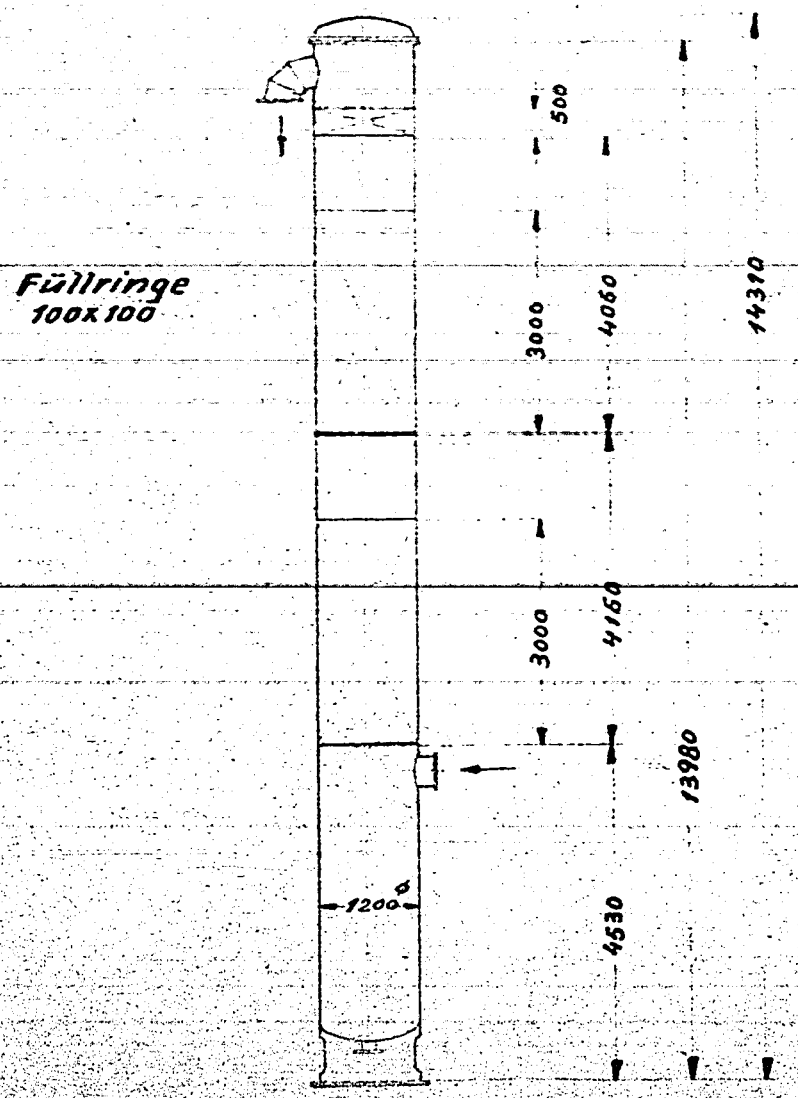
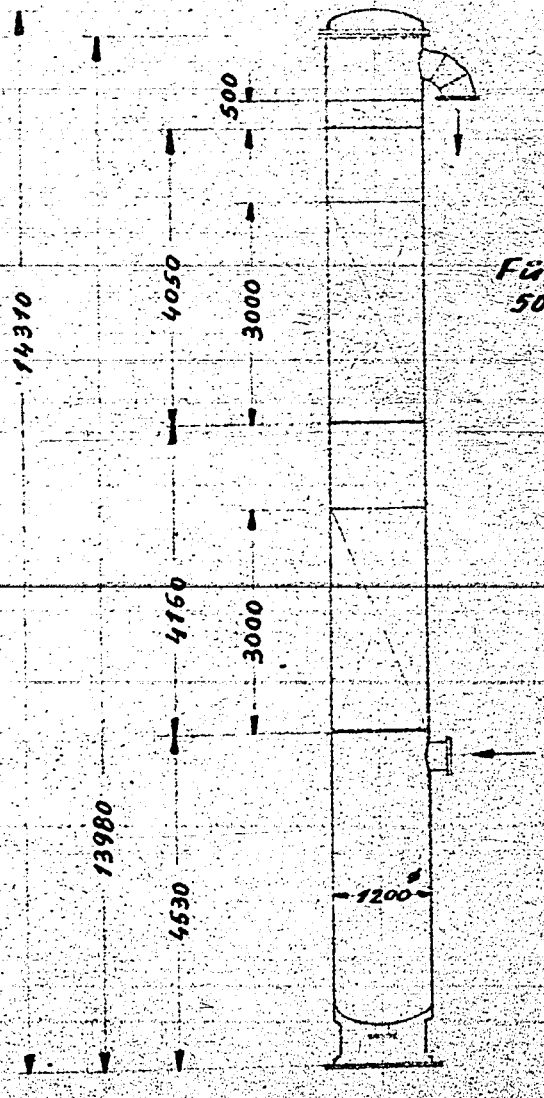


Gas Kühler



Gassättiger



Luftsättiger

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Top 12.10.42. Name: *Fischer*

Maßstab
1:100

Kühler, Gas- u. Luftsättiger
Urheberrechtsschutz nach DIN 50

Bild 2

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A4 T (210 X 297 mm)

g/Nm³

600

500

400

300

200

100

Bild 3

Dampfblanz der N-Anlage

t/M

g/Nm³

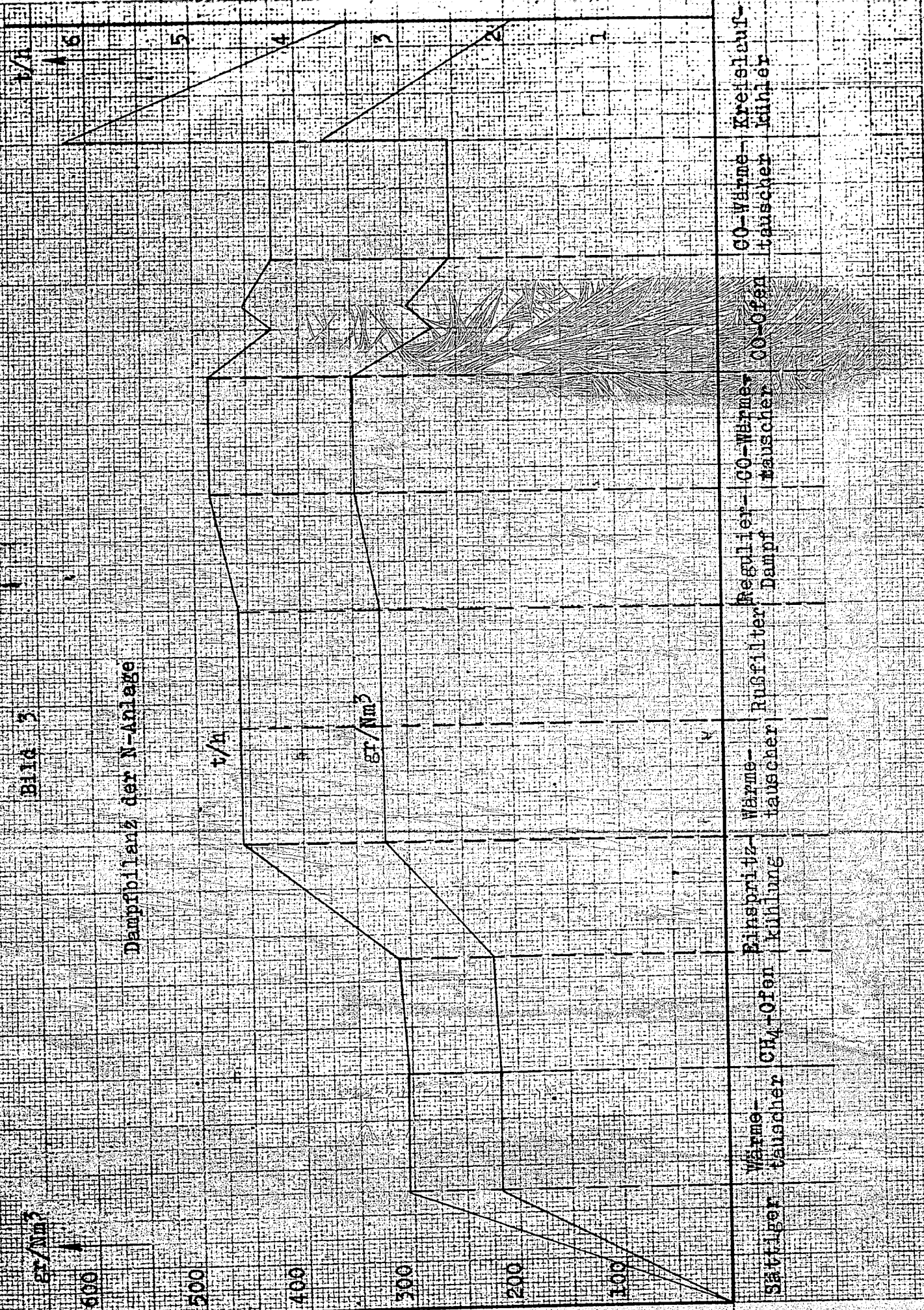
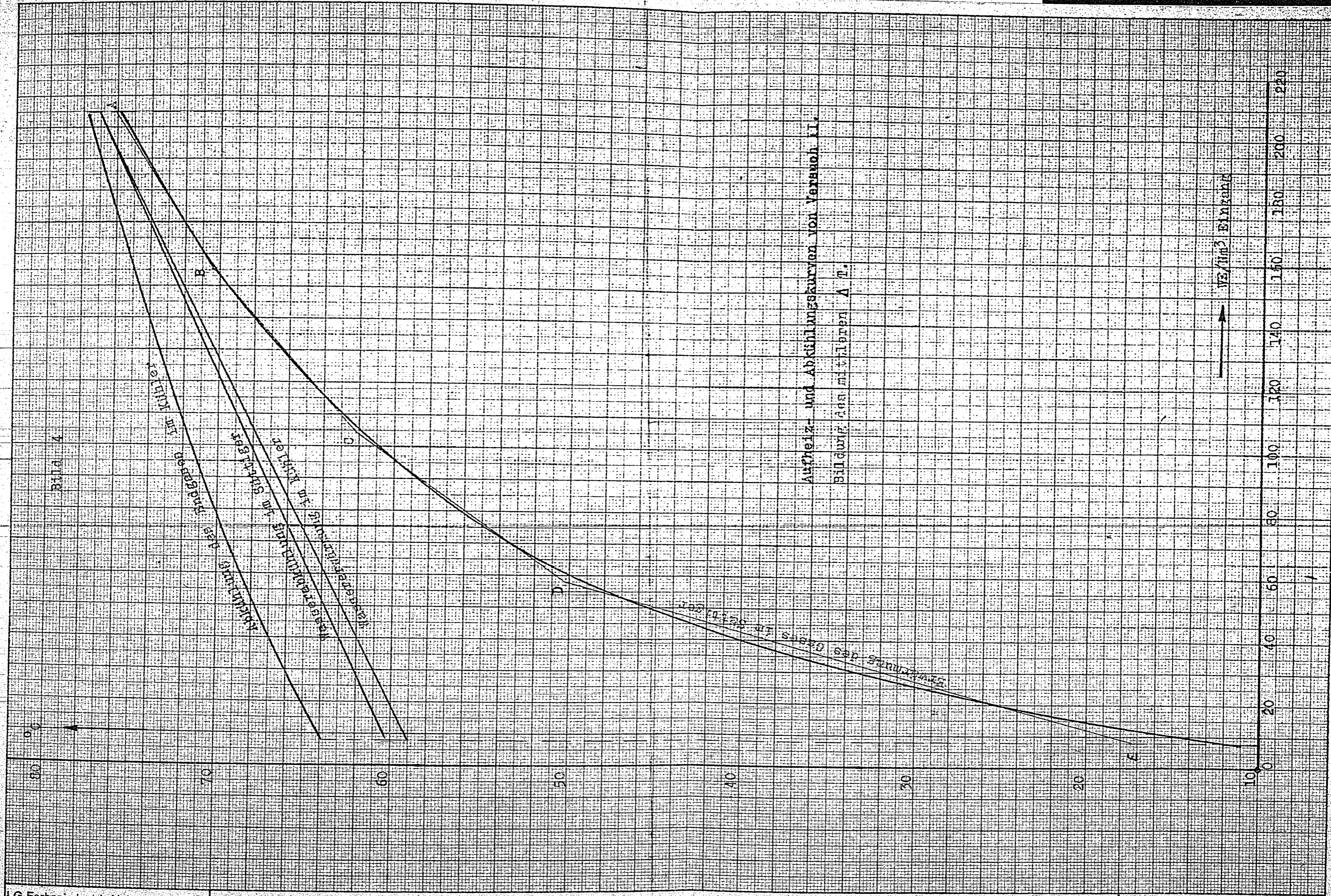
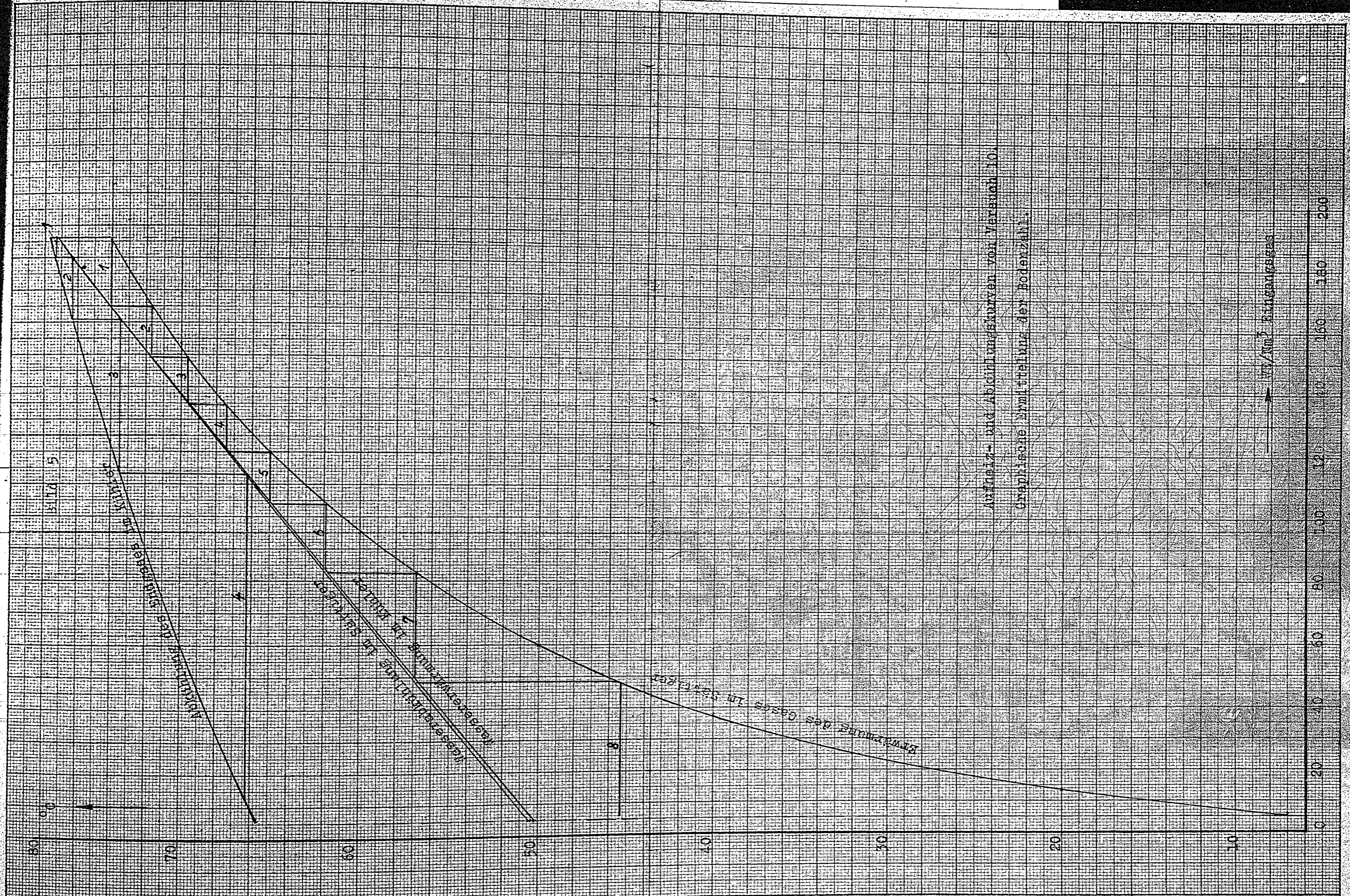


Bild 3



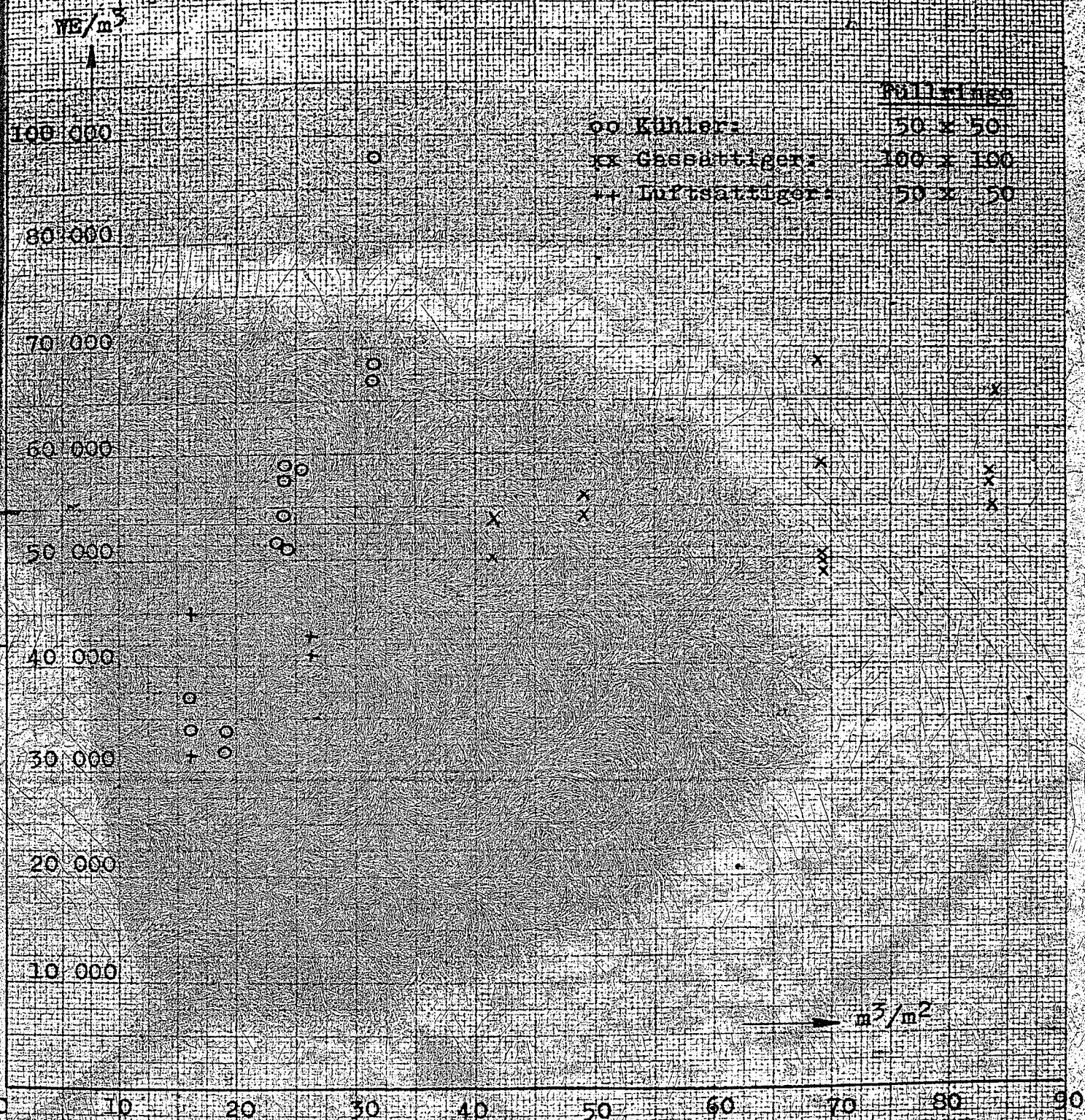
Aufheiz- und Abkühlungskurven von Versuch II.
 Bildkurve des mit Wasser A T.



Abkühlung des Gases im Gefäß
Abkühlungskurve von Versuch 101
Abkühlungskurve von Versuch 102
Abkühlungskurve von Versuch 103
Abkühlungskurve von Versuch 104
Abkühlungskurve von Versuch 105
Abkühlungskurve von Versuch 106
Abkühlungskurve von Versuch 107
Abkühlungskurve von Versuch 108
Abkühlungskurve von Versuch 109
Abkühlungskurve von Versuch 110
Abkühlungskurve von Versuch 111
Abkühlungskurve von Versuch 112
Abkühlungskurve von Versuch 113
Abkühlungskurve von Versuch 114
Abkühlungskurve von Versuch 115
Abkühlungskurve von Versuch 116
Abkühlungskurve von Versuch 117
Abkühlungskurve von Versuch 118
Abkühlungskurve von Versuch 119
Abkühlungskurve von Versuch 120

Bild 5

Bild 6



Abhängigkeit der Wärmedurchgangszahl K von der Regenhöhe.

IG. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Bild 6

DIN-Format A 4 T (210 X 297 mm)

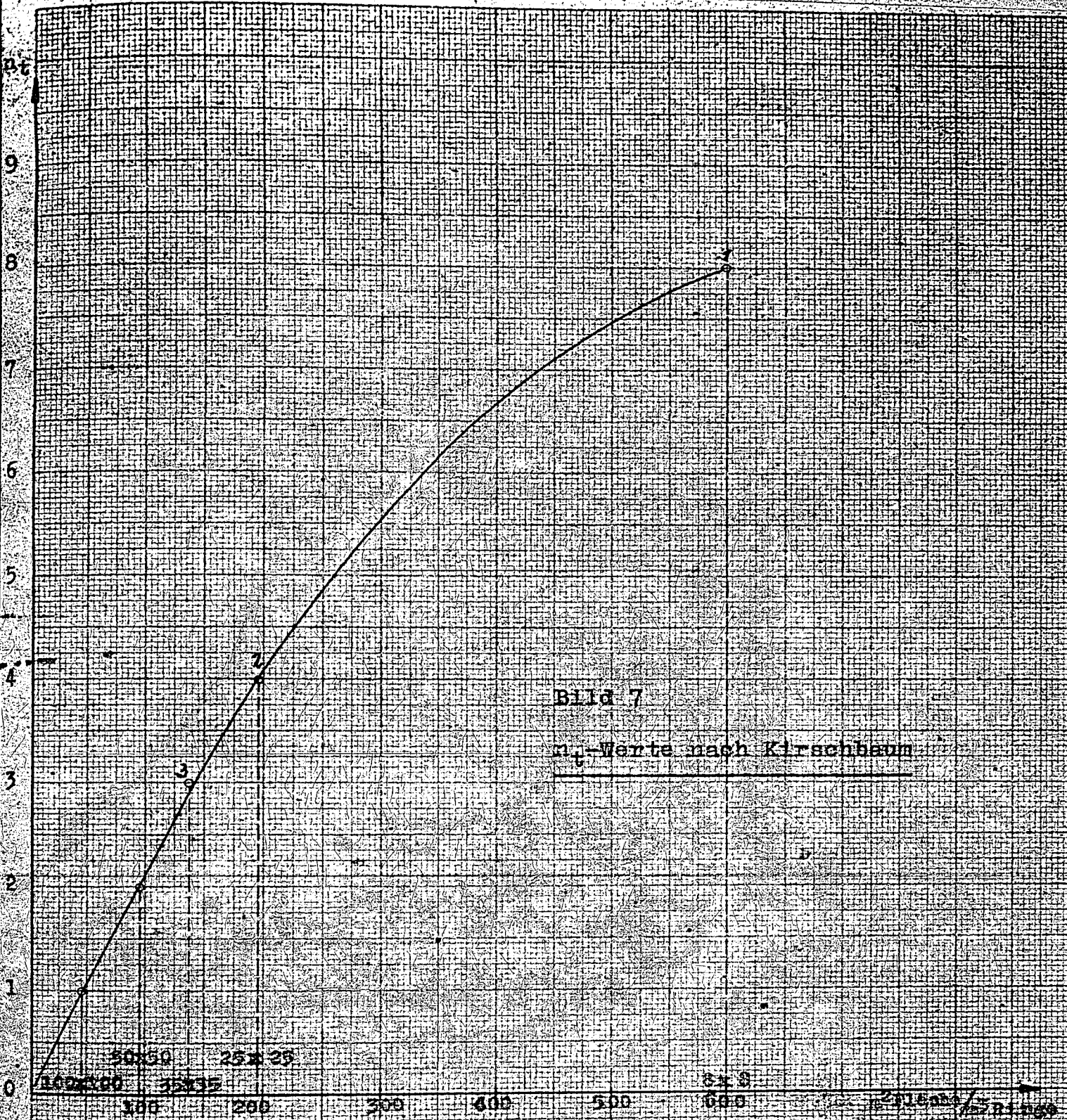


Bild 7
n_t-Werte nach Kirschbaum

Zahl der theoretischen Böden n_t , die 1 m Schichtfläche von Füllringen entsprechen, in Abhängigkeit von der Ringgröße. Die Ringe sind im Masstab der Oberfläche aufgetragen, die 1 m² der betreffenden Ringe hat.

Die Punkte 1, 2, 3 sind von Kirschbaum (Destillier- und Rektifizier-Technik S. 233) gemessen.

II

II DONA II, O II

2168 = 30 / A. 03

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Zi/Op.200

38a // Oppau, den 30. Juni 1943. C.

Jahresbericht 1939 - 1942
2168 - 30/4.03

Tonalonfabrikation.

Veranlassung der Versuche waren wissenschaftliche Arbeiten, denen ein Bedürfnis nach technisch leicht herstellbaren hochbasischen Metallverbindungen entgegenkam. Viele Salze des Aluminiums und anderer mehrwertiger Metalle verdanken ihre technische Bedeutung der Tatsache, daß sie in Lösung stark hydrolysiert sind und Metallhydroxyde neben freier Säure enthalten. Die Metallhydroxyde sind das eigentlich wirksame Prinzip derartiger Metallsalzlösungen, während die Säure unwesentlich ist. In hohem Maße ist dies der Fall bei Lösungen von Aluminiumformiat und -acetat.

Tonalon ist nach diesem Gesichtspunkt als hochbasisches Aluminiumchlorid $Al_2(OH)_5Cl$ durch Umsatz von Aluminiumchloridlösung mit Äthylenoxyd unter gleichzeitiger Gewinnung von Äthylenchlorhydrin entwickelt worden. Es zeigt in Lösung den Säuregrad der Ameisensäure bzw. essigsäuren Tonerde und besitzt diesen Produkten gegenüber infolge des hohen Gehaltes an wirksamen Al_2O_3 erhebliche Vorteile (vgl. das als Anlage beigefügte Tonalon-Merkblatt). Nur 1/6 der freien Basizität des Aluminiumhydroxyds ist durch HCl abgesättigt. Entsprechende Herstellung von Zirkonoxydgel.

Zeitpunkt der ersten Versuche:

1931 O.Z. 6980 = D.R.P. 582 682 ;
O.Z. 7485 = D.R.P. 630 525

Versuche im kleintechnischen Maßstab 1933

Erste Anwendungen in der Praxis 1934 : Ramasit - Japan und Curtaform anstelle von essigsaurer Tonerde.

Produktion im Versuchsbetrieb 1934 bis Februar 1939

Vorteile des Verfahrens: Gleichzeitige Herstellung von zwei Verkaufsprodukten : Tonalon und Äthylenchlorhydrin, das sonst ebenfalls aus Äthylenoxyd, aber mit Salzsäure gewonnen wird.

Übernahme vom Ammoniaklaboratorium in den Betrieb der Stickstoff-Abtlg.
1. März 1939.

Ausgangsstoffe und Erzeugnisse.

1) Tonalon

Tonerdehydrat (Gebrüder Giulini) wird unter Rühren und Heizen mit direktem Dampf in Salzsäure (I.G.Lu) gelöst:

Ergebnis: basische Aluminiumchloridlösung.

In die Aluminiumchloridlösung wird Äthylenoxyd eingeleitet. Das entstandene Äthylenchlorhydrin wird unter vermindertem Druck als etwa 40 %ige Lösung abdestilliert. Der Rückstand ist fertige Tonalonlösung (für Ramasit). Eintrocknen im Vak.-Trockenschrank liefert Tonalon 100 % mit 46/48 % Al_2O_3 .

-/-

2168 - 30/4.03

Jahresbericht 1939
der Tonalonfabrik.

I. Produkte: Hauptprodukt : 1. Tonalon
2. Zirkonoxydgel
Nebenprodukt : 3. Chlorhydrin.

1) Tonalon: Die Gesamtproduktion an Tonalon (berechnet als 100%ige Ware) betrug : 121.542 kg.
Im einzelnen wurden geliefert (berechnet als 100%iges Produkt) :

- a) in Form einer etwa 37%igen Lösung (Tonalonlösung) nach Ludwigshafen (T.H.-Abtlg.) für die Kamäsiherstellung: 90.175 kg ,
- b) in Form von einmal gemahlenem Festprodukt (Solidogen AS, Beizsalz TR) für die Naphtol- bzw. Türkischrotfarberei: 11.201 kg ,
- c) in Form von zweimal gemahlenem Festprodukt (Curtaform, Tonerdegel) für pharmazeutische Zwecke: 2.800 kg ,
bzw. in Form einer besonders hergestellten noch basischen dickflüssigen Lösung : 25 kg ,
- d) in Form von einmal gemahlenem Festprodukt (Tonalon) mit 46-48 % Al_2O_3 -Gehalt : 12.156 kg ,
bzw. in Form eines gemahlten Gemisches von Tonalon (80 %) mit Harnstoff (20 %) (Tonalon H) zur Imprägnierung von Geweben aller Art: 6.060 kg .

Dieses letztere Mischprodukt wurde ab August 1939 anstelle des Tonalons in den Handel gebracht. Zur Werbung wurde ein besonderes Flug- und Merkblatt herausgegeben (vgl. Anlage).

2) Zirkonoxydgel: Die Gesamtproduktion an Zirkonoxydgel (berechnet als 100%ige Ware) betrug : 9.305 kg .
Geliefert wurden (berechnet als 100%iges Produkt) :

- a) in Form einer etwa 45-48%igen Lösung (Zirkonlösung) nach Ludwigshafen (T.H.-Abtlg.) für die Persistolsalzherstellung: 4.567 kg ,
- b) in Form von einmal gemahlenem Festprodukt (Zirkonoxydgel) mit etwa 62 % ZrO_2 für Imprägnierungszwecke von Geweben : 1.817 kg .

- 3) Chlorhydrin: Die Gesamtproduktion betrug: 103 130 kg reines Chlorhydrin. Es wurde an die Glykolfabrik Lu abgegeben.

II. Vertrieb und Verkauf:

Der Vertrieb und Verkauf der Hauptprodukte (mit Ausnahme der nach Lu gelieferten Ware) erfolgte durch die Verkaufsabteilungen Frankfurt/Main.

III. Organisation und Personal des Betriebes:

Der Tonalonbetrieb gehörte bis zum Februar dem Ammoniaklaboratorium an. Am 1. März wurde er der Stickstoff-Abteilung angegliedert. Beschäftigt wurden:

1 Lab. Angestellter und 6 Laborarbeiter.

Der Stundenlohn der Laborarbeiter betrug: RM 0,68 + Zulage = 0,80 bis 0,84 RM.

Betriebsführer waren: Dr. Ziese (bis z. Eintritt i. d. Wehrmacht im Sept. 1939)
Dr. Fauckner (v. Sept. bis Anf. Dezember)
Dr. Hodler (ab Dezember).

IV. Entwicklung des Betriebes:

Die Betriebsentwicklung stand hauptsächlich im Zeichen einer Produktionserhöhung und Produktionsverbilligung. Erstrebt wurde eine Produktionskapazität von zunächst etwa 15 moto Tonalon (Jahresmitte) und dann etwa 20-25 moto Tonalon (Jahresende). Diesem Zwecke dienten:

- a) der Ersatz der bisherigen (gebrauchten) emaillierten Destillationsblase (800 Ltr. Inhalt) durch eine phenytlisierte Destillationsblase von 2 cbm Inhalt,
- b) der Ersatz der langsam arbeitenden und wenig leistungsfähigen Steinsengutschen durch zwei leistungsfähigere Filterpressen,
- c) die Erstellung eines neuen Lagerbehälters von 12 cbm Inhalt zur Aufnahme der anfallenden wässrigen Chlorhydrinlösung,
- d) die Anschaffung zweier weiterer Druckzylinder (im ganzen 4) für die Beschaffung von Athylenoxyd (von Glykolfabrik Lu),
- e) die Erstellung eines Holzverschlages über der Destillationsblase zum Schutze der Apparatur gegen Witterungseinflüsse,
- f) das Legen und die Inbetriebnahme einer Leitung (Mipolam) zur direkten Füllung des Trockenschrankes,
- g) die Inbetriebnahme eines Vorrats(druck)behälters (Op. 454) für Athylenoxyd von 13 cbm Inhalt,
- h) die Beschaffung einer weiteren (zweiten, emaillierten) Destillationsblase.

Die Tonalon- und Zirkonoxydgelherstellung verursachte keine Schwierigkeiten. Lediglich der Phenyttalanstrich der Destillationsblase ließ zu wünschen übrig. Er wurde mehr und mehr rissiger, bröckelte teilweise ab. Ein über die Fehlstellen gestrichener Pergutüberzug hielt nur vorübergehend. Ende Dezember mußte mit der Montage der neuen emaillierten Blase begonnen werden, da der phenyttalisierte Kessel dringend reparaturbedürftig war und nur noch notdürftig gefahren werden konnte.

Die Chlorhydrinaufarbeitung verlief ohne Störung. Als besonders gut und praktisch erwies sich die Trennung der beiden Flüssigkeiten (Sodalösung und konzentrierte Chlorhydrinlösung) nach dem Aussalzen durch Absaugen der oben schwimmenden (mit Sudanrot B gefärbten) Chlorhydrinlösung.

V. Entwicklungsarbeiten:

Weitere Entwicklungsarbeiten im Laboratorium führten zu

- 1) einem Verfahren zur Herstellung wasserlöslicher Salze des Aluminiums mit organ. Säuren (Dr. Ziese; O.Z. 11 489),
- 2) einem Verfahren zur Wasserabstossendmachung von Faserstoffen (Dr. Ziese; O.Z. 11 502).

gez.: Hodler

gez.: G l o t h .

Anlage.

2168 - 30/4.03

Frankfurt/Main, den 31. Juli 1939.

R u n d s c h r e i b e n .
=====

Tonalon H für die Imprägnierung von Geweben aller Art.

Im Vergleich zu den bekannten flüssigen und festen Wettbewerbspräparaten bietet Tonalon technische und wirtschaftliche Vorteile, die es ermöglichen, das Imprägnierungsmittel schon in verhältnismässig kurzer Zeit in der Textilindustrie und nahestehenden Gewerben gut einzuführen.

Verschiedene Umstände lassen es wünschenswert erscheinen, das Tonalon nur noch in einer Stärke von 37/39% Al_2O_3 herzustellen. Zum Unterschied von dem bisherigen Erzeugnis, das aus dem Markt genommen wird, trägt das neue Produkt die Bezeichnung

T o n a l o n H .

Die charakteristischen Merkmale und Vorzüge von Tonalon H sind

Äusseres, Haltbarkeit und Löslichkeit wie beim bisherigen Tonalon.

Keine Faserschädigung selbst bei Anwendung unter ungünstigsten Bedingungen, also in grösseren Mengen und bei sehr hohen Temperaturen.

Erhebliche Seifenersparnis - beim Zweibadverfahren genügt schon 1/4 bis 1/5 der normalerweise notwendigen Seifenmenge.

Klare, unbegrenzt haltbare Lösungen auch bei kaltem Gebrauchswasser - im Gegensatz zu Aluminiumtriformiat.

Preisvorteil im Vergleich mit den Erzeugnissen des Wettbewerbs, insbesondere mit Aluminiumtriformiat.

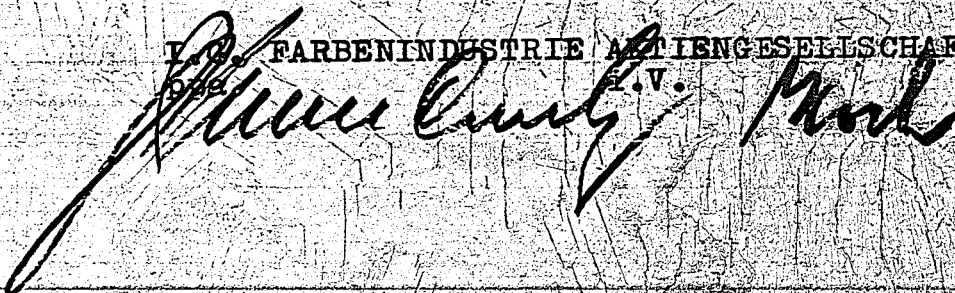
Ein neues Flug- und Merkblatt für Tonalon H ist im Druck und wird in einigen Wochen erscheinen. Bis dahin bitten wir Sie, sich des beiliegenden rotaprintierten Merkblattes zu bedienen, von dem Ihnen auf Wunsch weitere Exemplare zur Verfügung stehen. In dem neuen Merkblatt fehlt die Vergleichstabelle der Bé-Grade der Tonalon - ameisensauren und essigsaurer Tonerdelösungen, weil die Tabelle bei ungenügender Sachkenntnis zu Irrtümern führen kann; sonst sind Flug- und Merkblatt im wesentlichen unverändert.

Der Preis für Tonalon H, der nicht nur den niedrigeren Al_2O_3 -Gehalt berücksichtigt, sondern darüber hinaus noch einen Vorteil bietet, beträgt

RM 110.-- die 100 kg,
ab Lieferwerk ausschliesslich
Verpackung, zahlbar netto
Kasse innerhalb von 30 Tagen
ab Rechnungsdatum, sonst
gleiche Bedingungen wie bei
dem früheren Tonalon - siehe
unser Rundschreiben vom
15.9.1938, das insbesondere
auch wegen der Wahrung der
I.G.-Interessen am Ramasit-
verkauf zu beachten ist.

Wir bitten Sie um recht intensive Werbung für Tonalon H gemeinsam mit den im Aussendienst tätigen Technikern und erwarten hierüber mit Interesse Ihre Berichte.

FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
i.V.



Zi/Ke.

2168 - 30/4.03

T O N A L O N H

zur wasserabweisenden Imprägnierung von Geweben aller Art

- TONALON H ist ein pulverisiertes, kolloidales Tonerdepräparat mit 37/39 % Aluminiumoxyd (Al₂O₃), das in diesem Gehalt von keinem anderen bisher herausgebrachten löslichen Tonerdesalz erreicht und nach einem neuen durch Patente geschützten Verfahren hergestellt wird.
- TONALON H wird vorteilhaft anstelle von ameisensaurer oder essigsaurer Tonerde (Aluminiumformiat oder -acetat) für wasserabweisende Imprägnierungen von Geweben aller Art verwendet.
- TONALON H ist ungiftig, praktisch geruchlos, auch in höher konzentrierten Lösungen nicht ätzend und bei Berührung mit der Haut vollkommen ungefährlich.
- TONALON H ist frei von Schwefelsäure.
- TONALON H enthält keine Ballaststoffe, wie schon der hohe Gehalt an wirksamem Aluminiumoxyd beweist.
- TONALON H löst sich schon in kaltem Wasser auch bei höherer Konzentration klar auf, im Gegensatz zur festen ameisensauren bzw. essigsäuren Tonerde, die in kaltem Wasser nicht oder nur wenig löslich ist.
- TONALON H und die damit hergestellten Lösungen sind frost- und hitzebeständig, unbedingt und unbegrenzt haltbar, im Gegensatz zu den ameisensauren oder essigsäuren Tonerdelösungen, die bei längerer Aufbewahrung sehr zu Zersetzungen und unlöslichen Ausscheidungen neigen und damit an wirksamer Substanz verlieren.
- TONALON H bringt erhebliche Ersparnisse an Verpackungs- und Versandkosten und gestattet eine einfache und billige Lagerung, da keine Bruchgefahr für Glasballons besteht, in denen die handelsüblichen Lösungen von ameisensaurer und essigsaurer Tonerde versandt werden.
- Beim Versand von ameisensauren und essigsäuren Tonerdelösungen kommen auf 1 kg Al₂O₃ gerechnet oft fast 20 kg Wasser, dagegen wird Tonalon H erst an Ort und Stelle gelöst.
- TONALON H verursacht keine Faserschädigungen, auch nicht bei Anwendung stärkerer Konzentrationen und höherer Trockentemperaturen.
- TONALON H reagiert in Lösungen nur schwach sauer (pH etwa 4,5) und genügt daher den höchsten Ansprüchen auf Erhaltung des Farbtones der damit imprägnierten Gewebe.

TONALON H - Imprägnierungen sind im Ein- und Zweibadverfahren einfach und preiswert auszuführen.

TONALON H ist besonders geeignet für eine billige Wiederimprägnierung nach der Wäsche.

A r b e i t s a n l e i t u n g

Herstellung der TONALON H - Lösungen

TONALON H kann in jedem kalten oder warmen Gebrauchswasser (Trink- und Flußwasser) gelöst werden. Das Wasser soll möglichst eisenfrei sein und keine groben Verunreinigungen enthalten.

Zur Vermeidung von möglichen Klumpen- oder Knollenbildungen ist das TONALON H - Pulver immer in das Wasser einzutragen und nicht umgekehrt, das Wasser zu dem Pulver zu geben. TONALON H kann in jedem sauberen Gefäß aufgelöst werden, z.B. in Holzböttichen, Ton- und emaillierten Behältern. Metall-Gefäße sind zu vermeiden.

Die Gebrauchslösungen können jederzeit frisch und beliebig stark zubereitet werden. Bei der guten Haltbarkeit von TONALON H ist die Herstellung von Stammlösungen möglich und zu empfehlen, die zweckmäßig 300 - 400 g TONALON H im Liter oder Kilogramm enthalten.

Die Konzentration der TONALON H - Lösungen kann bis 500 g im Liter gesteigert werden; zur Vorratshaltung empfehlen sich jedoch 37-gewichtsprozentige Lösungen, die bei 20° C ein spezifisches Gewicht von $d = 1,18$ oder $22,3^\circ$ Be haben und die beispielsweise durch Eintragen von 37 kg TONALON H in 63 Liter Wasser hergestellt werden. Zur Beschleunigung der Auflösung kann das TONALON H in einem siebartigen Einsatz in das Wasser gehängt werden, so daß die konzentrierte Lösung nach unten sinkt; durch Einblasen von Druckluft oder Einsatz eines Rührwerkes, das in dauernder Bewegung gehalten wird, löst sich TONALON H noch schneller.

Nach beendeter Auflösung des Pulvers ist die Stammlösung stets gut durchzurühren bzw. durchzumischen. Durch Verdünnung (einfache Wasserzugabe) können aus der Stammlösung die Gebrauchslösungen bzw. TONALON H-Imprägnierflotten mit dem jeweils notwendigen oder gewünschten Gehalt hergestellt werden. Beim Ansatz der verdünnten TONALON H - Imprägnierflotte ist eine Bestimmung des Tonerdegehaltes mittels Spindel nicht empfehlenswert, da infolge der hohen Wirksamkeit von TONALON H, auch in stark verdünnten Lösungen, der tatsächliche Gehalt, besonders in schwachen Konzentrationen, nicht genau zu erfassen ist.

TONALON H - Imprägnierungen im Einbadverfahren.

Bei weniger hohen Ansprüchen an die wasserabweisende Imprägnierung genügt die alleinige Behandlung der Gewebe in der wässrigen TONALON H-Lösung. Sehr ansprechende Imprägniereffekte können z.B. mit 0,3%igen - 0,5%igen TONALON H - Lösungen (3 - 5 g TONALON H im Liter) bei Wollstoffen, Baumwolle, Leinen und Mischgeweben erreicht werden. Durch Erhöhung der TONALON H - Mengen kann der Imprägniereffekt nicht mehr gesteigert werden.

Die Gewebe können entweder in trockenem oder nassem Zustand in die Flotte gebracht werden; vorteilhafter ist jedoch die Imprägnierung trockener Gewebe, da diese das Imprägnierungsmittel schneller aufnehmen. Bei leicht benetzbaren Stoffen genügt es, diese durch die Lösung zu ziehen, dagegen muß bei schwerer benetzbaren Geweben die Lösung entsprechend länger einwirken.

Imprägnierungen in größerem Ausmaße lassen sich wegen der schnelleren Arbeitsweise am besten foulardmäßig durchführen; Waschmaschinen, Haspelkufen und Jigger können ebenfalls zum Imprägnieren verwendet werden.

Wird Ramasit- bzw. Paraffin-Emulsionen Tonerdesalz zugesetzt, ist dafür TONALON H zu nehmen.

TONALON H - Imprägnierungen im Zweibadverfahren

Für sehr haltbare wasserabweisende Imprägnierungen werden die Gewebe in üblicher Weise in einem Seifenbad (Bad I) vorbehandelt und kommen dann in das TONALON H - Bad (Bad II). Je nach den Ansprüchen oder Anforderungen an die wasserabweisend imprägnierten Gewebe müssen die Vor- und Nachbehandlungen mit mehr oder weniger konzentrierten Seifen- und TONALON H - Lösungen durchgeführt werden. Gewebe, wie Zeltbahnen, Markisen- und ähnliche Stoffe, bei denen es darauf ankommt, die Gewebeporen möglichst wasserdicht zu schließen, sind zweckmäßig mit Lösungen von 25 g im Liter vor- und mit Lösungen von 20 g TONALON H im Liter nachzubehandeln. Bei Schwergeweben wie z.B. Zelten, Wagen- und Autoplanen finden, den erhöhten Anforderungen entsprechend, größere Seifenmengen Verwendung und demgemäß ist in den Nachbehandlungs-bädern die Konzentration von TONALON H in gleicher Weise zu erhöhen.

Gewebe, die für Kleidungsstücke bestimmt sind, oder fertige Bekleidungsstücke selbst erhalten schon mit wesentlich niedriger konzentrierten Seifen- und TONALON H - Lösungen eine ausgezeichnete Wasser-schutzausrüstung. Es genügt, diese Gewebe in einem Seifenbad vorzu-behandeln, das 1 g Seife oder Seifenpulver im Liter enthält, und in einem TONALON H - Bad mit 3 g TONALON H im Liter nachzubehandeln. Auch Kunstseiden-Gewebe können auf diese Art ausreichend imprägniert werden.

Trocknung der im Ein- oder Zweibadverfahren mit TONALON H imprägnier-ten Gewebe

Nach der Imprägnierung sind die Gewebe gut abzuquetschen oder abzu-schleudern. Die Trocknung erfolgt in üblicher Weise auf Zylindern, in Trockenschränken oder auf dem Spanrahmen.

TONALON H - Imprägnierungen in Verbindung mit Preventol-Konservierung der Gewebe

Gewebe für technische Verwendungszwecke, wie Zelt-, Markisen-, Planen-, Verdeck- und ähnliche Stoffe, die nach dem Feuchtwerden nicht immer wieder ganz abtrocknen bzw. getrocknet werden können oder die mit dem Erdboden in Berührung kommen, sind in starkem Maße dem Befall durch

2168 - 30/4.03

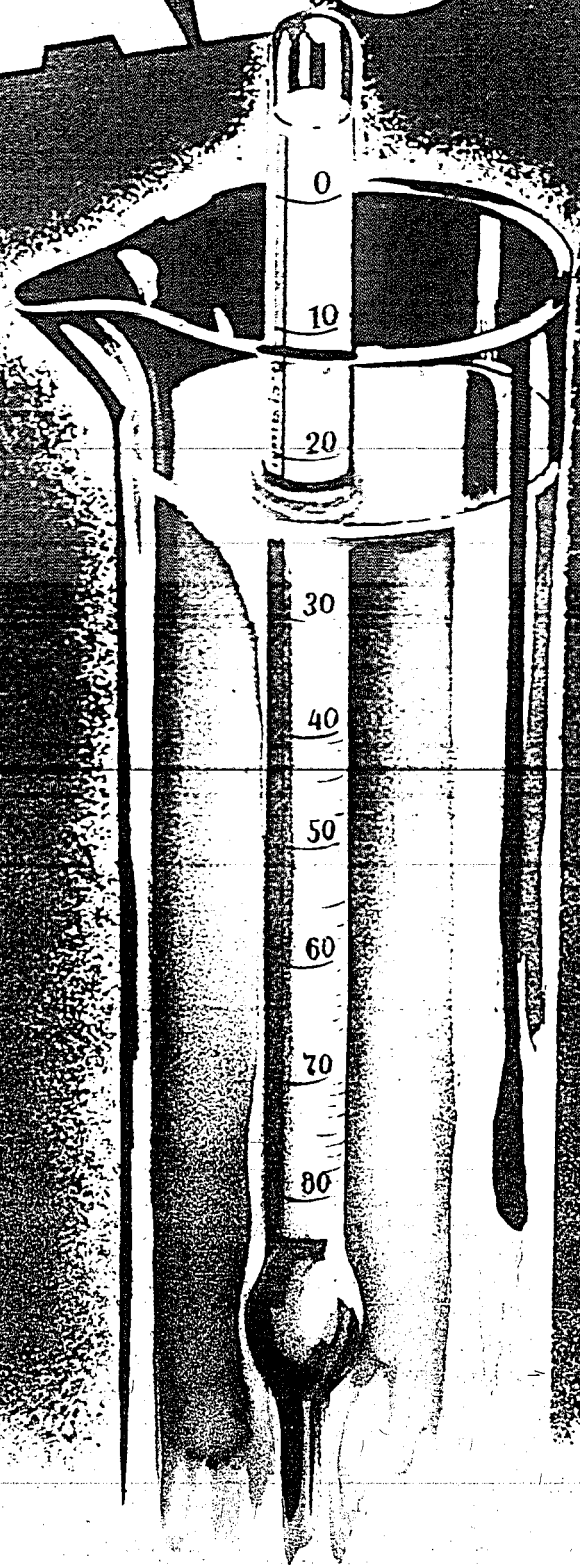
- 4 -

Stockfleckenreger und Schimmelpilze ausgesetzt, auch dann, wenn die Gewebe wasserdicht imprägniert sind. Zum Schütze gegen diesen Befall empfehlen wir, solche Gewebe in einem TONALON H - Bad zu imprägnieren und anschließend in einem Seifenbad mit einem Zusatz unseres Preventol flüssig N zu konservieren.

Auf Anfragen sind wir zur weiteren Beratung über die Anwendung von TONALON H und zu Auskünften über Ramasit und Preventol flüssig N jederzeit gerne bereit.

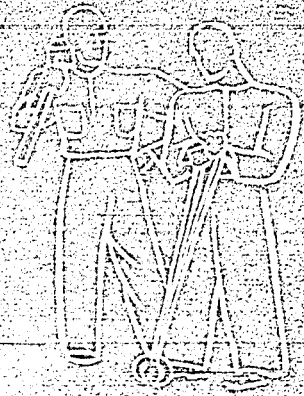
UNALON

Das neue
Tonerdessin
wasserabweisendes
Imprägnierungsmittel
für Gewebe aller Art

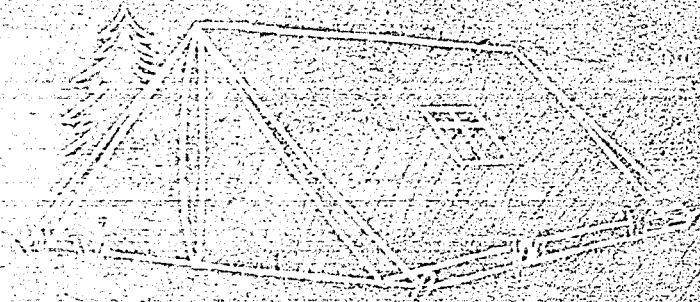


I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
Verkaufsgemeinschaft Chemikalien Abt. 5, Frankfurt (Main) 20





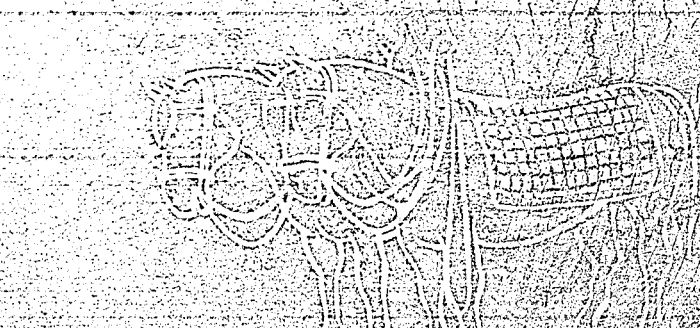
TONALON H ist ein pulverisiertes, kolloides Tonerdepräparat, das nach einem neuen durch Patente geschützten Verfahren hergestellt wird.



TONALON H enthält 37/39% Aluminiumoxyd (Al_2O_3) und wird in diesem Gehalt von keinem bisher im Handel befindlichen löslichen Tonerdesalz erreicht, daher
*große Ausgiebigkeit,
geringe Versandkosten
bequeme und billige Lagerung.*



TONALON H gibt schon mit kaltem Wasser klare Lösungen von höchster Konzentration (z. B. 400 g im Liter), unbedingter und unbegrenzter Haltbarkeit.



TONALON H Lösungen haben den Säuregrad der Lösungen von Aluminiumformiat oder Aluminiumacetat (ameisen- oder essigsauren Tonerde), haben
*keine Ballaststoffe,
keinen stehenden Geruch,
sind frei von Schwefelsäure,
auch in stärkeren Konzentrationen nicht ätzend,
frost- und hitzebeständig.*



TONALON H verursacht keine Faserschädigungen und keine Farbtonveränderungen der behandelten Gewebe.

TONALON H Besonders geeignet zur billigen Wiederimprägnierung nach der Wäsche.

Weitere Auskunft und Druckschriften durch:

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
Verkaufsgemeinschaft Chemikalien, Abteilung S, Frankfurt (Main) 20

TONALON H

ZUR

wasserabweisenden

Imprägnierung

von Geweben aller Art



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
VERKAUFGEMEINSCHAFT CHEMIKALIEN · ABT. S · FRANKFURT (MAIN) 20

TONALON H ist ein pulverisiertes, kolloidales Tonerdepräparat mit **37/39% Aluminiumoxyd (Al_2O_3)**, das in diesem Gehalt von keinem anderen bisher herausgebrachten löslichen Tonerdesalz erreicht und nach einem neuen durch Patente geschützten Verfahren hergestellt wird.

TONALON H wird vorteilhaft anstelle von Ameisensäurer oder Essigsäurer Tonerde (Aluminiumformiat oder -acetat) für wasserabweisende Imprägnierungen von Geweben aller Art verwendet.

TONALON H ist ungiftig, praktisch geruchlos, auch in höher konzentrierten Lösungen nicht ätzend und bei Berührung mit der Haut vollkommen ungefährlich.

TONALON H ist frei von Schwefelsäure.

TONALON H enthält keine Ballaststoffe, wie schon der hohe Gehalt an wirksamem Aluminiumoxyd beweist.

TONALON H löst sich schon in kaltem Wasser auch bei höheren Konzentrationen klar auf, im Gegensatz zur festen Ameisensäurer bzw. Essigsäurer Tonerde, die in kaltem Wasser nicht oder nur wenig löslich ist.

TONALON H und die damit hergestellten Lösungen sind frost- und hitzebeständig, unbedingt und unbegrenzt haltbar, im Gegensatz zu den Ameisensäurer oder Essigsäurer Tonerdelösungen, die bei längerer Aufbewahrung sehr zu Zersetzungen und unlöslichen Ausscheidungen neigen und damit an wirksamer Substanz verlieren.

TONALON H bringt erhebliche Ersparnisse an Verpackungs- und Versandkosten und gestattet eine einfache und billige Lagerung, da keine Bruchgefahr für Glasballons besteht, in denen die handelsüblichen Lösungen von Ameisensäurer und Essigsäurer Tonerde versandt werden.

Beim Versand von Ameisensäurer und Essigsäurer Tonerde-Lösungen kommen auf 1 kg Al_2O_3 gerechnet oft fast 20 kg Wasser, dagegen wird Tonalon H erst an Ort und Stelle gelöst.

TONALON H verursacht keine Faserschädigungen, auch nicht bei Anwendung stärkerer Konzentrationen und höherer Trockentemperaturen.

TONALON H reagiert in Lösungen nur schwach sauer (pH etwa 4,5) und genügt daher den höchsten Ansprüchen auf Erhaltung des Farbtönen der damit imprägnierten Gewebe.

TONALON H-Imprägnierungen sind im Ein- und Zweibadverfahren einfach und preiswert auszuführen.

TONALON H ist besonders geeignet für eine billige Wiederimprägnierung nach der Wäsche.

ARBEITSANLEITUNG

Herstellung der TONALON H-Lösungen

TONALON H kann in jedem kalten oder warmen Gebrauchswasser (Trink- und Flußwasser) gelöst werden. Das Wasser soll möglichst eisenfrei sein und keine groben Verunreinigungen enthalten.

Zur Vermeidung von möglichen Klumpen- oder Knollenbildungen ist das Tonalon H-Pulver immer in das Wasser einzutragen und nicht umgekehrt, das Wasser zu dem Pulver zu geben. Tonalon H kann in jedem sauberen Gefäß aufgelöst werden, z. B. in Holzbottichen, Ton- und emaillierten Behältern. Metall-Gefäße sind zu vermeiden.

Die Gebrauchslösungen können jederzeit frisch und beliebig stark zubereitet werden. Bei der guten Haltbarkeit von Tonalon H ist die Herstellung von Stammlösungen möglich und zu empfehlen, die zweckmäßig 300 bis 400 g Tonalon H im Liter oder Kilogramm enthalten.

Die Konzentration der Tonalon H-Lösungen kann bis 500 g im Liter gesteigert werden; zur **Vorratshaltung empfehlen sich 37-gewichtsprozentige Lösungen**, die bei 20° C ein spezifisches Gewicht von $d=1,18$ oder 22° Bé haben und die beispielsweise durch Eintragen von 37 kg Tonalon H in 63 Liter Wasser hergestellt werden. Zur Beschleunigung der Auflösung kann Tonalon H in einem siebartigen Einsatz in das Wasser gehängt werden, sodaß die konzentrierte Lösung nach unten sinkt; durch Einblasen von Druckluft oder Einsatz eines Rührwerkes, das in dauernder Bewegung gehalten wird, löst sich Tonalon H noch schneller.

Nach beendeter Auflösung des Pulvers ist die Stammlösung stets gut durchzurühren bzw. durchzumischen. Durch Verdünnung (einfache Wasserzugabe) können aus der Stammlösung die **Gebrauchslösungen bzw. Tonal H-Imprägnierflotten** mit dem jeweils notwendigen oder gewünschten Gehalt hergestellt werden. Beim Ansatz der verdünnten Tonalon H-Imprägnierflotte ist eine Bestimmung des Tonerdegehaltes mittels Spindel nicht empfehlenswert, da infolge der hohen Wirksamkeit von Tonalon H auch in stark verdünnten Lösungen, der tatsächliche Gehalt, besonders in schwachen Konzentrationen, nicht genau zu erfassen ist.

TONALON H-Imprägnierungen im Einbadverfahren

Bei weniger hohen Ansprüchen an die wasserabweisende Imprägnierung genügt die alleinige Behandlung der Gewebe in der wässrigen Tonalon H-Lösung. Sehr ansprechende Imprägniereffekte können z. B. mit 0,3—0,5%igen Tonalon H-Lösungen (3 bis 5 g Tonalon H im Liter) bei **Wollstoffen, Baumwolle, Leinen und Mischgeweben** erreicht werden. Durch Erhöhung der Tonalon H-Mengen kann der Imprägniereffekt nicht mehr gesteigert werden.

Die Gewebe können entweder in trockenem oder nassem Zustand in die Flotte gebracht werden; vorteilhafter ist jedoch die Imprägnierung trockener Gewebe, da diese das Imprägnierungsmittel schneller aufnehmen. Bei leicht benetzbaren Stoffen genügt es, diese durch die Lösung zu ziehen, dagegen muß bei schwerer benetzbaren Geweben die Lösung entsprechend länger einwirken.

Imprägnierungen in größerem Ausmaß lassen sich wegen der schnelleren Arbeitsweise am besten foulardmäßig durchführen; Waschmaschinen, Haspelkufen und Jigger können ebenfalls zum Imprägnieren verwendet werden.

Wird Ramasit- bzw. Paraffin-Emulsionen Tonerdesalz zugesetzt, ist dafür Tonalon H zu nehmen.

TONALON H-Imprägnierungen im Zweibadverfahren

Für sehr haltbare wasserabweisende Imprägnierungen werden die Gewebe in üblicher Weise in einem Seifenbad (Bad I) vorbehandelt und kommen dann in das Tonalon H-Bad (Bad II). Je nach den Ansprüchen oder Anforderungen an die wasserabweisend imprägnierten Gewebe müssen die Vor- und Nachbehandlungen mit mehr oder weniger konzentrierten Seifen- und Tonalon H-Lösungen durchgeführt werden. Gewebe, wie **Zeltbahnen, Markisen- und ähnliche Stoffe**, bei denen es darauf ankommt, die Gewebeporen möglichst wasserdicht zu schließen, sind zweckmäßig mit Lösungen von 25 g Seife im Liter vor- und mit Lösungen von 20 g Tonalon H im Liter nachzubehandeln. Bei Schwergeweben wie z. B. **Zelten, Wagen- und Autoplanen** finden, den erhöhten Anforderungen entsprechend, größere Seifenmengen Verwendung und demgemäß ist in den Nachbehandlungs-bädern die Konzentration von Tonalon H in gleicher Weise zu erhöhen.

Gewebe, die für Kleidungsstücke bestimmt sind, oder fertige Bekleidungsstücke selbst erhalten schon mit wesentlich niedriger konzentrierten Seifen- und Tonalon H-Lösungen eine ausgezeichnete Wasserschutzrüstung. Auch Kunstseiden-Gewebe können auf diese Art ausreichend imprägniert werden.

Trocknung der im Ein- oder Zweibadverfahren mit TONALON H imprägnierten Gewebe

Nach der Imprägnierung sind die Gewebe gut abzuquetschen oder abzuschleudern. Die Trocknung erfolgt in üblicher Weise auf Zylindern, in Trockenschränken oder auf dem Spannrahmen.

TONALON H-Imprägnierungen in Verbindung mit Preventol-Konservierung der Gewebe

Gewebe für technische Verwendungszwecke, wie Zelt-, Markisen-, Planen-, Verdeck- und ähnliche Stoffe, die nach dem Feuchtwerden nicht immer wieder ganz abtrocknen bzw. getrocknet werden können oder die mit dem Erdboden in Berührung kommen, sind in starkem Maße dem Befall durch Stockfleckenreger und Schimmelpilze ausgesetzt, auch dann, wenn die Gewebe wasserdicht imprägniert sind. Zum Schutze gegen diesen Befall empfehlen wir, solche Gewebe in einem Tonalon H-Bad zu imprägnieren und anschließend in einem Seifenbad mit einem Zusatz unseres Preventol flüssig N zu konservieren.

TONALON H

Auf Anfragen sind wir zur weiteren Beratung über die Anwendung von Tonalon H und zu Auskünften über Ramasit und Preventol flüssig N jederzeit gern bereit.

3) Athylenchlorhydrin ca. 99,7 %.

Es wurden 265 695 kg hergestellt. (1942: 247 196 kg).
Die Gesamtmenge wurde für Verkaufszwecke an die L.K.-Abtlg. Lu
abgeliefert.

4) Abfallsodalösung ca. 20 % Na₂CO₃ enthaltend.

Es fielen 232 000 kg Na₂CO₃ an, welche an die Salpeterfabrik
zur Herstellung von Natronsalpeter abgeliefert wurden.
(1942: 210 000 kg).

II. Rohstoffverbrauch für die Produkte 1 - 4.

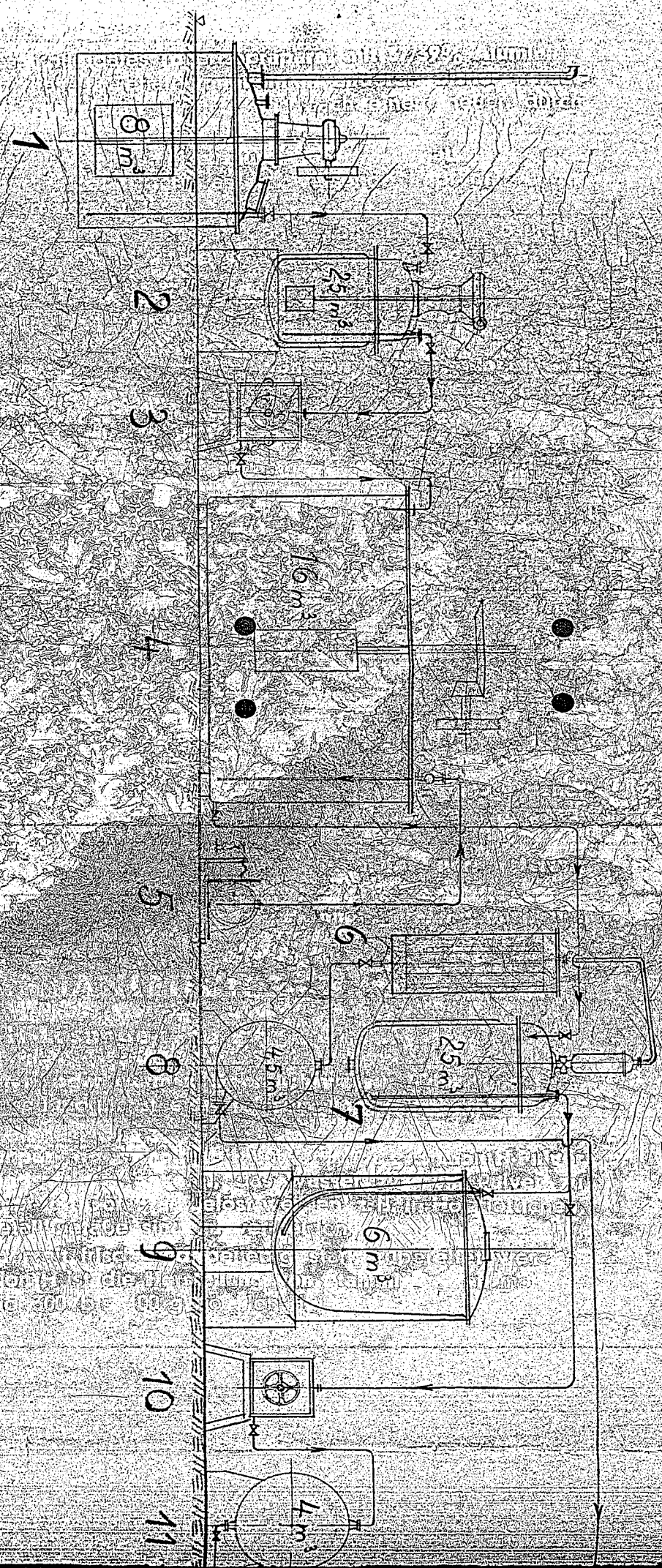
Die Zahlen sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Tonerdehydrat mit 64/65 % Al ₂ O ₃ (kg)	Zirkonox- chlorid kg	Salzsäure ca 30%ig kg	Athylenoxyd kg	Soda, calc. kg
254 115	66 939	849 590	244 298	340 465

III. Wichtigere technische und organisatorische Ereignisse.

Der beträchtliche Produktionsanstieg im 1. Halbjahr 1943 ging Hand
in Hand mit Verbesserungen bzw. Erweiterungen der Apparatur und
des Herstellungsvorganges und zwar

- a) Ein weiterer, außen mit Dampf beheizter emaillierter Destilla-
tionskessel wurde in einen innen durch Heizschlange beheizten
ausgemauerten Kessel umgearbeitet, da es sich im Betrieb gezeigt
hat, daß sich die Lebensdauer und Leistungsfähigkeit derartiger
Kessel günstiger stellt. Für die Kesseldeckel hat sich die Gum-
mierung bewährt. In den umgearbeiteten Kessel wurde eine Heiz-
schlange aus Reinsilber von 1 mm Wandstärke eingebaut.
- b) Für die Aussalzung des 40 Vol.-prozentigen Athylenchlorhydrins
mit Soda wurde ein mit Rührwerk (Blattrührer 35 Umdr./Min.) ver-
sehener Spitzzylinder aufgestellt. Die Trennung der beiden gebil-
deten Schichten, (übersättigte Sodalösung unten und durch Sudan-
rot gefärbte Athylenchlorhydrin-Schicht oben) erfolgt durch Ab-
schieber am Boden über ein Schauglas. Die Leistungsfähigkeit der
Anlage wurde gegenüber dem alten Verfahren des Absaugens der
Chlorhydrinschicht mindestens verdreifacht, die Chlorhydrinver-
luste wurden erheblich vermindert.
- c) Anstelle des als Ausgangsmaterial früher benutzten handelsübli-
chen Tonerdehydrates mit einem Al₂O₃-Gehalt von 64/65 %, wurde das
bei der Lieferfirma (Giulini) feucht anfallende, also nicht ge-
trocknete Tonerdehydrat mit einem zwischen 54 % und 61 % liegen-
den Al₂O₃-Gehalt benutzt. Dieses Hydrat löst sich leichter in



Schemo of Tonsolven - Manufaktur

1	Rührbehälter (Walzenwerk)
2	Rührbehälter (Walzenwerk)
3	Filterpresse
4	Mischbehälter (Zwischentank)
5	Transportföhrer (Waage)
6	Filter
7	Destillierblase (phenylaldehyd)

9	Vorlage
9	Zwischenbehälter (Kupfen)
10	Filterpresse
11	Lagerbehälter
12	Trockenschrank
13	Lagerbehälter
14	Rührbehälter

Schemo of Tonsolven - Manufaktur

Änderungen:

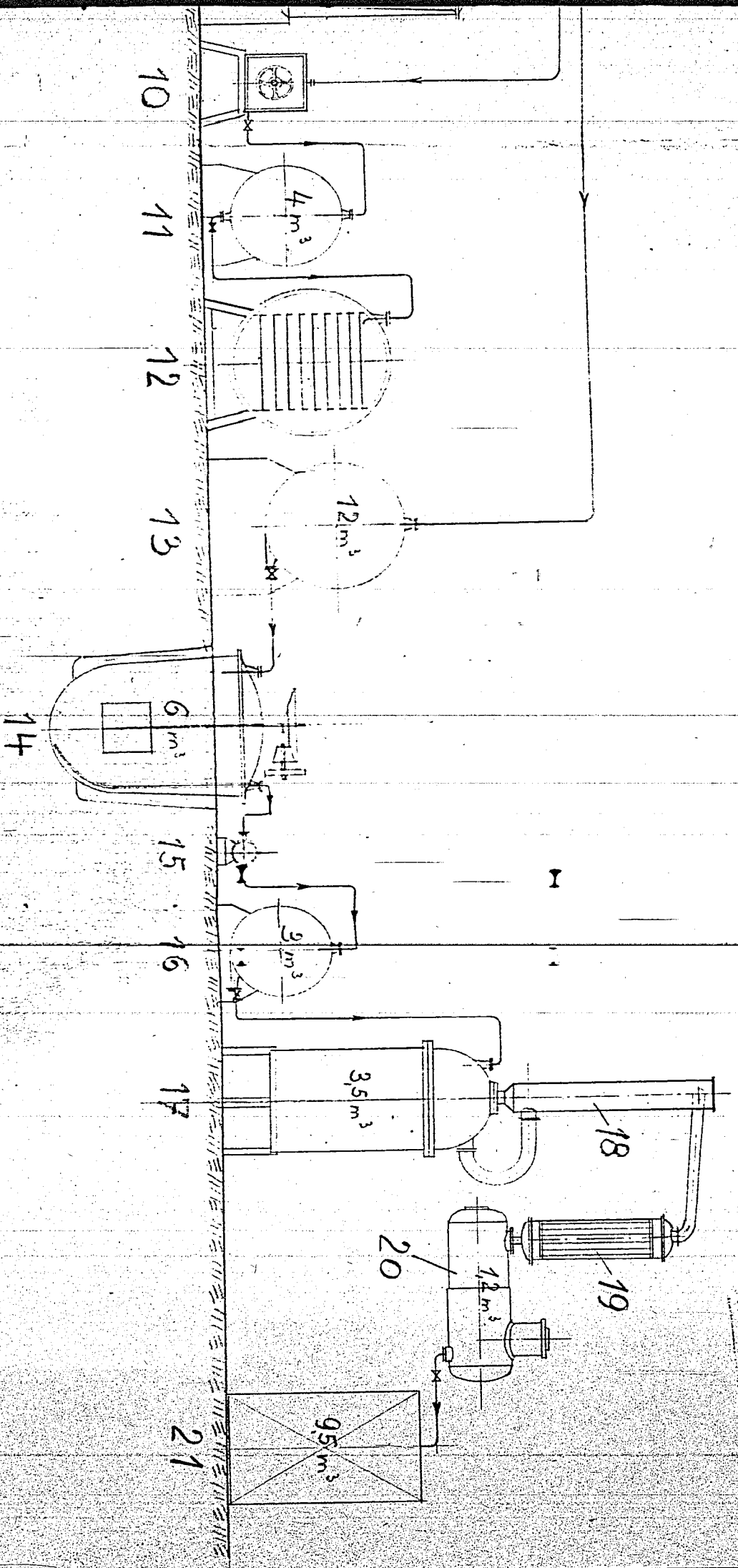
Bau-Nr. 00.300

Betrieb

Gegenstand

Schemo of Tonsolven - Manufaktur

2168 - 30/4.03



15	Pumpe
16	Vorgedestillierbehälter
17	Desiccator
18	Refluxflask
19	Kondensator
20	Vorlage
21	Lagerdestillierbehälter

10 Manometer
 11 4 m³
 12 12 m³
 13 12 m³
 14 Handkurbel
 15 Pumpe
 16 6 m³
 17 3 m³
 18 3.5 m³
 19 1.2 m³
 20 1.2 m³
 21 9.5 m³

Bestell-Nr.	Gas. Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Einhelmschönung		Betriebsdruck	all	Probendruck
Gasdruck	Gas. Nr.	AL 1182		
Probendruck	Probendruck	Probendruck		
Probendruck		Probendruck		

Druck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D

Druck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D
 Probendruck: 1.5 D

Betreff: Über die Absorption von Äthylenoxyd
durch Aluminiumchloridlösung.
=====

Klasse

Patent:

Abteilung

Bericht des Herrn Dr. K.B. Metzger

Nr.

vom 30. April 1940.

2168 - 30/4.03

Gesehen vom Abteilungsvorstand

Gesehen von der Direktion

Zirkuliert in folgenden
Abteilungen

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi			
Herrn Dr. Gloth			
Herrn Dr. Hodler			
Herrn Dr. Lohmeyer			
Herrn Dr. Ziese			
Herrn Dr. Metzger			
Ammon.-Labor.			
5 Reserve			

Aufzubewahren im Archiv des

Eingegangen beim Archivar

Laufende-Nr. des Archivs

2168 - 30/4.03

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Me/Op.299

Oppau, den 30. April 1940.C.

Über die Absorption von Äthylenoxyd durch
Aluminiumchloridlösung.

Durch die Einwirkung von Äthylenoxyd auf Aluminiumchloridlösung entsteht Äthylenchlorhydrin und Aluminiumhydroxyd. Gibt man Äthylenoxyd nur in solcher Menge zu, daß noch so viel Chlorionen vorhanden bleiben wie der Formel



entspricht, so erhält man nach Entfernen des Chlorhydrins eine als "Tonalon" bezeichnete Lösung, die bestens geeignet ist als Imprägnierungsmittel für Gewebe, als Ausgangsmaterial zur Herstellung von "Ramasit" und für verschieden andere Zwecke. +)

Bei der Direktoxydation von Äthylen zu Äthylenoxyd ++) fallen Gasgemische mit 6 % - bei Verwendung von reinem Sauerstoff - mit bis zu 20 % Äthylenoxyd an. Auf der Suche nach einer geeigneten Isolierungsmethode für das Oxyd +++)) rief mir Herr Dr. Gloth Aluminiumchlorid mit Äthylenoxyd unzusetzen. Das daher zu gewinnende "Tonalon" mußte dem Produkt der Tonalonfabrikation entsprechen.

Bei der zur Zeit gebräuchlichen diskontinuierlichen Fabrikationsweise für "Tonalon" wird nach Angabe von Herrn Dr. Ziese so verfahren, daß auf eine wässrige Aluminiumchloridlösung mit

143 g/Ltr. Al_2O_3 und 196 g/Ltr. Chlor

so viel Äthylenoxyd zur Einwirkung gebracht wird, daß noch 50,8 g/Ltr. Chlor verbleiben. 145,2 g/Ltr. Chlor müssen gebunden werden. Das entspricht theoretisch 180 g Oxyd. Die Zugabe des Oxyds erfolgt in 2 Stufen. Zuerst werden 70 % der Theorie, also 126 g/Ltr. unter Rühren eingeleitet. Nachdem die Flüssigkeit durch Destillation auf die

+) Siehe Bericht Dr. Ziese (Literaturangabe in meinem Bericht Nr.1592.)

++) Bericht Dr. K.B. Metzger, Ammoniaklaboratorium Nr.1592.

+++)) Bericht Dr. K.B. Metzger, Ammoniaklaboratorium Nr.1553.

-/-

Halbte eingengt wurde, (Wiedergewinnung des Chlorhydrins aus dem Destillat) wird sie durch Wasserzugabe auf das alte Volumen aufgefüllt und nunmehr das restliche Äthylenoxyd + 12 % Zuschlag (Polymerisation!) zugegeben. Durch einstündiges Erhitzen der Lösung auf 90°C, später im Vakuum, wird das restliche Chlorhydrin ausgetrieben. Die übrigbleibende Lösung ist gebrauchsfertig.

Um die Direktoxydation von Äthylen mit der Tonalonherstellung zu verbinden war es nötig

- 1) die Tonalonherstellung kontinuierlich zu gestalten,
- 2) auszuprobieren, welche Schichthöhe für die quantitative Absorption des Äthylenoxyds erforderlich ist,
- 3) eine Trennungsmöglichkeit für Tonalon und Chlorhydrin zu finden und
- 4) die Gase, die von den Absorptionstürmen zu den Kontakten rückgeführt werden, von Kontaktgiften wie Chlorhydrin zu reinigen.

Im Verlauf der Untersuchung ergab sich das in Bild II wiedergegebene Schema für die kontinuierliche Tonalonherstellung. Die Versuche wurden damit begonnen, die für die quantitative Aufnahme nötige Schichthöhe festzulegen.

Zur ersten Orientierung arbeitete ich mit Schraubenwaschflaschen. Eine Schraubenwaschflasche, mit 50 cm³ Chloridlösung beschickt, (Verwendung fand für alle Versuche die bei der Fabrikation gebräuchliche Lösung mit 143 g/Ltr. Al₂O₃ und 196 g/Ltr. Cl) entspricht einer Flüssigkeitssäule von etwa 30 cm Höhe. Die ersten Versuche bei Zimmertemperatur (siehe Tabelle I) liessen erkennen, daß selbst 4 Waschflaschen nicht genügen, um das Oxyd quantitativ zurückzuhalten. Ich ging deshalb in Analogie zu früheren Versuchen (Bericht 1553) dazu über, die Aluminiumchloridlösung zu erwärmen. Wie Tabelle III zeigt, genügten dann 3 Waschflaschen vollkommen. Die Versuche bei höherer Temperatur unternahm ich auch in der Absicht, damit eine Trocknung des Tonalons und die Entfernung des Chlorhydrins aus dem Tonalon zu erreichen. Wie sich zeigte, war diese Zusammenfassung der verschiedenen Arbeitsgänge nicht möglich, da das Chlorhydrin sehr

fest am verdickten Tonalon haftete und die Lösung mehr ionisiertes Chlor als erlaubt war, verlor.

Nachdem so die Schichthöhe grob festgelegt war, erstellte ich die in Bild I skizzierte Apparatur. Wegen der Gummiempfindlichkeit des Athylenoxyds waren alle Glasteile verschmolzen. Die Analysenmethode hatte ich schon früher entwickelt.^{+))}

Die Absorptionstürme - zuerst wurde nur ein Turm verwendet - hatten einen Durchmesser von 50 mm, waren 2 m lang mit Raschigringen 5 x 5 mm gefüllt und trugen eine Vorrichtung - auf dem Bild I nicht angegeben - durch die von oben her kontinuierlich Aluminiumchloridlösung zugetropft werden konnte. Die Beheizung des Turmes I erfolgte von außen durch elektrischen Heizdraht. Die Temperatur wurde an Thermometern in der Flüssigkeit abgelesen. Zur guten Durchmischung der Gase war vor den 1. Gaswürsten eine injektorartige Mischdüse angebracht. Die aus Turm II tropfende Lösung wurde in Turm I wieder verwendet.

Wie Tabelle III erkennen lässt, genügt die Schichthöhe von 1,30 m nicht zur vollkommenen Absorption. Eine 1,60 m hohe, 50°C warme Lösung nimmt alles Athylenoxyd auf, gleichgültig, ob mit verdünntem oder konzentriertem Athox gearbeitet wird. Nach längerer Zeit stellte sich die erwünschte Chloridkonzentration ein, die im Falle einer größeren Anlage durch Leitfähigkeitsmessung verfolgt werden könnte. In der Vorlage sammelt sich ein kleiner Teil des gebildeten Chlorhydrins, der Rest tropft beim kontinuierlichen Arbeiten mit der Lösung unten am Turm ab und wurde durch Destillation im Vakuum entfernt. Die Befürchtung, daß das Chlorhydrin ein Erstarren des Turminhaltes bewirken könnte, erwies sich als unbegründet, da auch beim Absinken der Turmwärme auf Zimmertemperatur keine Gallerte auftrat. Da somit keine quantitative Abtrennung des Chlorhydrins (auch nicht bei verdünnten Gasen - höhere Temperatur wurde noch nicht ausprobiert) auf diese Weise möglich war, andererseits aber die Kontakte vor Chlorhydrin geschützt werden mussten, schaltete ich im Turm II noch eine 50 cm hohe Schicht von nicht geheiztem Aluminiumchlorid ein, das

^{+))} Berichte Dr. K. E. Metzger
Ammoniaklaboratorium Nr. 1512, 1507, 1541 u. 1542.

auch wie erwartet das Chlorhydrin soweit aufnahm, daß in der Vorlage nichts mehr kondensierte.

Diese Anordnung (siehe Tabelle IV) bewährte sich auch bei einer Belastung mit 70 Ltr. Gas pro Stunde bestens, sodaß sie als Grundlage für die Skizze (Bild II) benützt wurde.

Meine Absicht, die Versuche bei 90° zu wiederholen (bessere Abtrennung des Chlorhydrins) und in derselben Apparatur statt Aluminiumchlorid n/10 Schwefelsäure zu fahren, (Bezugszahlen für meinen Bericht Nr. 1553) konnte ich wegen meiner Einberufung zur Wehrmacht nicht mehr durchführen.

Zusammenfassung.

Es wurde untersucht, ob Aluminiumchlorid zur quantitativen Auswaschung verdünnter Äthylenoxydgasgemische geeignet ist und dabei festgestellt :

Bei Verwendung kalter Aluminiumchloridlösung würde für eine stündliche Strömungsgeschwindigkeit von 35 - 70 Ltr. Gas pro 80 cm² ϕ ein 3 - 4 m hoher Waschturm erforderlich sein.

Nimmt man das Auswaschen bei 60°C vor, so genügt eine Flüssigkeitssäule von 1,70 m Höhe.

Da bei dieser Temperatur eine quantitative Abtrennung des Chlorhydrins nicht erfolgt, wird es zweckmässig durch nachgeschaltete kältere Aluminiumchloridlösung vollständig zurückgehalten.

Für die kontinuierliche Tonalonfabrikation in Verbindung mit der Direktoxydation von Äthylen wird ein Schema angegeben.

Anlagen.

Handwritten signature

n. W. Krodler

Tabelle I.

Aufnahme von Äthylendioxyd durch Aluminiumchloridlösung
bei Zimmertemperatur. (50 Ltr. CO₂ - 2,5 Ltr. Äthox pro
Stunde) in Spiralwaschflaschen.

% Äthylendioxyd im Endgas:

Zeit in Stunden	Anzahl der Waschflaschen :	1	2	3	4
0,5		2,50	0,90	0,30	0,15
1,0		3,15	1,30	0,65	0,30
1,5		3,60	1,65	0,90	0,50
2,0		3,90	2,00	1,08	0,60
2,5		4,05	2,25	1,25	0,80
3,0		4,05	2,50	1,40	0,95
3,5					1,10
4,0					1,25
4,5					1,40
5,0					1,60
5,5					1,80
6,0					1,95
6,5					2,10
7,0					2,25
7,5					2,40
8,0					2,55
8,5					2,70
9,0					2,85

Tabelle II.

Aufnahmen von Äthylenoxyd durch Aluminiumchloridlösung bei 50°C (50 Ltr.CO₂ und 2,5 Ltr.Äthox pro Stunde) in Spiralwaschflasche.

Zeit in Stunden	Anzahl der Waschflaschen :	% Äthylenoxyd im Endgas :		
		1	2	3
0,5		0,80	0,10	0,01
1,0		1,30	0,15	0,02
1,5		1,95	0,16	0,01
2,0		2,70	0,10	0,01
2,5		3,50	0,15	0,01
3,0		4,25	0,12	0,02
3,5				0,05
4,0				0,25
4,5				1,11
5,0				2,10

Die Aluminiumchloridlösung in Waschflasche 1 war bei Verwendung von 3 Waschflaschen nach 5 Stunden sehr viskos geworden. Beim Abkühlen auf Zimmertemperatur erstarrte der Inhalt von Waschflasche 1 zu einer weissen Masse, die sich nicht mehr in Wasser löste. Ebenso war der hochviskose Inhalt von Waschflasche 2 nur noch sehr schwer in Wasser löslich.

Die Analyse ergab :

Waschflasche 1 : 0,79 % Cl , 12,84 % Al
24,3 % Al₂O₃

Waschflasche 2 : 1,03 % Cl , 5,17 % Al
9,75 % Al₂O₃

Tabelle III.

Versuche mit 1 Absorptionsturm und wechselnden Athylenoxydkonzentrationen.

Alle halbe Stunde wurde vor und hinter dem Absorptionsturm eine Athylenoxydanalyse entnommen. Aus dem Hahn am Boden des Turmes wurde Flüssigkeit entnommen und auf ihren Chlorgehalt untersucht. (Titration nach Volhard). Die Versuche wurden nachts unterbrochen.

In der Tabelle wird nur jede 2te Probe angegeben.

% A t h o x

Probe Nr.	vor dem Turm	nach dem Turm	g Cl in Lösung	Schichthöhe = 130 cm = 500 cm ³
1	5,93	0,06	0,1862	eingestellt : 35 Ltr. Gas pro Stunde
3	6,72	0,13	0,1839	
5	7,96	0,15	0,1804	
7	8,91	0,15	0,1760	190 cm ³ neue Lösung eingefüllt.
9	7,86	0,25	0,1742	
11	7,50	0,11	0,1715	
13	13,49	0,19	0,1711	
15	10,71	0,20	0,1680	
17	8,95	0,18	0,1649	200 cm ³ neue Lösung eingefüllt und kontinuierlich weitergefahren.
19	10,95	0,12	0,1591	
21	64,06	0,05	0,1139	
23	64,06	0,19	0,0709	
25	64,06	0,22	0,0545	
27	64,06	0,19	0,0514	
29	64,06	0,22	0,0558	
31	64,06	0,02	0,0550	
33	64,06	0,05	0,0545	
35	57,60	0,11	0,0474	
37	59,23	0,07	0,0523	Die Schichthöhe wurde um 30 cm erhöht (Lösung und Raschigringe).
39	59,23	0,29	0,0505	
41	59,23	0,15	0,0470	
43	59,41	0,46	0,0492	
45	60,95	0,55	0,0492	
47	60,95	0,11	0,0510	
49	59,87	0,09	0,0612	
51	59,28	0,09	0,0479	
53	59,28	0,03	0,0479	
55	59,28	0,05	0,0470	
59	95,39	0,01	0,0527	
63	95,39	0,02	0,0510	
65	95,39	0,01	0,0576	
67	95,39	0,01	0,0607	
68	11,73	0,01	0,0510	

Tabelle III.

Versuche mit 1 Absorptionsturm und wechselnden Äthylenoxydkonzentrationen.

Alle halbe Stunde wurde vor und hinter dem Absorptionsturm eine Äthylenoxydanalyse entnommen. Aus dem Hahn am Boden des Turmes wurde Flüssigkeit entnommen und auf ihren Chlorgehalt untersucht. (Titration nach Volhard). Die Versuche wurden nachts unterbrochen.

In der Tabelle wird nur jede 2te Probe angegeben.

% A C H O x

Probe Nr.	vor dem Turm	nach dem Turm	g Cl in Lösung	Schichthöhe = 130 cm = 500 cm ³	
1	5,93	0,06	0,1862	eingestellt : 35 Ltr. Gas pro Stunde	
3	6,72	0,13	0,1839		
5	7,96	0,15	0,1804		
7	8,91	0,15	0,1760		
9	7,86	0,25	0,1742		
11	7,50	0,11	0,1715		
13	13,49	0,19	0,1711		190 cm ³ neue Lösung eingefüllt.
15	10,71	0,20	0,1680		
17	8,95	0,18	0,1649		
19	10,95	0,12	0,1591		
21	64,06	0,05	0,1139		
23	64,06	0,19	0,0709	200 cm ³ neue Lösung eingefüllt und kontinuierlich weitergefahren	
25	64,06	0,22	0,0545		
27	64,06	0,19	0,0514		
29	64,06	0,22	0,0558		
31	64,06	0,02	0,0550		
33	64,06	0,05	0,0545		
35	57,60	0,11	0,0474		
37	59,23	0,07	0,0523		
39	59,23	0,29	0,0505		
41	59,23	0,15	0,0470		
43	59,41	0,46	0,0492	Die Schichthöhe wurde um 30 cm erhöht (Lösung und Raschigringe).	
45	60,95	0,25	0,0492		
47	60,95	0,11	0,0510		
49	59,87	0,09	0,0612		
51	59,28	0,09	0,0479		
53	59,28	0,03	0,0479		
55	59,28	0,05	0,0470		
59	95,39	0,01	0,0527		
63	95,39	0,02	0,0510		
65	95,39	0,01	0,0576		
67	95,39	0,01	0,0607		
68	11,73	0,01	0,0510		

Tabelle IV.

Versuche mit 2 Absorptionstürmen.

Neue Lösung

Turm I 1,70 m hochgefüllt
60°C

Turm II 0,50 m hochgefüllt
Zimmertemperatur

Versuchs- Nr.	% Athox vor dem Turm	nach dem Turm	g Cl in cm ³	Strömungsgeschwindigkeit 35 Ltr. Gas/Stunde.
69	2,89	0,01	0,0988	nicht kontinuierlich.
72	5,54	0,01	0,0940	
77	11,73	0,01	0,0944	
83	16,60	0,01	0,1436	Doppelte Strömungsgeschwindigkeit 70 Ltr. Gas/Stunde.
89	6,35	0,00	0,1077	
91	17,47	0,00	0,0980	
95	15,05	0,01	0,0824	
101	12,62	0,02	0,0683	
105	14,01	0,01	0,0594	
108	16,57	0,00	0,0505	von hier ab kontinuierlich gefahren. +)
113	12,11	0,00	0,0510	
123	15,19	0,00	0,0470	

+) Bis zur Einstellung des richtigen Chlorid-gehaltes, der unten am Turm I abtropfenden Lösung, wurde jeweils nur soviel Lösung oben zugegeben, als unten für die Analyse entnommen wurde. Wenn der richtige Gehalt an ionisierbarem Chlor erreicht war, wurde kontinuierlich gefahren, d.h. es wurde in den Turm dauernd soviel Lösung gegeben, bzw. von ihm entnommen, wie der Eingabe an Athylenoxyd für das zu bindende Chlorid entsprach.

Absorption von Acetylenoxyd
durch Aluminiumchlorid.

nicht maßstabgetreu.

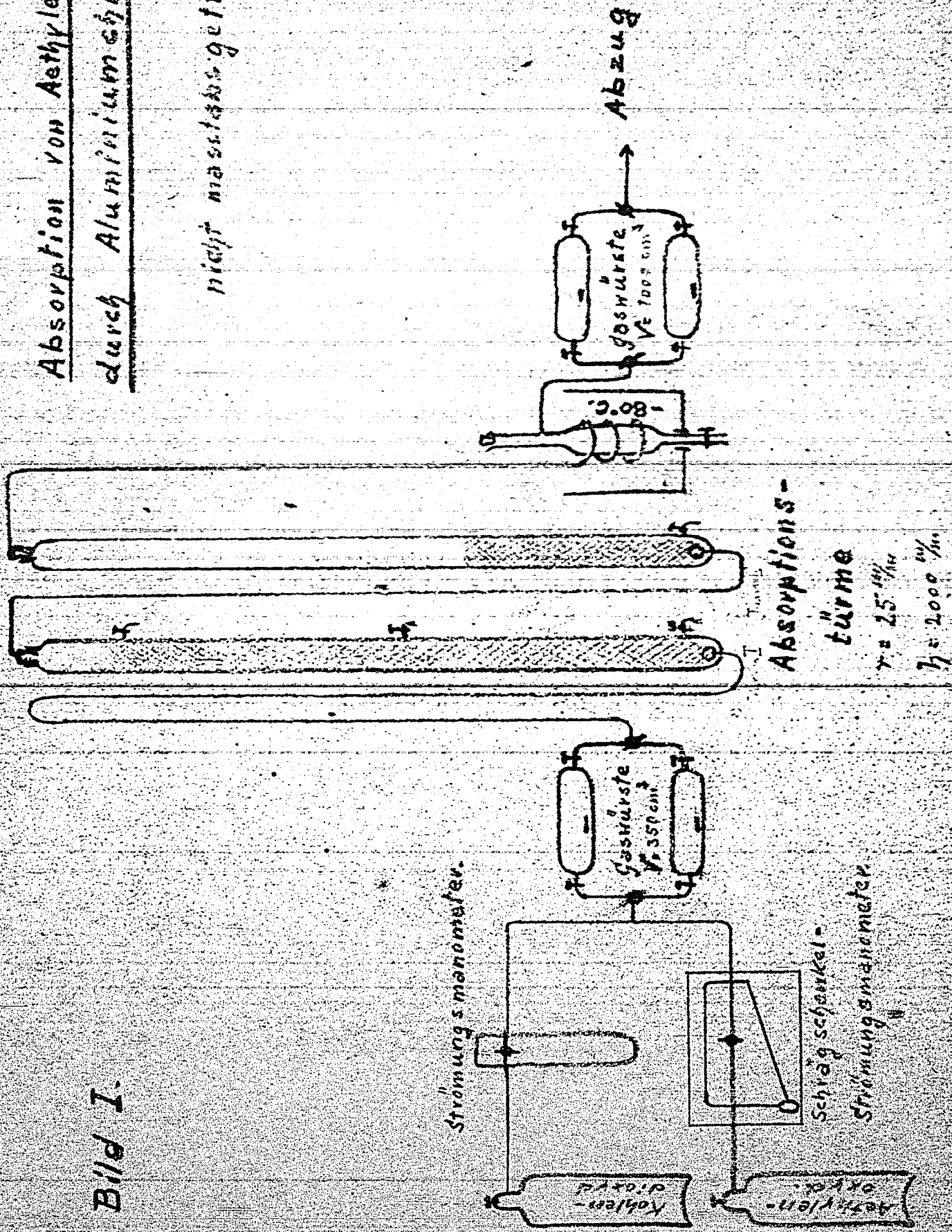
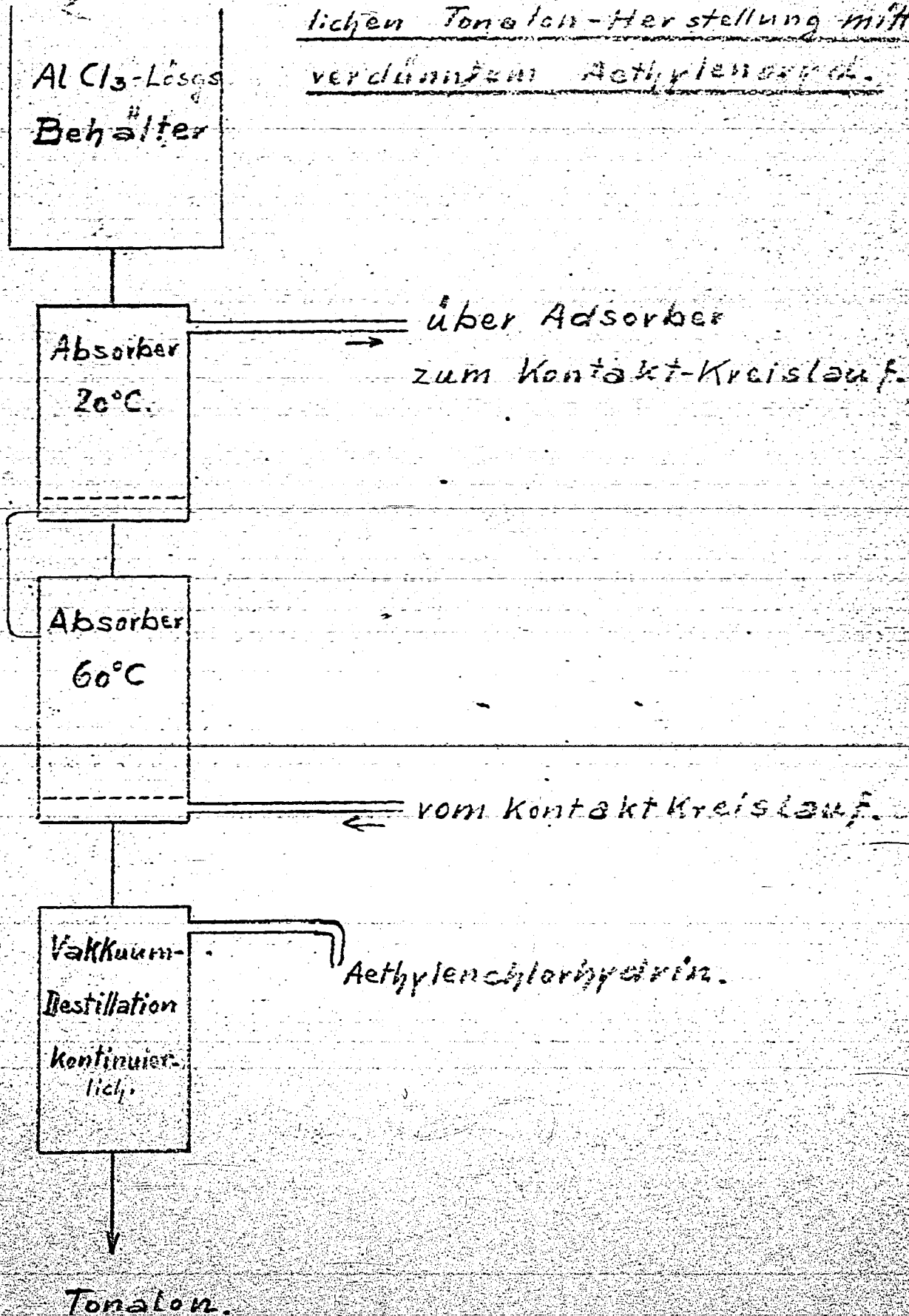


Bild I.

Bild II.

Schema der kontinuierlichen Tonalon-Herstellung mittels verdünntem Äthylenglycol.



I. G. Ludwigshafen

Betreff: Die Herstellung von Aluminiumtriformiat aus
Aluminiumchloridlösungen unter besonderer
Berücksichtigung der Verwertung von Aluminium-
chlorid - Abfalläugen.

Klasse

Abteilung:

Patent:

Bericht des Herrn Dr. Z i e s e
vom 25. August 1943.

2168 - 30/4.03

Gesehen vom Abteilungsvorstand:

Gesehen von der Direktion:

Zirkuliert in folgenden
Abteilungen:

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi			
Herrn Dr. Glöth			
Herrn Dr. Haba			
Herrn Dr. Curs			
Ammon-Laber			

Aufzubewahren im Archiv des:

Eingegangen beim Archivar:

Laufende Nr. des Archivs:

Laboratoriums - Bericht. 2168 - 30/4.03

Die Herstellung von Aluminiumtriformiat aus Aluminiumchloridlösungen unter besonderer Berücksichtigung der Verwertung von Aluminiumchlorid - Abfalläugen.

A. Technische Bedeutung von Aluminiumformiat.

Die leichte Zugänglichkeit der Ameisensäure und ihrer Alkali- und Erdalkalisalze hat dazu geführt, daß auch der Gewinnung von Aluminiumformiaten verschiedener Zusammensetzung erhöhte Aufmerksamkeit gewidmet wurde. Die Bedeutung derartiger Aluminiumverbindungen, die gegenüber den entsprechenden Aluminiumacetaten mehr und mehr an Interesse gewinnen, liegt auf dem Gebiete der Wasserdichtimprägnierung von Geweben. Die steigende Einführung der Zellwolle in die Bekleidungsindustrie hat hier besonders anregend gewirkt. Die hydrophilen Eigenschaften der Zellwolle können durch eine geeignete Imprägnierung derart verdeckt werden, daß Zellwollgewebe hinsichtlich des "Wasserabperleffektes" nicht nur den Charakter von Wollgewebe erhält, sondern darüber hinaus noch wesentlich bessere Wasserdichte effekte zeigt. Als billige und wirksame Imprägniermethode kommt auch heute noch überwiegend die Behandlung der Gewebe mit Paraffinemulsionen, die als wesentlichen Bestandteil einen Zusatz von Aluminiumverbindungen enthalten, in Frage (Einbadverfahren). Daneben spielt die nacheinander erfolgende Einwirkung von Seife und Aluminiumformiat bzw. -acetat eine Rolle, bei der sich auf dem Gewebe wasserabstoßende Aluminiumseife bildet (Zweibadverfahren).

Während die aluminiumsalzhaltigen Paraffinemulsionen hauptsächlich zur Veredelung der für Kleidungsstücke bestimmten Gewebe dienen, bei der die Luftdurchlässigkeit voll erhalten bleibt, wird die Methode der Einwirkung von Aluminiumformiat bzw. -acetat und Seife überwiegend bei der Wasserdichtimprägnierung von schweren Geweben, wie Planen, Decken u.dgl. angewandt, bei der es weniger auf die Erhaltung der Luftdurchlässigkeit als auf die vollständige Schließung der Gewebeporen und die Erzielung absoluter Wasserdichtigkeit ankommt.

Noch vor einigen Jahren waren Aluminiumformiat und Aluminiumacetat fast ausschließlich diejenigen Aluminiumverbindungen, die sowohl für das Einbad-, wie auch für das Zweibadverfahren in Betracht kamen. In neuerer Zeit werden für beide Anwendungsgebiete, besonders aber für die Herstellung der Paraffinemulsionen, zunehmend die von der I.G. als "Tonalon"-Marken eingeführten kolloidalen, hochbasischen Aluminiumverbindungen benutzt. Während die hochbasischen Tonalone bei der Herstellung der Paraffinemulsionen entscheidende Vorteile vor den Al - Salzen der Ameisensäure und Essigsäure haben, ist dies nicht immer der Fall bei der Zweibadimprägnierung, insbesondere beim Wasserdichtmachen von schweren Planen und Decken. Hier haben sich ameisen-saure Aluminiumsalze, besonders das Aluminiumtriformiat eine beherrschende Stellung gesichert.

B. Bekannte Herstellungsverfahren für Aluminiumformiat.

Aluminiumformiatlösungen können durch Umsatz von Aluminiumsulfat mit Calciumformiat in Gegenwart von Wasser unter Abfiltrieren des entstehenden unlöslichen Calciumsulfates hergestellt werden ¹⁾. Anstelle der Verwendung von Calciumformiat wird manchmal die gleichzeitige Einwirkung von Calciumcarbonat und Ameisensäure durchgeführt. Anstelle von Calciumformiat kann beim Arbeiten mit konzentrierten Aluminiumsulfatlösungen in der Kälte auch Natriumformiat in fester Form angewandt werden, da sich das in doppelter Umsetzung bildende Natriumsulfat bis auf geringe Mengen (2-3 %) abscheidet, wenn das Reaktionsgemisch auf etwa 0° abgekühlt wird ²⁾. Der Nachteil der Aluminiumformiatlösungen besteht u.a. darin, daß der Gehalt an wirksamer Substanz nur gering ist (ca. 5 % Al_2O_3). Es müssen daher beim Versand große Mengen Wasser befördert werden, wodurch erhebliche Unkosten entstehen. Wasserlösliches Aluminiumformiat in fester Form wird nach den Angaben der Literatur dadurch hergestellt, daß man möglichst reine Aluminiumformiatlösungen entweder zur Trockene eindampft, oder zur Kristallisation bringt. So wurde vorgeschlagen, Aluminiumsulfatlösung mit Bariumformiat umzusetzen, vom Bariumsulfat abzufiltrieren und die erhaltene Lösung von Aluminiumformiat einzudampfen ³⁾. Nach DRP 437 637 wird Aluminiumformiatlösung, die z.B. durch Umsetzung von Aluminiumsulfat mit Calciumformiat hergestellt wird, durch Zerstäubungstrocknung in festes Aluminiumformiat übergeführt. Die Umsetzung von Aluminiumsulfat mit Bariumformiat ist nur als Laboratoriumsmethode zu werten. Das Eintrocknen der Aluminiumformiatlösungen muß unter schonenden Bedingungen geschehen, wodurch erhöhte Kosten anfallen, da eine wertvolle, korrosionsfeste, verhältnismäßig teuer arbeitende Apparatur benutzt werden muß. Nach dem Patent 224 074 wird neutrales Aluminiumformiat (Aluminiumtriformiat) durch Auflösen von feuchtem Aluminiumhydroxyd in Ameisensäure, Eindampfen der Lösung in Gegenwart eines Überschusses von Ameisensäure bis zur Hautbildung und Kristallisation bei 25-30° hergestellt. Der Nachteil dieses Verfahrens besteht in der Schwerlöslichkeit des käuflichen, technischen Tonerdehydrates in Ameisensäure und in der Schwierigkeit des Eindampfens der Lösungen. Weiterhin ist bekannt ⁴⁾, Aluminiumtriformiat aus verdünnten Aluminiumformiatlösungen, die aber mindestens ein spezifisches Gewicht von $d = 1,045$ haben müssen, in Gegenwart von überschüssiger Ameisensäure kristallinisch abzuscheiden. Die Abscheidung ist jedoch sehr unvollständig; erhebliche Mengen des Formiates (über 50 %) bleiben in Lösung. Aus stärkeren Aluminiumformiatlösungen,

1) vgl. DRP 510 575 v. 15.3.29 d. Fa. Zschimmer & Schwarz, Dörlau.

2) DRP 244 302 v. 15.11.1910 u. DRP 252 039 v. 15.11.10 (Zusatz)
(Dr. Ing. A. Wolff, Köln).

3) Schmidt, Pharmazeut. Chemie. 4. Aufl. Bd. 2, Abt. I S. 353.

4) DRP 574 452, Zschimmer u. Schwarz, Dörlau 1932.

die ein spezif. Gewicht von mindestens $d = 1,100$ haben sollen, läßt sich Aluminiumformiat auch ohne die Gegenwart eines Überschusses von Ameisensäure bei längerem Stehen oder Rühren nach Zusatz geringer Mengen festen Aluminiumformiates als wasserlösliches Salz auskristallisieren ¹⁾. Auch hier bleiben selbst bei tagelangem Kristallisieren nahezu 50 % des Aluminiumformiates in Lösung. Die Erklärung für diese mangelhafte Abscheidung des Salzes, dessen Löslichkeit in kaltem Wasser nur etwa 3 % ist, muß in der sehr großen Neigung zur Bildung übersättigter Lösungen gesucht werden.

Wir stellten uns die Aufgabe, das Aluminiumtriformiat auf eine Weise herzustellen, die von den Mängeln der bisherigen Verfahren frei ist. Auf einen gangbaren Weg wurden wir, wie im folgenden gezeigt wird, durch Versuche zur Beseitigung der Übersättigungserscheinungen geführt.

C. Neue Arbeitsweise für die Herstellung von Aluminiumtriformiat.

1) Kristallisation unter Zusatz von Fremdsalzen.

Es wurde zunächst gefunden ²⁾, daß der bisher beschrittene Weg, Aluminiumtriformiat durch Kristallisation aus möglichst reinen, von anderen Salzen freien Lösungen herzustellen zu Gunsten eines Verfahrens der Kristallisation aus Lösungen, die Fremdsalze enthalten, verlassen werden muß, wenn man die Ausbeute erhöhen will. So wurde festgestellt, daß man aus Aluminiumtriformiatlösungen, die Natriumchlorid enthalten unter sonst gleichen Bedingungen mehr Kristalliat erhält als aus den reinen Lösungen des Formiates. Ähnliche Wirkungen wie mit Natriumchlorid werden mit anderen Alkali-, Erdalkali-, Magnesium- und Ammoniumsalzen erzielt, wie folgende, in Tabelle 1 zusammengestellten Versuche zeigen.

700 ccm übersättigter Aluminiumtriformiatlösung mit einem Gehalt von $350 \text{ g Al}(\text{OOCH})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ wurden in einem mit Rührwerk versehenen Kolben von 1 Ltr. Inhalt nach Zusatz von 5 g festem Aluminiumtriformiat (Impfkristalle) 48 Stunden lang bei Zimmertemperatur gerührt. Das abgeschiedene Salz wurde von der Flüssigkeit durch scharfes Abnutschen getrennt, mit wenig Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet. Ausbeute 130 g = 37,1 % d.Th. Unter den gleichen Bedingungen wurde die gleiche Menge Aluminiumtriformiatlösung nach Zusatz verschiedener, in der Tabelle 1 angeführter Salze zur Kristallisation gebracht. Die Menge des zugesetzten artfremden Salzes betrug jeweils 100 g

1) DRP 575 597 Zschimmer & Schwarz, Dörlau 1932.

2) O.Z. 13 556 J. 72 748.

Tabelle 1

Kristallisation von Aluminiumtriformiat unter Zusatz von artfremden Salzen.

Art des zugesetzten Salzes	Aluminiumtriformiat- ausbeute	
	g	%
Ohne Zusatz	130	37,1
Natriumchlorid	242	69,2
Kaliumsulfat	285	81,5
Natriumnitrat	192	55,0
Ammoniumchlorid	250	71,5
Calciumchlorid	270	77,0
Bariumnitrat	174	49,7
Magnesiumsulfat (MgSO ₄ 7 H ₂ O)	285	81,5
Natriumchlorid-Kaliumsulfat-Gemisch (1:1)	260	74,2

Man erkennt die in jedem Fall eines Salzzusatzes eintretende Ausbeutevermehrung, die besonders bei Zugabe von Sulfaten und Chloriden in Erscheinung tritt, während Nitrate eine geringere Wirkung ausüben.

Der Reinheitsgrad des auskristallisierten Aluminiumformiates ist auch in den Fällen eines Salzzusatzes bei hinreichender Abtrennung der Mutterlauge durchaus befriedigend. Beispielsweise enthält das aus Natriumchlorid-haltiger Lösung ausgeschiedene Aluminiumtriformiat nur geringe Spuren von Chlor.

Die angewandte Arbeitsweise kann als eine Art von "Aussalzen" aufgefaßt werden; aber das erhaltene Resultat ist in vorliegendem Falle überraschend. Das in der Technik bekannte Aussalzen der Farbstoffe beruht darauf, daß die Farbstoffe, soweit sie niedermolekulare Stoffe sind, durch gleichartige Ionen nach dem Massenwirkungsgesetz durch Verminderung der Löslichkeit zur Abscheidung kommen. Das Chlorhydrat eines Farbstoffes kann so durch Chlorionen, also z.B. durch Kochsalz, das Natriumsalz eines anderen Farbstoffes durch Natriumionen, also ebenfalls durch Kochsalz aus seinen Lösungen "ausgesalzt" werden ¹⁾. Fremde Salzlösungen können demgegenüber die Löslichkeit steigern, "insofern als ihre Ionen einen Teil der Ionen des zu lösenden Salzes zu anderweitigen Ionenprodukten binden und damit das Löslichkeitsprodukt vermindern" ¹⁾. Es war daher nicht zu erwarten, daß die Abscheidung des Aluminiumtriformiates durch artfremde Salze beschleunigt werden könnte; man mußte vielmehr mit einer Verzögerung der Abscheidung rechnen, da in der Literatur die Bildung "anderweitiger Ionenprodukte", z.B. die Entstehung leicht löslicher, sogen. Chloroformiate bzw. Sulfoformiate beschrieben ist ²⁾, für deren Gewinnung bei unserer Arbeitsweise geeignete Bedingungen gegeben sind, die sich aber in Wirklichkeit nicht bilden. Ganz abgesehen von solchen

K.A. Hofmann, Lehrbuch d. anorg. Ch. 1928 S. 430.
Th. Henning, Chem. Ztg. 61 (1937) S. 925, Sp. 2, Z. 7-10.

theoretischen Überlegungen zeigt auch die praktische Erfahrung beim Kristallisieren von verunreinigten Lösungen eine Stabilisierung des übersättigten Zustandes. An sich schon nicht leicht kristallisierende Stoffe werden bei Gegenwart von Verunreinigungen zu "Schmier", die dann einer Kristallisation überhaupt nicht mehr zugänglich sind. Erst die Entfernung der Begleitstoffe führt in der Regel zu brauchbaren Ergebnissen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verhältnisse bei der geschilderten Arbeitsweise nicht eintreten, sondern daß eine Beschleunigung der Kristallisation stattfindet.

2) Aluminiumtriformiat durch doppelte Umsetzung unter Bildung löslicher Fremdsalze.

a) Doppelte Umsetzung von Aluminiumchloridlösung mit Natriumformiat.

Der im vorigen Abschnitt beschriebene Weg der Kristallisationsverbesserung von Aluminiumtriformiat durch Zugabe von Fremdsalzen hat technisch erhebliche Nachteile. Zunächst geht bei der Herstellung der reinen Aluminiumformiatlösung aus Aluminiumsulfat und Calciumformiat das unlöslich ausfallende Calciumsulfat verloren und dann ist auch noch der Verlust der zusätzlich angewandten Salze, die die Kristallisation beschleunigen, in Kauf zu nehmen. Es ist daher vorteilhaft, so zu arbeiten, daß bei der Herstellung der Aluminiumformiatlösung durch doppelte Umsetzung nicht, wie üblich, unlösliches Calciumsulfat, sondern - entgegen der bisherigen technischen Regel - ein lösliches Fremdsalz, beispielsweise Natriumchlorid entsteht, das je nach der angewandten Konzentration entweder ganz in Lösung bleibt oder aber nur zum Teil ausfällt und so mit seinem löslichen Anteil den erwünschten Effekt bewirkt. Dieser Weg, bei dem Aluminiumchloridlösung mit Natriumformiat umgesetzt wird, kann mit großem Vorteil beschrieben werden, wie folgender Versuch zeigt.

1207 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ werden in 875 ccm Wasser bei 70°C gelöst. Zu der Lösung gibt man 1020 g Natriumformiat, rührt eine halbe Stunde lang durch und saugt dann vom ausgeschiedenen Natriumchlorid ab. Erhalten 1700 ccm Filtrat.

1 ccm = 0,325 g Ameisensäure

1 ccm = 0,1276 g Al_2O_3 insgesamt: 217 g = 85 % d.Th.

Die Lösung wird nach Zusatz von 80 g Ameisensäure 48 Stunden bei Zimmertemperatur gerührt, nachdem 10 g Aluminiumtriformiat als Impfkristalle zugegeben waren. Dann wird das ausgeschiedene Aluminiumtriformiat scharf abgesaugt, mit 400 ccm Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet. Ausbeute 885 g = 81,5 % d.Th. in bezug auf das eingesetzte Aluminiumoxyd (Al_2O_3). Wie man sieht, tritt der Hauptverlust bei der unter Laboratoriumsbedingungen schlecht durchführbaren Filtration vom ausgeschiedenen Natriumchlorid ein. Berechnet man die Ausbeute auf das im Filtrat (vom NaCl) vorhandene Al_2O_3 , so beträgt sie 95 % d.Th. Das gewonnene Aluminiumsalz enthält als Verunreinigung nur 0,37 % Natriumchlorid und ist in heißem Wasser vorzüglich löslich.

Es ist nicht zweifelhaft, daß beim Arbeiten in technischem Maßstab durch Benutzung von Filterpressen oder Zentrifugen erheblich geringere Filtrationsverluste auftreten werden als beim Arbeiten im Laboratoriumsmaßstab. Der obige Versuch zeigt daher eine bedeutende Verbesserung der Aluminiumtriformatgewinnung ohne eine Verschlechterung des Reinheitsgrades. Im Gegensatz zu dem sehr voluminösen und schlecht filtrierbaren Calciumsulfat läßt sich Natriumchlorid vorzüglich abfiltrieren. Das Volumen des Niederschlages ist wesentlich geringer als das einer äquivalenten Menge von Calciumsulfat. Ein Nachwaschen, wie es sich bei Calciumsulfatniederschlägen meist nicht vermeiden läßt, wird überflüssig. Dadurch ist eine hohe Konzentration des zur Kristallisation kommenden Filtrates gewährleistet. Die Verwendung von Methylalkohol zum Waschen des Aluminiumformates auf der Nutsche fällt beim Arbeiten im Betrieb fort. Bei einer betriebsmäßigen Arbeitsweise, die ein wesentlich schärferes Abpressen oder Abzentrifugieren des Endproduktes erlaubt, wird zum Nachwaschen ausschließlich Wasser verwendet.

Setzt man starke Aluminiumchloridlösung anstelle mit Natriumformiat mit der äquivalenten Menge des billigeren Calciumformates um, so erhält man unbefriedigende Ausbeuten. Das Verfahren erscheint zunächst bestechend, da bei einem derartigen Umsatz das entstehende Calciumchlorid vollständig in Lösung bleibt, eine Filtration also fortfällt und eine erheblich höhere Konzentration an Fremdsalz (CaCl_2) im Kristallisationsansatz entsteht als im Falle der Benutzung von Natriumchlorid. Folgender Versuch zeigt jedoch ~~das~~ die Unterlegenheit der Arbeitsweise:

1 Ltr. einer Aluminiumchloridlösung mit einem Gehalt von 150 g Al_2O_3 und 320 g Cl (= 712 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) versetzt man mit 588 g Calciumformiat und 50 g 85%iger Ameisensäure. Es wird 72 Stunden bei Zimmertemperatur nach Zusatz von 10 g Aluminiumtriformiat als Impfkristallen gerührt. Dann wird das ausgefallene Salz abgenutscht und mit 300 ccm Methylalkohol gewaschen. Sowohl das Abnutschen wie das Waschen gehen langsam vor sich, da das Formiat in einer äußerst feinkristallinischen Form ausfällt, welche die Filterporen verstopft. Die Ausbeute nach dem Trocknen an der Luft beträgt nur 389 g = 60,5 % d.Th.

Die Verhältnisse ändern sich auch nicht bei einer Verminderung der Al_2O_3 -Konzentration, d.h. bei einer Verdünnung der Ansätze. Vergleicht man dieses ungünstige Ergebnis mit den Versuchen der Tabelle 1, bei denen Calciumchlorid mit Erfolg als Fremdsalz verwendet wurde und dort sogar eine gegenüber dem Zusatz von Natriumchlorid erhöhte Ausbeute (77,5 % gegenüber 69,2 %) ergab, so kann eine Erklärung für das abweichende Verhalten nur in der viel höheren Calciumchloridkonzentration gesucht werden, die sich bei dem soeben geschilderten Versuch einstellt. Während hier auf 150 g Al_2O_3 nahezu 500 g CaCl_2 kommen, liegt den Versuchen der Tabelle 1 ein entsprechend umgerechnetes Verhältnis von 150 g Al_2O_3 zu 153 g CaCl_2 zugrunde. Zu hohe Calciumchloridkonzentrationen im Vergleich zum eingesetzten Aluminiumoxyd sind also schädlich. Günstige Ergebnisse hinsichtlich der Verwendung von Calciumformiat sind demnach erst zu erwarten, wenn stark basisches Aluminiumchlorid anstelle des "neutralen Salzes" zur Verwendung kommt, da in diesem Falle die stöchiometrisch erforderliche Menge an Calciumformiat zu Gunsten des Einsatzes von freier Ameisensäure zurückgeht und infolgedessen auch weniger Calciumchlorid entsteht. (vergl. S. 9)

b) Umsetzung von Aluminiumchlorid-Abfalläugen mit Natriumformiat und Ameisensäure.

Anstelle von Aluminiumchloridlösungen können beim Umsatz mit Alkali-formiat auch Lösungen von Aluminiumnitrat oder Aluminiumsulfat benutzt werden. Der Vorzug von Aluminiumchlorid liegt jedoch darin, daß Aluminiumchloridlösungen in großen Mengen als sonst wertlose Abfalläugen der Friedel-Crafts-Reaktion und anderer Umsetzungen der chemischen Großindustrie anfallen und ein lange bearbeitetes Problem darin besteht, diese Abläugen einer nutzbringenden Verwertung zuzuführen. Es soll daher im Folgenden von der Beschreibung der verschiedenartigen doppelten Umsetzungen, die unter Bildung von löslichen Fremdsalzen zu einer Gewinnung von Aluminiumtriformiat führen, abgesehen und nur die technisch vorwiegend wichtige Reaktion zwischen Aluminiumchloridlösung und Natriumformiat bzw. Calciumformiat weiter verfolgt werden.

Aluminiumchlorid-Abfalläugen enthalten außer Aluminiumchlorid mehr oder weniger große Mengen an Eisenchlorid, das meist als Ferrochlorid vorliegt.

Da im Verlaufe der organischen Reaktionen, zu denen das wasserfreie Chlorid benutzt wird oder im Augenblick der Zersetzung der Reaktionsgemische oft freie Salzsäure abgespalten wird, so handelt es sich bei den Abläugen in der Regel um Lösungen von mehr oder weniger basischem Aluminiumchlorid. In der folgenden Tabelle ist die Zusammensetzung zweier Abläugen angegeben, von denen die eine (1) aus der Schmierölfabrikation in Leuna, die andere (2) aus der Paraffinoxydation Oppau bezogen wurde.

Zusammensetzung von Aluminiumchlorid-Abfalläugen.

Herkunft	d ₂₀	% Al ₂ O ₃	% Fe ₂ O ₃	% Chlor vorhanden	% Chlor; berechnet (auf AlCl ₃ +FeCl ₂)
(1) Schmierölfabrikation Leuna	1,26	13,3	1,0	16,2	28,7
(2) Paraffinoxydation Oppau	1,14	6,6	0,6	12,1	14,3

Die Ablauge aus der Schmierölfabrikation, Leuna zeigt eine besonders hohe Basizität.

Der Eisengehalt (berechnet als Fe₂O₃) der Lauge liegt zwischen 8-10 % des Gehaltes an Al₂O₃ und ist als sehr hoch zu bezeichnen. Dies ist allgemein der Fall bei Abläugen, die aus Aluminiumchlorid entstehen, welches aus Bauxit hergestellt wird. Dieses Chlorid ist wegen seines niedrigen Gestehpreises und seiner häufigen technischen Verwendung der Hauptbestandteil der großtechnisch anfallenden Abläugen. Es gibt Lauge, die erheblich weniger Eisen enthalten. Sie stammen aus Reaktionen, bei denen ein eisenarmes Aluminiumchlorid benutzt wird, das aus reinem Tonerdehydrat oder metallischem Aluminium bereitet wird. Derartige Abläugen können weniger als 1 % des Al₂O₃-Gehaltes an Fe₂O₃ aufweisen. Eisenarmes Aluminiumchlorid wird jedoch nur in vergleichsweise untergeordneter Menge verarbeitet. Entsprechende Abläugen stehen daher nur in geringerer

Menge zur Verfügung. Aus diesem Grunde mußte das Schergericht der Untersuchung auf die Frage verlegt werden, ob es ~~nicht~~ möglich ist, ein technisch brauchbares Aluminiumtriformiat auch aus den stark mit Eisenchlorid verunreinigten Ablaugen herzustellen.

Diese Frage kann auf Grund der im Folgenden angegebenen Versuche bejaht werden. Bei den zur Verwendung kommenden Ablaugen lag das Eisen in der Ferrostufe 1) vor.

Versuch I :

1 Ltr. einer aus der Schmierölfabrikation Leuna stammenden Aluminiumchlorid-Abfallauge mit einem Gehalt von 227 g Al_2O_3 2), 17,3 g FeO und 293 g Chlor wird unter Rühren mit 278 ccm 85%iger Ameisensäure und 542 g 97%igem Natriumformiat (Herkunft I.G. Bitterfeld) versetzt. Man läßt eine halbe Stunde lang weiter rühren und filtriert dann auf der Nutsche vom ausgeschiedenen Natriumchlorid ab. Das klare Filtrat (1350 ccm) wird unter Zusatz von 10 g Aluminiumtriformiat (Impfkristalle) 48 Stunden lang bei Zimmertemperatur gerührt. Das dann ausgeschiedene Aluminiumsalz wird abgenutscht. Die Mutterlauge (650 ccm) wird scharf abgesaugt und der rein weiße Aluminiumtriformiatkuchen mit 300 ccm Methylalkohol gewaschen. Das Triformiat wird bei gelinder Wärme (auf dem Wasserbad) an der Luft getrocknet. Ausbeute 850 g = 88 % d.Th. Die Untersuchung der Mutterlauge zeigt einen Gehalt von 5,7 g Al_2O_3 = 2,5 % des Einsatzes. Aus dem vom Natriumchlorid abgesaugten klaren Filtrat sind also mehr als 95 % des darin vorhandenen Al_2O_3 in Form von Aluminiumtriformiat gewonnen worden. Das erhaltene Aluminiumsalz ist rein weiß und löst sich in heißem Wasser klar auf. Es zeigt einen Eisengehalt von 0,15 % FeO. Die Gesamtmenge enthält also 1,28 g FeO. Von den ursprünglich vorhandenen 17,3 g FeO sind demnach mehr als 92,6 % in der Mutterlauge verblieben. Das nach obigem Verfahren erhaltene Aluminiumtriformiat entspricht nach einer von der Colorist. Abtlg. Lu durchgeführten Prüfung den zu stellenden Anforderungen und ist als handelsfähige Ware zu bezeichnen. Der Al_2O_3 -Gehalt beträgt 23,5 %, der Gehalt an Ameisensäure 63,5 % (ber. für $Al(OOCH)_3 \cdot 3H_2O$: 23,6 % Al_2O_3 , 63,8 % Ameisensäure). Als Verunreinigung sind außer wenig Eisen Spuren von Natriumchlorid vorhanden.

Versuch II :

Aluminiumchlorid-Ablauge der Paraffinoxydation mit einem Gehalt von 6,8 Vol. % Al_2O_3 wird soweit eingedampft, daß der Al_2O_3 -Gehalt 16,15 Vol. % beträgt. Chlorgehalt dann 280 g Cl in 1000 ccm.

1 Ltr. der konzentrierten Lauge, die außer 161,5 g Al_2O_3 und 280 g Chlor noch 12 g FeO enthält, versetzt man unter Rühren mit 114 g 85%iger Ameisensäure und 530 g 97%igem Natriumformiat (Bitterfeld). Nach halbstündigem Rühren wird auf der Nutsche vom ausgeschiedenen Natriumchlorid scharf abgesaugt. Das klare Filtrat wird unter Zusatz von 10 g Aluminiumtriformiat 48 Stdn. lang bei Zimmertemperatur gerührt. Hierauf wird scharf abgenutscht und der Aluminiumtriformiatkuchen mit 300 ccm Methylalkohol gewaschen.

- 1) Die Anwesenheit von Ferrieisen ist zu vermeiden, da der Eisengehalt des Endproduktes dann wesentlich höher ausfällt.
- 2) Die Lauge wurde durch Abdestillieren von Wasser unter vermindertem Druck auf diesen Al_2O_3 -Gehalt etwas eingedickt.

Nach dem Trocknen an der Luft werden die Triformiat-Brocken durch halbstündiges Mahlen in der Kugelmühle zu weißem Pulver zerkleinert. Ausbeute 570 g = 83 % d.Th. Das Formiat ist rein weiß und in heißem Wasser klar löslich. Der Eisengehalt beträgt 0,12 %, berechnet auf FeO.

Diskussion der Versuchsergebnisse.

Die Versuche haben gezeigt, daß es möglich ist, aus eisenhaltigen Aluminiumchloridlösungen annähernd reines Aluminiumtriformiat in hoher Ausbeute zu gewinnen. Verluste beim Filtrieren, die sich im Laboratoriumsmaßstab nicht vermeiden lassen, werden sich bei einer betriebsmäßigen Durchführung der Formiatherstellung weiter vermindern. Die Erzielung hoher Ausbeuten stellt den entscheidenden Fortschritt der neuen Arbeitsweise dar, da es nur in diesem Falle möglich ist, auch aus stark verunreinigten Tonerdeverbindungen, besonders aus eisenhaltigen Tonerderohstoffen, wie Aluminiumchlorid-ablaugen, Ton oder Bauxit, in wirtschaftlicher Weise Aluminiumtriformiat herzustellen. Die Verunreinigungen scheiden mit den stark ausgenutzten Mutterlaugen aus dem Prozeß aus. Bei der alten Arbeitsweise, die nur mit Ausbeuten von etwa 50 % rechnen kann (vgl. S. 3) ist man aus Gründen der Wirtschaftlichkeit nicht in der Lage, die Mutterlaugen zu verwerfen, sondern muß diese zur Auflösung neuen Aluminiumsalzes in den Herstellungsprozeß zurückführen. Da vorhandene Verunreinigungen also nicht ausgeschieden werden können, so muß hier mit reinen Aluminiumsalzen, vorzugsweise mit reinem Aluminiumsulfat, gearbeitet werden. Diese Notwendigkeit beseitigt und damit sonst wertlose Abfallstoffe der Möglichkeit einer nutzbringenden Verwertung zugeführt zu haben, kann wohl als wichtigstes Ergebnis der durchgeführten Versuche gelten.

c) Umsetzung von hochbasischen Aluminiumchloridlösungen mit Ameisensäure unter Zusatz von Natrium- oder Calciumformiat.

Mehr oder weniger basische Aluminiumverbindungen liegen, wie im vorigen Abschnitt gezeigt wurde, in den Aluminiumchlorid-Ablaugen vor. Durch geeignete Maßnahmen kann man weiter zu hochbasischen Aluminiumchloridlösungen gelangen, die je nach der Basizität teilweise Kolloidcharakter besitzen. Einige Tonalonmarken der I.G. sind solche, seit längerer Zeit für Imprägnierzwecke in den Handel gebrachte hochbasische Tonerdesalze (vgl. S. 1), die bei weiterer Erhöhung der Basizität lückenlos in die Gruppe der reversiblen oder irreversiblen Tonerdesole übergehen. Als Herstellungsverfahren für Tonalonlösungen, die sich auch zu löslichen Trockenprodukten verarbeiten lassen, können folgende Methoden angeführt werden.

- 1) Umsetzung von Aluminiumchloridlösungen mit Äthylenoxyd unter gleichzeitiger Gewinnung von Äthylenchlorhydrin, z.B.
$$2 \text{AlCl}_3 + 5 \text{CH}_2 - \text{CH}_2 + 5 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl} + 5 \text{OHCH}_2\text{-CH}_2\text{-Cl}$$
- 2) Elektrolyse von Aluminiumchloridlösungen unter gleichzeitiger Gewinnung von Chlor und Wasserstoff, z.B.
$$2 \text{AlCl}_3 + 5 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl} + 5 \text{H}_2 + 5 \text{Cl}_2$$

Tabella 3

Aluminiumtriformiatherstellung aus hochbasischen Aluminiumchloridlösungen (Tonalonlösungen)

Nr.	Art des hochbasischen Salzes	Angewandt		Gehalt an			Zusatz von		Impfkristalle g	Rührdauer Std.	Rührtemperatur °C	Ausbeute	
		Ltr.	Al ₂ O ₃ Cl	g NO ₃	g FeO	g Ameisensäure	g Na-Formiat	g Ca-Formiat				g	% d.Th.
1	Chlorid, rein	1	238	84	-	638	161	-	7,5	48	20	855	85
2	Chlorid, rein	1	220	85	-	575	163	-	5	48	22	860	92,1
3	Chlorid, rein	1	236	94	-	650	-	180	7,5	44	25	900	90,0
4	Chlorid, rein	144	32,4	12,6	-	84,5	24,1	-	1	72	23	130	95,0
5	Chlorid aus Ablauge	1	255	117	20	700	182	-	5	48	20	975	90,5
6	Chlorid aus Ablauge	1,1	254	117	18,7	675	-	186	5	48	22	975	91
7	Chlorid aus Ablauge	1	243	104	22	650	-	157	7,5	48	20	929	90,3
8	Nitrat, rein	0,7	168	-	98	470	106	-	5	46	20	620	87

3) Peptisation von reaktionsfähigem Aluminiumhydroxyd mit den entsprechenden Mengen von Säure, z.B.



Die so erhältlichen hochbasischen Aluminiumchloridlösungen bzw. die nach dem letztgenannten Verfahren zugänglichen Lösungen hochbasischer Aluminiumnitrate lassen sich vorteilhaft nach der Methode der doppelten Umsetzung unter Bildung löslicher Fremdsalze auf Aluminiumformiat verarbeiten, wie die in der Tabelle III (S.11) zusammengestellten Versuche zeigen.

Bemerkungen zu den Versuchen (Tabelle III).

Auch bei Verwendung derartiger hochbasischer Aluminiumsalzlösungen wird Aluminiumformiat in guter Ausbeute und in hinreichender Reinheit gewonnen. Der Natriumchloridgehalt des Salzes schwankt zwischen 0,2 und 0,5 %, der Gehalt an FeO liegt nicht höher als 0,2 %, auch wenn das Formiat aus stark eisenhaltigen Ablaugen abgeschieden wird. Die Produkte sind rein weiß und in heißem Wasser klar löslich. Im Gegensatz zur Formiatherstellung aus neutralem oder schwacher basischem Aluminiumchlorid ergibt sich hier der Vorteil, daß bei Zugabe von Natriumformiat kein Natriumchlorid zur Abscheidung kommt, so daß eine Filtration entfällt. Es ist aber zu berücksichtigen, daß die Herstellung der hochbasischen Lösungen nach einem der drei oben erwähnten Verfahren besondere, mit Kosten und Energieaufwand verbundene Maßnahmen erfordert. Man wird daher nur dann zur Verwendung hochbasischer Ausgangsmaterialien schreiten, wenn diese infolge günstiger Verwertung der Nebenprodukte nach den Verfahren 1 und 2 (vgl. S.10) besonders vorteilhaft hergestellt werden können. Anstelle von Natriumformiat kann hier zweckmäßig das billigere Calciumformiat benutzt werden.

gez. Glöth

Herrn Dr. Ringer

2168 - 30/4.03

Berlin NW 7

Dr. Hz/LM

4. März 1941

Aktivtonerde-Herstellung

Sie erhalten anliegend die graphische Darstellung der voraussichtlichen Entwicklung des Bedarfs an Aktivtonerde bis zum Jahr 1943 für die verschiedenen in Aussicht genommenen Projekte.

Skizze I zeigt diese Entwicklung, wie sie sich auf Grund der in der Besprechung vom 19.2.41 von Leuna geschätzten Zahlen (vergl. anliegenden Besuchsbericht des Ammoniaklaboratoriums vom 26.2.41) darstellt. In dieser Skizze sind als Bedarf der Tanol-Anlage Heydebreck die von Merseburg seinerzeit für die erste Ausbaustufe geschätzten Mengen Tonerde eingesetzt. Ferner wurden die für den laufenden monatlichen Kontaktbedarf der verschiedenen Anlagen in Tonnen angegebenen Zahlen in cbm umgerechnet, wobei 1 Tonne im Durchschnitt zu 1,32 cbm eingesetzt wurde. Nach dieser Darstellung würde vom Jahre 1943 an ein Gesamtverbrauch von Aktivtonerde in Höhe von ~165 cbm pro Monat zu erwarten sein.

Skizze II unterscheidet sich von I dadurch, dass hierin nur die tatsächlich benötigten Mengen Aktivtonerde für die Tanol-Anlage Heydebreck (1. Füllung und laufender Verbrauch) eingesetzt sind, für die zusammen mit dem Tonerdebedarf der Tanol-Anlagen Oppau und Merseburg und der Glycerin-Anlage Heydebreck ein Gesamtverbrauch von 10 Tonnen pro Monat reichlich geschätzt sein dürfte. Über diesen Grundverbrauch sind in der Skizze II die Bedarfszahlen der anderen Anlagen in ähnlicher Weise wie in Skizze I aufgetragen, wobei aber in Skizze II für die Berechnung des laufenden monatlichen Tonerde-

./.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

2168 Dr. Hz/LM 4.3.1941 -2-
- 30/4.03

Verbrauchs die von Merseburg seinerzeit in to angegebenen Zahlen direkt gleich cbm gesetzt wurden, da Merseburg noch mit einem Kontaktschüttgewicht von 1 gerechnet hatte. Hierdurch kommt man für das Jahr 1943 auf einen Gesamttonerdebedarf von 125 cbm pro Monat gegenüber 165 cbm nach der ersten Berechnungsweise.

Zu den obigen Zahlen ist hervorzuheben, dass sie noch beträchtliche Änderungen erfahren können, da im gegenwärtigen Zeitpunkt eine genauere Schätzung der Verbrauchszahlen für die einzelnen Anlagen unmöglich ist.

Produktionskapazität Oppau

Die Ausbaufähigkeit der Oppauer Aktivtonerde-Anlage wurde eingehend mit Herrn Dr. Hegelmann und Herrn Dr. Haubach besprochen. Anliegende Skizze III zeigt die verschiedenen Ausbaustufen der Anlage, wobei die für jede Stufe erforderlichen apparativen Erweiterungen angegeben sind. Gleichzeitig sind die jeweiligen Fertigstellungstermine bzw. die Fragen, die für die Fertigstellung zu klären sind, angegeben. Die letzte Reihe der Tabelle gibt den Anlagewert an, den die Gesamtanlage nach erfolgtem Ausbau der einzelnen Stufen jeweils repräsentiert.

Wie aus der Skizze III zu ersehen, sind die für sämtliche Ausbaustufen benötigten zusätzlichen Apparate (bis auf die beiden dampfbeheizten Trockner in Stufe 6, für die diese Frage noch zu klären ist) in der I.G. greifbar, sodass eine grössere Verzögerung infolge Neubestellung von ausserhalb bei der Erweiterung der Anlage nicht zu befürchten ist.

gez.: Hofeditz

4 Anlagen

Ø an Herrn Dr. Dr. Müller-Cunradi,
Herrn Dr. Wietzel
Herrn Dr. Hegelmann

Durchschlag

Geleg. 2. S. Nr. v. 4. 3. 41. am 21. August

Geschätzter Bedarf an Aktivkohle in m³

Zahlen links oben : Monatsbedarf des Verfabrikums, m³
 Zahlen rechts unten : Bedarf im gesamten Zeitraum, "
 Zahlen dazwischen : Monatsbedarf je Anlage, "

Skizze I

2168 - 30/4.03

1943.

Produktions-
kapazität

Op. 1000

vgl. Skizze III

200
190
180
170
160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10

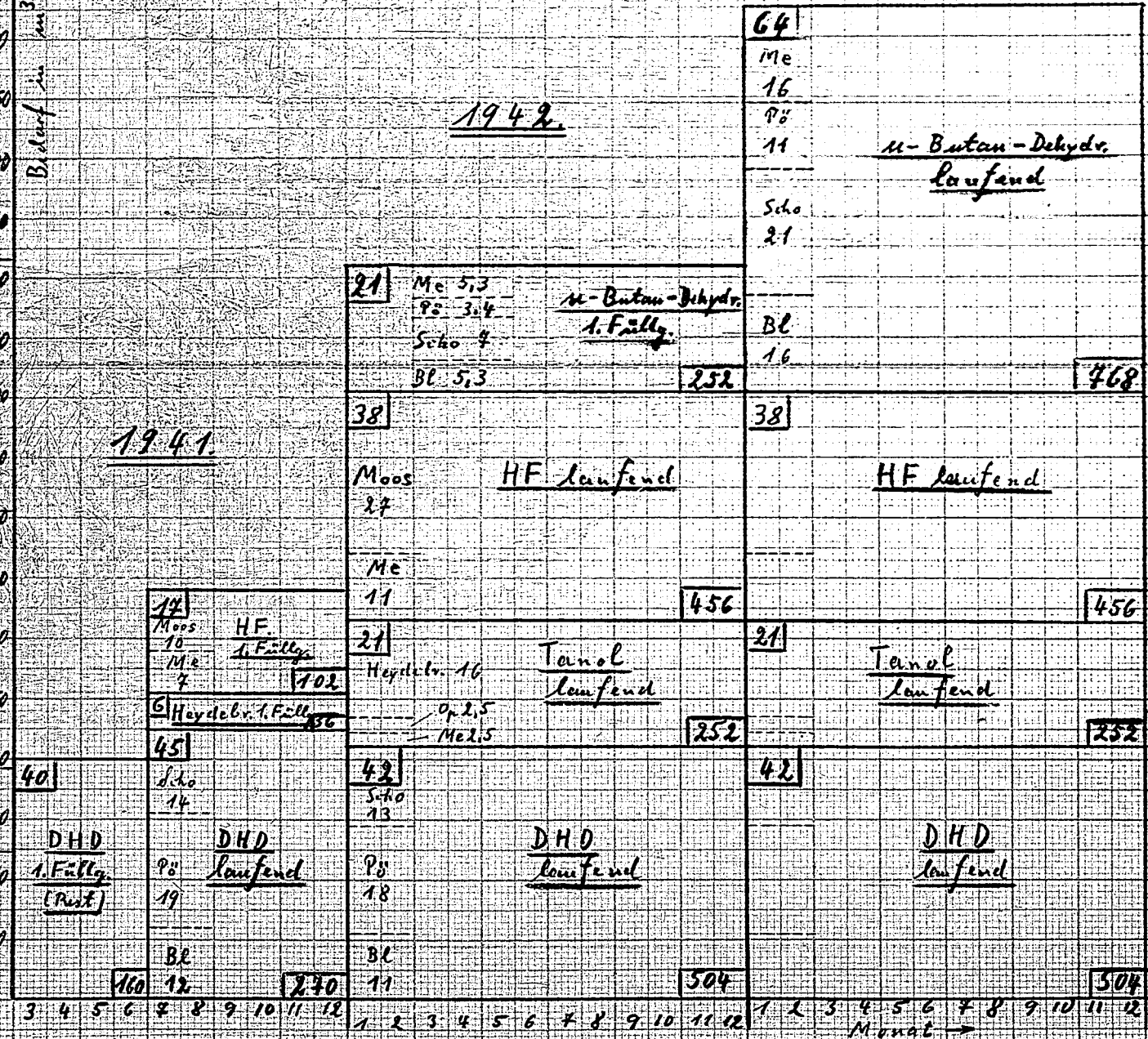
↑
Bedarf in m³

Stufe 5 (u. 6)

Stufe 4
April - Juli 41

Stufe 2
April - Mai 41

Stufe 1
aktiv laufend



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

Hofmeyer

Geschätzter Bedarf an A-Kärltonerde in m³

Skizze II

Zahlen links oben: Monatsbedarf des Verfahrens in m³
 Zahlen rechts unten: Bedarf im ganzen Zeitraum " "
 Zahlen dazwischen: Monatsbedarf je Anlage " "

2168 - 30/4/08

Produktion

von

Opagan

vgl. Skizze III

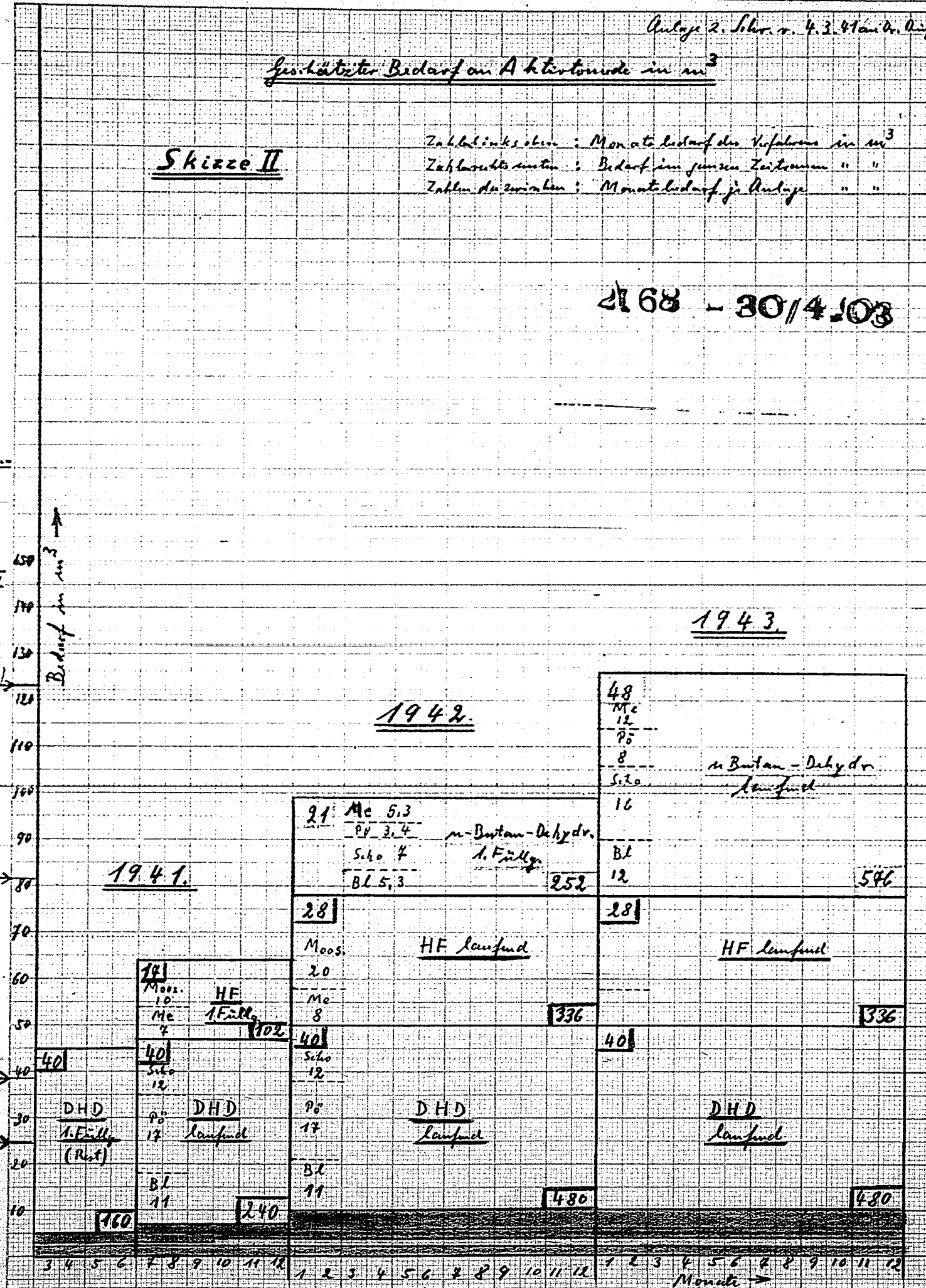
Stufe 6 (6)

3 (4)
 Juni Juli 41

Stufe 2
 April, Okt. 41

Stufe 1
 Betrieb läuft

Bedarf in m³



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein.

Tadel Heydebreck
 " Opagan
 " Linna
 Glycerin Op. + Heydebreck
 "

Hofelitz

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

Oppau, den 4.3.1941

SKIZZE III

Büro Sparte I

A K T I V T O N E R D E

Investierung und Termine bei steigender Produktion

nach Absprache mit Herrn Dr. Haubach

	1	2	3
Produkt geformt ca.moto	16 t (=24,6 m ³)	25 t (=38,5 m ³)	35 t (=53,8 m ³)
Produkt Pulver ca.moto	—	—	+18 t (=27,7 m ³)

Bereits vor- handene, bzw. gelieferte, wesentlichste Apparatur	vorhanden:	Zugang:	Zugang:
	4 Heissluft- Trockner 1 gr. Knetter 1 kl. Knetter 1 kl. Filter- presse Löse- und Fäll- behälter Waschein- richtung und zugehörige Ne- benapparatur 1 Schachtofen	4 Heissluft- Trockner 1 gr. Filter- presse 1 gr. Knetter 1 Schachtofen Waschein- richtung	4 Heissluft- Trockner 1 Kanalofen 1 Strangpresse 1 Mahl- und Sieb- anlage Vergrößerung der Löse- und Fällbehälter und Erweiterung der zugehörigen Nebenapparatur Gebäude

Termine
(unverbind-
lich)

Betrieb
läuft

April-Mai 41

Juni-Juli 41

Dem jeweili-
gen Ausbau der
Anlage ent-
sprechendes An-
lagekapital ein-
schliessl. Gebäude
u. anteilige allgem.
Anlagen
als Neuwert ge-
schätzt

RM
ca. 300 000,-

RM
ca. 400 000,-

RM
ca. 630 000,-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

Anlage zum Schreiben v. 4.3.1941
an Herrn Dr. Ringer

2168 - 30/4.03

4
53 t (=81,5 m³)

5
53 t (=81,5 m³)
+27 t (=41,5 m³)

6
70-80 t (=bis 123 m³)

Zugang:

1 gr. Knetter u.
Nebenapparatur
kleinere Er-
gänzungen und
Gebäudeanteil

Apparatur ist mit
53 t geformtem
Produkt im wesent-
lichen ausgefahren

Sobald Beschaffung
des in der I.G. vor-
handenen Knetters
(Leverkusen) ge-
sichert

Gesamte Anlagekosten
einschl. Kanali-
sation, Rohrbrücken-
anteil etc.

RM 720 000,-
Kapital ist im
wesentlichen be-
reits investiert

Zugang:

1 gr. Filterpresse
mit Nebenapparatur
Annahme: Trockner-
leistung ist aus-
reichend

Raumfrage zu
klären

Sobald Beschaffung
der in der I.G. vor-
handenen Apparatur
gesichert und Raum-
frage geklärt

Zusätzliche Investierung

+ ca. RM 40 000,-

Zugang:

2 dampfbeheizte
Trockner (x)
1 gr. Knetter mit
Zubehör
betr. Trocken-
leistung wie
vorstehend

Raumfrage zu
klären

wie unter 5

+ ca. 60 000,-
(Gesamtanlage-
kapital ca.
RM 820 000,-)

x) vergleiche Be-
merkung im gez.: Hegelmann
Begleitschreiben

Durchschlag

12.

SYNTHETIC RUBBER

2168 = 30/A.03

==

2168 - 30/4.03

~~Ammoniaklaboratorium~~

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z.13 304. Kü/Ht.

Ludwigshafen a/Rh., den 13. März 1942.

Verfahren zur Herstellung von künstlichem Kautschuk.

Es ist bekannt, aus Vinyläthynylalkylcarbinolen und Butadienkohlenwasserstoffen, z.B. Butadien oder Isopren, durch Polymerisieren in wässriger Emulsion Mischpolymerisate herzustellen. Die Mischpolymerisate von Vinyläthynylalkylcarbinolen mit Isopren zeichnen sich vor denen mit Butadien durch eine besonders gute Verarbeitbarkeit aus, sodass häufig ein nachträglicher Abbau sich erübrigt. Nachteilig ist jedoch, dass diese gut verarbeitbaren Mischpolymerisate im vulkanisierten Zustand nur dann gute Zerreißfestigkeit besitzen, wenn man sich mit niedrigen Ausbeuten bei der Polymerisation begnügt.

Es wurde nun gefunden, dass man Mischpolymerisate auf der Grundlage von Isopren und Vinyläthynylalkylcarbinolen mit guter mechanischer Festigkeit und leichter Verarbeitbarkeit auch mit guten Ausbeuten durch Emulsionspolymerisation in alkalischem, neutralem oder saurem Medium herstellen kann, wenn man Acrylnitril oder Methacrylnitril mit einpolymerisiert.

Derartige Gemische aus Isopren, Vinyläthynylalkylcarbinolen und Acrylnitril oder Methacrylnitril lassen sich zudem auch noch wesentlich schneller polymerisieren als Gemische von Butadien oder Isopren mit Vinyläthynylalkylcarbinolen allein. Beispielsweise sind bei gewöhnlicher Temperatur von einem Ansatz, welcher Isopren, Vinyläthynyldimethylcarbinol und Acrylnitril enthält, nach 4 Stunden 45 %, nach 6 Stunden 58 % zu festen, kautschukartigen

Massen polymerisiert, während ohne Acrylnitril nach 4 Stunden lediglich geringe Mengen klebriger Produkte erhalten werden. Die grössere Polymerisationsfreudigkeit bedingt eine wesentlich grössere Wirtschaftlichkeit der Herstellung besonders auch im Hinblick auf die kontinuierliche Arbeitsweise. Diese Vorteile des Zusatzes von Acrylnitril oder Methacrylnitril, der verhältnismässig gering sein kann, z.B. nur wenige Prozent der Gesamtmischung zu betragen braucht, ist überraschend.

Sowohl bei Gemischen von Isopren mit Acrylnitril oder Methacrylnitril als auch bei Gemischen von Butadien mit Vinyläthinyllalkylcarbinolen und Acrylnitril oder Methacrylnitril treten sie nämlich nicht ein.

Die Mischpolymerisate können in üblicher Weise mit aktiven oder inaktiven Füll- oder Farbstoffen vermischt zur Fertigung von technischen Gummiwaren dienen. Sie lassen sich gut verspritzen und besitzen gute Elastizität. Für besondere Zwecke, z.B. wenn grosse Klebrigkeit erwünscht ist, können sie bei 120 - 130° abgebaut werden. Gegen Kohlenwasserstofföle sind die Polymerisate weitgehend beständig.

Die in den nachstehenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1.

80 Teile Isopren, 15 Teile Vinyläthinyldimethylcarbinol und 5 Teile Acrylnitril werden in einer Lösung von 7,2 Teilen des Natriumsalzes eines durch Oxydation von Paraffin erhältlichen Fettsäuregemisches von der Säurezahl 238 in 110 Teilen Wasser unter Zusatz von 1 Teil Natriumchlorid, 0,3 Teilen Kaliumpersulfat und 0,5 Teilen Triäthanolamin emulgiert und unter Rühren oder Schütteln 24 bzw. 42 Stunden bei 35° polymerisiert. Nach Zusatz von 2 Teilen Phenyl- β -naphthylamin in benzolischer Lösung als Alterungsschutzmittel wird alsdann mit einer gesättigten Natriumchloridlösung und 5 %iger Essigsäure koaguliert. Das Koagulat wird in üblicher Weise mit Wasser ausgewaschen und trocken gewalzt.

100 Teile des erhaltenen Mischpolymerisats werden mit 2 Teilen Stearinsäure, 5 Teilen eines im Handel unter dem Namen "Kautschol" erhältlichen Erweichers, 40 Teilen Naphthalinruss, 5 Teilen Zinkoxyd,

1 Teil Schwefel und 1 Teil eines im Handel unter der Bezeichnung "Vulkaot AZ" erhältlichen Beschleunigers bei 134° vulkanisiert.

Das Vulkanisat zeigte bei der üblichen Prüfung folgende Werte:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit ² kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			einer Dehnung von 300%	500%				
24	72	1350/38	78	178	242	608	23	74
42	87	1535/40	78	181	254	571	26	71

Anstelle von Acrylnitril kann man mit gleicher Wirkung auch Methacrylnitril verwenden. Durch Polymerisation bei höheren Temperaturen als 35°, z.B. 50° oder auch darüber, kann man die Polymerisationsdauer noch wesentlich abkürzen, ohne dass die Verarbeitbarkeit und die mechanischen Eigenschaften der Polymerisate leiden.

Beispiel 2.

In gleicher Weise wie im Beispiel 1 werden 80 Teile Isopren mit 10 Teilen Vinyläthinyldimethylcarbinol und 10 Teilen Acrylnitril polymerisiert und vulkanisiert. Es ergeben sich folgende Werte:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit ² kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			einer Dehnung von 300%	500%				
24	81	1387/39	114	246	262	521	24	76
42	96	1650/39	110	263	281	524	23	76

Anstelle von Acrylnitril kann man mit gleicher Wirkung auch Methacrylnitril verwenden.

Zum Vergleich wurden folgende Versuche durchgeführt:

Ein Mischpolymerisat aus 78 Teilen Butadien, 11 Teilen Vinyläthinyldimethylcarbinol und 11 Teilen Acrylnitril, das in der im Beispiel 1 beschriebenen Weise hergestellt und vulkanisiert wurde, besitzt die folgenden Eigenschaften:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit ² kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			einer Dehnung von 300%	500%				
42	69	4690/42	90	250	303	545	43	75

Ein gemäss Beispiel 1 hergestelltes und vulkanisiertes Mischpolymerisat aus 80 Teilen Isopren und 20 Teilen Vinyläthinyldimethylcarbinol, das also kein Acryl- oder Methacrylnitril enthält, zeigte folgende Werte:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			von 300%	500 %				
24	50	1430/35	69	156	220	625	24	75
42	61	1620/36	76	184	228	574	27	72
64	78	3000/42	121	-	186	410	27	74

Ein entsprechendes Mischpolymerisat aus 80 Teilen Isopren und 20 Teilen Acrylnitril, das also frei war von Vinyläthinyldimethylcarbinol, lieferte bei der Prüfung folgende Werte:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			von 300%	500%				
24	96	2460/46	128	-	266	485	17	75
42	100	3000/44	171	-	256	398	15	79

Beispiel 3:

80 Teile Isopren, 15 Teile Vinyläthinyldimethylcarbinol und 5 Teile Acrylnitril werden in einer Lösung von 3 Teilen salzsaurem Stearylamin in 100 Teilen Wasser emulgiert und unter Zusatz von 0,25 Teilen Kaliumpersulfat bei 50° polymerisiert. Nach 17 Stunden wird durch Zusatz von gesättigter Natriumbikarbonatlösung koaguliert und wie im Beispiel 1 weiterbehandelt. Bei der Prüfung ergaben sich folgende Werte:

Poly- meri- sations- dauer in Std.	Aus- beute %	Defo- wert	Belastung in kg/cm ² bei		Zerreiss- festig- keit kg/cm ²	Zerreiss- dehnung %	Rück- prall- elasti- zität %	Shore- Härte °
			von 300%	500%				
17	82	1385/44	66	163	263	645	28	65

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von künstlichem Kautschuk, dadurch gekennzeichnet, dass man Gemische von Isopren mit einem Vinyläthinyllalkylcarbinol und Acrylnitril oder Methacrylnitril in wässriger Emulsion polymerisiert.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT/AG

A u s z u g

aus dem Bericht über das Lebedew-Verfahren zur Herstellung von synthetischem Kautschuk. Betriebsbeschreibung von SK 3.

Bis 1941 waren in Russland 5 Bunawerke, deren jedes eine Kapazität von 30.000 tato Kautschuk hatte, in Betrieb. Davon arbeiten SK 1 in Jaroslaw,

SK 2 " Woronesch,

SK 3 " Jefremow,

SK 4 " Kasan

nach dem L e b e d e w --Verfahren.

SK 5

arbeitet nach einem anderen Verfahren und

SK 6 in Kursk war im Bau.

Fabrikationsgang:

Spiritus wird aus Brennerreien in 50 m³ Tankwagen angefahren. Sprit wird aus Getreide hergestellt, da bei Kartoffeln wegen des langen Winters Lagerschwierigkeiten bestehen. Sprit ist 84 - 86%ig und ungereinigt. Frischer Sprit wird mit Rücksprit vereinigt und besteht dann aus 80% Äthylalkohol 2 - 3,5% Acetaldehyd, 0,5 - 1% Äther, 0,1 - 0,2 % Kohlenwasserstoffe, Rest Wasser.

Dieser Sprit wird in Röhrenverdampfern verdampft und auf ~~110~~ 110°C bei 1,2 - 1,3 at hochgeheizt. Zulaufmenge 270 - 300 m³/h je Tag bei Betrieb von durchschnittlich 18 - 20 Kontaktöfen.

Jefremow hat 30 Betriebskontaktöfen 5 m ϕ , 8 m hoch. Jeder Ofen enthält 16 rechteckige Retorten aus Eisen, 0,1 x 1 x 5 m. In diesen Retorten befindet sich der Kontakt, welcher im wesentlichen aus einem Gemisch von Magnesium, Aluminium, Silikat und Carbonat besteht.

%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Zn O	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
gebr.	10,5	2,3	0,4	0,1	0,2	Spur	40,2	0,9	Spur
frisch	10,1	2,3	0,5	0,1	0,2	Spur	44,6	0,9	Spur
%	CO ₂ x)	SO ₃	Trockenverl. xx)	Glühverl. xxx)	C	H			
gebr.	3,5	0,6	25,0	20,3	-	-			
frisch	10,9	0,8	12,8	27,5	3,55	3,17			

x) Entwickelt mit HCl, xx) bei 105°C xxx) bei Rotglut.

Die Kontaktöfen werden mit Heizöl beheizt und zwar streichen die Heizgase von der Peripherie her nach unten und ziehen dann durch die Mitte nach oben wieder ab. Der Spritdampf wird vor Eintritt in den Ofen zunächst mit den Heizabgasen in einem Vorwärmer auf 160 - 220°C vorgeheizt und dann in einem Ofen befindlichen Schlangenüberhitzer auf 390 - 410°C. Temperatur des Spritdampfes soll 10°C über Reaktions-temperatur liegen, durchströmt die Retorte von unten nach oben. Vor Inbetriebnahme des Kontaktofens wird der Kontakt mittels Dampf-Luftgemisch aktiviert. Aktivierung ist beendet, wenn Abgas kein CO₂ mehr enthält. Reaktionstemperatur 385 - 390°C. Es wird auch von 350°C gesprochen. Spritzzufuhr 100 - 120 kg je Retorte und Stunde. In den Retorten Unterdruck 10 mm Hg, vor dem Ansauggebläse 50 mm Hg. Nach 12 Stunden Umsetzung muss der Kontakt regeneriert werden, was mit Luft und Dampf geschieht. Temperatur dabei 600°C. Der Kontakt enthält vor der Regenerierung etwa, 2 - 3% Kohle. Dampfverbrauch für die Regenerierung eines Ofens 0,4 - 0,5 t.

Wärmeverbrauch: Reaktion ist endotherm.

500 - 600 Kalorien je kg Sprit. Theoretisch werden auf 1 kg Sprit bei 50% Umsatz 220 Kalorien ~~zum~~ verbraucht. Wassergehalt von über 30% im Sprit vermindert die Butadienausbeute beträchtlich und erhöht die an Carbo-nylverbindung. Bis zu einem Aldehydgehalt von 20% im Sprit hält sich die Butadienausbeute auf gleicher Höhe. Im übrigen zersetzt sich Aldehyd leichter und verstopft den Ofen. Obwohl festgestellt ist, dass sich an eisernen Oberflächen viel Aldehyd und Russ bildet, deren Menge bei kupfernen Oberflächen sowie bei Aluminium und Emaille beträchtlich vermindert werden kann, bestehen die Betriebsretorten aus reinem Eisen. Temperaturregulierung nicht nur durch Regelung der Beheizung, sondern auch durch Dosierung der Spritmenge. Diese kann für jede einzelne Retorte gesondert eingestellt und mittels Strömungsmessern reguliert werden.

Zusammensetzung des Reaktionsproduktes:

30 - 32 % Butadien (beobachtete Höchstwerte: 35%)
 2 1/2 - 3 % Azetaldehyd
 1/2 % Äther
 1 - 1 1/2 % höhere Alkohole
 1/2 % Äthylen
 1000 % Azetylen
 10 - 12 % Wasserstoff, Methan, CO₂ usw.
 ca. 40 % Alkohol.

Auf Butylen wurde nicht speziell geprüft, da dieser Kohlenwasserstoff bei der weiteren Bearbeitung im Butadien verbleibt. Seine Menge soll 5 - 10% des Butadiens ausmachen.

2168 - 30/4.03

- 3 -

+ der wassergekühlten Kondensatoren

Insgesamt fallen stündlich 27,5 t Kontaktgas mit 3,58t Butadien an. Sie werden zunächst in Röhrenkondensatoren mit Wasser indirekt gekühlt und dann nach Abkühlung auf 16 - 18°C mittels Kältesole auf minus 2 - minus 3°C abgekühlt. Die Menge des dann noch übrig bleibenden Gases beträgt 8,53 t je Stunde mit 42% Butadien. Das Kondensat beträgt 18,97 t je Stunde und wird durch fraktionierte Destillation von Azetaldehyd, Äther und Butadien befreit. Danach wird wasserhaltiger Alkohol abdestilliert, während der aus höheren Alkoholen bestehende Rückstand für sich aufgefangen und zu unbekanntem betriebsfremden Zwecken verwendet wird. Zur Rektifikation gelangt ein Gemisch von

	%	kg/Std.
Alkohol	53	9990
Wasser	39	7352
Aldehyd	1,5	282
Äther	2	377
Kohlenwasserstoffe	1,5	282
höhere Alkohole	3	567
	====	====
	100	18850

Temperaturkolonneneingang 60°C, Kolonnenkopf 65°C, Sumpf 91°C.

Oben geht Azetaldehyd-Äther-Fraktion ab. Aus dem Rückstand der Kolonne wird in einer zweiten Kolonne der Sprit abdestilliert.

Zusammensetzung des Rückstandes:

Kohlenwasserstoffe	8,77 %
Aldehyde	0,2 %
Wasser	22,69 %
Alkohol	12,53 %
höhere Alkohole	56,19 %

Aus diesem werden durch weitere Destillation 920 kg/Std. höhere Alkohole und Kohlenwasserstoffe gewonnen. Das den Solekühler verlassende Gas wird mit Rotationskompressoren (6 Stk.) auf 2,5 at verdichtet. Dann wird es in weiteren Kompressoren auf 6 at komprimiert. Unter diesem Druck wird es nacheinander in drei Skrubber geleitet, die mit 86%igem Sprit berieselt werden. Aus dem Sprit wird das gelöste Butadien gegen 3 at bei 110°C wieder ausgetrieben. Butadienkonzentration des in die Austreibekolonne eintretenden Sprits 18 - 20%, des abgehenden Sprits 0,04%.

++

- 4 -

++ Das Restgas wird durch 2 Kohletürme zum Entfernen von Sprit und dergl. geleitet und dann zu Heizzwecken verwendet. 2.500 - 3.000 m³/S 70% H₂, 10% CH₄, 1,5% O₂.

Zusammensetzung des Rohbutadien:

- ca. 75 % Butadien,
- 3 % Aldehyd,
- 4 % Sprit,
- 3 % Wasser,
- 7 % Butylen,
- 7 % höheren Kohlenwasserstoffen.

Rohbutadien wird in flüssiger Phase im Verhältnis 1 zu 2 mit Wasser gewaschen, Menge 3,5 m³/h, spezifisches Gewicht 0,8. Das Waschwasser enthält nach Verlassen der Waschkolonne, die 5 m hoch ist, (1,5 - 1,8 m Ø) ohne Füllkörper 1,3% Alkohol, 1,5% Azetaldehyd, 0,1 Butadien.

Das gewaschene Butadien besteht aus:

- 76 % Butadien,
- 0,04 % Aldehyd,
- 0,5 % Alkohol,
- 8,5 % Kohlenwasserstoffe (Piperylen, Hexadien usw.)
- 9 % Pseudobutylen.

und enthält daneben noch einige kleine selbstentzündliche Kohlenwasserstoffe. Auf Peroxyd wird nicht geachtet. Dieses Butadien wird dann unter 2,7 at destilliert. Kopf-temperatur 27 - 32 °C, Sumpftemperatur 76 - 80 °C. Nach der Destillation Entwässerung und Befreiung von CO₂ und Aldehyd in zwei Kalitürmen.

Zusammensetzung des Reinbutadien:

- 92 - 88% Butadien,
- 0,02 % Alkohol,
- 0,03 % Wasser,
- Spuren Aldehyd
- Rest Butylen.

Mit dieser Zusammensetzung wird es in der Gasphase polymerisiert, wobei der Butylengehalt zum Steuern der Polymerisationsgeschwindigkeit dient.

Füllung 2,3 m³
Butadien, davon
1,5 - 1,7 m³
Frisch-Butadien.
2,3 m³ enthal-
ten 75-80% Buta-
dien.

Das Kreislauf-
Butadien, welches
aus vorherge-
henden Ansätzen
stammt, enthält
nur 65% Butadien.

Der Rückstand aus der Reinbutadienkolonne wird in einer weiteren Kolonne bei 2,5 at und 30°C Kopftemperatur, 82°C Sumpftemperatur in ein Kopfprodukt "Divinol", ein Gemisch verschiedener polymerisationsfähiger niedrig siedender Produkte, und das Sumpfprodukt "Eskol", das u. a. Piperylen und Hexadien enthält, zerlegt.

Ein anderer Teil des Butadiens wird in flüssiger Phase polymerisiert. Dazu dienen 120 Autoklaven, 2 m tief und 1,35 m breit, die in einem einzigen grossen Bau untergebracht sind. Autoklaven auf 12 at geprüft und mit Mantel zum Anwärmen und Kühlen versehen, ganz aus Eisen. Sicherheitsventil und Überdacheleitungen nicht vorhanden. Autoklaven haben Einsatz aus Eisenblech. In den Einsatz werden 60 - 65 Polymerisationsstäbe eingehängt, sie werden mit einem Überzug von Natrium und Paraffin versehen, wobei das Paraffin dazu dient, das Natrium vor der Luft zu schützen.

Eingehende Polymerisationsvorschrift wird angegeben. Fertigstellung einer Partie dauert 48 - 78 Stunden.

Die Polymerisation in der Gasphase wird in den gleichen Autoklaven durchgeführt wie die in der flüssigen Phase. Es befinden sich in ihnen jedoch keine Stäbe, sondern 18 - 20 wagerecht liegende Teller, auf denen Natrium-Paste ausgebreitet wird. Insgesamt dienen hierzu 58 Autoklaven, von denen immer 18 - 20 hintereinandergeschaltet sind. Reaktionsdauer mehrere Tage. Neben diesen Autoklaven waren auch 8 liegende Autoklaven - 1 1/2 m Ø, 10 m lang - vorhanden. In diesen befindet sich die Natrium-Paste in Wägelchen, welche auf Blechen, die mit Schienen versehen sind, eingefahren werden. Die Ergebnisse mit diesen Autoklaven sollen wesentlich besser gewesen sein, als mit den stehenden.

Zusammensetzung der Polymerisations-Paste wird genau angegeben.

Es folgen Angaben über Alterungsschutzmittel. Hauptbestandteil Aldol -d- naphtylamin, russisch Age-rite (*Агери́т*) genannt.

Eingehende Angabe über die weitere Aufarbeitung des Rohpolymerisaters.

Bln., 27.5.43.
Dr. Kre/Bre.-

2168 - 30/4.03

Auszug

aus der Tabelle I "Übersicht über die Eigenschaften des italienischen und des russischen Butadienkontaktes", beigelegt dem Bericht des Herrn Dr. v. Susich, Hauptlaboratorium Lu vom 6.7.42 über den italienischen Butadienkontakt.

Katalytische Eigenschaften.

	<u>Ital. Kontakt</u>	<u>ungebraucht</u>	<u>gebraucht</u>
Fahrweise	bei 410-430° mit 92% Sprit	bei 353 00 mit 80 % Sprit	
Lebensdauer	200-250 ^h	1000 ^h x 456 ^h xx	
Aktivierung	erhitzen im Ofen bei offenem Deckel	erhitzen stufenweise auf 400° und 570° insgesamt 17-18 ^h	
Kontaktierung	4-6 ^h	12-15 ^h	
Regenerierung	3-4 ^h	2 ^h mit Dampf-Luftgemisch bei 520°-570° bzw. 470°	
Rohbutadien aus 100 kg Ath.mol	32 kg	32,5 kg xxx	36,7 kg xx
Butadienausbeute	55 %	55,5 % xxx	bezw. 72 % x, 62,5 % xx
Reinheit des Rohbutadiens		75 %	80 %
Nebenprodukte	sehr viel Äthylen, wenig Butylen	Butylen und wenig Äthylen	
Verwendung des gebrauchten Kontaktes	wird regeneriert durch Auflösen in verdünnten Säuren	wird weggeworfen bzw. als Mörtelmasse verwendet. (?)	

x = Dr. Wolff, Lu (12.5.42), Bericht über die Vernehmung des russischen Kriegsgefangenen Ananew am 8. u. 9.5.42.

xx = Nach Versuchen in Lu, Dr. Ohlinger, Lu (26.5.42) Bericht über die Sprit-Butadienversuche im Styrollab.

xxx = Aus russischen Angaben berechnet. Dr. O. Dorrer, Lu (21.3.42) Betrachtungen zum Lebedew-Verfahren an Hand des Berichtes v. Dr. W. Wolff, Lu.

1.2.44 H.

Rh