

442
Jeffrey
075

Herrn Dr. K a l k .

0435

WILK R 572.

Auf den Bescheid vom 27.3. habe ich folgendes zu erwidern.

1). Der Prüfer verlangt den Vergleich unseres Verfahrens mit einem völlig andersartigen, nämlich die Umsetzung von Olefinen mit $CO+H_2O$ einerseits und mit $CO+H_2+O_2$ andererseits. Mit derselben Berechtigung könnte man eine derartige Gegenüberstellung auch machen auf andere rein formal ebenfalls hier her gehörende Zusammenstellungen, wie z.B. die Gewinnung von Fettsäuren aus Olefinen einerseits und andererseits aus:

- a) $C + O_2 + H_2O$ (Koks, Luft und Wasser) oder
- b) aus $CO_2 + H_2$ (Kohlendioxid und Wasserstoff) usw.

Streng genommen könnte man von uns verlangen, auch gegen diese und weitere Möglichkeiten den technischen Fortschritt sowie die Erfindungshöhe unseres Verfahrens nachzuweisen.

Aus obigen geht hervor, dass die vom Prüfer herangezogene Gegenüberstellung nur rein formal möglich, sachlich dagegen unberechtigt ist.

Mit der gleichen Berechtigung könnte ferner die Einwirkung von Wasserstoffperoxyd auf Olefine und Kohlenoxyd entgegengesetzt werden. Jeder Chemiker weiss aber, dass dies nur rein formal geschahen könnte, ohne jede sachliche Begründung.

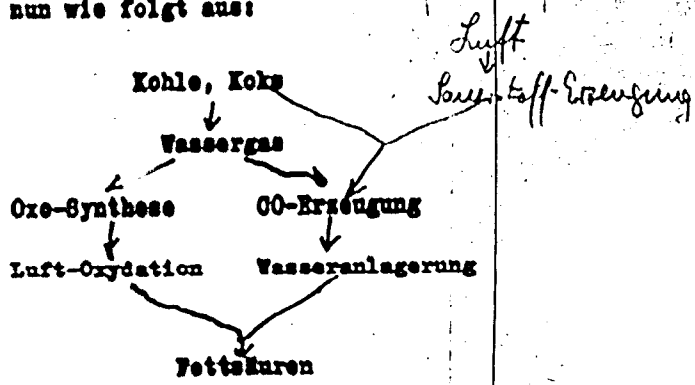
Wie ungerechtfertigt die Stellungnahme des Prüfers ist geht daraus hervor, dass man mit der gleichen Begründung auch die Herstellung von Natriumsulfat durch Einleiten von Schwefeldioxyd und Luft in eine wässrige Lösung von Natronlauge als ein Verfahren ohne technische Berechtigung erklären könnte, weil man ja das Natriumsulfat einfacher haben kann, wenn man die Natronlauge mit Schwefelsäure neutralisiert!

Die Entgegenhaltung des Prüfers müsste also zunächst grundsätzlich abgelehnt werden.

2). Die Entgegenhaltung des Prüfers ist aber auch dann nicht anrecht zu erhalten, wenn man auf ihre Einzelheiten eingeht.

30430

Dass die entgegengehaltene Arbeitsweise den Vorteil hat, in einem einzigen Arbeitsgang zu Fettsäuren zu führen, ist in diesem Zusammenhang ein Trugschluss, welcher nur bei oberflächlicher Betrachtung aufkommen kann. Tatsache ist, dass unser Verfahren solche Gase anwenden kann, welche technisch leicht zugänglich sind, nämlich Wassergas und Luft. Das Entgegengehaltene Verfahren dagegen muss reines Kohlenoxyd verwenden, ein Gas, dessen Herstellung bekanntlich technisch einen besonderen Aufwand erfordert. Dementsprechend sieht die Gegenüberstellung der beiden Verfahren nun wie folgt aus:



Daraus geht hervor, dass die Zweistufigkeit unseres Verfahrens kein Nachteil, sondern wegen der einfacheren Arbeitsgänge sogar ein Vorteil ist.

Der Prüfer behauptet, dass unsere Beschleunigergemische vergleichsweise kompliziert seien. Demgegenüber ist darauf hinzuweisen, dass Beschleuniger, welche als wesentlichen Bestandteil fein verteilte Metalle der Eisengruppe enthalten, wie z.B. Kobalt, heute bereits so zum Allgemeingut der Technik geworden sind und im allergrößten Massstab laufend hergestellt und angewendet werden, dass in ihrer Anwendung kein Fachmann eine Erschwerung mehr erblicken kann. Demgegenüber sind die bei dem entgegengehaltenen Verfahren angewendeten Beschleuniger keineswegs gutartige und leicht zu handhabende Stoffe sondern, wie alle Abkömmlinge der Flusssäure, ausgesprochen aggressiv und korrodierend. Das Arbeiten mit derartigen Stoffen erfordert besondere Schutzmaßnahmen für Geräte und Bedienung. Hierin ist eine ausgesprochene Erschwerung zu erblicken.

10487

3). Im letzten Absatz auf Seite 1 des Bescheids werden die nach unserem Verfahren erzielbaren Ausbeuten benannt. Die in dem mitgeteilten Beispiel genannten Ausbeuten betragen in der Tat nur 50 - 73%. Wir haben inzwischen gefunden, dass der angegebene Olefingehalt zu hoch war. Bekanntlich ist eine genaue Olefinbestimmung sehr schwierig (s. z.B. Brennstoff-Chemie Band 21, Seite 185, 1940). Die frühere Olefinbestimmung war nach Cortese ausgeführt worden. Dies ergibt in unserem Falle hohe Werte. Berechnet man die Ausbeute dagegen auf die Hydrierjodzahl, so erhält man in dem in unserer Anmeldung genannten Ausführungsbeispiel Ausbeuten von 85 - 94%.

Um alle Zweifel in dieser Beziehung jedoch zu beseitigen, reichen wir anliegend zwei neue, ausführliche Beispiele ein, in welchen auch die weiteren Fragen des Prüfers nach der Ester- und Jodzahl der erhaltenen Fettsäuren beantwortet werden. Die betreffenden Zahlen bei unseren Fettsäuren sind praktisch gleich *2. Mittel.*

Während somit unser Verfahren Ausbeuten von 88 - 95% liefert, ist die entgegengehaltene Arbeitsweise viel weniger wirksam, wenn man einmal annimmt, dass die Erfinder zahlmäßig diejenige Ausbeute angeben, welche ihre günstigste war, während alle übrigen Ausbeuten darunterlagen, so lässt sich aus den entgegengehaltenen Patentschriften entnehmen, dass die maximale Ausbeute beim entgegengehaltenen Verfahren 75% und nicht mehr betrug. Somit ist auch hinsichtlich der Ausbeute unser Verfahren klar überlegen.

4). Mit Vorstehendem dürften die Forderungen des Absatzes 2 auf Seite 2 nach Klarstellung unserer Erfindung befriedigt sein. Allerdings ist darauf hinzuweisen, dass es unverständlich ist, auf welche Weise die beiden Verfahren unter sonst völlig gleichen Bedingungen überhaupt verglichen werden können, da sie ja grundsätzlich verschiedenartig sind. Dies wäre vom Prüfer näher zu erklären, falls ihm die jetzigen Unterlagen nicht genügen.

5). Im Anspruch 1 der amerikanischen Patentschrift 2135459 wird das entgegengehaltene Verfahren ausdrücklich auf Olefine von niedrigem Molekulargewicht beschränkt. An keiner Stelle der entgegengehaltenen Patentschriften ist auch nur mit einem Wort oder mit

Durchschrift

Kochchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Höfen

0458

445

einem Beispiel die Herstellung höherer Fettsäuren erwähnt worden. Es ist unerfindlich, mit welchem Recht der Prüfer unserer wirklichen Synthese höherer Fettsäuren eine derartige Arbeitsweise entgegenhalten kann.

R

Beispiel 2:

Ausführungsbeispiel 2:

10 kg eines synthetischen Kohlenwasserstoffgemisches im Siedebereich 185 - 195°C mit einer Hydrierjodzahl von 61, entsprechend einem Gehalt von 37% Olefinen der Molekülgrösse C₁₁, wurden bei 137°C und 150 atü in Gegenwart von 200 g Kobalt-Thorium-Kieselgurkontakt der Anlagerung von Wassergas unterworfen. Man erhielt 10,5 kg Rohaldehyd mit folgenden Kenndaten:

NI = 0
VI = 1
OH.Z = 1,5
OO.Z = 62 ~ 40,9% Aldehyd C₁₂.

Dieser Rohaldehyd wurde in einem Intensivmischer 8 Stunden lang unter Zutritt von Luft geschlagen, wobei die Temperatur auf 42°C anstieg und gegen Schluss der Behandlung wieder auf 35°C gefallen war. Der Geruch nach Aldehyd war verschwunden, und das Produkt zeigte folgende Kenndaten:

NI : 123 ~ 44% Fettsäuren C₁₂
VI : 124
OH.Z : 1 JZ = 0
OO.Z : 0,5

Es wurden 10,3 kg Fettsäure-Neutralölgemisch erhalten. Der Gehalt an Fettsäuren C₁₂ belief sich auf 4,54 kg.

Aus 3,7 kg Olefinen konnten theoretisch durch Wassergasanlagerung und nachfolgende Oxydation 4,81 kg Fettsäuren erwartet werden. Die Ausbeute, bezogen auf die nach der Hydrierjodzahl berechneten Olefine, belief sich auf 94,5%.

Ausführungsbeispiel 3:

10 kg eines Kracköles im Siedebereich 200 - 320°C mit der Siedekennziffer 254°C und der Hydrierjodzahl von 57, entsprechend 44% Olefine der Molekülgrössen C₁₁ - C₁₈, im Mittel C₁₄, wurden, wie im Beispiel 2 angegeben, der Wassergasanlagerung unterzogen. Man erhielt 10,2 kg Rohmischaldehyd mit den Kenndaten:

NI = 0
VI = 0,5
OH.Z = 1
OO.Z = 54 ~ 43,9% Aldehyd C₁₅ im Mittel,
Durchschnitt

04/0

Nach 8 stündiger Behandlung mit Luft im Intensivmischer, wie in Beispiel 2, wurden 10 kg Rohfett säuregemisch mit folgenden Kenn-
daten erhalten:

NE : 110 47,6% Fettsäuren $C_{12}-C_{19}$ i.M. C_{15}
VE : 111
OH.Z: 1 J.Z. : 0
CO.Z: 0,8

Aus 4,4 kg Olefinen (mittlere Molekülgröße C_{14}) wurden 4,76 kg
Fettsäuren (mittlere Molekülgröße C_{15}) erhalten. Theoretisch
können erwartet werden: 5,42 kg. Die Ausbeute beträgt somit
88%.

R

