

PROCESS

Data Misc.

U. S. S. B. S.

Team 48

IU III-2

IU III - 2

Image 0003

Artificial
Radioactivity

Image 0004

Propene

Image 0025

Chem. Dr. G. Müller (ausg.)

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

Journal-Auszug Nr. 301
10. November 1944

Stade
J. Hummel z. *H. Ma*

Dr. Stade

Ueber die Herstellung von Dihydromethylindol
aus Allylenilin.

Image 0054

Zurück an
Ammoniaklaboratorium OP

Arckel

Image 0098

Oppau, den 9. April 1944. C.

Nr. 2

Herrn Dr. Müller - Gen.

Streng vertraulich

Isoprensynthese und Polymerisation.
=====

- 1) Isoprensynthese aus Isobutylen und Formaldehyd über 1.3 Dioxan.
(Kosten 154,8 Pfg/kg).
- 2) Dimethylbutadien, Tetramethyläthan und Pinakolin aus Trimethyläthylen auf Amylalkohol od. Pentangrundlage über 1.3 Dioxan wie Isopren.
- 3) Lösungspolymerisation von Butadien u. Isopren mit K-Metall zu synthetischem Kautschuk in Lösung (Spesen 10 Pfg./kg) - Oprena -
vorwiegend für Streich-Kaschier und Tauchwaren, wobei die Isoprenlösungen mit der Pistole spritzbar sind, dabei ergeben sie ungefüllt Filme von gleicher Festigkeit und Dehnung wie Smoked Sheets.
- 4) Chlorkautschuk aus Oprena-Lösung durch Füllen ohne Eindampfen zu
müssen.
- 5) Filmprüfmethode zur Großzahlbestimmung für Forschung am Polymerisations- und Vulkanisationsvorgang und zur Kontrolle im Betrieb.

1933 hatte ich zusammen mit Dr. Werner H o e B bei Versuchen Butadien mit Olefinen zu farblosen Lackharzen zu kondensieren festgestellt, daß außerordentlich geringe Mengen organischer Verunreinigungen die Reaktion stark beeinflussen und wir begannen dann, diese Erfahrungen auf die Butadienpolymerisation zu synthetischem Kautschuk anzuwenden. Diese Versuche, die im technischen Maßstab mit Einheiten für 100-200 kg je Beschickung ausgeführt wurden, ließen sich im Herbst 1943 in den technischen und chemischen Erfordernissen soweit übersehen, daß die Unterlagen für eine größere technische Anlage gewonnen waren. Wir waren gerade dazu übergegangen an Stelle von Butadien das nach dem neuen von Dr. Wilh. Friedrichsen ausgearbeiteten Verfahren gewonnene Isopren zur Polymerisation zu verwenden, als durch eine Fliegerbombe am 9.9.43 beide Versuchsanlagen vollständig zerstört wurden.

^{aus Isobutylen}
In der Beilage 1 (S.4) ist das Herstellungsverfahren für Isopren durch Anlagerung von 2 mol Formaldehyd zum 4,4 Dimethyl 1.3 Dioxan und Wiederabspalten von 1 mol Formaldehyd und Wasser am Phosphorsäurekontakt in einem Fabrikationschema wiedergegeben und Anlage- und Gesteuerungskosten auf Grund der bisherigen Erfahrungen für eine 10 Tonne Anlage aufgestellt. Isopr. ist danach erheblich billiger als Butadien herzustellen und erfordert im Vergleich zu dem aus Acetylen gewonnenen Butadien nur geringe Mengen an el. Energie. Die Untersuchung der aus Isopren hergestellten Polymerisate ergab, wie im Folgenden gezeigt wird, eine Reihe wertvoller, für die Streich- u. Kaschiertechnik besonders wichti-

40185

Peroxide

Image 0120

HCl oxidation

Image 0122

LABORATORIUM OPPAU

Journalausgabe Nr. 288
17. Januar 1944

*Dem
Herrn Dr. P. Müller (ausg.) z.H.*

Dr. Vogel

Isomerisierung von n-Butan an Aluminiumchlorid und
Aluminiumchlorid-haltigen Kontakten. 2. Teil.
Ergänzung zum Labor-Bericht 1721. Geh. vom 28.7.43

Image 0152

LABORATORIUM OPPAU

B e r i c h t

über den Vortrag von Professor S ö r e n s e n (M.A.N. Augsburg) vor der Teko/Wsko über Stromerzeugung durch Gasturbine

Ludwigshafen, den 13.10.1943

Professor Sørensen führte folgendes aus:

Durch den Krieg sind die Forschungsarbeiten auf diesem Gebiet in Deutschland bis jetzt vernachlässigt worden. Demgegenüber hat die Schweiz einen erheblichen Vorsprung gewonnen (BBC direkt befeuerte Gasturbine, Escher Wyss Gasturbine mit geschlossenem Kreislauf). Es ist der dringende Wunsch der Reichsregierung (Speer), daß Deutschland auf diesem Gebiet nicht zurückbleibt. Es soll daher die Forschungsarbeit auf diesem Gebiet trotz Krieg mit Energie weitergeführt werden. M.A.N. beschäftigt sich schon seit längerer Zeit mit diesen Problemen und Professor Sørensen gibt nun einen Überblick über den Stand der Arbeiten.

Es gibt drei Systeme von Gasturbinen

- 1) die direkt befeuerte
- 2) die Gasturbine mit geschlossenem Kreislauf und schwankendem Druckpegel (Escher Wyss)
- 3) die Holzwart Turbine.

Das erste System hält Professor Sørensen für das aussichtsreichste; es ergibt die einfachste Bauart von geringstem Gewicht und eröffnet große Aussichten, wenn es gelingt, die Turbinen-Eintrittstemperatur über die heute erreichbare zu steigern (z.B. durch Turbinenläufer aus keramischen Baustoffen). Das Prinzip hierfür ist folgendes: Ein Luftverdichter "a" saugt Frischluft an, drückt dieselbe (z.Zt. mit etwa 4 atü) über einen mit den Abgasen der Gasturbine beheizten Luftvorwärmer "b", tritt dann in die Brennkammer "c" ein und wird dort (bei 4 atü) auf die Temperatur gebracht, die heute nach Maßgabe der Baustoffe (siehe weiter unten) tragbar ist. Das Gas tritt dann in die Gasturbine "d", entspannt sich dort unter Arbeitsleistung (adiabatisch) und pufft dann in den erwähnten Luftvorwärmer "b" aus und anschließend ins Freie.

Herrn Dr. G. Kötter für die z.R.

AMMONIACKLABORATORIUM OPPAU

Journalauszug Nr. 285
12. Mai 1943

Dr. Mayer.

Alkylierung von Kohlenwasserstoffen.

Image 0232

Zurück an
Ammoniaklaboratorium Op

Oppau, den 9. April 1944. C.

M-1
 Herrn Dr. Müller-Lin
 2. Kauf.

Streng vertraulich !
-----Isoprensynthese und Polymerisation.
=====

- 1) Isoprensynthese aus Isobutylen und Formaldehyd über 1.3 Dioxan.
(Kosten 154,8 Pfg/kg).
- 2) Dimethylbutadien, Tetramethyläthan und Pinskiolin aus Trimethyläthylen auf Amylalkohol od. Pentangrundlage über 1.3 Dioxan wie Isopren.
- 3) Lösungspolymerisation von Butadien u. Isopren mit K-metall zu synthetischem Kautschuk in Lösung (Spesen 10 Pfg./kg) - Oprena - vorwiegend für Streich-Kaschier und Tauchwaren, wobei die Isoprenlösungen mit der Pistole spritzbar sind, dabei ergeben sie ungefüllt Filme von gleicher Festigkeit und Dehnung wie Smoked Sheets.
- 4) Chlorkautschuk aus Oprena-Lösung durch Fällen ohne Eindampfen zu müssen.
- 5) Filmprüfmethode zur Großzahlbestimmung für Forschung am Polymerisations- und Vulkanisationsvorgang und zur Kontrolle im Betrieb.

1933 hatte ich zusammen mit Dr. Werner H o e B bei Versuchen Butadien mit Olefinen zu farblosen Lackharzen zu kondensieren festgestellt, daß außerordentlich geringe Mengen organischer Verunreinigungen die Reaktion stark beeinflussen und wir begannen dann, diese Erfahrungen auf die Butadienpolymerisation zu synthetischem Kautschuk anzuwenden. Diese Versuche, die im technischen Maßstab mit Einheiten für 100-200 kg je Beschickung ausgeführt wurden, ließen sich im Herbst 1943 in den technischen und chemischen Erfordernissen soweit übersehen, daß die Unterlagen für eine größere technische Anlage gewonnen waren. Wir waren gerade dazu übergegangen an Stelle von Butadien das nach dem neuen von Dr. Wilh. Friedrichsen ausgearbeiteten Verfahren gewonnene Isopren zur Polymerisation zu verwenden, als durch eine Fliegerbombe am 9.9.43 beide Versuchsanlagen vollständig zerstört wurden.

In der Beilage 1 (S.4) ist das Herstellungsverfahren für Isopren durch Anlagerung von 2 mol Formaldehyd zum 4,4 Dimethyl 1.3 Dioxan und Wiederabspalten von 1 mol Formaldehyd und Wasser am Phosphorsäurekontakt in einem Fabrikationsschema wiedergegeben und Anlage- und Gesteuerungskosten auf Grund der bisherigen Erfahrungen für eine 10 Tatonlage aufgestellt. Isopr. ist danach erheblich billiger als Butadien herzustellen und erfordert im Vergleich zu dem aus Acetylen gewonnenen Butadien nur geringe Mengen an el. Energie. Die Untersuchung der aus Isopren hergestellten Polymerisate ergab, wie im Folgenden gezeigt wird, eine Reihe wertvoller, für die Streich- u. Kaschiertechnik besonders wichtig.

40185 -/-

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Kohlenwasserstoff-Versuche Op.198/339
(Bericht Nr. 136)

Die Entwicklung der Kohlenwasserstoff-Versuche Op. 198/339
in den Jahren 1939 - 1943.

Ein Beitrag zur Fabrikgeschichte.

Image 0271

8/25

Neukonstruktion von Apparaten
der
Ammoniak-, Tanol- und Methanolsynthese.

Bericht vom 5. 2. 43.
(Dr. Beckmann Op 36a)

Abschrift an:

Herrn Direktor Dr. Müller-Cunradi	Op 190
" Obering. Dr. Schierenbeck	Op 51
" Dr. Goeggel	Op 36a
" Obering. Berger	Lu 10
" Obering. Hahn	Op 36a
" Dr. Dürr	Op 105
" Dr. Heinzl	Op 36a
" Dipl. Ing. Weber Heydebreck	
" Dr. Beckmann	Op 36a
2 x Leuna	

Image 0290

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 83 RStGB, in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 34 (RGBl. I S. 341 III).
2. Weitergabe nur geschloffen, bei Beförderung als „Einsparungen“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter geheimerem Verzug.

Sulfidische Sauerstoff-Katalysatoren, besonders Wolframsulfid,

bei der technischen Kohlenhydrierung.

H. P i e r .

Bei der Ausarbeitung neuer katalytischer Verfahren stehen dem technischen Forscher einerseits die besonderen Erfahrungen zur Verfügung, die bei der Bearbeitung ähnlicher Probleme gewonnen und die vorurteilsfrei, mit einer gewissen Intuition auf das neue Verfahren übertragen werden; andererseits zieht er aus den fest fundierten Erkenntnissen der Wissenschaft grössten Nutzen. Über die Arbeitsweise der Techniker auf dem Gebiet der Katalyse wurde schon öfters vor der Mannesgesellschaft berichtet, beispielsweise von A. Mittasch und H. Mitefisch.

Auf Anregung des Reichsamtes für Wirtschaftsausbau will ich heute über ein Kapitel der technischen Katalyse sprechen. Einleitend sei kurz die historische Entwicklung bei den Hochdruckverfahren der I.G., von Ammoniak über das Methanol zum Benzol, gestreift und dann ein besonderer Fall der Benzolgewinnung mit fest angeordnetem Katalysator, mit Wolframsulfid, behandelt. Es wird von der Herstellung, den Eigenschaften und der Anwendung dieses vielseitigen Katalysators berichtet, dabei sei aber, um Ihre Erwartungen nicht zu hoch

Gasoline by Hydrogenation

U. S. S. B. S.

Team 46

LU III - 14

Image 0344

K. Peters:

4.4.1942. Pe/Wch.

Vortrag

für Haus der Technik Westmark

am 8.4.1942 in Metz u.

am 15.5.1942 in Saarbrücken.

DIE HERSTELLUNG SYNTHETISCHER TREIBSTOFFE.

Wenn man von synthetischen Treibstoffen spricht, so versteht man heute vielfach nicht nur jene Stoffe darunter, die durch Synthesen im eigentlichen Sinne des Wortes, d.h. durch chemischen Aufbau aus kleineren Bausteinen hergestellt sind, sondern man umfasst mit diesem Begriff mehr oder weniger alle Kraftstoffe, die nicht durch Destillation oder Kracken aus natürlichem Erdöl, sondern auf andere Weise gewonnen werden, also z.B. auch jene, die durch ^{hydrierende} Spaltung aus höhermolekularen Stoffen, wie Kohle oder hochsiedenden Ölen, hergestellt werden.

In diesem weiteren Sinne und unter Einbeziehung des Krackverfahrens soll dieser Vortrag einen kurzen Überblick über jene Verfahren geben, die heute für die Herstellung von Motortreibstoffen aus den verschiedenen Rohstoffen angewandt werden.

Entsprechend den mannigfaltigen Rohstoffen sind bei der künstlichen Herstellung von Motorkraftstoffen in den einzelnen Ländern mancherlei Wege eingeschlagen worden. In den meisten Fällen gab der Wunsch, grössere Mengen und bessere Benzine und Öle herzustellen, den Anstoss zur Beschäftigung mit diesen Fragen.

Die Steinkohle und Braunkohle stellen die Rohstoffbasis dar, auf der die zahlreichen deutschen Treibstoffwerke gegru-

Misc. Process Data

U. S. S. E. S.

Team 46

LU III - 22

LU III - 22

Image 0488

1.8.1942
K-Abt. Dr. Schö/R.

Darstellung von Butadien aus 1.3-Butylenglykol bzw. Allylcarbinol durch Dehydratation am Graphit-Phosphat-Kontakt unter Zusatz indifferenten Gase und Wasserstoff.

Bis zum Beginn der vorliegenden Untersuchungen vor etwa einem Jahre war die Frage ungeklärt, wie sich die Umsetzung des 1.3-Butylenglykols am Graphit-Phosphat-Kontakt gestaltet, wenn man durch den Kontaktofen zusätzlich inerte Gase leitet, d.h. wenn einerseits die Strömungsgeschwindigkeit erhöht, andererseits die Verweilzeit vermindert wird. Da sich viele Reaktionen bei Anwendung von Verdünnungsmitteln und Zusatzgasen auf ihren Ablauf beeinflussen lassen, war zu vermuten, daß auch bei der Butadienherstellung durch Zusatzgas ein Einfluß auf den Reaktionsablauf ausgeübt wird.

Von den zur Verfügung stehenden indifferenten Gasen wurden zunächst Stickstoff und Kohlensäure angewendet. Dann wurden Butadien und Propylen selbst als Zusatzgas über den Kontakt geleitet und die Butadienausbeute bestimmt. Auch Wasserdampf kam zur Anwendung. Schließlich wurden Kohlenoxyd und Wasserstoff als noch reaktionsfähige Gase zusätzlich durch den Kontaktraum geleitet und auf ihren Einfluß bei der Dehydratation des Butylenglykols geprüft.

I. Allgemeines zur Butadienherstellung.

Zur Herstellung des Butadiens leitet man das Gemisch der Dämpfe aus gleichen Teilen 1.3-Butylenglykol und Wasser bzw. Allylcarbinol und Wasser bei 270° über einen Phosphat-Kontakt, dessen Träger Graphit ist. Der Kontakt besteht aus freier Phosphorsäure und einem Gemisch an Natriumphosphaten, hauptsächlich Pyrophosphat, Trimetaphosphat und Maddrellschem Salz (NaPO_3).

Zum allgemeinen Verständnis der Versuche sei ihre Ausführung im Laboratorium kurz beschrieben. Man läßt das wässrige 50 %ige Butylenglykol aus der Bürette in den Verdampfer tropfen und leitet das Wasserdampf-Glykol-Gemisch durch einen Kontaktofen, die sogenannte Versuchstasche, die mit 2,5 Liter Kontakt beschickt ist. Die Temperatur beträgt 270°. Die Reaktionsprodukte werden im Wasserkühler auf Raumtemperatur abgekühlt, wobei sich die gasförmigen Produkte vom Reaktionswasser und weiteren flüssigen Nebenprodukten (Öle) trennen. Das Rohgas passiert dann eine mit 50 %iger Kalilauge gefüllte Waschflasche und zur Trocknung und weiteren Reinigung einen Ätzkaliturm. Das so gewonnene Rohbutadien läßt sich in der mit Methanol-Kohlensäure gekühlten Vorlage quantitativ kondensieren. Bei Anwendung von Zusatzgas wurde dieses über eine Gasuhr gemessen, im Verdampfer mit dem Butylenglykol bzw. Allylcarbinol auf deren Verdampfungstemperatur gebracht und mit dem Dampf durch den Kontaktofen geleitet. Bei diesen Versuchen ist es notwendig, infolge des bei -70 bis -75° (Temp. des Kondensiergefäßes) noch beträchtlichen Dampfdruckes des Butadiens, den im Strom des Zusatzgases mitgeführten Butadienanteil experimentell zu bestimmen. Dies gelingt durch Absorption an mit Methanol-Kohlensäure gekühlte Aktivkohle.

b.w!

Oppau, den 18. Juli 1944.

Herrn Dr. Dr. Hella. Cunnack

A k t e n n o t i z

(Nr. 143)

Versuche zur Gewinnung des Kohlenoxyds aus Carbidofengas mit
Aethanolamin-Cupronitratlauge als Waschflüssigkeit.

Auf Veranlassung der Carbidfabrik Lu, welche das im Carbidofengas enthaltene CO nach unserem Verfahren DRP. 732 693 mittels Aethanolamin-Cupronitratlauge abzutrennen beabsichtigt, führten wir kleintechnische Waschversuche mit einem Gasgemisch von der Zusammensetzung des Carbidofengases bei wechselnden Drucken von 5 bis 18 atü durch. Das Gas war frei von H₂S, COS, AsH₃, PH₃ und C₂H₂, welche bei der Kupferlaugewäsche stören. Der Zweck unserer Versuche war, die mit diesem hochprozentigen Kohlenoxydgas erreichbare Wascherleistung festzustellen und die Haltbarkeit der Lauge bei Dauerbeanspruchung zu prüfen.

Versuchsapparatur und Arbeitsweise sind in Skizze 1 schematisch dargestellt. Im Gasometer G wurde ein Gasgemisch folgender Zusammensetzung hergestellt:

CO	ca.	65	Vol.-%
CO ₂	"	3	"
H ₂	"	27	"
N ₂	"	5	"

Das Gasgemisch wurde vom Kompressor K angesaugt und auf den jeweiligen Versuchsdruck verdichtet. Im Wascher W (Länge: 700 cm; Durchmesser: 10 cm), der mit Raschigringen gefüllt war, wurde das Gas im Gegenstrom mittels Aethanolamin-Cupronitratlauge gewaschen, welche im Liter 150 g Kupfer enthält, 130 g davon als Cu(I). Die Lauge wurde durch Pumpe E mit einer Geschwindigkeit von 150 ltr/Stk umgepumpt. Das oben am Wascher austretende „Restgas“ wurde gemessen und ging nach G zurück. Die mit CO gesättigte Lauge wurde unten abgezogen und in das in über 10 m Höhe angebrachte Entgasungsgefäß V gedrückt. Auf dem Wege dorthin wurde die Lauge indirekt mit Heißwasser angewärmt, so dass sie im Entgasungsgefäß mit einer Temperatur von 52-55 °C eintrat. Im Entgasungsgefäß wurde sie bei