 \cdot \frac{273 + t_S + t_M}{2} \cdot \frac{1}{P} \cdot \frac{1}{3600 \text{ (h)}}$$

$$r_S \approx 250 \text{ kcal/kg}$$

$$\rho_S \approx 32 \text{ kg/Mol}$$

Die mit α bezeichneten Werte wurden, ausgehend von den physikalischen Konstanten der Einzelkomponenten, unter Berücksichtigung ihrer jeweiligen Konzentration ausgemittelt.

Zum Zwecke einer Vergleichsmöglichkeit wurden die obigen Dampfgeschwindigkeiten auf Luft von 20° umgerechnet nach der Beziehung:

$$w = w_{\text{eff}} \cdot \sqrt{\frac{\gamma_{\text{eff}}}{\gamma_L}}$$

wobei

$$\gamma_{\text{eff}} = \frac{M}{22,4} \cdot \frac{273}{273+t_m} \cdot P \text{ kg/m}^3$$

Aus Tab. 2 ist zu ersehen, daß die Geschwindigkeit w_v im Verstärkungsteil der Kolonne, entsprechend dem kleinen Rücklaufverhältnis $v = 1,5$, ziemlich gering und nahezu unverändert ist, während die Dampfgeschwindigkeit w_d im Abtriebsteil der Kolonne, von einem sehr kleinen Anfangswert ausgehend, eine starke Zunahme bis nahezu auf den doppelten Wert von v aufweist. Während also bei Versuch 1-3 ein Teil des Rohbutylöls bereits in dampfförmigem Zustand in die Kolonne eintrat, wurde bei den folgenden Versuchen in steigendem Maße ein Teil des im Kolonnensumpf bzw. im Aufkocher erzeugten Dampfes zur Anwärmung des Rohbutylöls auf die an dieser Stelle herrschende Siedetemperatur benutzt, t_{Mz} , und erhöht außerdem damit durch seine Kondensation die Flüssigkeitsbeaufschlagung der Horden im Abtriebsteil der Kolonne.

Diese spezifische Flüssigkeitsbeaufschlagung ϕ errechnet sich nach:

$$\phi = \frac{M' + \frac{Q_S}{r_S} - D'}{F} \text{ kg/m}^2$$

Die Versuchsergebnisse bzw. deren Auswertung in Tab. 2 lassen mit aller nur wünschenswerten Deutlichkeit erkennen, daß von einer echten Begrenzung des Durchsatzes durch die Kittelböden gar keine Rede sein kann. Besonders der Versuch Nr. 9 bestätigt anhand der hohen Werte von w und ϕ , sogar gerade im Gegenteil die bei Vergleichsversuchen mit anderen Kolonneneinbauten bisher stets beobachtete Tatsache einer unter Berücksichtigung des Austauscheffektes wesentlich größeren Durchsatzleistung der Horden.

Es sei mangels geeigneter Unterlagen vorläufig dahingestellt, ob sich eine wesentliche Spanne bis zum Erreichen der Belastungsgrenze der Kolonne verbleibt oder nicht. Aufgrund des letzterwähnten Versuches (9) steht jedenfalls fest, daß bei einer vernünftigerweise mit Siedetemperatur erfolgenden Einspeisung des Rohbutylöls in die Kolonne im vorliegenden Falle eine Steigerung des Durchsatzes von:

$$M = 20 \text{ m}^3/\text{h}$$

auf

$$M_1 = \frac{\phi \cdot F}{M \cdot D'} \cdot M = 31 \text{ m}^3/\text{h}$$

möglich ist (=55%);

Darüberhinaus ließe sich selbstverständlich eine weitere Erhöhung durch Verdampfung eines Teiles des Rohproduktes im Vorheizer erreichen, da die Dampfgeschwindigkeit w_d im Verstärkungsteil der Kolonne angesichts der dort geringeren Flüssigkeitsbeaufschlagung erheblich höher als die w_v gewählt werden kann, wobei als Vorteil hinzukommt, daß die Kittelböden, welche im oben untersuchten Falle mit $w_v = 0,5-1,0 \text{ m}^3/\text{sec}$ sehr schwach belastet waren, bei stärkerer Belastung erfahrungsgemäß eine Verbesserung ihrer Austauschwirkung aufweisen.

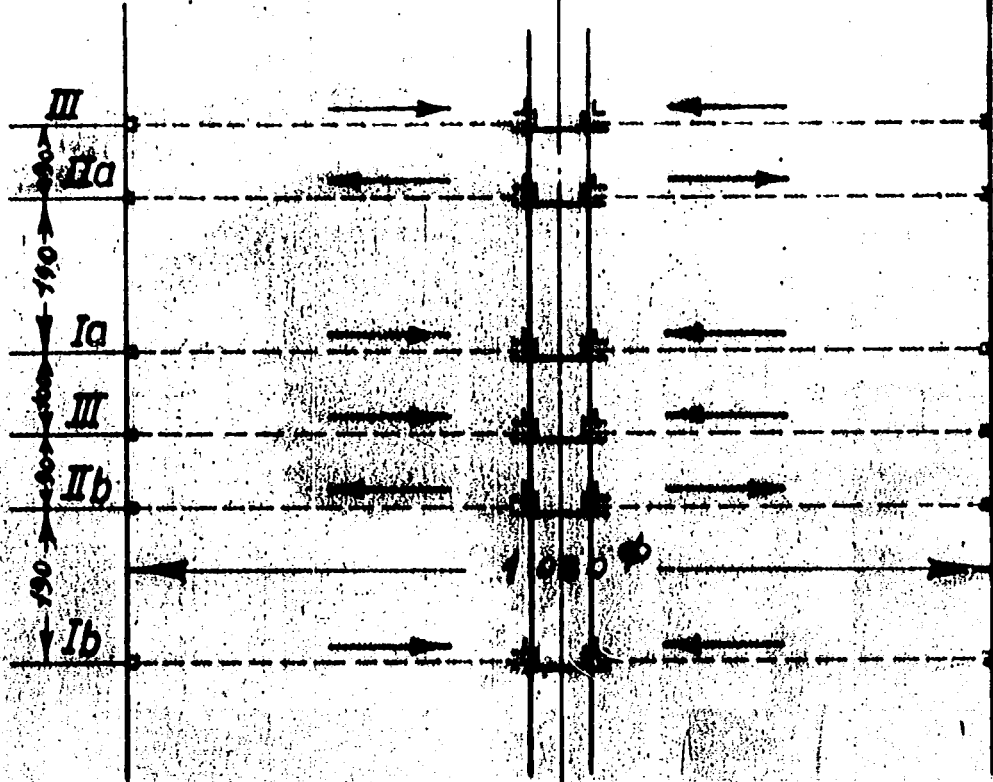
-VI-

Es ist bedauerlich, daß der oben beschriebene Versuch, dessen Zustandekommen hauptsächlich der Verständnisbereitschaft des Herrn Dr. Haarer zu verdanken ist und durch welchen indirekt die Richtigkeit meiner anfangs geäußerten Vermutung bezüglich des Verungens des Reglers bestätigt wird, trotz unserer dahin ehenden Mühen, nicht schon zu Beginn der erwähnten Schwierigkeiten durchgeführt wurde. Im Hinblick auf die Geringfügigkeit der Ursache wäre in diesem Falle beiden Teilen erheblicher Zeit- und Arbeitsaufwand erspart geblieben.

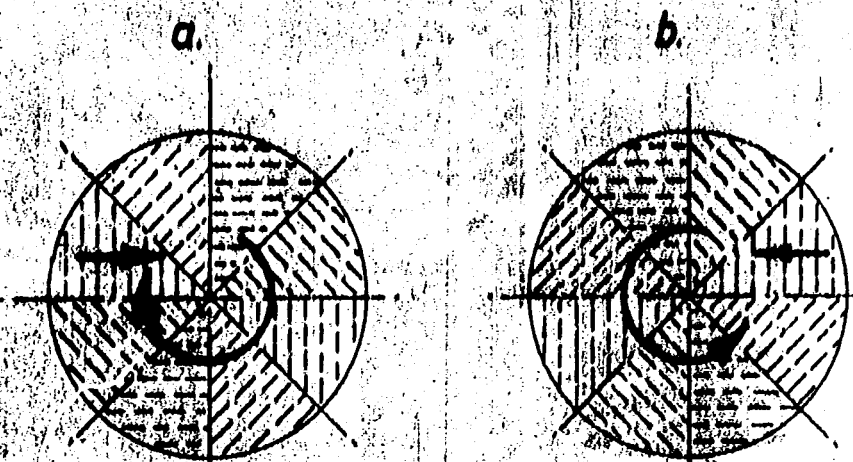
gez. W. Kittel

Kronberg, den 22.3.44

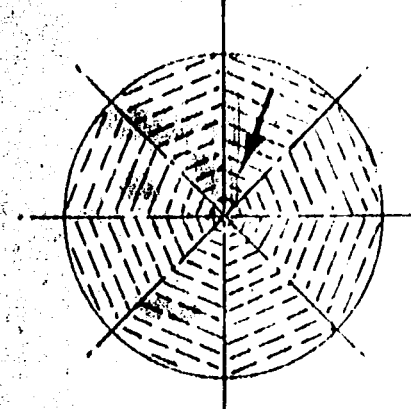
Anordnungs-Schema der Horden



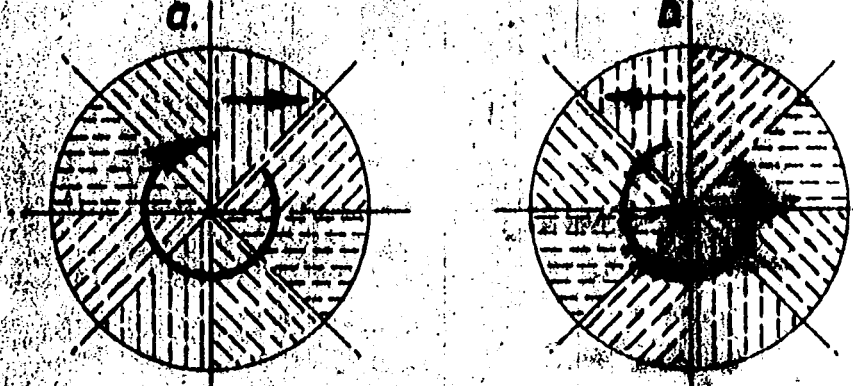
I. Grundhorden:



III. Spritzerschutz:



II. Deckhorden:



Iu.II: Streckmetall 4x42x5x2

II: Streckmetall 2x42x5x2

Bericht über den Betrieb der Destillations-Anlage Oxo

TITEL SEITE

19. Vorankündigung der Gesehungskosten der Oxo-Anlage
 in Oberhausen-Holten zur Herstellung v. 15000 Jato
 Ethylalkohol.
 Estimated production costs of Oberhausen-Holten
 for a yearly output of 15000 tons per year of
 higher alcohols. Feb. 28, 1943.

Georg Meißner
allgemeine Bau- und
Oberhausener-Höfen

Oberhausener-Höfen, am 20.2.43 1b/V.

125

1210

Veranschlagung

zur Ausführung der Umwälze in Oberhausener-Höfen
zur Herstellung von 15 000 Tonne Fettalkohol.

	RM	RM
1. Material	6 000 000,--	
2. Lohn	1 000 000,--	
3. Sonstige	770 000,--	6 577 500,--
4. Material		481 600,--
5. Lohn		1 131 250,--
6. Sonstige		381 000,--
7. Material		125 000,--
8. Lohn		97 000,--
9. Sonstige		30 000,--
10. Material		440 000,--
11. Lohn		22 500,--
12. Sonstige		120 450,--
13. Material		100 000,--
14. Lohn		3 000 720,--
15. Sonstige		9 582 220,--
16. Material		1 485 000,--
17. Lohn		120 000,--
18. Sonstige		11 200 000,--
19. Material		100 000,--
20. Lohn		11 007 220,--
21. Sonstige		

[Handwritten signature]

Station ist ein Klauen-
... 7 Klassen vorgesehen
... beträgt bei 15 000 Jato
... 1 000 to Alkohole-Paraffin
... schärfe von 99% ist ein
... notwendig. Bei 15 000
... gibt sich ein Standardpi-

7,2 to/h

... die ...
... die ...
... die ...
... die ...
... die ...

78 000 Jato

... die ...
... die ...
... die ...
... die ...
... die ...

43 000 to.

Gesamtmenge
Hochdr.Dampf 121 000 Jato

... die ...
... die ...
... die ...
... die ...
... die ...

3 200 Jato

... die ...
... die ...
... die ...
... die ...
... die ...

17 000 Jato

b) Stromerzeugung und -verbrauch

Hier ergab sich für die Stromerzeugung
von 1000 kWh die folgenden Werte:

1. 1000 kWh Stromerzeugung
2. 1000 kWh Stromverbrauch

Die Stromerzeugung erfolgt durch
Verbrennung von Kohle in einem
Kessel, der mit Wasser gefüllt ist.
Die Wärme des Kessels wird durch
ein Rohr, das mit Wasser gefüllt ist,
übertragen. Das Wasser im Rohr
kocht und das Dampferzeugnis
treibt die Turbinen an.

1. 1000 kWh Stromerzeugung	250 kWh
2. 1000 kWh Stromverbrauch	144 kWh
3. 1000 kWh Stromerzeugung	210 kWh
4. 1000 kWh Stromverbrauch	604 kWh
5. 1000 kWh Stromerzeugung	5 200 kWh

c) Die Stromerzeugung durch die Oxobrom-Verfahren

1. 1000 kWh Stromerzeugung	250 kWh
2. 1000 kWh Stromverbrauch	144 kWh
3. 1000 kWh Stromerzeugung	210 kWh
4. 1000 kWh Stromverbrauch	604 kWh
5. 1000 kWh Stromerzeugung	5 200 kWh

Die Stromerzeugung durch die Oxobrom-Verfahren beträgt 4 900 000 kWh³

Die Gesellschaft
mit beschränkter
Haftung

Die Gesellschaft hat im Jahre 1912
einen Gewinn von 400 000 M.
erzielt, aus dem eine Dividende
von 100 000 M. an die Aktionäre
ausbezahlt wurde. Der Rest des
Gewinns von 300 000 M. ist in
Reserve für die nächsten Jahre
zurückgelegt.

400 000 M.
1 200 000 M.
1 600 000 M.

Die Gesellschaft hat im Jahre 1913
einen Gewinn von 500 000 M.
erzielt, aus dem eine Dividende
von 150 000 M. an die Aktionäre
ausbezahlt wurde. Der Rest des
Gewinns von 350 000 M. ist in
Reserve für die nächsten Jahre
zurückgelegt.

150 000,00

TITLE PAGE

80. Herrn Dr. Landgraf. Betr. Monatsbericht Januar 1944.
An Dr. Landgraf Concerning the Monthly Report,
January, 1944.

Frame Nos. 132 - 133

132 Oberhausen-Holtten, den 3. Februar 1944

Herrn Dr. Landgraf,

Betr.: Monatsbericht Januar 1944.

3 FEB 1944
Beamt.

A. Allgemeine Arbeiten.

Die im Vormonat begonnenen Fotoarbeiten betr. Betriebsanweisungen unserer physikalischen Geräte wurden fortgesetzt und zum Abschluß gebracht. Originale dieser Vorschriften befinden sich nicht mehr im Labor. In Form von Arbeitsvorschriften wurden ferner niedergelegt:

Best. der Ameisensäure (Nr. 6.)
Gesamtanalyse (Nr. 7.)

Die Untersuchung einer zweiten Probe C_{16} -Alkohol für die Ringsetzung I. d. J. gab folgende Werte:

OH-Zahl	=	213,5	(Mittelwert von 7 Best.)
HO-Zahl	=	0,7	
IZ	=	0,3	
IZ	=	5,3	
Mol.-Gew.	=	241,2	241,9 (Dtsch. Mit. Phenol)

Die letztgenannte Bestimmung wurde anschließend auf verschiedene andere Oxo-Alkohole ausgedehnt, um die Genauigkeit der Methode zu erproben. Das Ergebnis wurde bereits im Schreiben vom 28.1.44 mitgeteilt.

Von Olefinen, hergestellt aus Oxo-Alkoholen unter Verwendung verschiedener Dehydratisierungsmittel, wurde die endständige Jodzahl bestimmt um festzustellen, welchen Einfluß das Wasserabspaltungsmittel hierauf hat. Nachfolgende Tabelle gibt die Ergebnisse dieser Untersuchung an:

Ausgangs- Alkohol	Dehydrat. Mittel	J.Z. des Olefins nach Kr.	E.S.Z. d. Olefins	% endst. doppelt
C_{11} -ol	$Zn Cl_2$	160,8	19,2	11,95
C_{11} -ol	H_2SO_4	151	25,2	16,7
C_{16} -ol	H_2SO_4	98,8	11,6	11,8

Man ersieht daraus, daß bei der Dehydratisierung primärer Alkohole durch $Zn Cl_2$ und H_2SO_4 eine weitgehende Verschiebung der Doppelbindung eintreten ist.

Die schon des Öfteren erwähnte Hg-archatmethode zur Olefinabtrennung haben wir ebenfalls auf ein C_{15} -Olefin angewandt. Die Umsetzungen verliefen hierbei ebenso glatt wie bei den früheren Versuchen gleicher Art. Die Jodzahl des Olefins betrug $109,9 = 91,2\%$ gegenüber $58,1 = 44,7\%$ Olefin des Ausgangsproduktes. Die Brauchbarkeit der Methode bis zum C-Zahl-Bereich C_{15} ist damit bewiesen.

-II-

Ein weiterer Versuch gleicher Art, bei dem ein Kobaltkreislaufprodukt eingesetzt wurde, zuvor aber mit ZnO_2 entalkoholisiert, ist noch nicht abgeschlossen.

An Fotearbeiten fertigte das Labor an:

440 Photokopien (Negative + Positive, Format Din A 4 und Din A 5)

64 Fassen (Format Din A 4)

Nachdem uns vom Hauptlabor die Unterlagen für den Bau einer Feinschnittkolonne ausgehändigt wurden, ist es möglich, daß innerhalb der nächsten Wochen uns eine betriebsfertige Kolonne von fremder Seite hergestellt wird.

B. Betriebsuntersuchungen:

Mit Beginn des Monats wurden die täglichen Kokegas- und Wasseruntersuchungen aufgenommen. Die der Vordestillation entstammenden Betriebsproben umfassen (s. Analyse Nr. 67 bis 145):

71 Frymringeledeanalysen mit gleichzeitiger Magler-Ablesung,
etwa ebenso viele d_{20} , SPL- und nD_{20} -Bestimmungen, ferner 40 Rauchgasuntersuchungen.

C. Personalwesen:

Infolge Krankheit waren folgende Gfm. längere Zeit abwesend:

Berger	von 3.1. - 19.1.
Kraut	" 10.1. - 12.1. und " 13.1. - 24.1.
Silerik	" 20.1. - 31.1.

In Urlaub befinden sich:

Liesen	seit 12.1.
Gebel	" 19.1.

Sonstige Vorkommnisse sind nicht zu berichten.

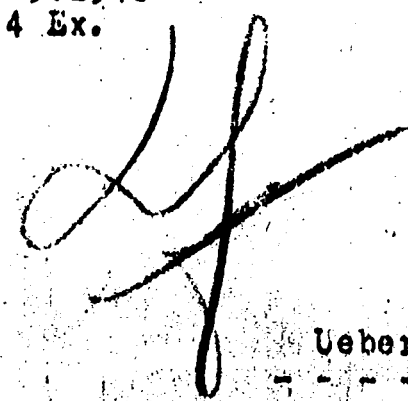
ABSTRACT

21. Über Alkohole und Fettsäuren der Kohlenchemie.
Alcohols and fatty acids of carbon chemistry (with
tabular analysis of characteristics in synthetic
mediums). March 16, 1940.

Trans Nos. 134 - 144

32

Abteilung 51
L. Ames / Lew.
16.3.1940.
4 Ex.



Ueber Alkohole und Fettsauren der Ruhrchemie.

1. Eigenschaften des Alkohols:

Nr.	Eingang	O-Kette	Menge g	Aeusserer Zustand
6	29.1.40	11	ca. 2 000	farbl.; flüssig
7	" " "	12	" 800	" "
8	" " "	14	" 1 200	" ; fest-kristallin
9	" " "	15	" 800	" " "
11	5.2.40	16	" 750	" " "
12	12.2.40	13	" 750	" ; flüssig
13	12.2.40	14	" 850	" ; fest-krist.
14	12.2.40	15	" 1600	" " "

Siedeanalyse I

Ansatz : 250 g.

Fr.	Siedepunkt °C bei 760 mm	Ausbeute		OHZ:	JZ:	Prim. Alkohole		Norm-K-Wc	C-Kette	
		g	Gew.-%			O-Kette theor.	OHZ: theor.			
1	85-135	20,0	8,1	17,2	29,7	ca. C ₃ +C ₄	ca. 844	ca.	C ₇ -C ₉	
2	135-145	17,0	6,8			"	"	"	"	"
3	145-160	12,7	5,0	"	"	"	"	"	C ₉	
4	160-175	10,5	4,2	"	"	"	"	"	C ₁₀	
5	175-190	11,5	4,6	"	"	"	"	"	C ₁₀₋₁₁	
6	190-205	23,0	9,2	251	7,6	"(C ₈)C ₉	389	"	"	C ₁₁
7	205-215	31,0	12,4			"(C ₈)C ₉				"
8	215-225	19,5	7,8	"	"	"(C ₉)C ₁₀	"	"	"	C ₁₂
9	85-225	145,2	58,0	"	"	"	"	"	"	C ₇ -C ₁₂
10	225-235	17,5	7,0	"	"	"(C ₉)C ₁₀	"	"	"	C ₁₂ -C ₁₃
11	235-260	14,0	5,6	"	"	"	"	"	"	C ₁₃ -C ₁₄
9+10	225-260	31,5	12,6	"	"	"	"	"	"	C ₁₂ -C ₁₄
11	260-290	14,5	5,8	255	5,9	"	301	"	"	C ₁₅ -C ₁₆
12	290-320	7,5	3,0			"				"
13	320-345	7,5	3,0	"	"	"	"	"	"	C ₁₉ -C ₂₀
14	345-365	13,5	5,4	186	5,0	"	207	"	"	C ₂₁
15	365-395	12,0	4,8			"				"
16	395-415	14,0	5,6	160	10,4	"	188	ub.	"	C ₂₄
11-16	260-415	69,0	27,6	"	"	"	"	"	"	"
17	über 415	5,0	2,0	"	"	über C ₂₀	"	"	"	"

+) Die Fraktionierung wurde in einer kleinen Kolonne (n. Vigreux) - 400 x 35 mm - vorgenommen; ab Frakt. 10 wurde im Vacuum bei 15 mm destilliert.

Schlussfolgerung:

Aus Kennzahlen und Siedeanalyse ist zu erkennen, dass sich die Alkohole in den höheren Fraktionen anreichern. Eine vollkommene Trennung der Alkohole von den Kohlenwasserstoffen durch eine fraktionierte Destillation des vorliegenden Gemisches ist nicht möglich.

II. Sulfonat.

131

a) Gesamt-Gemisch.

Sulfonierte Anteile des Alkohol-Wasserstoff-Gesamtgemisches : ca. 54 %
 Unsulfiertes Anteil : 46 %.

C:	H:	OH:	S:	JS:	Ausgangs-JZ:
81,4	13,7	42,2	1,7	15	15,7

125 g des Unsulfierten wurden aus einer 1/2 m hohen Füllkörperkolonne fraktioniert destilliert.

Frakt.	g	%	Sdp. b. 12 mm	Sdp. b. 760 mm	ungefähre C-Kette nach d. Sdp.
1	17	16,6	32-42°	140-153°	C ₉
2	18	14,4	42-62°	153-177°	C ₁₀
3	19	15,2	62-76°	177-196°	C ₁₀ -C ₁₁
4	21	16,8	76-88-106°	196-211-234°	C ₁₁ -C ₁₃
5	43	34,4	Rückstand wurde aus einer Stichelkolonne weiterdestilliert.		
	118	97,4			
1	10		121-164°	252-301°	C ₁₄ -C ₁₇
2	9		164-215°	301-357°	C ₁₇ -C ₂₁
3	22		Endrückstand über C ₂₁		

Das Sulfonat war ein farbloses, klar wasserlösliches trockenes Pulver, das ein befriedigendes Schaum- und Netzvermögen besitzt, dagegen aber einen nur geringen Wascheffekt zeigt.

54

b) Fraktion 220 - 395° (ca. 45 % des Ges.-Gemisches)
OHZ: 250.

Sulfonierter Anteil : 85 %
Unsulfiertes " : 15 %

OHZ: 8,9 SZ: 1,7

Siedeverhalten von 15 g des Unsulfierten...

Frakt.	g	%	Sdp. b. 15 mm	Sdp. b. 760 mm	C-Kette n. Sdp.
1	3	20	125-140°	248-260°	C ₁₄ -C ₁₅
2	3	20	(140-160)176°	269-292-312°	C ₁₅ -C ₁₆
3	7	46,7	176-270°	312-416°	C ₁₆ -C ₁₇
4	1	6,6			
	14	93,4			

Das Sulfonat war ein schwach gelb gefärbtes, schütteres, klar wasserlösliches Pulver, dessen Waschvermögen ebenfalls unbefriedigend war. Schaum- und Netzvermögen waren gut.

III. Natronseife.

a) Gesamt-Gemisch.

Die aus dem Alkohol-K.-Gesamtemisch in einer Ausbeute von 5% gewonnene Fettsäure war flüssig und zeigte neben dem Geruch auch einen schwachen, unangenehmen Beig

Kp.: 1,5 110-234°, Sz: 296, Vz: 304, U: 0, UV: 2,9 %

Siedeanalyse:

Ansatz: 150 ccm.

Fract.	Siedebereich °C/mm	ccm	%	Sz:
1	110-121/1,5	46	30,6	260
2	121-132/1,5	32	21,3	312
3	132-152/1,5	20	13,3	304
4	152-185/1,5	16	10,6	262
5	185-234/1,5	29	19,3	209
Rückst.		7	4,6	168

Dieatronseife besitzt in Konzentrationen, die für textiltische Zwecke in Frage kommen, ein geringes Schaum-, Netz- und Waschvermögen.

b) Fraktion 220 - 395° (ca. 45 % des Ges.-Gemisches)
U: 250.

Die aus der Alkohol-Kw.-Fraktion in einer Ausbeute von 82 % hergestellte Fettsäure war ebenfalls flüssig und besaß einen unangenehmen Feigeruch.

Kp.: 1,5 120-230°, Sz: 273, Vz: 276, U: 1,3, UV: 3,5 %

Dieatronseife besitzt ein befriedigendes Netzungsvermögen, in der Auserwirkung erreicht die Seife jedoch Kern- und Hartseife nicht ganz.

Das Schaum- und Netzvermögen ist in Konzentrationen, die für textilstische Zwecke in Frage kommen, gering.

Stückseife ist beim Handwaschversuch ausreichend im Schaum- und Reinigungsvermögen. Die Seife und die gewaschenen Hände besitzen jedoch einen unangenehmen, stark anhaftenden Geruch.

Abteilung 51
Dr. Linné / Lew.
16. 1. 1940.
4 Ex.

Ueber Alkohole und Fettsäuren der Runchemie.

4.) Alkohol - Kohlenwasserstoff - Gemisch, erhalten
am 10. Januar 1940.

I. Eigenschaften des Alkohols.

13,5 kg gelb gefärbtes, dünnflüssiges Öl, das einen starken
Geruch nach Benzin-K.-Ölen und niederen Fettsäuren besitzt.

Kennzahlen:

SZ: 0,8; VZ: 11; OZ: 16,5; COZ: 10; CZ: 15,7; Mol.-Gew. 215;
C = 79,6 % ; H = 13,7 % ; O ber. 6,5 %

Theoret. Sauerstoffgehalt nach der OZ:	4,73 %
" " " " COZ:	0,22 %
" " " " VZ:	0,32 %
" " " " OZ, CZ, und COZ:	5,33 %

Schlussfolgerung:

Im H₂-Gemisch liegen rund 73 % des vorhandenen Sauerstoffs
als Alkohol vor. Etw. 18 % des Sauerstoffes sind weiter durch
die OZ-, COZ-, oder VZ-Bestimmung erfasst worden.

Rechnungen :

Nr.	D-Kette	Siedepunkt °C	Siedepunkt °C	Siedepunkt °C		Siedepunkt °C	Siedepunkt °C	Siedepunkt °C	Siedepunkt °C
				gef.	theor.				
6	11	312,5	326	0,5	2,8	76,8	14,7	1,4	1,4
7	1	290	301	0,5	7,1	0	0,7	77,07	14,7
8	14	210	202	0,4	5,1	0	1,7	75,55	13,7
9	15	223	240	0,4	5,7	0	0,4	79,33	13,7
11	16	227	231	0,5	4,0	0,2	2,5	79,50	13,7
12	13	270,5	280	0	4,5	5,3	0	79,05	13,7
13	14	254	262	0,5	3,1		2,5	78,81	13,7
14	15	237	246	0,6	4,7	1,3	2,3	78,35	13,7

Sieberechnungen :

Nr.	D-Kette	Siedepunkt °C		Schmelzpunkt °C
		gef.	theor.	
6	11	108-121/11 mm	131,25	-
		121-129/ "		
		129/ "		
7	14	132-136/12 mm	143,25	-
		136-141/ "		
		141/ "		
8	14	130-147/12 mm	167,14	20,7
		147-163/ "		
		163/ "		

Nr.	Kette	Siedepunkt °C.		Sulfonspuren °C.		
		ref. 1	unver.	gef. Steig.	unver. Steig.	unver. Steig.
9	12	3,2 %	145-164,5/12 mm.			30,5
		2,4 %	164,5-173/12 "			
		1,4 %	ab. 173 "			
11	16	5,0 %	110-135,1 mm.	193,2,5	11-13,5	4,5
		92,0 %	135-147/12 "			
		3,0 %	ab. 147 "			
12	14		143-145/12 mm.	155,5/12		30,5
13	14	4,0 %	141-151/12 mm.	160/10		38
		94,0 %	151-174,5/12 "			
		2,0 %	ab. 174,5/12 "			
14	18	5,0 %	166-170/12 mm.			45,5
		92,0 %	170-193 "			
		3,0 %	ab. 193 "			

II. Sulfonat.

Die Sulfonate sind sämtlich farblose, in der Wärme klar wasserlösliche Pulver. Die Sulfonate aus C_{14} und C_{15} -Alkoholen ergeben wässrige Lösungen, die sich in der Kälte trüben.

Die beiden Sulfonate aus C_{14} u. C_{15} -Alkoholen besitzen mit dem normalen Fettalkohol-Sulfonat etwa gleichwertige Lösungs- und Schaumvermögen. Das Schaumvermögen des Sulfonates aus C_{12} -Alkohol ist geringer als das der beiden vorerwähnten Sulfonate, und dasjenige aus C_{11} -Alkohol ist bedeutend geringer.

Das Schaum- und Fettsvermögen sämtlicher Sulfonate ist gut. Der Schaum ist bei den Sulfonaten aus C_{14} u. C_{15} -Alkoholen gut und bei denjenigen aus C_{12} u. C_{11} -Alkoholen weniger gut beständig.

III. Wassereisen.

Die Alkohole lassen sich sämtlich in fast theoretischer Ausbeute in die entsprechenden Fettsäuren überführen.

Kenndaten der Fettsäuren:

Nr.	C-Kette	SS:	VZ:	SZ: theor.	SZ nach d. SZ:	UV: %
6	11	224	299	302	299	0,7
7	12	283,5	288,5	290	275	0,5
8	14	247	251	246	226	0,3
9	15	231	236	232	211	0,6
11	16	215,5	217	219	215	1,2
13	14	243	244	246	239	0,8
14	15	230	236	232	224	1,4

Siedeverhalten:

Nr.	C-Kette	Siedebereich ° C min.	Schmpt. ° C.
6	11	137-140/2	-
7	12	137-141/1	24,5
8	14	171-174/3,5	33
9	15	170-173/1,5	36
11	16	180-184/2,5	45,5
13	14	143-146/0,4	33
14	15	158-160/1,2	34

- 5 -

Die Katronseifen aus den C_{11} u. C_{12} -Alkoholen verfügen über geringe Schaum- und Wischwirkung.

Die Katronseifen aus den C_{14} - C_{15} u. C_{16} -Alkoholen unterscheiden sich durch ein vorzügliches Wasch- und Schaumvermögen. Das Netzvermögen ist befriedigend.

Sämtliche Seifen besitzen einen teils schwachen, teils stärkeren unangenehmen Geruch, der mit diesen Seifen gewaschenen Händen lange anhält.

TITLE PAGE

22. Analysen-Protokoll (Vordestillation). Rohprodukt
für Oxo-Synthese.
Records of primary distillation analyses. Raw
material for the Oxo-Synthesis.

Frame Nos. 145 - 152

Nr. 6

Analysen-Protokoll
(Vordestillation).

Oxo-Gesellschaft m.b.H.

Standprobe Nr.: Datum:

Kolonne: Dest.-Nr.:
Rohprodukt für Oxo-Synthese

Produkt:

Probe Nr.: Zeit:

Engler-Siedeanalyse:

Siedebeginn:	170	°C
5 Vol. % :	180	"
10 " :	180	"
15 " :	190,5	"
20 " :	190,5	"
25 " :	202,5	"
30 " :	202,5	"
35 " :	216,5	"
40 " :	216,5	"
45 " :	231	"
50 " :	231	"
55 " :	247	"
60 " :	247	"
65 " :	26%	"
70 " :	26%	"
75 " :	278	"
80 " :	278	"
85 " :	295	"
90 " :	295	"
95 " :		"

Prismring-Siedeanalyse:

Siedebeginn:		
bis	°C:	Vol. %
"	°C:	"
"	°C:	"
"	°C:	"
"	°C:	"
"	°C:	"
"	°C:	"
"	°C:	"

Siedeende: °C = Vol. %

Rückstand: Vol. %

O-Zahl (Ber.):

Siedeende: 310°C = 98 Vol %

Rückstand: Vol. %

S K Z

D₂₀

S P L : Vol. %

OH-Zahl: =

NZ : =

VZ : =

EZ : =

CO-Zahl: =

Gesamt-O₂-haltige: %

SPL-O₂-haltige: %

Jodzahl: =

Ozon-JZ: =

n_D²⁰:

% Alkohol

% Fettsäure

% Ester

% Ketone

%

% Olefine 33,1 % Vol.

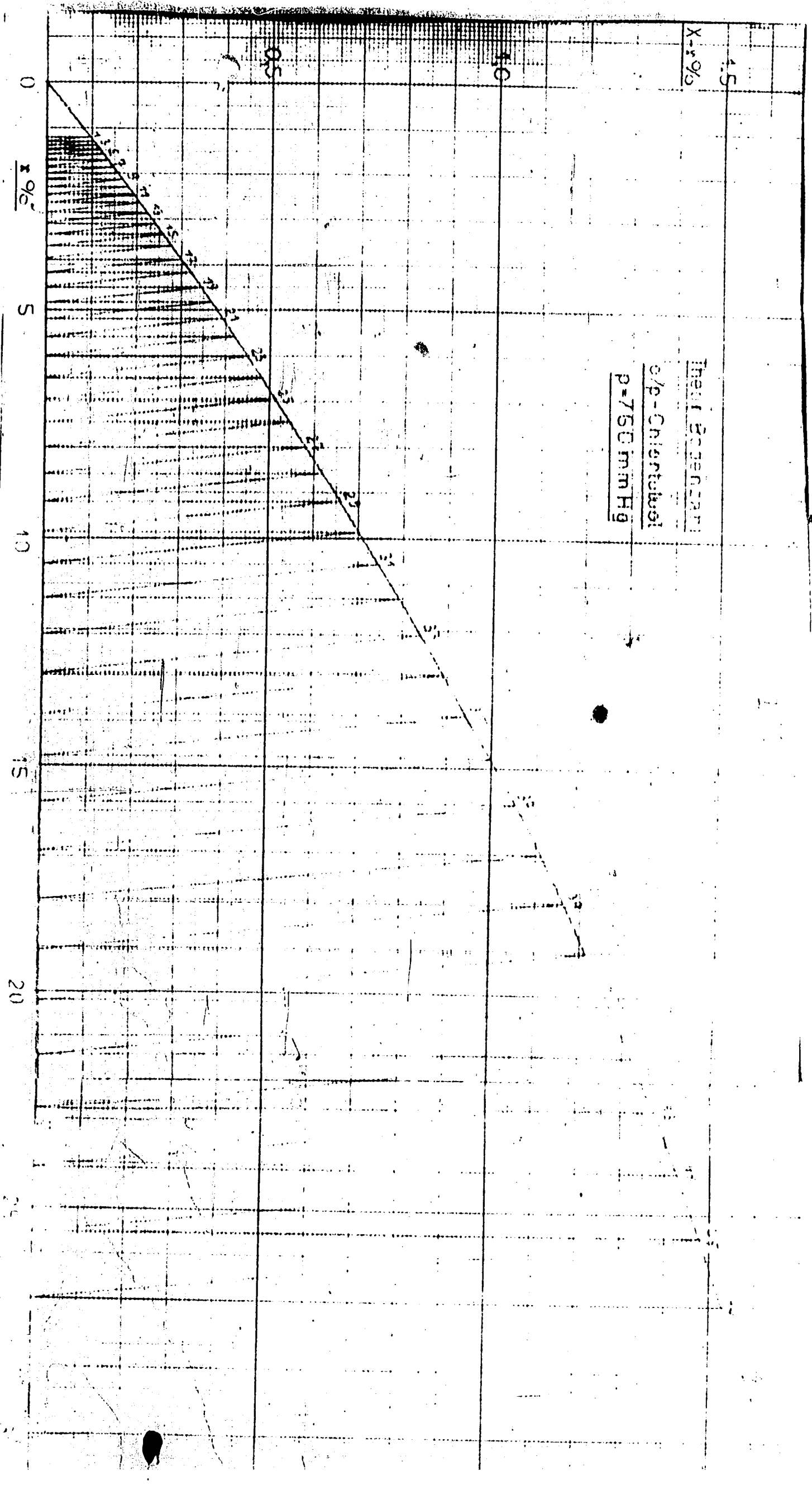
% Olefine

0.2.44

Betriebs-Analyse Nr.:

Oberhausen-Holten, den

OXO-Labor:



Inert Gas Carrier
 o/p - Chromatograph
 p-750 mm Hg

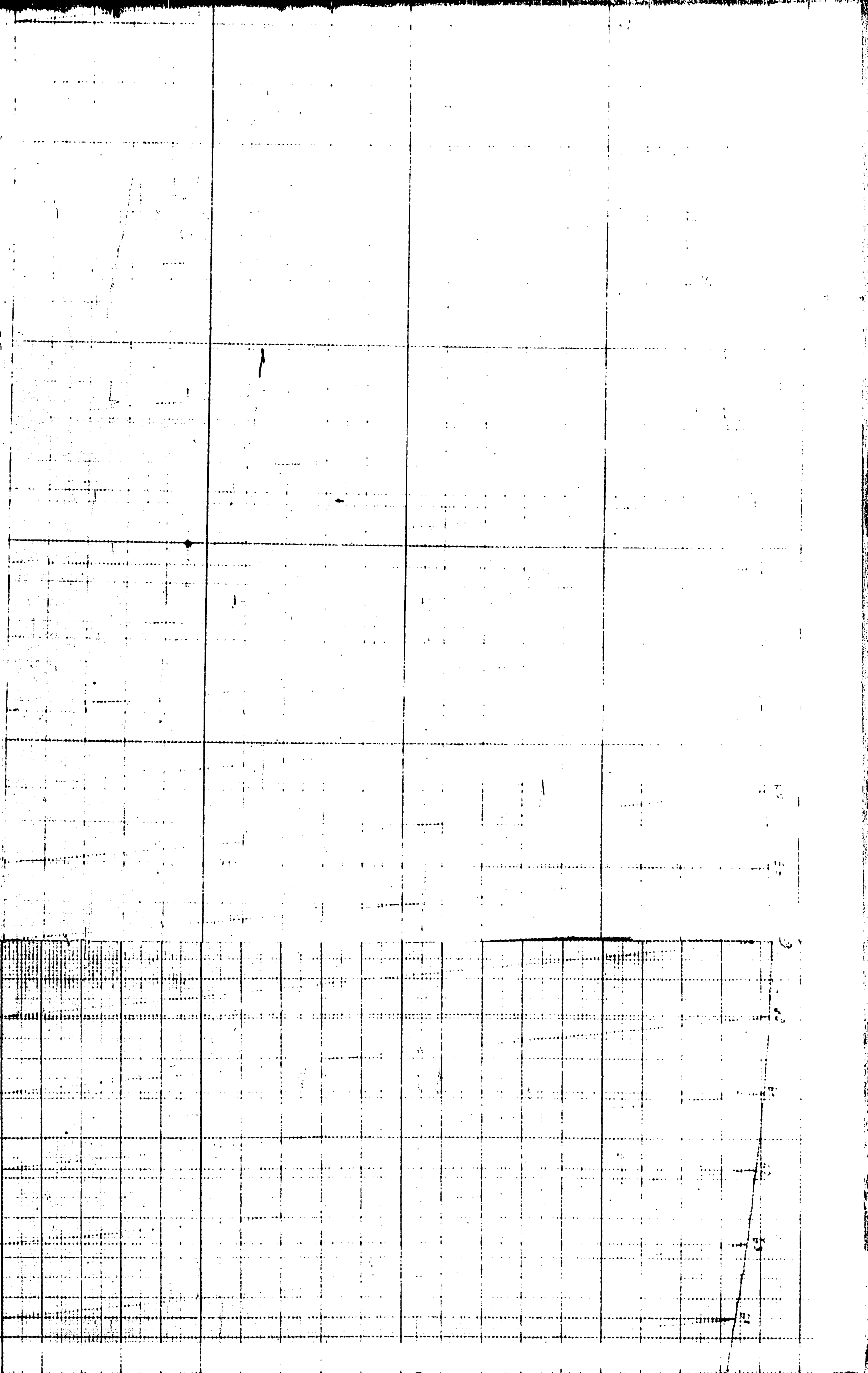
35

5

50

55

60



60

60

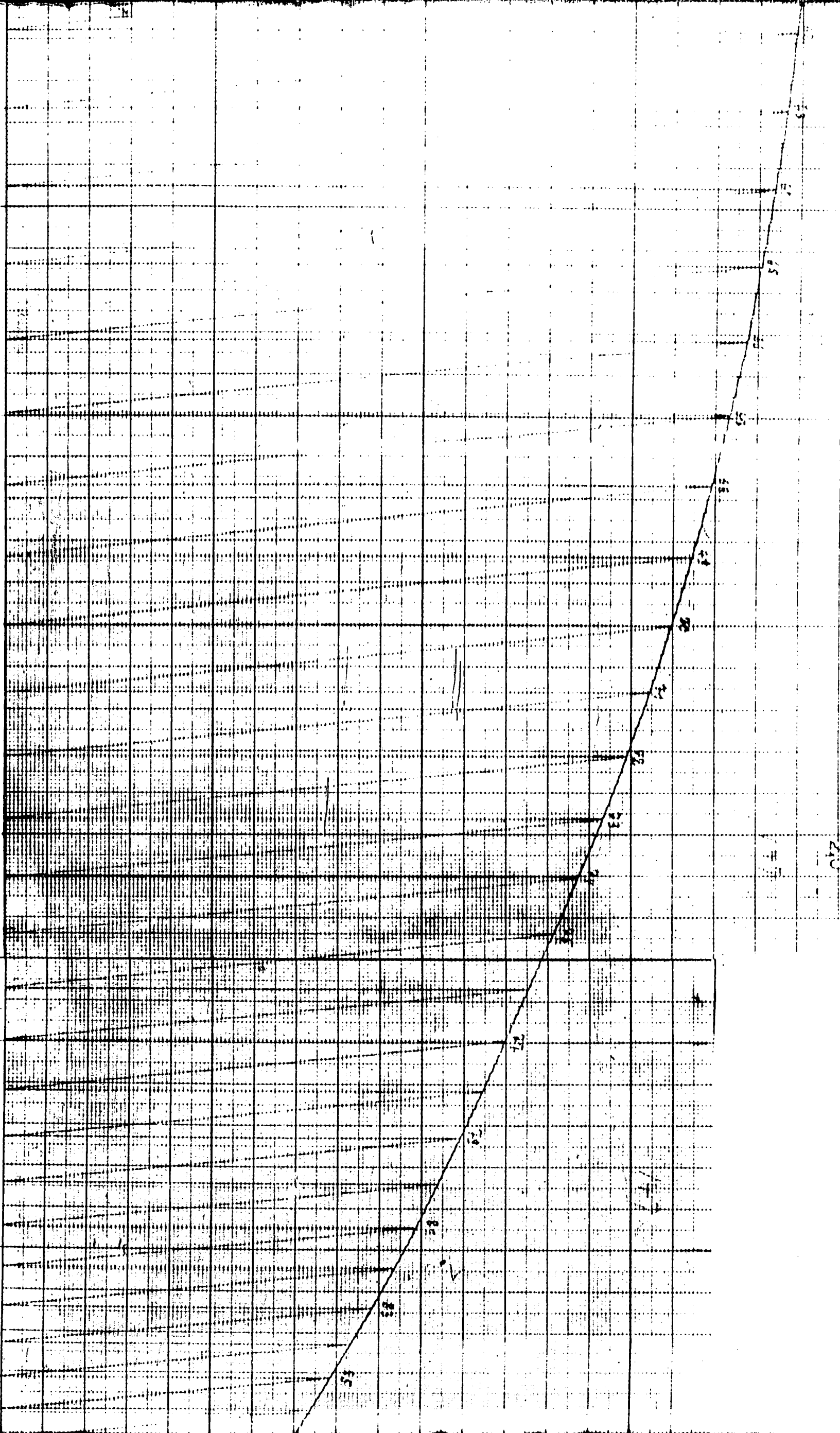
65

70

75

80

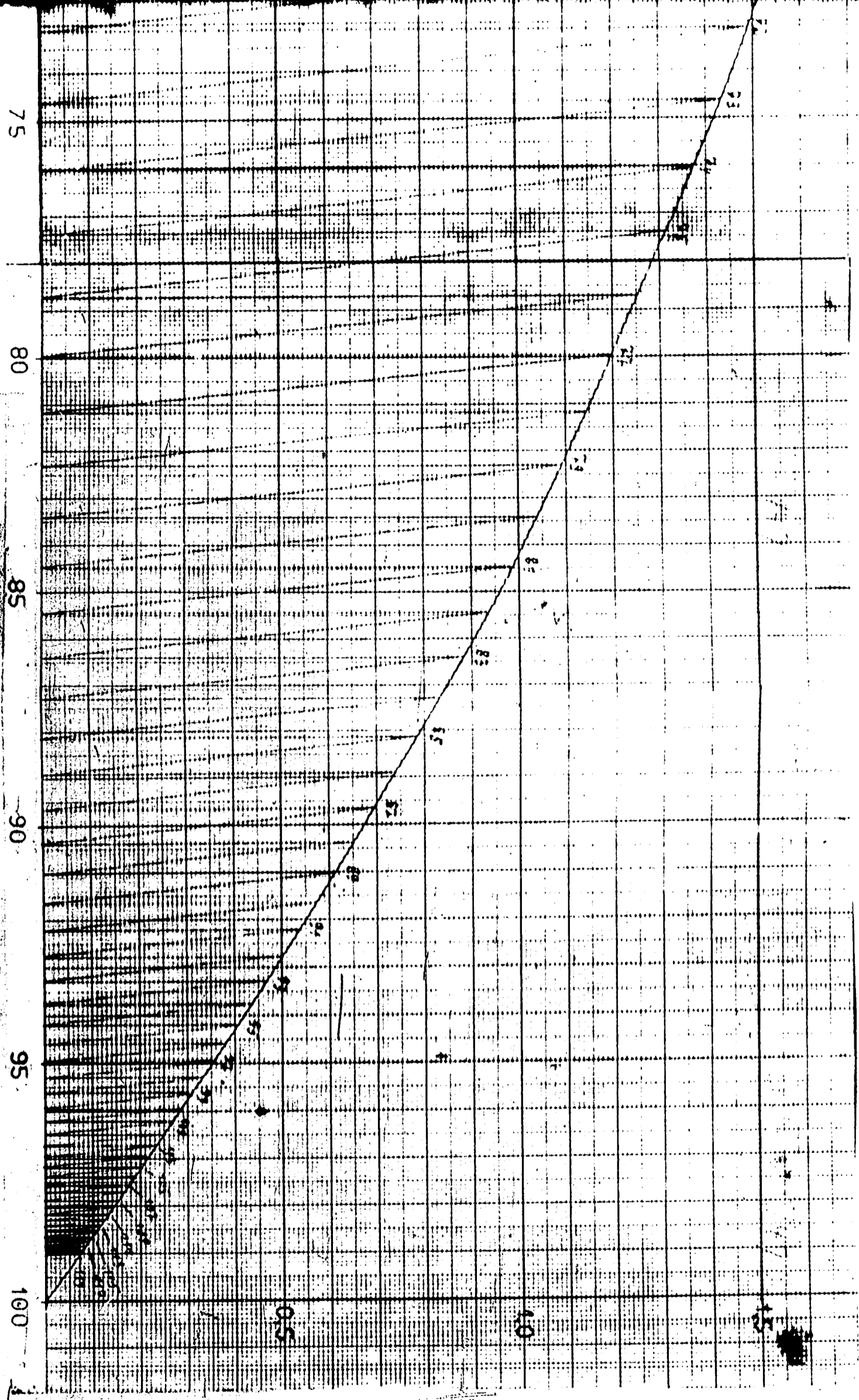
85



2.0

75

23



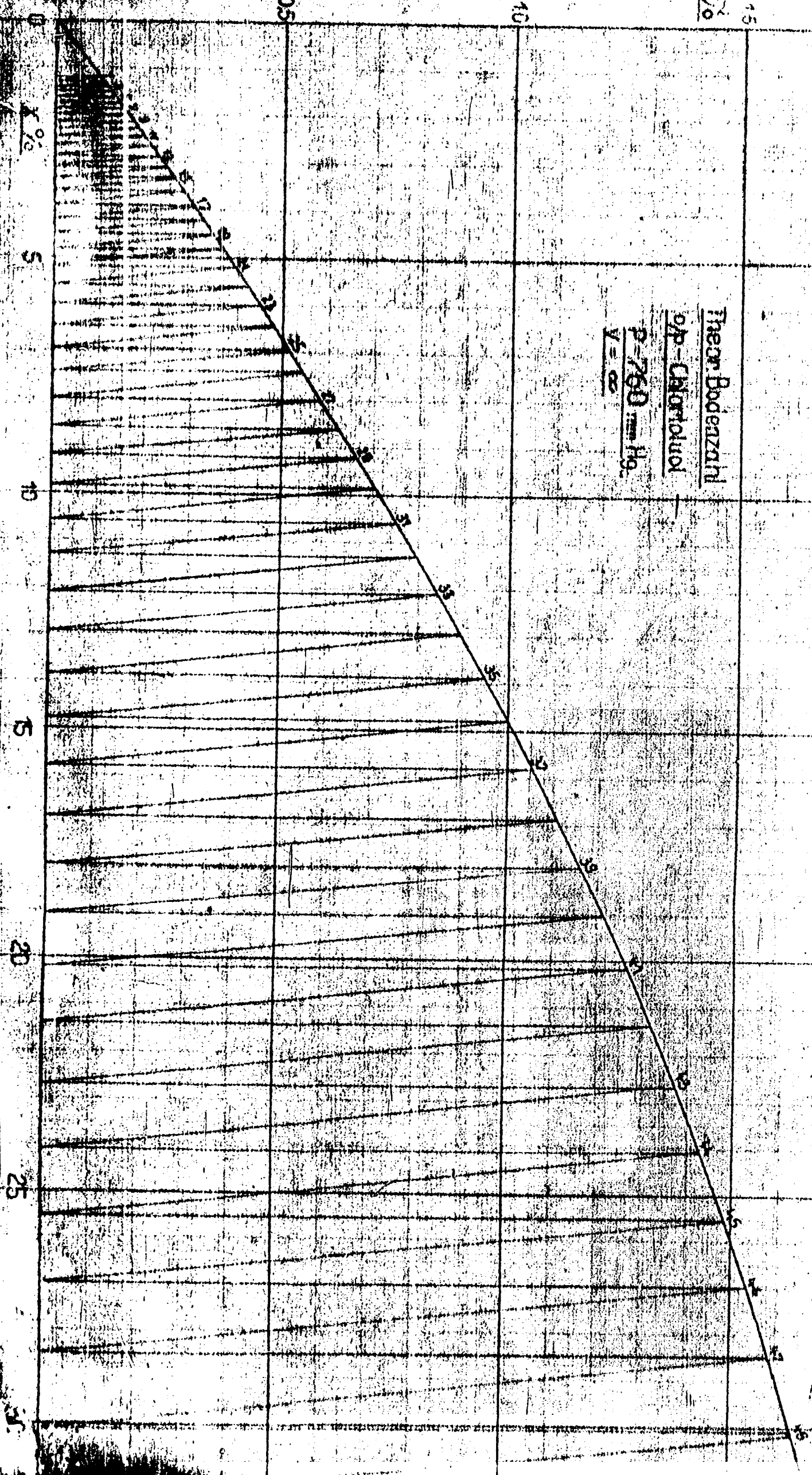
X-20

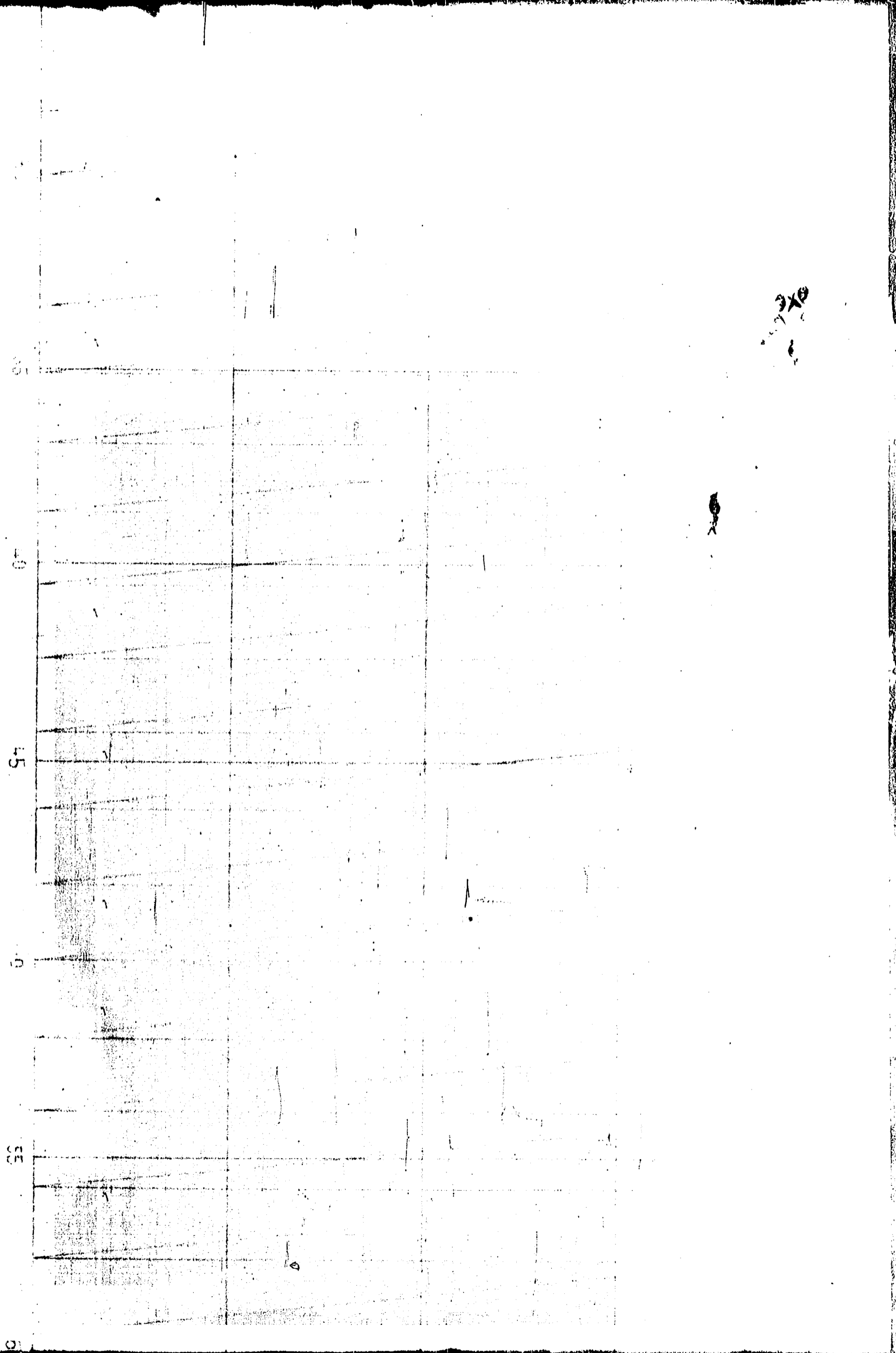
10-

05-

X-1
15
10
05

Freem. Bodenzahl
o/p - Chloridulol
P-760 mm Hg.
V = ∞





10

20

35

40

55

60

STAMP

85

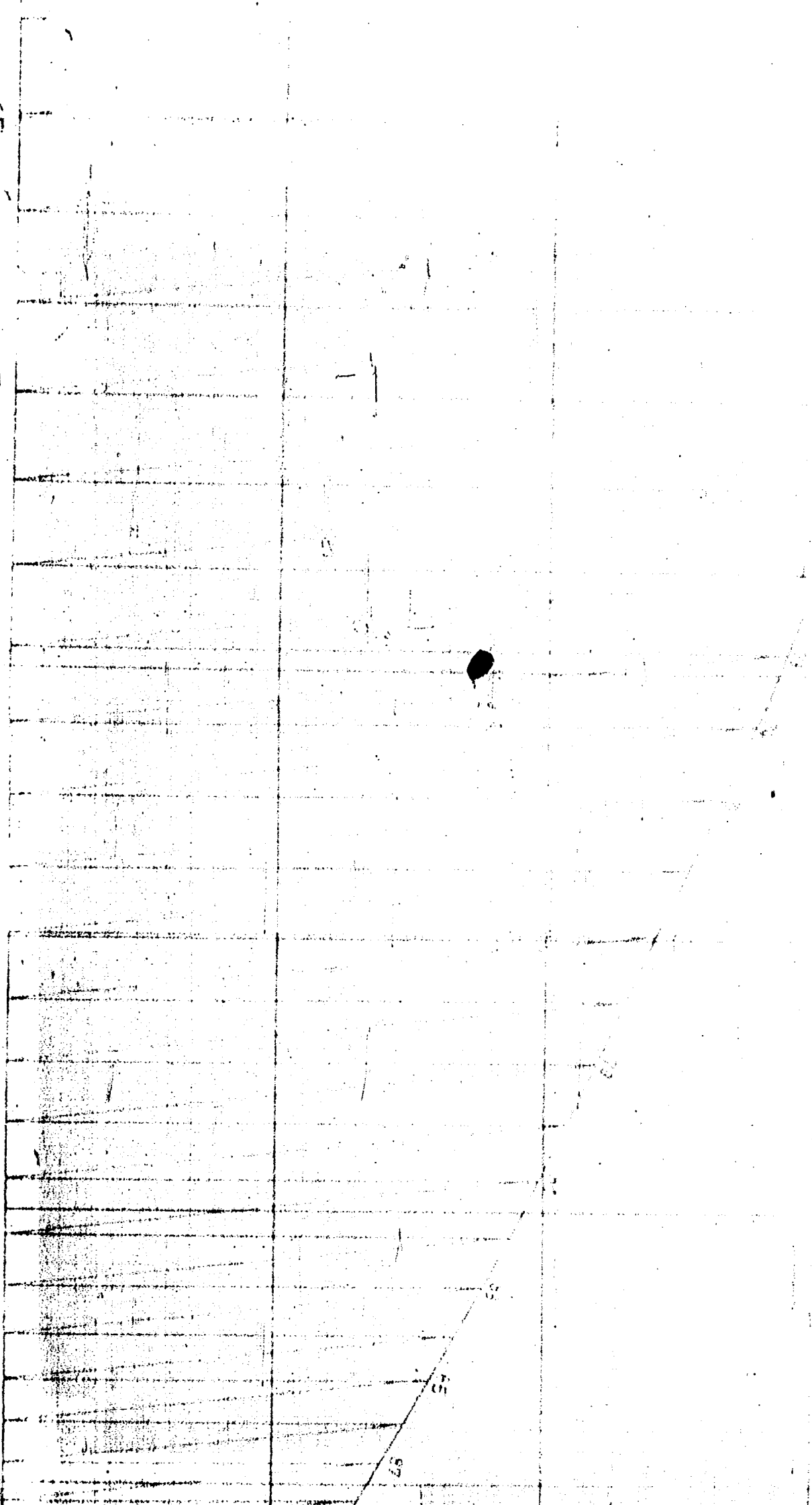
70

25

50

85

70



75

40

30

149

40

30

30

100%

(1)

81

70



99

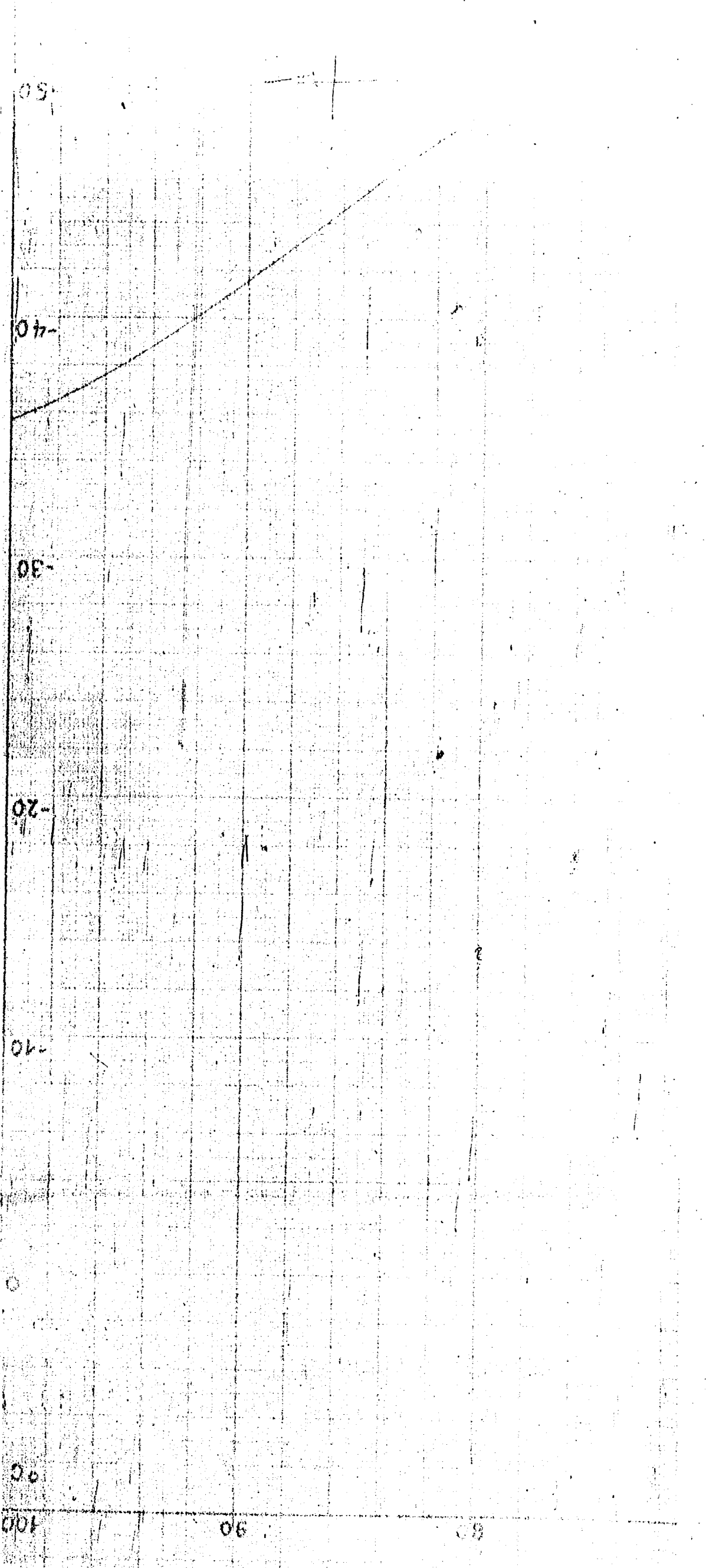
80

70

149

671

0.0040%

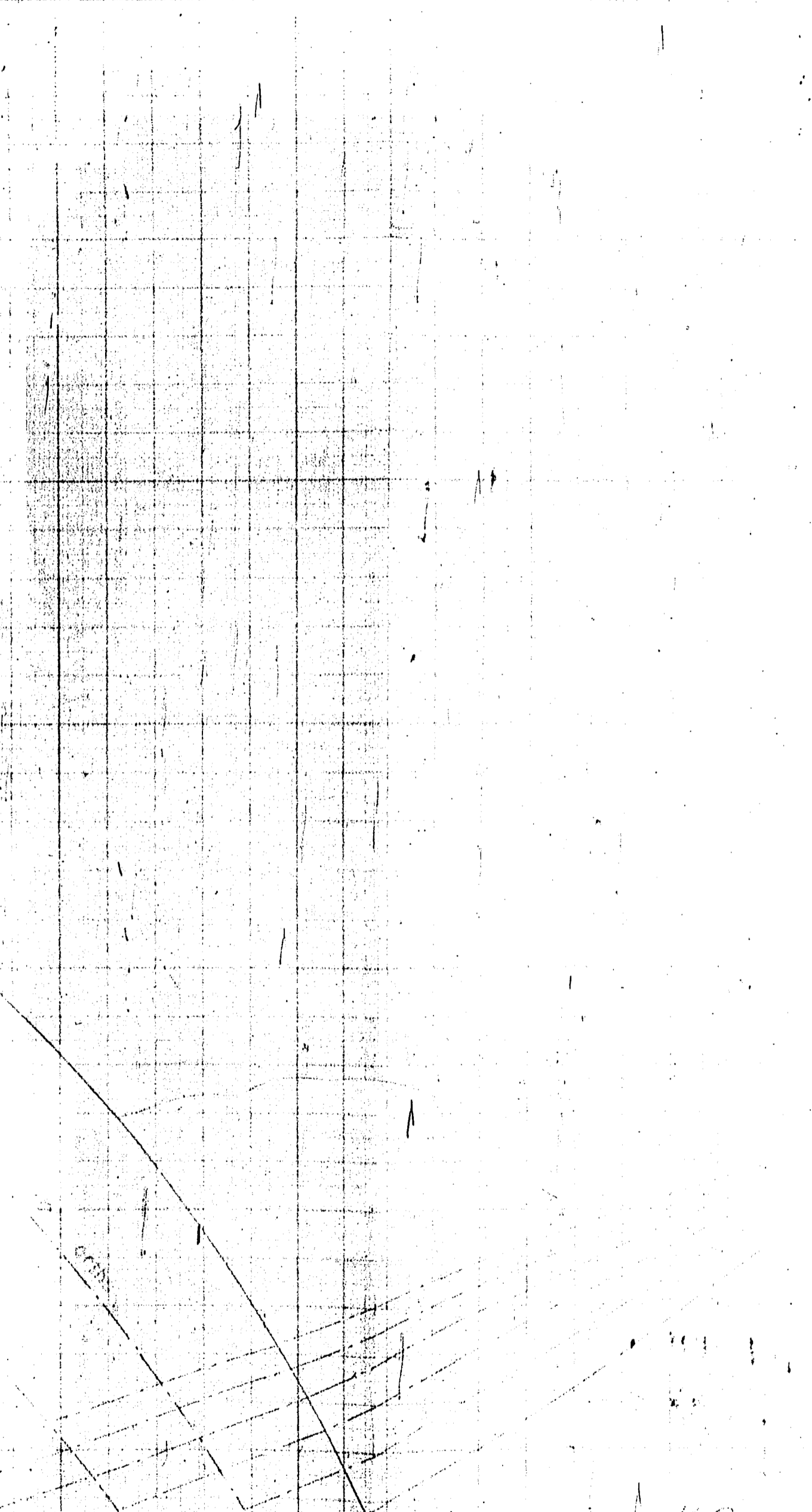


671

150

60

70



50

60

70

80

150

150

20

30

40

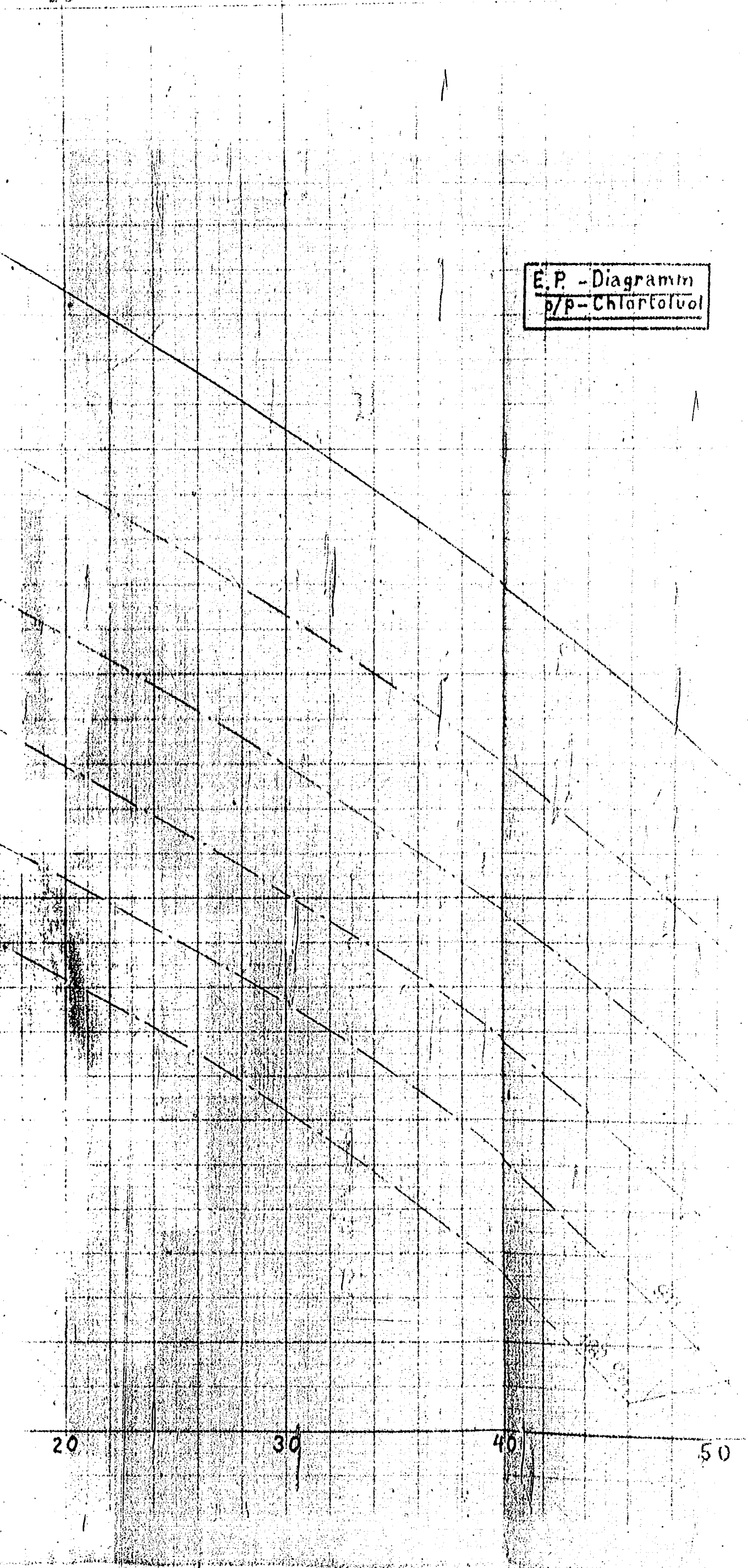
E. P. - Diagramm
p/p - Chloroform

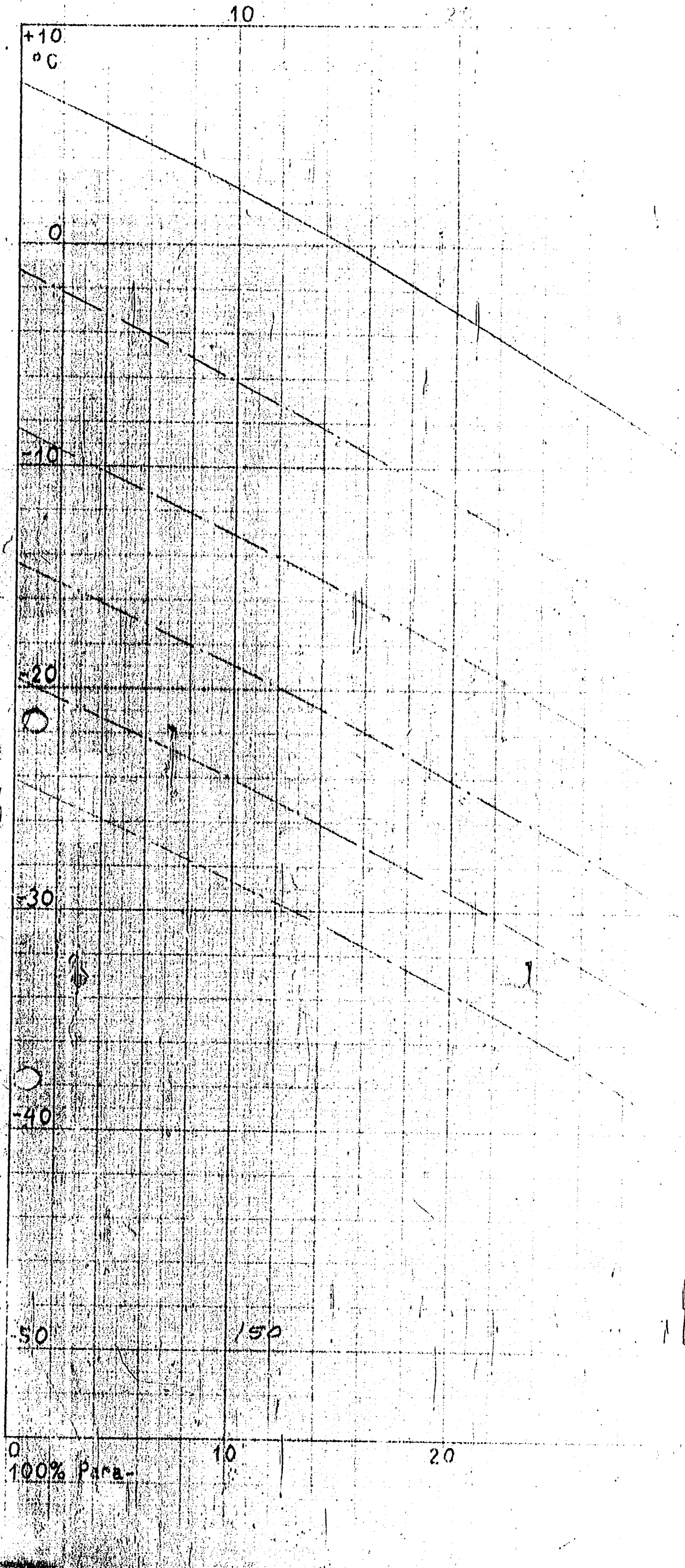
20

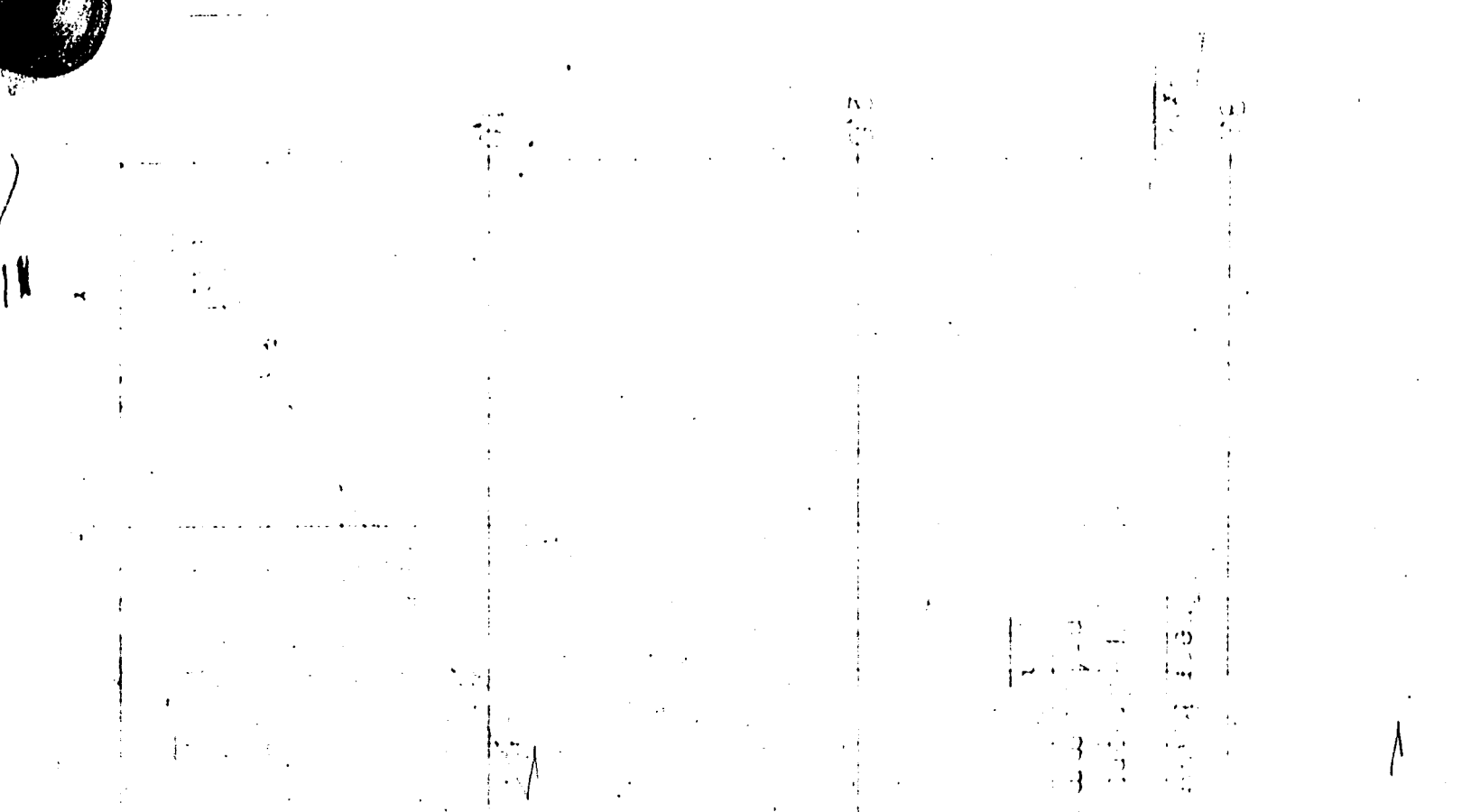
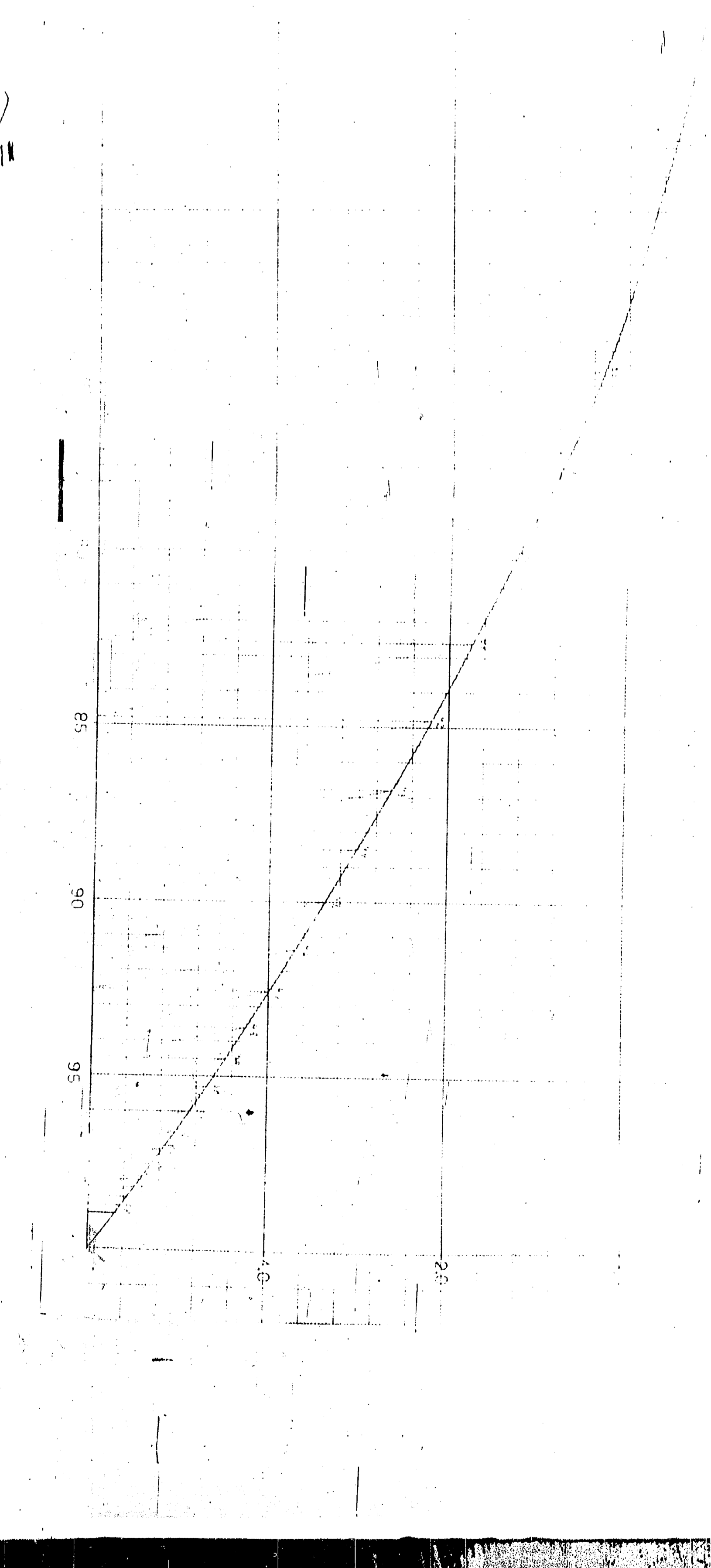
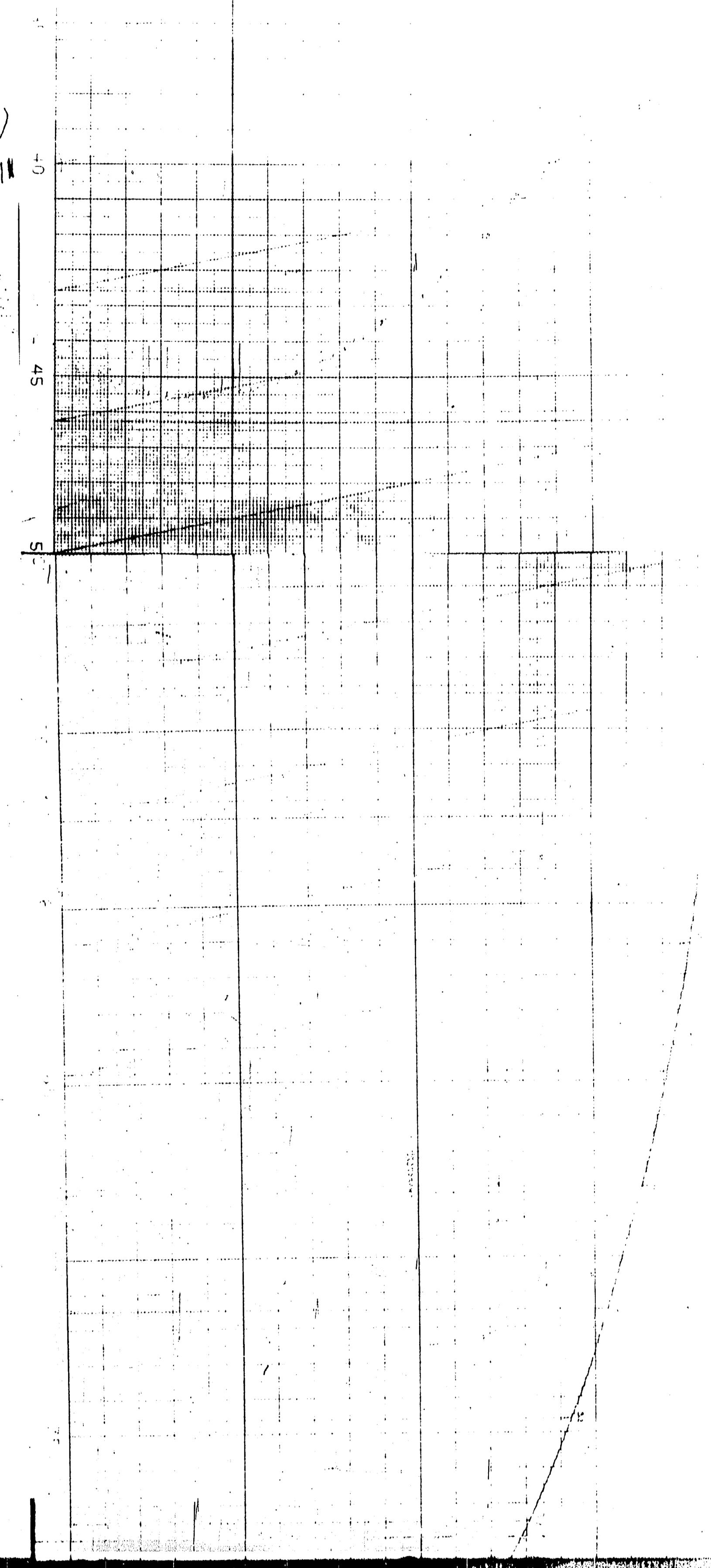
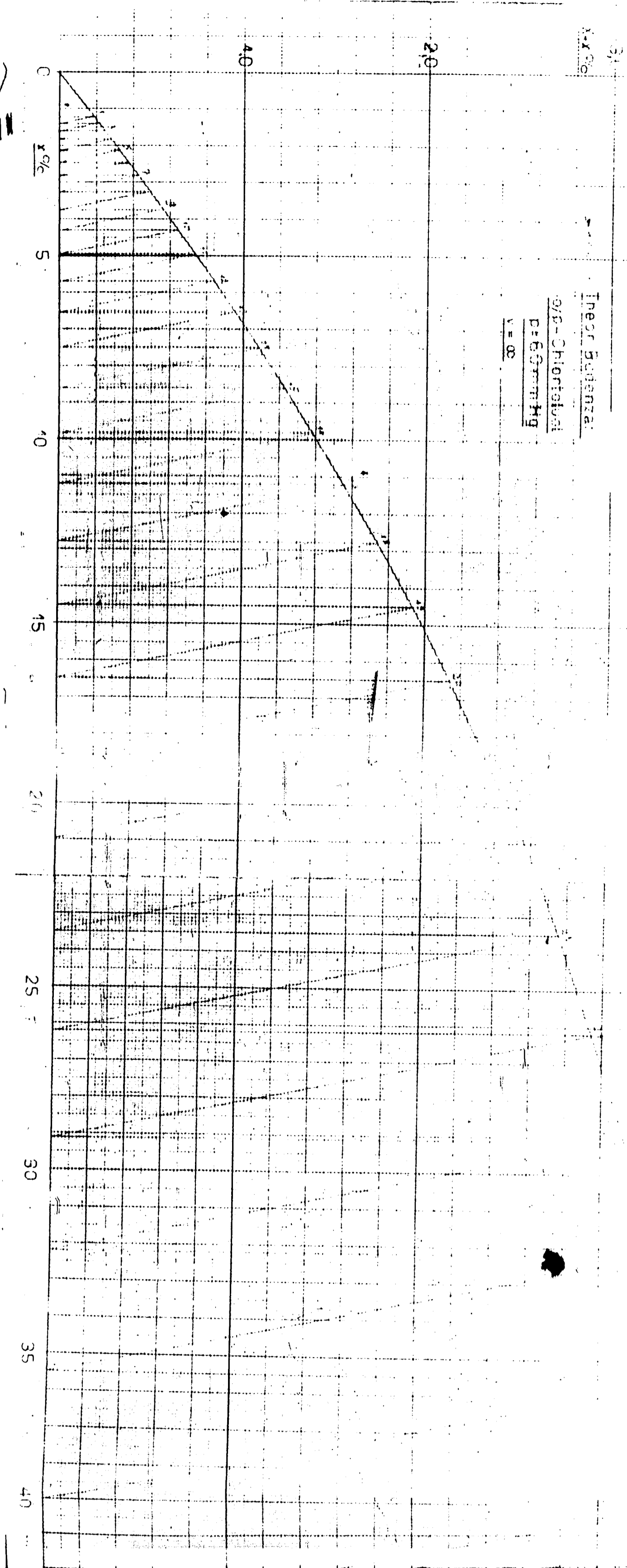
30

40

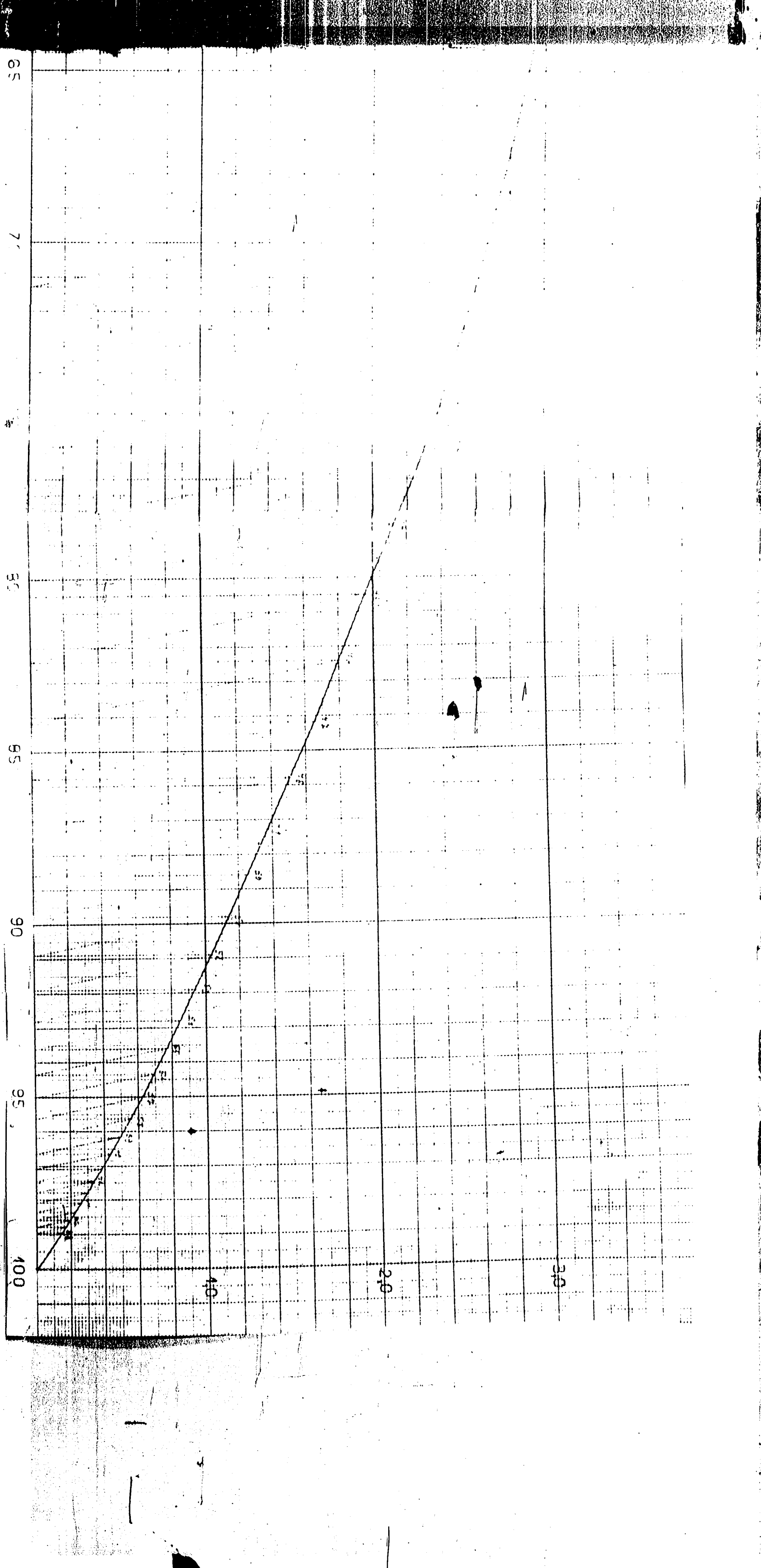
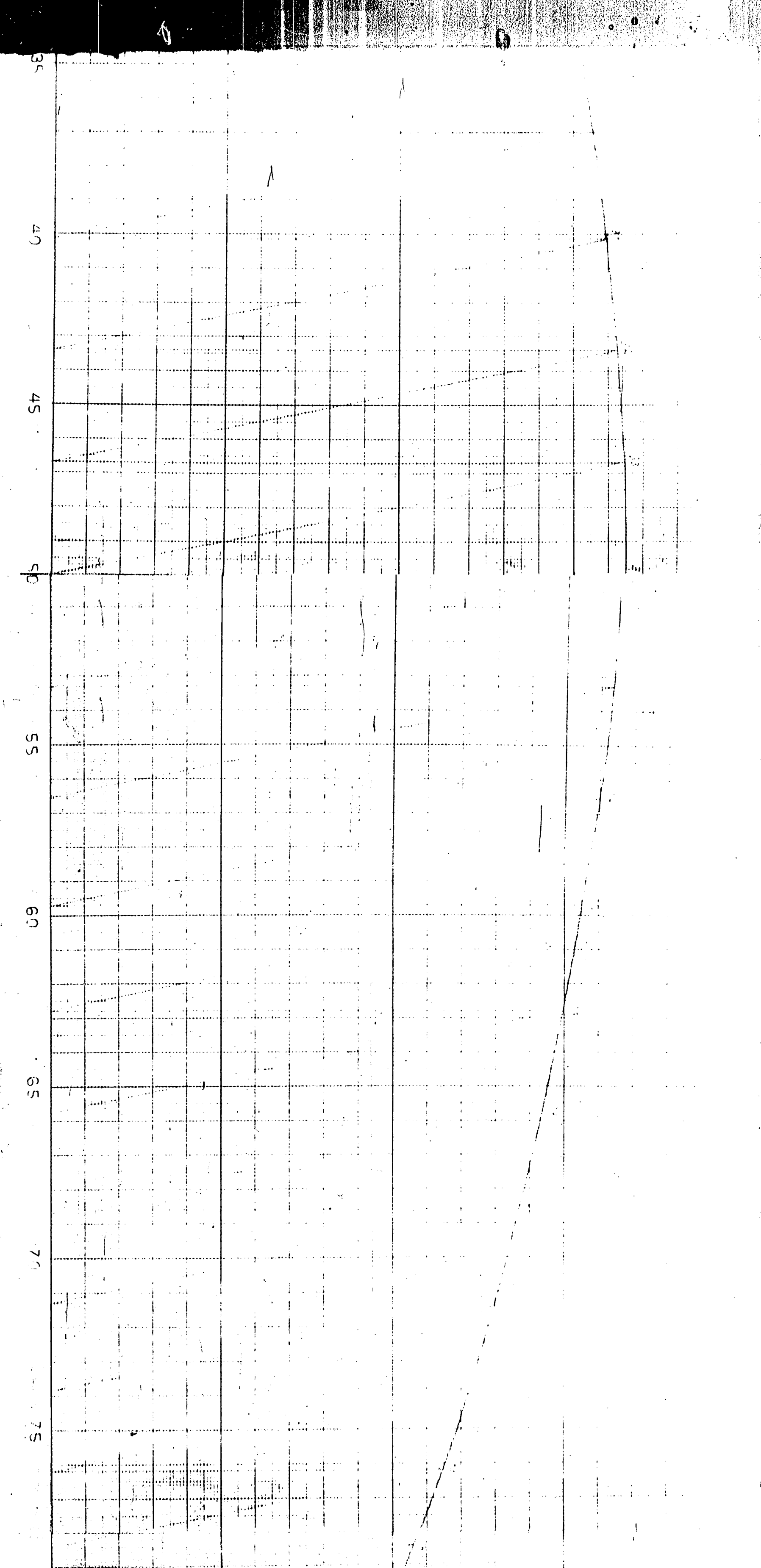
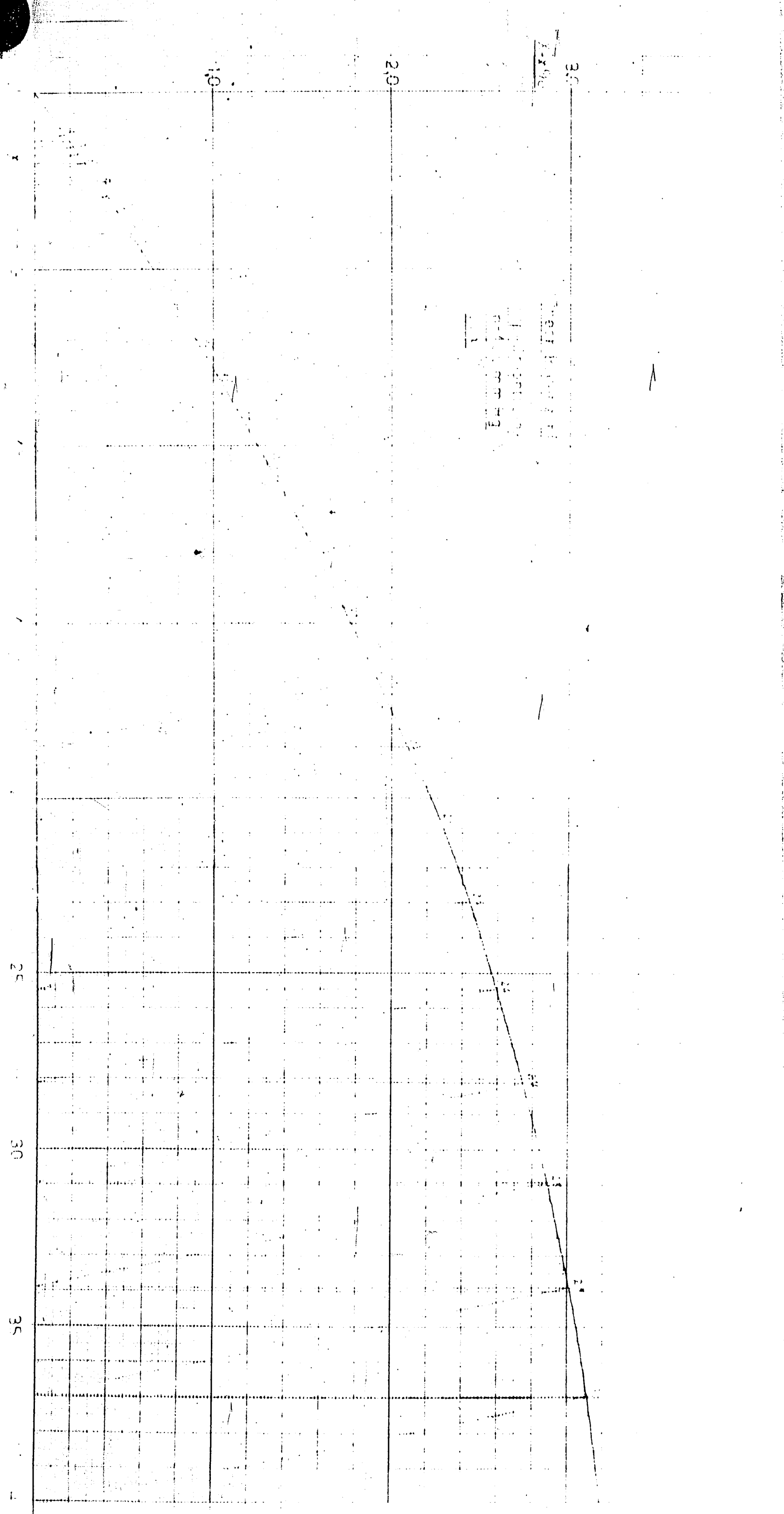
50







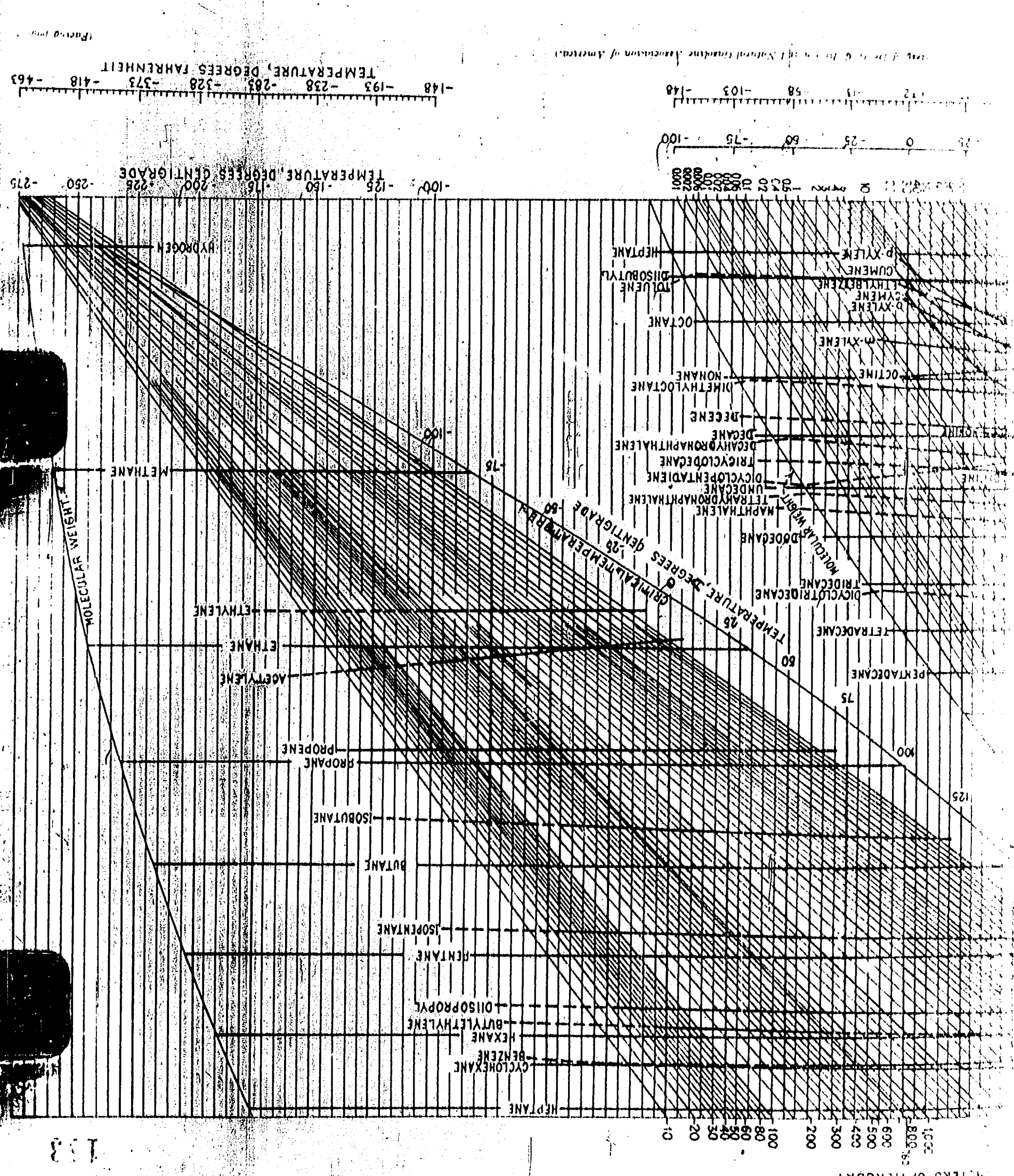
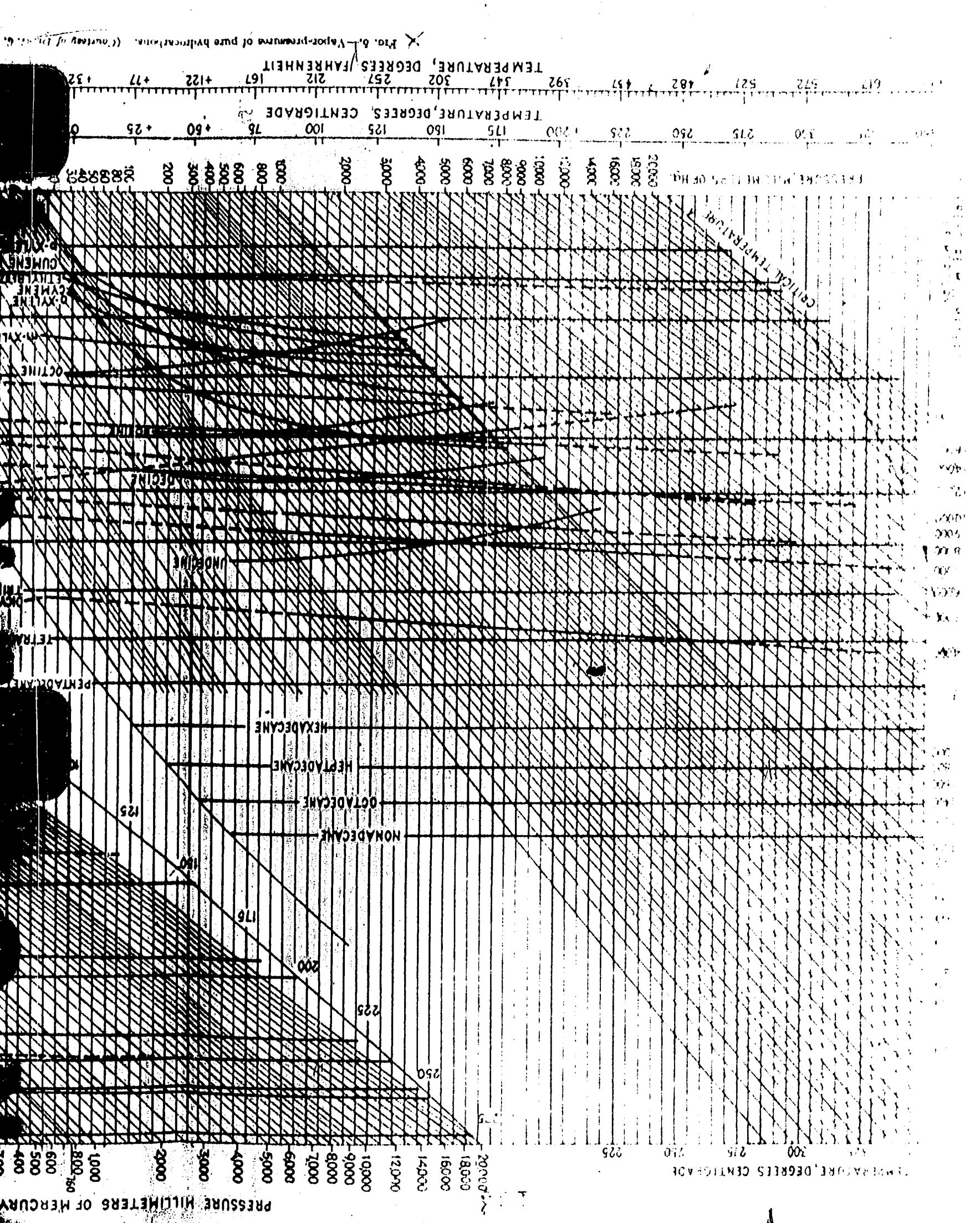
200



TITLE PAGE

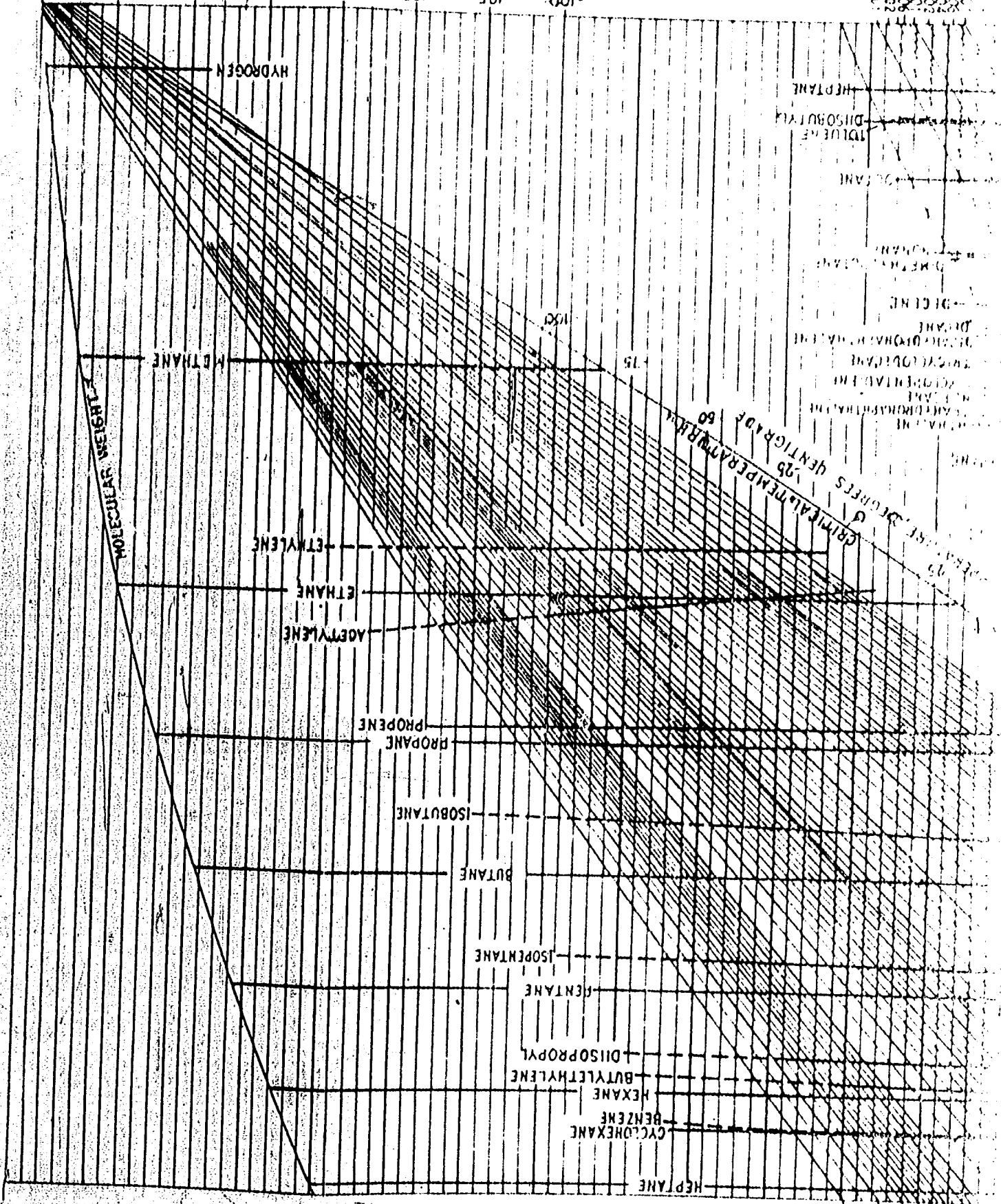
23. Ergebnisse der Fraktionierung des C16 Alkohols.
Results of the fractioning of C16 alcohols. (With
tables analysing qualities as a washing-medium).

Frame Nos. 153 - 162



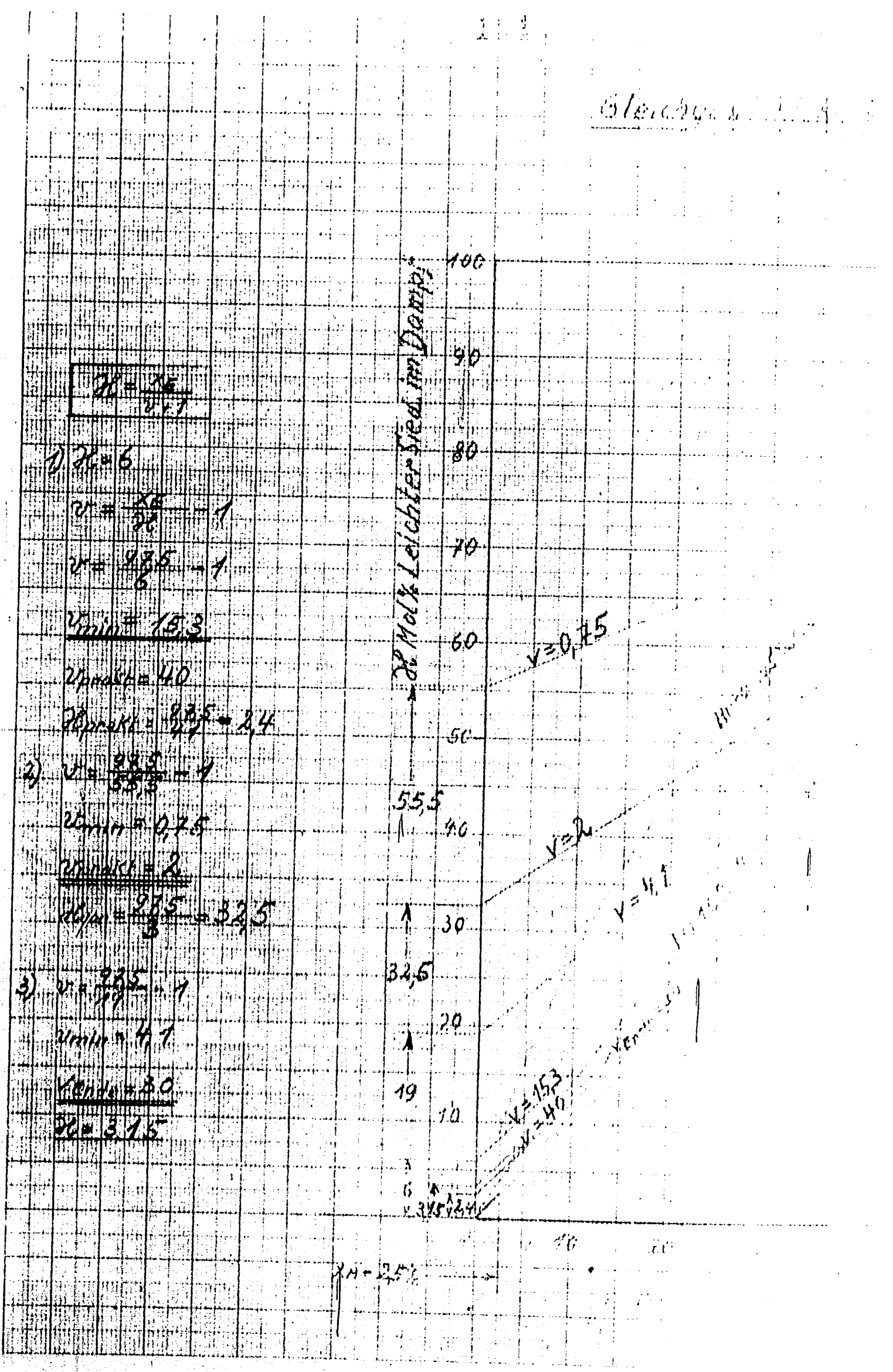
TEMPERATURE, DEGREES FAHRENHEIT
-148 -193 -238 -283 -328 -373 -418 -463

TEMPERATURE, DEGREES CENTIGRADE
-275 -250 -225 -200 -175 -150 -125 -100



153

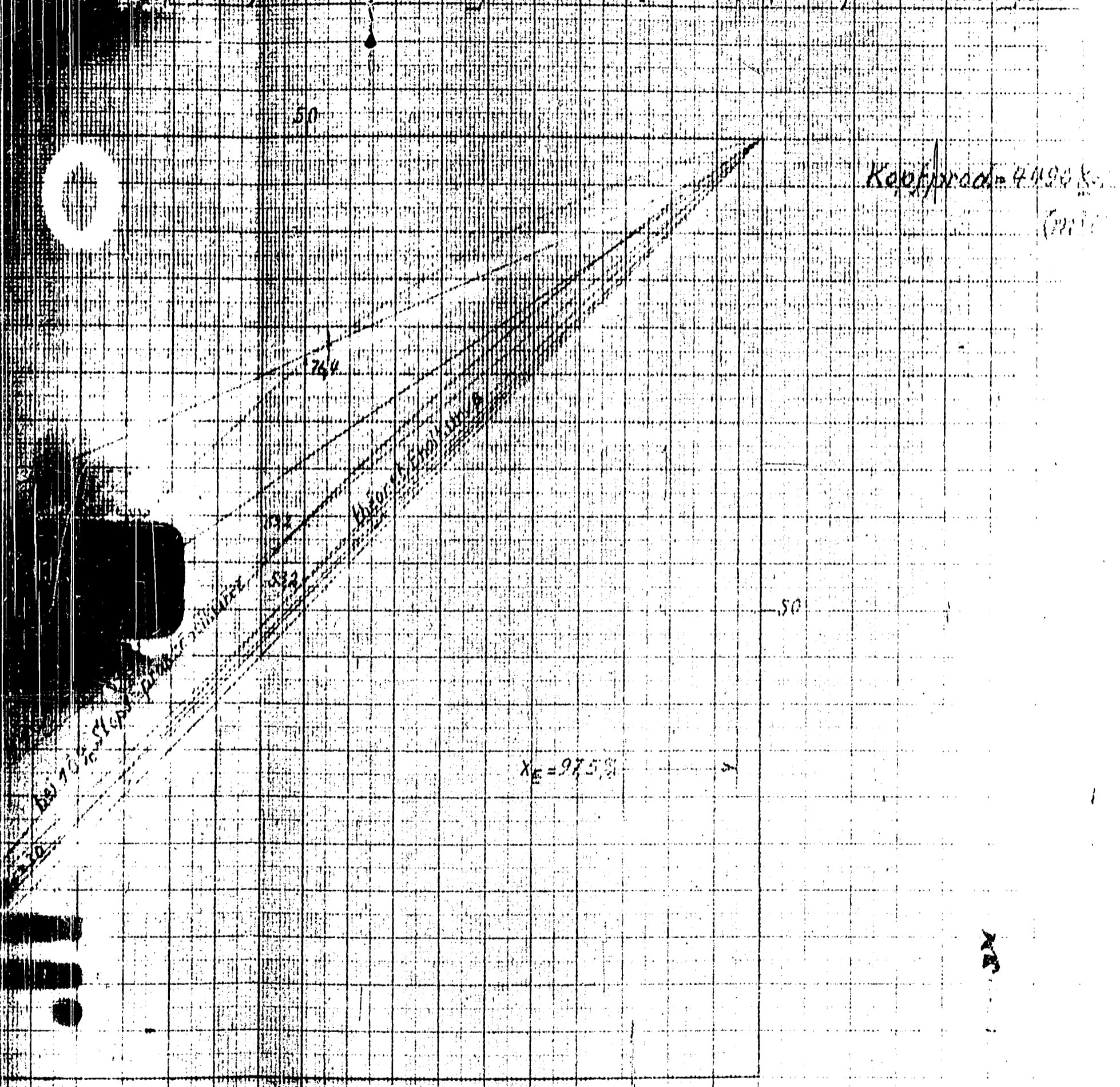
Gleichgewicht



$\alpha = 2.5\%$

500.049

Wurke für die Trennung von C_2H_2 von C_2H_4 bei $p = 760 \text{ mm Hg}$.



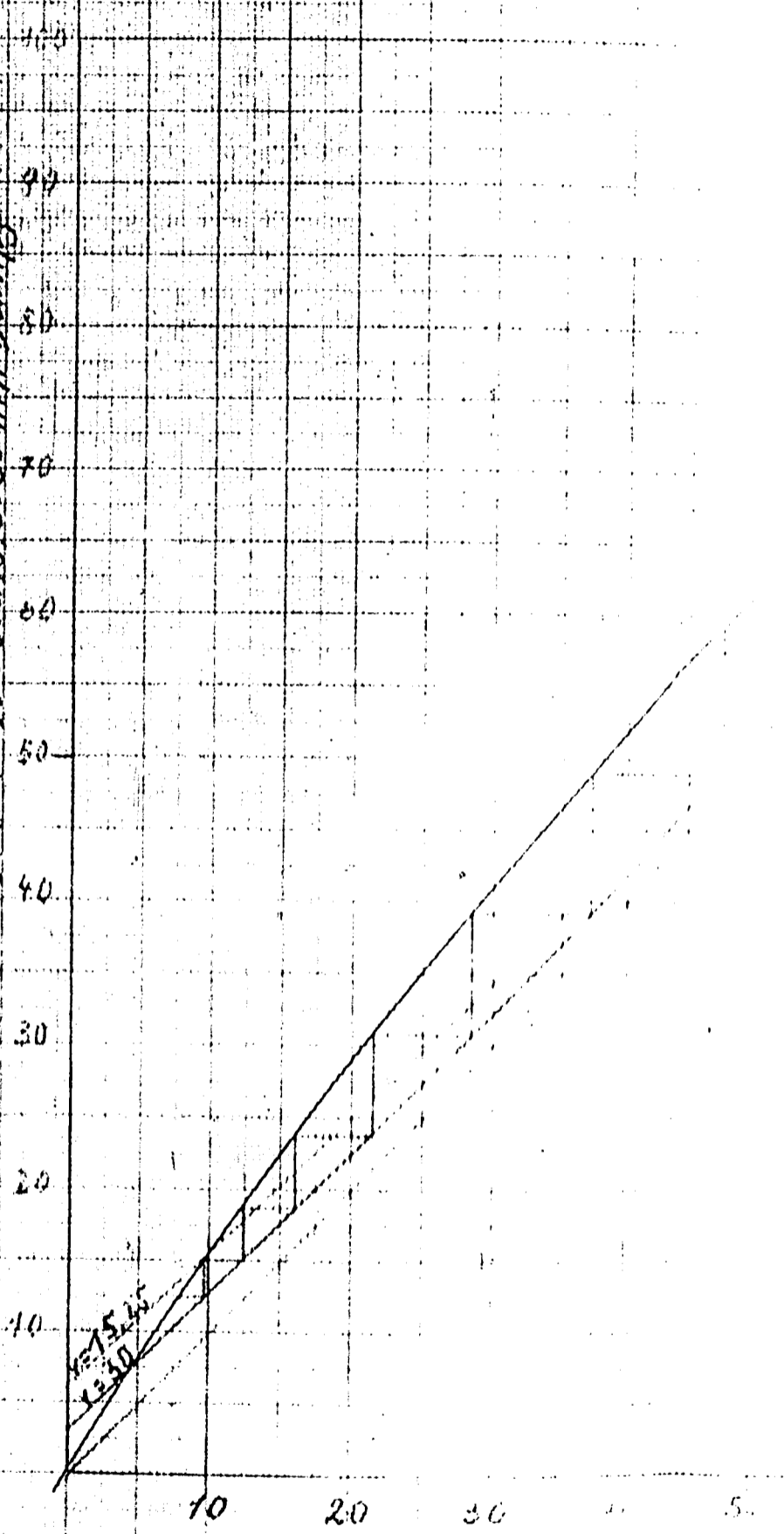
→ x-Mol-% Leichtersiedendes in der Flüssigkeit

155

Gleichgewichtskurve für ...

$\alpha = 6$
 $V_{min} = \frac{97,5 - 6}{6}$
 $V_{min} = 15,25$
 $V_{prakt} = 30$
 $\alpha = \frac{97,5}{37}$
 $\alpha = 2,635$
 theoret. Bodenz = 15

W. mit 15% Leicht. Stoff im Dampf



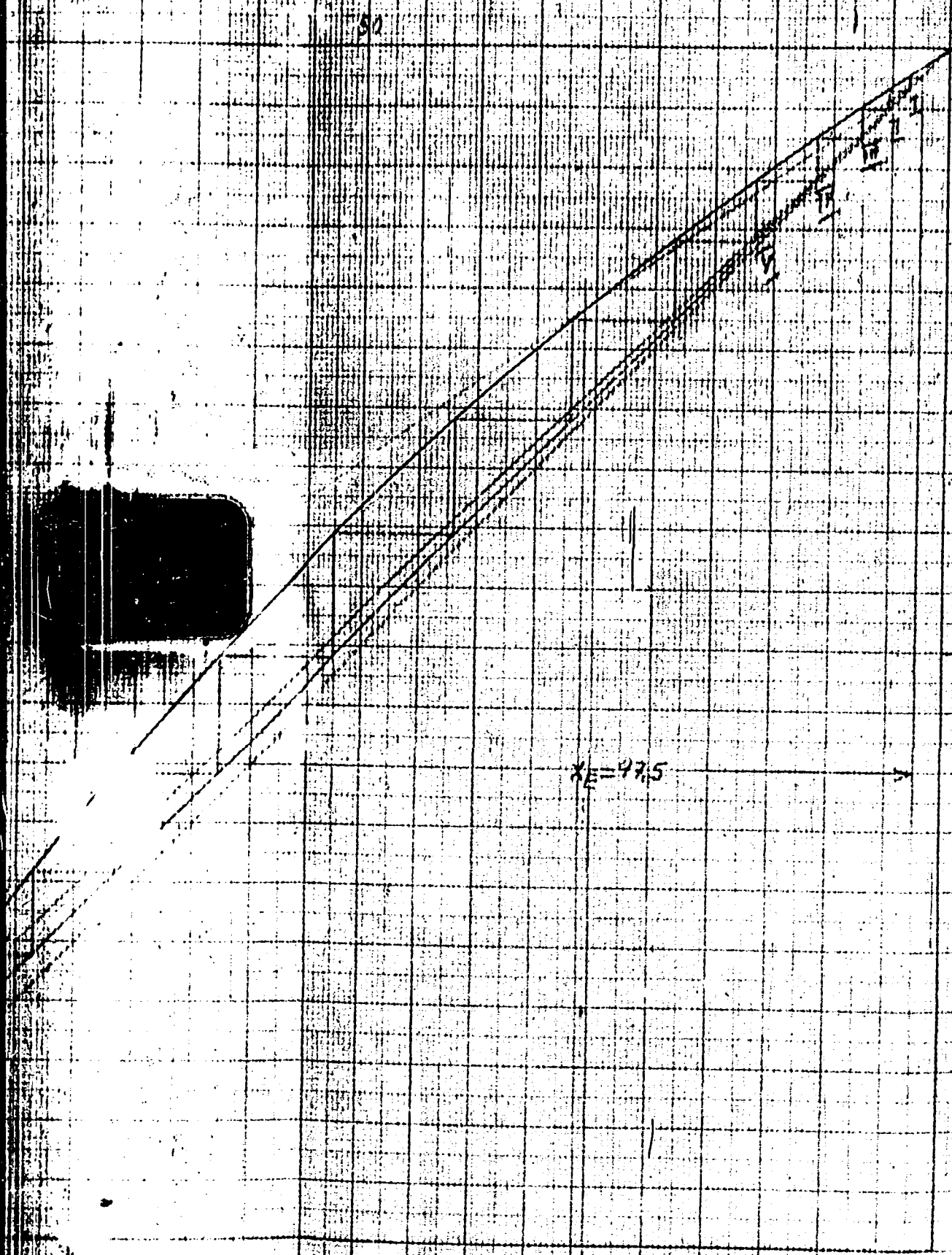
10 20 30 40 50

155 500 0,0

156

500.048

Wahl-Verflüchtigen Fall II bei 5 mm Hg



40 50 60 70 80 90 100

x Mol-% Leicht-Steil in der Flüss.

Gleichgewichtskurve für die

Trennung von G. & S. in Dampf

$z_0 = \frac{x_0}{y_0}$

V = Rücklaufverhältnis

1) $z_0 = 66,5$ Kontinuierl.

$V = \frac{25}{22} = 1,136$

$V = \frac{27,5}{22} = 1,25$

$V_{min} = 0,45$

$V_{max} = 1,5$ dazu:

$x = \frac{9,9}{29} = 3,41$

Bodenzahl:

a) Vorstückungssäule:

theor. 3 Stk

prakt. 6

b) Abtastssäule:

theor. 4

prakt. 8

2) $z_0 = 20$ diskontinuierl.

$V = 2,9$

$V_{min} = 0,5$

$z_0 = 16$

theor. Bodenz. 5

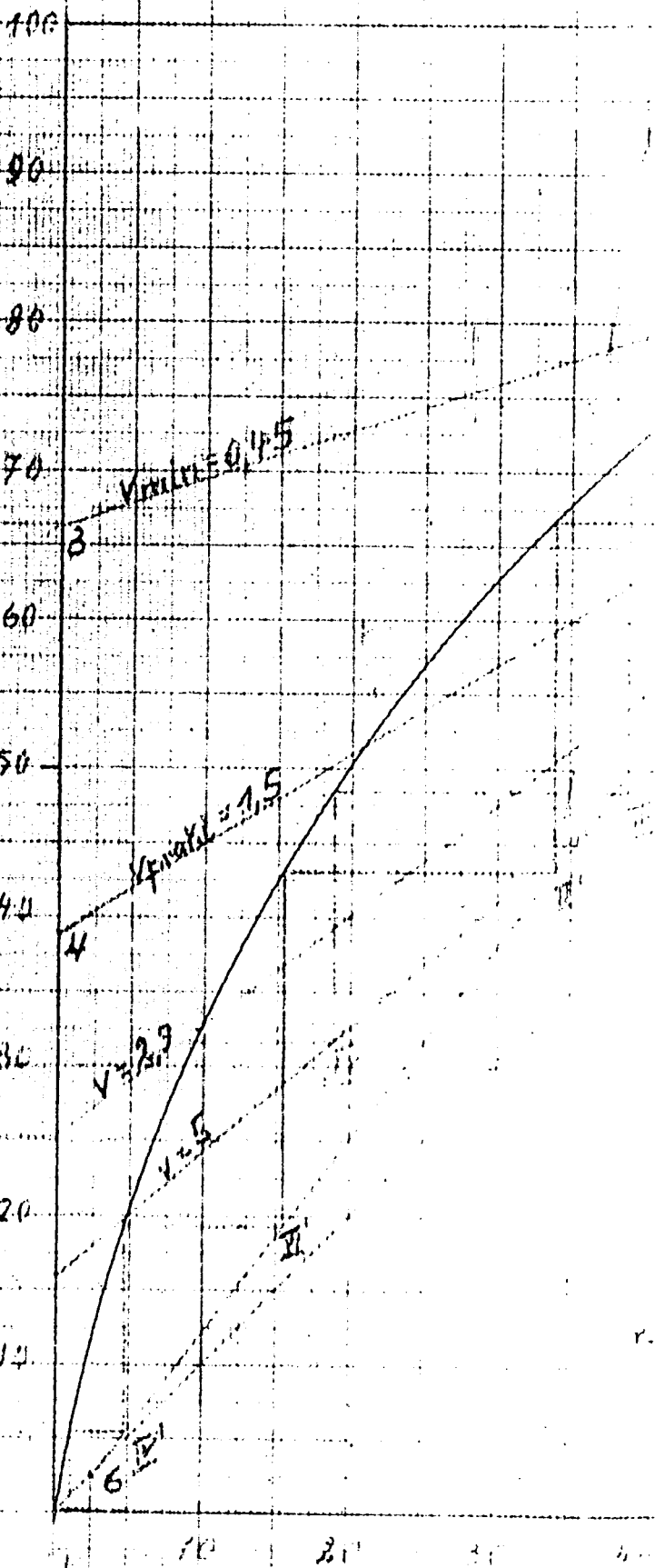
prakt. 8-10

z = Anteil an Leicht. S. im Dampf

y = Anteil an Leicht. S. in Flüssigkeit

x = Anteil an Leicht. S. im Dampf

x_M = 2,5%

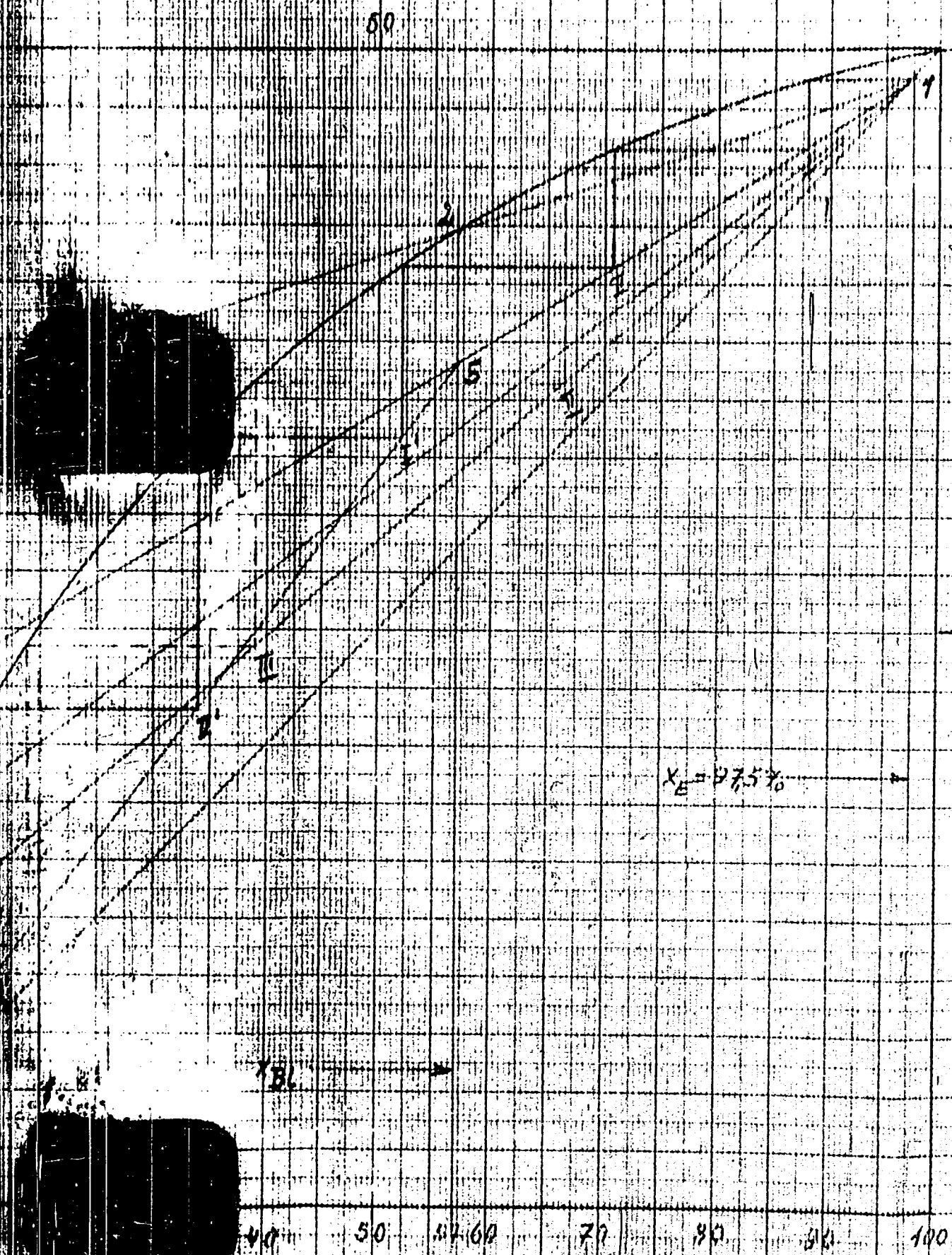


x = Anteil an Leicht. S. in Flüssigkeit

Kurve (allgemein) $x_E = 97.5\%$; $x_M = 2.5\%$; $x_{Blasē} = 57.7\%$

500.047

u. G. Paraffinen von G. Alkoholen bei 20 mm Hg



$x_{Blasē}$ Leichtensiedl. in der Flüssigkeit

Gleichgewichtskurve für

Mol% Leichter Sied. im Dampf

$$H = \frac{36}{2.17}$$

1) $H = 6$

$$v = \frac{36}{20} = 1.8$$

$$v = \frac{2.75}{6} = 0.458$$

$$v_{min} = 1.53$$

$$v_{produkt} = 4.0$$

$$v_{produkt} = \frac{8.25}{2.7} = 3.05$$

2) $v = \frac{8.25}{3.5} = 2.357$

$$v_{min} = 0.75$$

$$v_{produkt} = 2$$

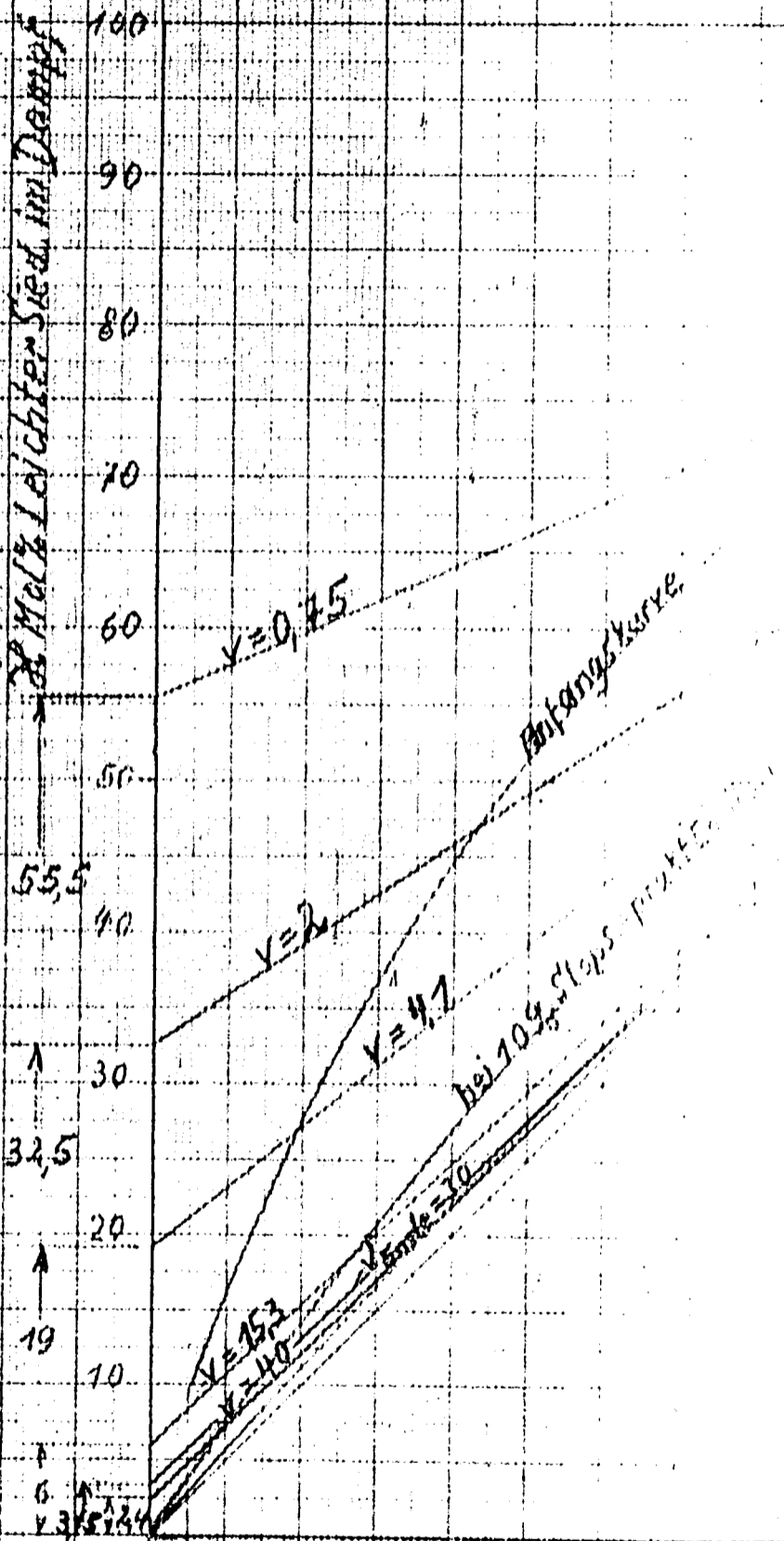
$$v_{produkt} = \frac{9.75}{3} = 3.25$$

3) $v = \frac{9.75}{2.7} = 3.61$

$$v_{min} = 4.1$$

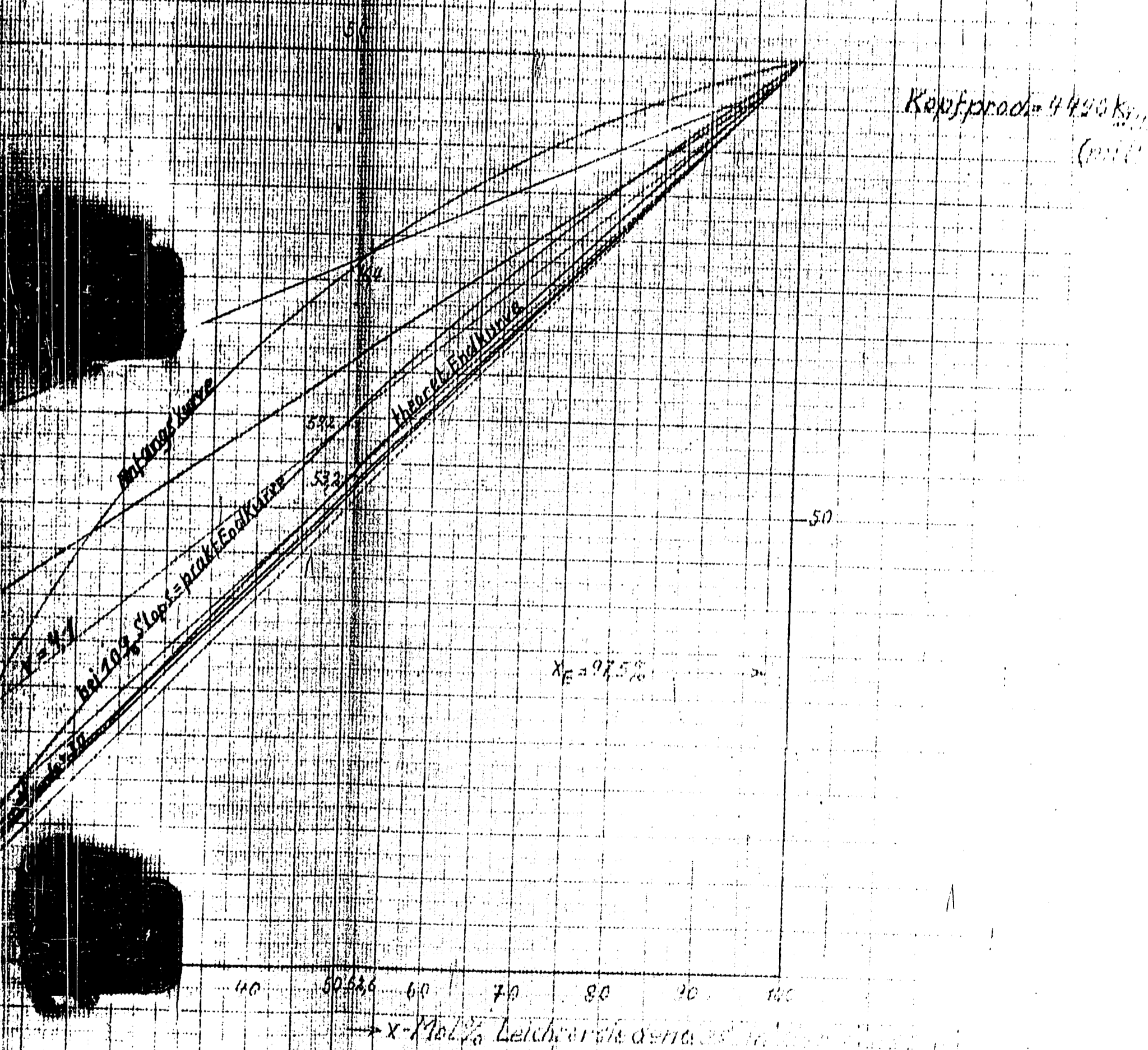
$$v_{produkt} = 3.01$$

$$v = 3.15$$



X_H = 25%

Gezeichnete Gleichgewichtskurve für die Trennung von C_1, C_2 von C_3, C_4 bei $p = 760 \text{ mmHg}$



Ruhrchemie
Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

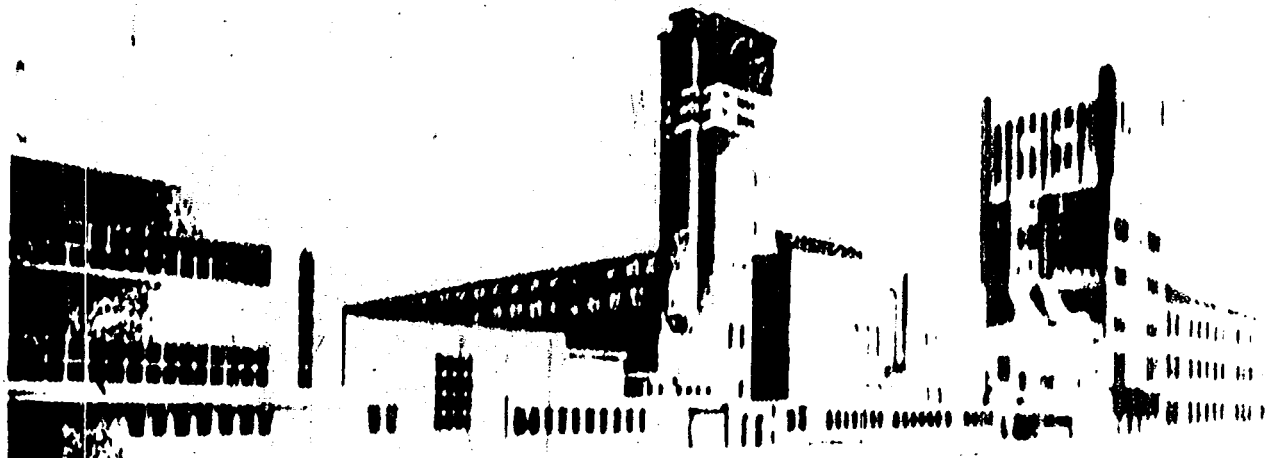
Fertig-
Destillationen.

500/021

Maßstab 1:

Bemerkung:

Destillation Nr.	I	II	III	IV
Gesamteinsatz jato	11.060	8.540	7.320	3.620
davon Paraffine "	6.240	5.340	4.970	2.730
Alkohole "	4.820	3.200	2.350	900
C-Zahl der Paraffine	C ₁₁ +C ₁₂	C ₁₃ +C ₁₄	C ₁₅ +C ₁₆	C ₁₇
Alkohole	C ₁₂ +C ₁₃	C ₁₄ +C ₁₅	C ₁₆ +C ₁₇	
absoluter Druck mm Hg	20	20	5	5
Siedegrenzen der Paraffine °C	70 - 110	100 - 140	100 - 140	140 - 160
Alkohole °C	140 - 163	160 - 180	150 - 170	175 - 190
Stoßpunkte der Paraffine °C	-15 - -10	- 5 - + 5	10 - 20	20
Alkohole °C	25 - 32	39 - 47	52 - 60	60



HENKEL & CIE
G.m.b.H
DUSSELDORF
CHEMISCHE PRODUKTE

Firma

Rührwerke, Zentrifugen,
s. u. v. Herrn Dr. Langguth

Stierlandstr. 11, Holten.

DUSSELDORF 16. Mai 1941

HRE ZEICHEN IHRE NACHRICHT VOM 11.5.41

Nr. 11.

Ihren Wunsch gemäß Überwender wir Ihnen die Ergebnisse der
Fraktionierung des C₁₂-Alkohols.

Wir hatten damals diese Fraktionierung geleitet durch
Versuche mit einer 50 cm hohen Raschigringkolonne durchge-
führt. Natürlich werden sich bei Verwendung einer wirklichen
Destillationskolonne die Unterschiede der Fraktionen - z. B.
ihres Erstarrungspunktes - noch stärker ausprägen.

Von den 4 hauptsächlichsten Alkoholfraktionen haben wir
seits die Sulfonate, andererseits durch Alkalischmelzen
Fettsäuren herstellt. Die Mengen an U.V., die durch
Seifen extrahiert wurden, sind in der Zusammenstellung
getragen, ferner die, die sich auf Grund der V.Z. der
Fettsäuren rein rechnermäßig ermitteln lassen. Die
Abweichungen sind auf Ungenauigkeiten bei der analytischen
Bestimmung der V.Z. und der OH.Z. zurückzuführen.

Von den verschiedenen Sulfonaten haben wir die Pulver-
eigenschaften festgestellt. Weiter wurden von den Seifen
Sulfonaten die Netzzeiten bestimmt. (Siehe Anlagen.)

Aus den Zahlenwerten sehen wir die Folgerung, daß die Alkohole
der ersten Fraktionen mehr verzweigt sind als die nachfolgenden
Alkohole.

Wie wir bereits im 19. 10. 40, haben die Versuche zwar keine
mittelbare praktische Bedeutung, geben Ihnen jedoch
leicht gewisse Rückschlüsse auf die Beschaffenheit der
setzten Glycerine.

Zusammenfassung:

Henkel & Cie, G.m.b.H.

Pulvereigenschaften der Sulfonate.

Resultat der Sulfonatpulver an aktiven

- 1.) C₁₆-alkohol.-Eisnatrium-Sulfonatpulver ist sehr weich, lässt sich leicht formen.
- 2.) C₁₆-alkohol-Sulfonatpulver aus ethert. Lösliche Beschaffenheit (1).
- 3.) C₁₆-Alkohol ohne Dissoz. Sehr geringe Beschaffenheit (2).
- 4.) C₁₆-Alkohol Fraktion I. Sehr plastischer Pulver, schlechtestes Pulver.
- 5.) C₁₆-Alkohol Fraktion II. Mäßig plastischer Pulver, Eigenschaften (3).
- 6.) C₁₆-Alkohol Fraktion III. Mäßig plastischer Pulver, Eigenschaften (4).
- 7.) C₁₆-Alkohol Fraktion IV. Mäßig plastischer Pulver, Eigenschaften (5).
- 8.) C₁₆-Alkohol Fraktion V. Mäßig plastischer Pulver, Eigenschaften (6).
- 9.) C₁₆-Alkohol Fraktion VI. Mäßig plastischer Pulver, Eigenschaften (7).

Neuzversuche mit der Pulverbeschaffenheit aus Fraktionen der C₁₆-Alkohole

Konzentration der Pulver

Fettsäuren	Menge in Dez. bei T. von			Sulfonat	Menge in Dez. bei T. von		
	100°	120°	140°		100°	120°	140°
Frak. II	100	40	70	100	100	70	
Frak. II aus ethert.	100	40	50	100	100	70	
Frak. III	100	40	50	100	100	70	
Frak. IV	100	40	100	100	100	70	
Frak. V	100	40	50	100	100	70	
Frak. V aus ethert.	100	40	50	100	100	70	

Fraktion	Temp.	Zeit	Verlust	Rest	Verlust	Rest	Verlust	Rest	Verlust	Rest		
Frak. II	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2
Frak. III	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2
Frak. IV	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2
Frak. V	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2
Frak. VI	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2
Frak. VII	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2	100°	10	1,8	98,2
	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2	120°	10	1,8	98,2

+ kleiner Verlust beim Aufbereiten

2200

Lsgnr	Menge	Gewicht	Lsgnr	Menge	Gewicht	Fettsäure		C-Index	Alkohol		Berechnung der nicht alkoholischen Anteile in der wässrigen Alkoholfraction
						ber. 9. d. V. nach bezug d. V.	ber. 9. d. V. nach bezug d. V.		ber. 9. d. V. nach bezug d. V.	ber. 9. d. V. nach bezug d. V.	
20,8	224,9	97	411-185	0,630	8	247	15,4	233	241	6,3	
20,9	220,0	97	411-185	0,630	4,7	250	15,65	236	238	5,6	
19,8	217,1	94	411-185	0,630	4,8	248	15,5	244	240	5,8	
19,8	217,1	94	411-185	0,630	4,8	257	16,5	243	231	1,7	

bei beil. Aufbereitung

8

A

TITLE PAGE

24. Ermittlung der olefinischen Bestandteile in Paraffin-
Zusammensetzung im Paraffin-Olefin-Gemisch
Ruhchemie.

Determination of the olefin components in the
composition in the paraffin-olefin mixture of
Ruhchemie. Jan. 4, 1941.

Frame Nos. 163 - 171

Erstellung des Luft-Öl-Extraktes durch
 Siedung im Perforationskolonne bei Normaldruck

Siedung vom 1. Januar 1941, C.F.R. Nr. 101, 102, 103, 104

Nach dem Aufschmelzen der z. T. kristallinen Ausgangsmaterialien
 H 34 wurde 1 kg, vermittels fraktionierter Destillation auf einer
 1 m hohen beheizbaren Füllkörperkolonne bei Normaldruck, die
 höher siedenden Anteile aus einer 50 cm hohen beheizbaren
 Kolonne bei 12 - 13 mm Druck in einzelne Fraktionen zerlegt.

Von den Fraktionen wurden die Werte für JZ und JZ' bestimmt.

Nach Siedepunkten und J-Zahlen enthält das Gesamtprodukt
 (C₄ - C₂₁) = C₂₀ 27,4 % C₁₀ bis C₁₇.

- Aufteilung:
 a) 32,5% von Gew.-Zusatz 1000 g 24-174°C
 b) 47,2% " " " " " 120-174°C
 c) 10% " " " " " 120-174°C
 d) 8,3% " " " " " 120-174°C

Der Destillationsfaktor 2,1-2,2 von 174°C bis 74-176°C für sich bestimmt, enthält 17,4% C₁₀ bis C₁₇.

HENKEL
 7801

Fraktion	Gewicht	Siedepunkt	J-Zahl
C ₄	1,0	30,1	30,1
C ₅	2,1	34,2	34,2
C ₆	2,2	42-69	42,6
C ₇	4,5	69-90	69,7
C ₈	1,85	90-99	90,6
C ₉	6,25	101-106	102,6
C ₁₀	5,1	106-126,5	119,8
C ₁₁	5,6	126,5-149	117,9
C ₁₂	100,1	149-174	99,4
C ₁₃	6,8	174-175	174,9
C ₁₄	3,08	174-179	174,9
C ₁₅	2,8	179-190	179,2
C ₁₆	6,95	190-198	190,7
C ₁₇	6,48	198-205	198,1
C ₁₈	2,5	205-217	211,1
C ₁₉	3,98	217-252	234,5
C ₂₀	54,0	252-264	258,2
C ₂₁	20	264-276	270,8
C ₂₂	3,3	276-288	282,1
C ₂₃	4,6	288-311	299,5
C ₂₄	3,3	Verlust	
C ₂₅	9,8	224-287	Mittel
C ₂₆			25
C ₂₇			3,3
C ₂₈			3,3
C ₂₉			3,3
C ₃₀			3,3
C ₃₁			3,3
C ₃₂			3,3
C ₃₃			3,3
C ₃₄			3,3
C ₃₅			3,3
C ₃₆			3,3
C ₃₇			3,3
C ₃₈			3,3
C ₃₉			3,3
C ₄₀			3,3
C ₄₁			3,3
C ₄₂			3,3
C ₄₃			3,3
C ₄₄			3,3
C ₄₅			3,3
C ₄₆			3,3
C ₄₇			3,3
C ₄₈			3,3
C ₄₉			3,3
C ₅₀			3,3
C ₅₁			3,3
C ₅₂			3,3
C ₅₃			3,3
C ₅₄			3,3
C ₅₅			3,3
C ₅₆			3,3
C ₅₇			3,3
C ₅₈			3,3
C ₅₉			3,3
C ₆₀			3,3
C ₆₁			3,3
C ₆₂			3,3
C ₆₃			3,3
C ₆₄			3,3
C ₆₅			3,3
C ₆₆			3,3
C ₆₇			3,3
C ₆₈			3,3
C ₆₉			3,3
C ₇₀			3,3
C ₇₁			3,3
C ₇₂			3,3
C ₇₃			3,3
C ₇₄			3,3
C ₇₅			3,3
C ₇₆			3,3
C ₇₇			3,3
C ₇₈			3,3
C ₇₉			3,3
C ₈₀			3,3
C ₈₁			3,3
C ₈₂			3,3
C ₈₃			3,3
C ₈₄			3,3
C ₈₅			3,3
C ₈₆			3,3
C ₈₇			3,3
C ₈₈			3,3
C ₈₉			3,3
C ₉₀			3,3
C ₉₁			3,3
C ₉₂			3,3
C ₉₃			3,3
C ₉₄			3,3
C ₉₅			3,3
C ₉₆			3,3
C ₉₇			3,3
C ₉₈			3,3
C ₉₉			3,3
C ₁₀₀			3,3

- 3 -

Einzelheiten

Kennzahlen des Ausgangsmaterials:
 G: 65,48 H: 14,28 S: 74,20 N: 17,4

Ergebnis der Destillation. Säurezahl

Frakt. No.	Gew. g	W. der Frakt. gel. bdn	Kp. 760 mm C. Kette	J-Zahl	best. M.C. aus der Frakt.	M.C. der Frakt.	Einheit	g	g
1	1,0	1,0	30,1	30,1	30,1	30,1	g	1,0	1,0
2	2,1	2,1	34,2	34,2	34,2	34,2	g	2,1	2,1
3	2,2	2,2	42-69	42,6	42,6	42,6	g	2,2	2,2
4	4,5	4,5	69-90	69,7	69,7	69,7	g	4,5	4,5
5	1,85	1,85	90-99	90,6	90,6	90,6	g	1,85	1,85
6	6,25	6,25	101-106	102,6	102,6	102,6	g	6,25	6,25
7	5,1	5,1	106-126,5	119,8	119,8	119,8	g	5,1	5,1
8	5,6	5,6	126,5-149	117,9	117,9	117,9	g	5,6	5,6
9	100,1	100,1	149-174	99,4	99,4	99,4	g	100,1	100,1
10	6,8	6,8	174-175	174,9	174,9	174,9	g	6,8	6,8
11	3,08	3,08	174-179	174,9	174,9	174,9	g	3,08	3,08
12	2,8	2,8	179-190	179,2	179,2	179,2	g	2,8	2,8
13	69,5	69,5	190-198	190,7	190,7	190,7	g	69,5	69,5
14	6,48	6,48	198-205	198,1	198,1	198,1	g	6,48	6,48
15	2,5	2,5	205-217	211,1	211,1	211,1	g	2,5	2,5
16	3,98	3,98	217-252	234,5	234,5	234,5	g	3,98	3,98
17	54,0	54,0	252-264	258,2	258,2	258,2	g	54,0	54,0
18	20	20	264-276	270,8	270,8	270,8	g	20	20
19	3,3	3,3	276-288	282,1	282,1	282,1	g	3,3	3,3
20	4,6	4,6	288-311	299,5	299,5	299,5	g	4,6	4,6
21	3,3	3,3	Verlust				g	3,3	3,3
22	9,8	9,8	224-287	Mittel	6,3	350	g	9,8	9,8
23				C ₂₅			g		
24				on C ₂₂			g		
25				C ₂₀			g		
26	3,2	3,2	Endverlust		3,3		g	3,2	3,2

Aus H 34 abdestilliert unter 12 mm Druck
 C₁₀ bis C₁₇ 27,4%

Frakt.	Gewicht	C-Kette	J-Zahl	Einheit	g
11+12	43,4	C ₁₁	45,3	g	43,4
13	69,5	C ₁₂	43,5	g	69,5
14	64,6	C ₁₃	38,8	g	64,6
15	25,0	C ₁₄	35,6	g	25,0
16	39,8	C ₁₅	33,0	g	39,8
17	54,0	C ₁₆	30,5	g	54,0
18	20	C ₁₇	26,5	g	20
					118,85

Handwritten notes and calculations at the bottom of the page, including various chemical symbols and numerical values.