

Organic Division  
Material for Jahresbericht  
for 1943

and Miscellaneous  
in Mineral etc

USSBS - Team 46  
Leuna

X - 25

## Nepesin - Verarbeitung No 954

Betrieb: Dr. Soehn  
Dr. Bock

Reparaturen: DI. Slowak

### Arbeiten in 1943:

Die Sulfochlorierungsanlage No 954 konnte aus Rohstoffmangel im Jahresdurchschnitt nicht mit voller Leistung in Betrieb gehalten werden. Insbesondere wurde in der zweiten Jahreshälfte die Chlorversorgung zunehmend schwieriger und bedingte erhebliche Betriebseinschränkungen. 1943 wurden 35 200 t Mersol D und 12 700 t Mersol B hergestellt.

Die Haupterzeugnisse waren wieder Mersol B für Waschmittel und Mersol B für Seammoll, Bohrölemulgatoren und Lickeröl. Daneben wurde zu etwa ein Drittel sulfochloriertes Mersol 30 zu Mersolat verarbeitet. Eine untergeordnete Rolle spielte der allerdings zunehmende Einsatz von Mersol D als Gerbstoff-Immergen für Feinleder.

Die Sulfochlorierungstürme mußten zum Teil überholt werden, da die Tegelitfolien-Auskleidung nach etwa 2-jähriger Betriebszeit, verschiedentlich auch schon erheblich rascher, schadhaft geworden war. Die Folienauskleidung wurde durch Phenylalbinbrennlack ersetzt, der Lack bewährte sich bisher.

Zwei Reaktionstürme wurden durch Aufsätzen eines Schusses von 4 m auf 5,5 m erhöht. Die Leistung der Türme wurde dadurch bei gleichzeitigem Einbau einer zweiten Gasverteilung um etwa 50% gesteigert. Ferner enthalten zwei Türme als Lichtquellen gewöhnliche Glühbirnen. Die Sulfochlorierung verläuft auch in diesen Türmen glatt.

Die bisherigen Verdampfer für Chlor und Schwefeldioxyd wurden durch Verdampfer aus haarnadelartig angeordneten Mantelrohren ersetzt.

Das versuchsweise an Stelle von Nepesin eingesetzte hydrierte Gasöl ließ sich wesentlich schwieriger sulfochlorieren. Die einwandfreie Verarbeitung von Mersol B aus Gasöl zu Bohröl-Emulgatoren war in Höchst nicht möglich.

Im August erfolgte durch Leitungsschaden am Chlorlager ein Chlorausbruch. Durch sofortige betriebliche Maßnahmen konnten ernstere Folgen verhindert werden.

Die anwendungstechnische Zusammenarbeit mit einer Anzahl Seifenfabriken wurde fortgesetzt.

### Arbeiten für 1944:

Die kontinuierliche Herstellung von teilsulfochloriertem Mersol ist in Vorbereitung. Sie ist wesentlich für den später vorgesehenen Übergang von Mersol B auf Mersol 30 zur Erzeugung von Mersolat 30. Eine teilsulfochlorierung bis zu nur etwa 30%igem Umsatz ist erforderlich, um möglichst reines Monosulfochlorid zu gewinnen. Der damit verbundene Leistungsabfall der Anlage soll durch eine Erhöhung der Reaktionstürme und eine weitere Unterteilung der Gasleitung ausgeglichen werden.

Durch Aufstellen von zwei weiteren Absorptionstürmen mit verbessertem Wirkungsgrad in der Polsture-Anlage sollen Chlorwasserstoff-Verluste vermieden werden.

## Mesapon-(Mersolat-) Fabrikation Nr. 952

Betrieb: Dr. Spohn  
Dr. Böck

Reparaturen: DI. Slowak

### Arbeiten in 1943:

Bei der Herstellung von Mersolat aus teilsulfochloriertem Mersol (Mesapon N, Mersolat 30) wurde ausschließlich auf die Verseifung von nur zu etwa einem Drittel sulfochloriertem Mersol 30 übergegangen.

Anwendungstechnische Versuche mit Mersolat 30 hatten gezeigt, daß Mersolat 30 als waschaktiver Grundstoff wie auch auf anderen Verwendungsgebieten dem Mesapon N und besonders weitgehend dem Mersolat D überlegen ist.

Deshalb war mit dem gleichzeitigen Ziel einer Rohstoffersparnis beabsichtigt, die Mersol-Anlage Leuna auf Mersolat 30 umzustellen. Das hierfür eingereichte Bauvorhaben wurde abgelehnt, wobei der Widerstand der Fachgruppe Seifenindustrie eine wesentliche Rolle spielte.

Um die bisher günstig verlaufene Entwicklung von Mersolat 30 nicht abzubrechen wurde eine Steigerung der Mersolat-Erzeugung angestrebt. Dabei wurde auch die Herstellung von salzarmem Mersolat 30 nach einem im Versuchslaboratorium entwickelten z.T. auf frühere Arbeiten zurückgehenden Verfahren aufgenommen. Nach Verseifen von Mersol 30 mit etwa 10%iger Lauge wird das gebildete Natriumchlorid durch einfache Schichtentrennung zum größten Teil ausgeschieden.

Die kochsalzreiche, nur noch geringe Sulfonat-Anteile enthaltende Unterlauge wurde zum Teil wieder ohne Schwierigkeiten bei der Verseifung eingesetzt. Der nicht zu verarbeitende Rest wird als Reinigungsmittel an die Betriebe und an die Belegschaft ausgegeben.

Die Mersolatlösung wird entweder auf Walzentrocknern oder in einem neuen Verdampfer aus haarnadelartig zusammengesetzten, von innen und außen mit Dampf von 13-15 atü beheizten Rohren eingedampft. Bei den beiden früher außerdem verwendeten Vier-Schlangenverdampfern mußte die Lösungsmenge für jede Schlange einzeln eingestellt werden, für insgesamt 8 Schlangen demnach achtmal. Der neue Verdampfer ist bei mindestens gleicher Leistung wesentlich einfacher zu bedienen, da die Lösungsaufgabe nur an einer Stelle geregelt wird.

Z.Zt. werden 100-150 Monatstonnen Mersolat 30 (salzarm und salzhaltig) hergestellt.

Die Schuppenform des Mersolates wurde beibehalten. Größere Mengen Mersolat wurden in kaschierten Papier- und Jutesäcken zum Versand gebracht.

Versuche, Stückenseifen in der Art der heutigen Einheitsseife nur aus Mersolat unter Verwendung von Magnesiumoxyd und Magnesiumchlorid als Verfestigungsmittel herzustellen, führten zu einer Verfahrensanmeldung. Salzarmes Mersolat 30 hat sich ferner als Emulgator bei der Vinylchlorid-Polymerisation bewährt und findet hierfür in steigendem Maße Verwendung.

In Zusammenarbeit mit den Versuchslaboratorien wurden Unterlagen für die Einrichtung einer Anlage zur Herstellung von Mersolat aus Erdöl in Ungarn geschaffen.

### Arbeiten für 1944:

Anstelle des älteren, von Wolfen geliehenen Walzentrockners wird ein neuer aufgestellt. Ferner wird ein zweiter Rohr-Verdampfer in Betrieb genommen werden.

Die Verseifungsanlage soll nach Möglichkeit mit vorhandenen Mitteln erweitert werden, wobei die einzelnen Arbeitsgänge kontinuierlich auszubilden sind.

Praxisversuche mit Mersolat müssen in größerem Umfang fortgesetzt werden.

Phenolbetriebe Bd. No. 923

Betrieb: Dr. Havemann

Temperaturen: Ing. Sif

Arbeiten in 1943:

Der geplante Ausbau der Phenol-Verlegung sollte mit der Aufstellung einer industriemäßigen der vierten 2000 mm  $\beta$ -Blockkolonne zunächst beschränkt werden. Die Anlagen für Phenolraffination und Naphthalenverarbeitung konnten wegen vorliegender Apparate-Lieferung noch nicht fertiggestellt werden.

In 1943 wurden insgesamt 22000 to Naphthalin in der Form von Naphthalenextrakt und (1000) to Phenol verlegt und dabei 15000 to verarbeitbare Naphthalenprodukte erhalten.

Die Vordestillation der Naphthalenextrakte, deren Verarbeitung sich auf 1500 to steigerte, wurde nach dem nebenstehenden Schema geändert. Während die Extrakte bisher zunächst ohne Rücklauf abdestilliert wurden, wurden sie jetzt mit geringem Rücklauf vordestilliert und dabei eine pseudobinary und azeotropische Reaktion abgekommen. AnschlieÙend wurden diese Fraktionen verlegt, wobei aus der Naphthalenfraktion sofort 50% des Naphthalin als Naphthalin erhalten werden. Durch diese Änderung in der Aufarbeitung konnte die gesamte Verlegungsgeschwindigkeit der Naphthalenextrakte um 2% gesteigert werden.

Trotz des erhöhten Anteils von Phenol-Verlegungsprodukten blieb in der Vordestillation eine große Menge bestehen, während die größeren Kesselanlagen, vor allem das o-Kresol, welches in Form der 40% o-Kresol und 25% Phenol enthaltenden Orthofraktion anfällt, nur schwierig unterzubringen waren. Es wurden daher unsere Nachbarn soweit wie möglich von Naphthalen auf Kresolreiche Produkte umgestellt. Die Naphthalen-Fabrik und die Ludwigshafener Rohstoff-Fabrik sind in 1943 von o-Kresol, das zu 50% aus Phenol besteht, auf die Verarbeitung eines Gemisches von o-Kresol und Orthofraktion, in dem nur noch 25% Phenol enthalten sind, übergegangen. Die Ludwigshafener Rohstoff-Fabrik konnte sogar teilweise das o-Kresol ganz durch die Orthofraktion ersetzen. Der Einsatz der restlichen Mengen Orthofraktion konnte dadurch sichergestellt werden, daß aus der Orthofraktion durch weitere Schmelzfraktion ein neuer Kresoltyp, das o-Kresol 50%, welches zu 30% aus o-Kresol und nur zu 20% aus Phenol besteht, hergestellt wurde. Dieses Produkt kann ebenso wie das o-Kresol die Kresol-Produktion, für die o-Kresol nicht eingesetzt werden kann, o-p-Kresole liefern.

Aus dem Naphthalen-Verlegungsprodukt wurden in steigendem Maße die bromacetylenhaltigen Fraktionen, die sog. Bromacetylene, hergestellt und abgesetzt. Aus dem Naphthalen-Verlegungsprodukt, das die gesamten Bromacetylene des Extrakts enthält, konnte durch fraktionierende Destillation eine Bromacetylen-Fraktion mit einem Gehalt von 80% Bromacetylen und 20% Naphthalin hergestellt werden. Der Gewinnung von techn. reinem Bromacetylen wird besondere Beachtung geschenkt.

Nach Fertigstellung der 2000 mm Blockkolonne mit 70 Blockstufen konnten die Versuche zur kontinuierlichen Phenol-Verlegung aufgegeben werden. Die Versuche wurden in enger Zusammenarbeit mit der Konstruktionabteilung der VAG durchgeführt.

Es wurde festgestellt, daß die Periodenkolonnen während der Destillation eine Verringerung der Destillationsleistung zum größten Teil ohne die Stilllegung der Vordestillations-Anlagen erfahren werden können. Dadurch werden beträchtliche Strommengen eingespart und der Verschleiß des Stoffstrommaterials verringert.

Die Kesselanlagen traten während der Destillation auf, die die Kesselanlagen der Versuchsanlage bis zu 5 Wochen auf die Kesselanlagen der Versuchsanlage überführbar machten. Die Kesselanlagen wurden durch die Kesselanlagen der Versuchsanlage ersetzt und gereinigt werden mußten. Die Ursache der Verformung wurde im Luftzutritt erkannt. Abhilfe wurde in der Stickstoff-Regasung der Versuchsanlage, der Stickstoff-Regasung und der Stickstoff-Regasung von der Versuchsanlage gefunden.

Arbeiten für 1944:

Es sich gezeigt hatte, daß die Brüner und Wölflinger Phenol-Verlegungsprodukte schon vorteilhaft bei der Vordestillation mit Rücklauf destilliert werden, soll statt der geplanten Erweiterung der Phenolraffination um eine dritte Destillationsblende ein fünfte 2000 mm  $\beta$ -Blockkolonne in der Phenol-Verlegung aufgestellt werden. In Ausnahmefällen für die neu bestellte Kolonne soll eine 2000 mm  $\beta$ -Kolonne von I.G. Maschke übernommen und auf dem bereits vorhandenen Fundamenten aufgestellt werden.

Die Versuche zur kontinuierlichen Phenol-Verlegung sollen fortgesetzt werden. Dabei soll versucht werden, ein Teil der 2000 mm  $\beta$ -Blockkolonnen bereits auf dem vorhandenen Betrieb umgestellt werden können.

Brennstoffkatalysator-Anlage c 224

Betrieb: Dr. Hagemann

Reparaturen: H. Hagen (bis 1.5.43)  
Ing. Wolf (ab 1.6.43)

Arbeiten im 1943:

Die im Nr 224 errichtete Apparatur zur versuchsweisen Herstellung von Brennstoffkatalysator wurde zur regelmäßigen Produktion eingesetzt. Die Leistungsfähigkeit der Anlage wurde auf 50 m<sup>3</sup> gesteigert. Von 10 m<sup>3</sup> wurden an verschiedenen Anlagenteilen, die fest wurde eingelagert und schließlich zu Cyclohexanolhydriert werden, um dadurch die Methylbasis für die Herstellung von Diäthyläther oder Äther zu strecken. Die Herstellung für andere Typen: Brennstoffkatalysator und sonst. wegen fehlender Werkstoffe noch nicht aufgenommen werden. Die Versuche, das Brennstoffkatalysator durch reaktifizierende Destillation unter Umgehung der Lösungsmittelbehandlung zu isolieren, führten noch nicht zum Erfolg.

Bei aufeinander wurde die versuchsweise Herstellung von Brennstoffkatalysator durch fraktionierte Destillation wurde durch Behandlung mit trichloräthyläther Brennstoffkatalysator in 30 Liter Reinheit hergestellt. Von der letzten Fraktion mit diesem Reaktions sollte mit Wasserreinigung gearbeitet werden.

Operativer größerer Apparat an der VgA-Destillierblase konnte die bei der Brennstoffkatalysatorherstellung anfallende Mutterlauge nicht mehr restlos von trichloräthyläther befreit werden und wurde mit etwa 1 Liter Inhalt auf dem Boden verbleiben. Man, da die Hydrierung zur chlorierten Produkte auf Wasser verarbeitet wurde.

Für die Brennstoffkatalysatorherstellung waren essigsäureethylester nicht mehr zu beschaffen. Die letzte behaltene sich bisher eine Kombination von trichloräthyläther mit Brennstoffkatalysator gut.

Arbeiten für 1944:

Wegen Unigering der Produktion von Brennstoffkatalysator, von 20 auf 50 m<sup>3</sup> sollte eine zweite Destillations- und ein dritter Anlagenteile aufgestellt werden. Es sind von der Bauabteilung bzw. von der Maschinenfabrik übergeben worden.

Nach Fertigstellung der notwendigen Anlagenteile soll die Produktion von Brennstoffkatalysator und Äther aufgenommen werden. Die Versuche zur Herstellung eines 100 l reinen Brennstoffkatalysators werden fortgesetzt.

Betrieb: Dr. Sier

Reparaturen: H. Hagen (bis Mai 1945)  
Ing. Wolf (von Mai 1945)

Arbeiten in 1945:

Im Berichtsjahr wurden ca. 1300 t Koh-Cyclohexanol sowie 150 t Koh-n-p-ethylcyclohexanol erzeugt. Der Rest der Anlage konnte nur langsam weitergeführt werden. Die letzten noch fehlenden 4 von mit 500 mm Durchmesser wurden geliefert, so daß schließlich 10 von dieser Größe eingebaut sind, wovon 10 in Betrieb genommen werden können. Die weiteren 4 vorgesehenen Ofen mit 1400 mm Durchmesser stehen noch aus, da es ist keine weitere Gasverteilung eingestrichen. Die Heizanlage für ein zweites Produkt ist betriebsbereit.

Das Rohmaterial für das zweite Produkt ist betriebsbereit. Die ursprüngliche Anlage für das zweite Produkt ist jetzt aber für das erste Produkt ausgebaut, die Heizanlage für das dritte Produkt ist in der Umgestaltung des Rohmateriallagers aufgestellt. Für die eventuelle Verfertigung von Anilin ist der Gasverbrauch eines dritten Gasverteilungslagers geplant.

Die Hydrierung von o-Kresol und m,p-Kresol wurde in zwei aufgegebenen. Hierbei zeigte sich, daß die Seite des Kresols noch verbessert werden muß, damit der Kontakt länger hält. Außerdem wurde festgestellt, daß jedes Produkt einen besonderen Gasverteilungslager benötigt, da sich sonst eine teilweise Verwechslung nicht vermeiden läßt.

Insbesondere ist es vorgekommen, daß die Temperatur eines Ofens in wenigen Minuten auf 550° ansteigt, wobei das Phenol oder Kresol zu Kohlen und Wasser hydriert wird, wobei mehr als dreimal soviel Reaktionswärme frei wird, als bei der Hydrierung zu Cyclohexanol. Die Ursache sind Stickmatten, die sich in den Kontaktrohren bilden und die wegen ihrer großen Oberfläche und schlechten Leitfähigkeit die hohen Temperaturen schnellst möglich erzeugen und sich über den ganzen Ofen ausbreiten. Das nachträglich eingebauter Leitungsvermögen gestattet ein schnelleres Abkühlen des Ofens. Weiter gelingt es, das Staub mit Stickstoff aus dem Ofen auszublasen. Diese Art der Staubabreinigung scheint nach der bisherigen Erfahrung für mehrere Wochen das Durchgehen zu verhindern. Andere Versuche führten nicht zum Ziel.

Für einen besonders wichtigen Zweck wurde auf Veranlassung von I.G. Ludwigshafen die Hydrierung von Anilin für unsere Anlage in den im Berichtsjahr fertig gewordenen Versuchsofen ausgearbeitet. Mit unregelmäßigem Kontakt läßt sich Anilin bei einem Partialdruck von etwa 10% ammoniakalisch auf etwa 75% Cyclohexylamin und 25% Dicyclohexylamin hydrieren. Letzteres kann wieder eingesetzt werden, so daß das Anilin schließlich völlig in das Cyclohexylamin überführt werden kann. Das ammoniakalische Partialdruck entstehen etwa 80% Dicyclohexylamin und nur 20% Cyclohexylamin.

Versuche zur Hydrierung von Brauch-Technin an Cyclohexanol werden begonnen, haben aber noch zu keinem Ergebnis geführt. Wahrscheinlich entstehen hierbei etwa 70% Cyclohexanol, 3% Vorlauf und die rest Cyclohexandiol, das nur schwer und unvollständig zu Cyclohexanol reduzierbar ist. Methylbrauch-Technin scheint leichter in Methylcyclohexanol überführbar zu sein.

Die aus o-Methylcyclohexanon durch Luftoxydation erhaltene Methylvaleriansäure (siehe Jahresbericht Methylvaleriansäure-2-Fabrikation S. 280) wurde der alkalischen Kondensation unterworfen. Bei Verwendung von Calciumoxyd als Kondensationsmittel wurde eine ungesättigte Keto-Dicarbonylsäure und mit Natrium eine ungesättigte Keto-Tricarbonsäure erhalten.

Arbeiten für 1946:

Die restlichen noch fehlenden 4 Ofen mit 1400 mm Durchmesser und 2 Gasverteilungslagerungen sollen Anfang des Jahres geliefert werden, sodas bis Ende 1946 der Ausbau der Anlage beendet sein könnte. Die Hydrierung von Brauch-Technin soll aufgegeben werden. Außerdem werden 50 t Anilin hydriert, um die Fertigkeiten in einem Versuchsversuch festzulegen, damit die Anlage für diese Produktion jederzeit einsetzbar ist. Die Versuche zur Hydrierung der Brauch-Technin werden fortgeführt. Weiter wird versucht, die ungesättigten Keto-Säuren zu einfachen Di- bzw. Tricarbonsäuren zu hydrieren und reduzieren.

## Cyclohexanon- und HS-Olefine-Fabrikation No 976

Betrieb: Dr. Jolf  
Dr. Hornhardt

Reparaturen: Dr. Schlegel (bis Febr. 43)  
Dr. Becker (ab Febr. 43)

### Cyclohexanon-Fabrikation

#### Arbeiten in 1943:

Im Berichtsjahr wurden 3200 t Cyclohexanon rein destilliert und 1000 t Cyclohexanon hergestellt. Der Dehydrierofen IV wurde erstmalig in Betrieb genommen. Der derzeitige Bedarf an Cyclohexanon wird aber noch hinreichend von einem Ofen gedeckt. Der von I.G. Sittorf hergestellt Zink-Isen-Kontakt hat sich gut bewährt und ist z. Zt. in Ofen II 12 Monate in Betrieb. Der grobkristallisierte, poröse Kontakt, der Ende des letzten Jahres von I.G. Sittorf hergestellt wurde, ließ sich gegenüber einer früheren Belastung von 0,7 auf ca. 1,5 Belastung beanspruchen. Durch Anzeigerung von Methylcyclohexanon in der Zwischenfraktion der Cyclohexanondestillation traten Schwierigkeiten ein. Das durch Destillation schwer trennbare Gemisch von Methylcyclohexanon und Cyclohexanon wurde deshalb in der Cyclohexanon-Fabrikation No 976 nachhydriert und dadurch in ein leichter trennbares Gemisch von Methylcyclohexanon und Cyclohexanon übergeführt. Seitdem ist diese Schwierigkeit nicht mehr aufgetreten, da die kontinuierliche Cyclohexanondestillation in Kolonne II- und III ein sehr reines Cyclohexanon liefert. Die Methylprodukte stammen hauptsächlich aus der Zeit, in der das Cyclohexanon diskontinuierlich in Kolonne I destilliert wurde.

In der HS-Olefine-Kolonne wurde, da die neue Cyclohexanondestillation noch nicht fertig montiert ist, Methylcyclohexanol destilliert. Dieses wurde zum Teil an die Esteröl-Fabrikation abgegeben, zum anderen Teil im Oxidationsofen I No 975 zu Methylcyclohexanon zur Herstellung von Methylacetinsäure oxydiert. In diesem Ofen machte die Heizzone durch Aufbildung mit nachfolgendem Durchschluß Schwierigkeiten. Sie wurde durch einen elektrischen Vorheizer ersetzt, der einen als Wärmeträger dienenden Stickstoffstrom erhitzt. Diese Anordnung hat sich gut bewährt. Das Methylcyclohexanon wurde ebenfalls behelfsmäßig in der HS-Olefine-Kolonne destilliert.

Die neue Cyclohexanondestillation No 975d bestehend aus einer Hochkolonne von 600 mm Durchmesser und einer Glockbodenkolonne von 2000 mm Durchmesser, wird z. Zt. montiert. Von der neuen Cyclohexanondestillation No 1015 ist das Reaktionshaus, das Tanklager und eine Vor-Kolonne gebaut bzw. montiert worden.

#### Arbeiten für 1944:

Die in Bau befindlichen Destillationsanlagen werden voraussichtlich im Februar (Cyclohexanondestillation No 975d) bzw. im Mai (Cyclohexanondestillation No 1015) fertig. Der zweite, noch nicht vollständig fertiggestellte Oxidationsofen II wird voraussichtlich für die Erzeugung von Methylacetinsäure eingerichtet.

### HS-Olefine-Fabrikation

#### Arbeiten in 1943:

Im Berichtsjahr wurden ca. 300 t HS-Olefine hergestellt. Die verminderte Produktion gegenüber dem Vorjahre war durch Mangel an HS-Alkoholfraction bedingt, die für andere Zwecke eingesetzt werden mußte. Der Kontakt 5730 hat sich anstelle des früher verwendeten Dehydratisierkontaktes 103 besser bewährt. Die Aufbauten an HS-Olefine konnten von 55 auf 65 gesteigert werden, zum anderen ist die Lebensdauer des neuen Kontaktes ca. doppelt so groß.

Neben der Herstellung der HS-Olefine (C<sub>6</sub> und C<sub>7</sub> Olefine) wurde im letzten Quartal die Produktion von höher siedenden Olfinen aufgenommen, die als Ausgangsprodukt für das Cox-Verfahren dienen sollen. Zur Herstellung dienen Alkohole, die aus der Carbonsäure bzw. Esteröl-Fabrikation stammen.

#### Arbeiten für 1944:

Neuerungen sind nicht vorgesehen.

## Methyladipinsäure-3-Fabrikation Nr. 994

Betrieb: Dr. Olf  
Dr. Hornhardt

Reparaturen: Hl. Söhngen (bis Febr. 13)  
Hl. Becker (ab Febr. 13)

### Arbeiten in 1943:

Als Ausgangsprodukt diente ein  $\alpha, \beta$ -Methylcyclohexanol, das in Nr. 973c in Oxydationsofen zementgeschmolzen  $\alpha, \beta$ -Keton oxydiert wurde. Da das gelieferte Methylcyclohexanol noch größere Mengen  $\delta$ -Isomeren enthält, war es nicht möglich, ein reines  $\alpha, \beta$ -Gemisch zur Methyladipinsäure-Herstellung einzusetzen. In den großen Oxydationstürmen werden einige kontinuierliche Oxydationen gefahren, wobei die Hauptreaktion im ersten Turm mit Luft und der restliche Umsatz im zweiten Turm mit Sauerstoff erreicht wurde. Große Schwierigkeiten bereiteten die ausgemauerten Türme. Mäßliche Orszellanutzungen mußten durch V.A.-Nutzungen ersetzt werden. Bei der letzten Oxydation konnte ein Produkt erhalten werden, das ca. 80% Methyladipinsäure enthielt. Diese Säure nähert sich schon den in halotechnischen Apparaten hergestellten Produkten, die bis zu 87% reich an Methyladipinsäure sind.

Im wesentlichen wurden im Berichtsjahr die Oxydationsanlage zu Versuchszwecken gefahren, nebenbei war damit eine Produktion in Höhe von 100 t Methyladipinsäure verbunden.

Die Extraktionsapparatur zur Reinigung der Rohsäure wurde gebaut und in Betrieb genommen. Sie gestattet die Entfernung eines Teils der Nebenprodukte durch Extraktion mit Benzol aus wässriger Lösung. Die Apparatur wurde nach kleinen Abänderungen mit gutem Erfolg gefahren. Die für die im Bau befindliche Heuanlage Nr. 1018 vorgesehene Abgaswäsche und Destillationsaufbereitung wurde im Modellversuch an halotechnischen Apparaten aufgearbeitet. In Laboratoriumsversuchen wurde die Oxydationsreaktion weiter studiert. Die Ergebnisse dieser Labor- und Betriebsversuche bildeten die Unterlagen zu einem regen Erfahrungsaustausch mit dem Nachbearbeiter der Methyladipinsäureanlage in Schkopau. Weiter wurden mit der Materialprüfung umfangreiche Korrosionsversuche durchgeführt, die sowohl zur Planung in Schkopau als auch zum Ausbau der Heuanlage Nr. 1018 als Grundlage dienen. Das Auffinden der Acetylvaleriansäure bei der Oxydation des  $\alpha$ -Methylcyclohexanols gab den Grund zu Versuchen, diese Verbindung, die zu mancherlei Umsetzungen fähig ist, als Hauptprodukt der Oxydation zu erhalten. Es gelang bei 50%iger Anoxydation etwa 50% des Oxydationsproduktes als Ketosäure zu gewinnen. Als einfache Aufarbeitungsmethode wurde die Destillation im Vakuum angewendet, wobei das Produkt bereits bei einfachem Ubertreiben einen Reinheitsgrad von 20% aufweist, der durch fraktionierte Destillation mit einer Kurzon Vorstärkerkolonne bis auf 99% erhöht werden kann. Größere Mengen dieser Säure würden auf diese Weise in reiner Form gewonnen und zu weiteren Versuchen im Laboratorium eingesetzt bzw. an anderen Stellen vermittelt.

### Arbeiten für 1944:

In Nr. 994 wird z.Zt. eine Flüssigkeitsringpumpe betriebsfertig gemacht, die es ermöglicht, den Sauerstoff im Kreislauf zu fahren. Dasselbe Vorrichtung ist auch für den Neubau Nr. 1018 vorgesehen, der im Laufe des Jahres fertigmontiert und angefahren werden soll. Bei der Gewinnung größerer Acetylvaleriansäure-Mengen zu erleichtern, wird in Nr. 994 ein schon vorhandener Verdampfer aufgestellt.



## Luran-Fabrikationsversuchsbetrieb No 337x und No 245

Betrieb: Dr. v. Friedelsheim  
Dr. Schwind

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

### Arbeiten in 1943:

#### Oximherstellung No 337x

Vom Beginn des Jahres ab war die Südanlage No 979 in der Lage, das zur Umlagerung in Luran benötigte Oxim selbst herzustellen. Da der Engpaß der Südanlage bei der Luranherstellung lag, konnte die Versuchsanlage zur Vornahme notwendiger Reparaturen und baulicher Veränderungen stillgelegt werden. Eine Generalüberholung der stark unter Korrosionen leidenden Maschinen, Erweiterungsarbeiten der angrenzenden Sauerstoff-Fabrik sowie das Verlegen eines neuen Abwasserkanals zwangen dazu. Diese Arbeiten, die kurz vor ihrer Beendigung stehen, sollen ermöglichen, in der Versuchsanlage ein kontinuierliches Hydroxylamin-Herstellungsverfahren in technischem Maßstabe zu erproben. Zum anderen soll die Frage entschieden werden, ob das auf kaltem oder auf heißem Wege hergestellte Oxim nach der Umlagerung unterschiedliche Luranausbeutezahlen ergibt.

#### Luranherstellung No 245.

Auf die Umlagerungs- und vor allem die Destillations-Kapazitäten dieser Versuchsanlage konnte bei Schwierigkeiten in der Südanlage oft dadurch zurückgegriffen werden, daß das Oxim der Neuanlage auf Luran verarbeitet oder das bereits umgelagerte Luran nach der Neutralisation in der Südanlage destilliert wurde. So hat im Laufe des Berichtsjahres die Versuchsanlage nicht allein zur Verzögerung von Produktionsausfällen bei Schwierigkeiten in der Neuanlage beigetragen, es konnten vor allem wichtige Versuche in technischem Maßstabe durchgeführt werden, wie z.B.: der Einfluß von Kühlung und Rührung auf den Durchsatz der Umlagerungsaggregate, deren automatische Temperaturkonstanzhaltung, und Überwachung der Säurezahl des umgelagerten Produktes, die Entwasserung der "öligen" Schicht und deren Destillation in einem Umlaufverdampfer, der Einfluß des Neutralisationsverfahrens auf die spätere Polymerisation des Laktams usw. Weiter wurden im Betrieb auf Anregung des Konstruktionsbüros Messungen an der gesamten Destillationsanlage vorgenommen.

Die laufende Kontrolle hinsichtlich des Reinheitsgrades des Laktams führte zur Entwicklung einer UV-Absorptions-Analysen-Methode durch die Betriebskontrolle (Herr Dr. Gaulrapp), mit deren Hilfe gemeinsam mit der Betriebskontrolle umfangreiche Untersuchungen angestellt wurden. So sind bearbeitet worden: der Einfluß der in den Vorprodukten des Laktams enthaltenen Verunreinigungen auf die Reinheit des Laktams und mit der "Aceta", Berlin, das Polymerisationsverhalten der verschiedenen Luran-Präparate. Weiter wurden die Wärmehinhalte bei der Neutralisation der umgelagerten Produkte sowie der Umlagerung selbst gemessen, die wichtigsten physikalischen Konstanten des Laktams und seiner Vorprodukte bestimmt, sowie eine kontinuierliche Fahrweise zur Herstellung von Hydroxylamin-Sulfatlösung bearbeitet.

### Arbeiten für 1944:

Die Oximfabrikation No 337x wird um die Jahreswende aus oben angeführten Gründen wieder in Betrieb genommen. Die Luranfabrikation No 245 wird weiterhin ihre Kapazität bei Betriebsstörungen der Südanlage zur Überbrückung von Produktionsausfällen einsetzen.

Betrieb: Dr. v. Friedolsheim  
Dr. Schwind

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

Arbeiten in 1943:

Im Berichtsjahr wurden 1970 to Oxim und 1100 to Luran hergestellt. Aushilfsweise ist Ludwigshafen mit 300 to Oxim beliefert worden.

Die Produktion litt ganz erheblich unter dauernden Korrosionsstörungen. Das Auftreten von Schwefelsäure in Verbindung mit Ammonsulfat, Ammonnitrat sowie Chloriden in Kombination mit Cyclohexanon und Oxim, das Zusammentreffen von Oxim mit Glycerin sowie das von Luran mit Ammonsulfat beanspruchten die Behälterauskleidungen, die Zu- und Abflußleitungen, sowie die Behältereinbauten (Kühlkörper, Kühl- und Heizschlangen, Rührer usw.) ganz erheblich. In diesem Betrieb machen sich die durch den Krieg bedingten Ausweich- und Sparlösungen besonders augenfällig bemerkbar. Darüber hinaus mußten erhebliche Reparaturarbeiten an Zentrifugen, Motoren, Pumpen, Lager von Rührwerken, Kühlwalzen geleistet werden.

Der für 1943 vorgesehene Austausch der beiden High-Zentrifugen, die sich wegen ihrer geringen Leistung beim Abscheiden des Hydrolyse-Slimes nicht bewährten, gegen zwei von Schkopau überlassene gummierte Druckfilter ist vorgenommen worden. Eines davon kam im November in Betrieb und arbeitet zufriedenstellend.

Versuche ergaben, daß die Hydrolyse des Di-Slimes statt bei 90° schon bei 30° durchzuführen ist, wenn man der Lösung eine Verweilzeit von 4 Stunden zubilligt. Dadurch wurde eine Verlängerung der Lebensdauer der aus V<sub>46</sub> gefertigten schon stark angegriffenen Heizschlangen der Hydrolyse-Behälter ermöglicht. Ende November ist die Hydrolyse auch für eine kontinuierliche Fahrweise eingerichtet worden.

Bisher hatte man das durch Heißoximierung gewonnene Oxim in Tassen erstarren lassen und hat damit die Versuchsanlage No 245 zur Weiterverarbeitung auf Luran beliefert. Als dann Mitte Februar die Umlagerung in No 979 in Betrieb genommen werden konnte, hat man dieses Oxim wieder aufgeschmolzen. Die im vergangenen Jahr vorgesehenen zwei Trennbehälter, in denen das flüssige Oxim aus der Oximierung von Ammonsulfat getrennt und unmittelbar der Umlagerung zugeführt werden kann, sind Ende September in Betrieb gekommen.

Bei der kontinuierlichen Umlagerung mit 25%igem Glycerin bereitete die Abführung der Reaktionswärme Schwierigkeiten. Die ursprüngliche Belastung eines Aggregates betrug 180-200 kg Oxim/Std. Durch Anschluß eines Umlaufkühlers (Schlangenkühler) konnte die Leistung auf 350 kg Oxim/Std. gesteigert werden.

Da die Neutralisierungskapazität beider Neutralisierbehälter zu klein war, wurde ein ursprünglich für die Kaltöximierung vorgesehener Behälter für die Neutralisation umgebaut und kam bereits in Betrieb. Die geringe Lagermöglichkeit für Ammonsulfat-Lösung wurde durch Aufstellen eines weiteren Behälters erweitert, um Abnahmostbrungen nach der Sulfatfabrik überbrücken zu können.

Durch schlechte Aluminium-Schweißarbeiten hat sich das Anfahren der Vakuumdestillation erheblich verzögert. Es zeigte sich, daß die Destillationszeiten zu groß waren, weil der Destillationerückstand die Heizrohre zu stark isoliert. Es sind Versuche im Gange, durch Änderungen an den Heizkörper die Chargen zu verkürzen. Schwierigkeiten bereitet noch das Auftreten von Kesselstein in den Fallrohren der Strahlapparate, die oft gesäubert werden müssen.

Arbeiten für 1944:

Um die Leistungsfähigkeit der beiden Umlagerungsapparaturen noch weiter zu erhöhen, werden in nächster Zeit größere, bereits fertiggestellte Umlaufkühler angeschlossen. Um die Sulfatbildung in den Vakuum-Destillierblasen herabzusetzen, werden zwei große Behälter zur Trennung der "öligen" Schicht von der Ammonsulfatlauge aufgestellt. Zur Erhöhung der Oximproduktion wird demnächst ein weiterer inzwischen angefertigter Behälter in Betrieb genommen. Zur Verkürzung der Destillationszeiten werden weitere Versuche durchgeführt.

## Kältezentrale Nr 985 und Ventilator-Rückkühlwerk Nr 984

Betrieb: Dr. Gebhardt-Friedrich

Reparaturen: Dr. Gebhardt-Friedrich

### Arbeiten in 1943:

#### Kältezentrale Nr 985

Nach Zurückstellung des Igersid-Ausbauens kann anstelle der geplanten 3 nur 1 Ammoniak-Kompressor zu 2 000 000 ME (stehender Borsig-4 Zylinder-Gleichstromverdichter) aufgestellt werden, deren Vorarbeiten beendet sind.

Zum Ausgleich von Belastungsspitzen wurde ein zweiter, 25 m<sup>3</sup> Ammoniaksernkler aufgestellt. Die Betriebssicherheit der gesamten Anlage wurde durch Aufstellung eines Flüssigkeitsabscheiders, der in die Leitung vor den Kompressoren eingeschaltet wurde, erhöht.

Die Ammoniak-Kompressoren der Firma Borsig sind mit einer von Hand gesteuerten stufenlosen Leistungsregelung versehen. Es wurden Versuche durchgeführt, diese Leistungsregelung automatisch vom Verdampfungsdruck zu steuern. Die Versuche sind günstig verlaufen. Der Einbau von automatischen Regulierungen an den übrigen 3 Borsig-Kompressoren ist vorgesehen. Um die Kühlleistung der Ammoniak-Verdichter der Luren-Anlage zu erhöhen, wurden verschiedene Versuche zur Abscheidung der mitgerissenen Flüssigkeit durchgeführt. Sie führten zur Aufstellung von besonderen Abscheidern auf allen Wärbehältern. Die Verdampfer selbst wurden in der Flüssigkeits- und Gasführung verbessert, sodass eine beträchtliche Verabsetzung der Kühlzeiten erreicht wurde.

#### Ventilator-Rückkühlwerk Nr 984

Das Ventilator-Rückkühlwerk der Firma Salche zeigte nach kurzer Zeit eine im Verhältnis zu Rückkühlwerken ohne Ventilator unverhältnismäßig starke Verabzung, die durch Zusatz von Chlorlange beseitigt werden konnte. Die von der Firma garantierte Temperaturdifferenz von 5° zwischen Wasserein- und Auslauf wurde während der ganzen Betriebszeit ohne Schwierigkeiten eingehalten. Der gesamte Anstrich-Versuch konnte wegen schweren Mängelschäden der Lieferfirma noch nicht durchgeführt werden.

### Arbeiten für 1944:

Der eingangs erwähnte Ammoniak-Kompressor zu 2 000 000 ME soll Anfang 1944 zur Aufstellung kommen. Der Zylinderkeller und der Ventilator-Antriebskasten des Rückkühlwerkes sind durch die unliegenden Decken im Gefahrenfall durch eindringendes Sauerstoff geföhrt. Es ist vorgesehen, diesen Bestand durch eine Entlüftungsschleife zu beheben.

Der Bau eines zweiten Rückkühlwerkes gleicher Bauart wurde vorläufig zurückgestellt.

Betriebs: Dr. Löwenberg  
Dr. Sznicko (bis Sept<sup>1945</sup>)  
Dr. Striegler (ab Sept<sup>1945</sup>)

Reparaturen: DI. Slowak

Arbeiten in 1943:

Cyclohexan-Oxydation. Es war ursprünglich vorgesehen zur Entlastung des Phenols als Ausgangsprodukt zur Fabrikation der Kunststoff-Vorprodukte, Cyclohexan nach einem Verfahren von Uerdingen mit Luft zu einem Cyclohexanol-Anon-Gemisch zu oxydieren. In umfangreichen Laborarbeiten wurden Aufbereitungsversuche an den von Uerdingen zur Verfügung gestellten Oxydations-Gemischen durchgeführt. Vor allem ist die Frage nach der zweckmäßigsten Verseifung dieser Gemische bearbeitet und die günstigsten Bedingungen einer kontinuierlichen Fahrweise ermittelt worden. Weiter wurden die verschiedensten Methoden der Weiterverarbeitung des verseiften Gemisches erprobt, sowie ein kontinuierliches Entblüungsverfahren ausgearbeitet. In den Neutralblen sind die Cyclohexanon- und -anol-Gehalte bestimmt, sowie aus den Säureanteilen der Verseifung die Dicarbonsäuren (vor allem Adipinsäure) isoliert worden. Mit den Uerdinger Sachbearbeitern wurden die Versuchsergebnisse sowie neue Erkenntnisse auf dem Gebiete der Luftoxydation ausgetauscht. Die Aussichtslosigkeit, das Eisen für dieses Bauvorhaben zugeteilt zu erhalten, zwang dazu, die Versuche einzustellen. Inzwischen wird Uerdingen in seiner auf 100 Moto erweiterten Versuchsanlage das Oxydationsproblem weiter fördern.

Trockenstoffe. Aus geradkettigen oder verzweigten Dicarbonsäuren sowie aliphatischen oder hydroaromatischen Alkoholen sind nach halbseitiger Veresterung der Dicarbonsäuren saure Ester zu gewinnen, deren Schwermetallsalze sich infolge ihrer guten Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln und in selbst-trocknenden Ölen als Trockenbeschleuniger eignen. Die Ergebnisse dieser Versuche wurden in einer Patentanmeldung OZ 14 201 zusammengefaßt. Zur Darstellung von Trockenstoffen wurden auch die Äthersäuren, die aus den Natriumsalzen des Cyclohexanols, o- oder m-, p-Methylcyclohexanols usw. durch Umsetzung mit chloraessigsäurem Natrium zu erhalten sind, in diese Versuche mit einbezogen.

Säuren und Ester. Zur Herstellung von Sebasinsäure wurde aus Adipinsäure und Adipinsäuredimethylester der Adipinsäuremethyl-Halbesther hergestellt. Zur Herstellung von Dimethyladipinsäure aus Dimethylcyclohexanol und Salpetersäure ist die Aufarbeitung des hydrierten Xylenols übernommen worden. Um die Qualität der durch Luftoxydation gewonnenen Methyladipinsäure zu verbessern, wurde versucht, durch Auflösen der Methyladipinsäure in Wasser die Verunreinigungen abzuscheiden. Aus der Acetylvaleriansäure (s. Jahresbericht Methyladipinsäure-Fabrikation No 994) und Isobutylalkoholen, Cyclohexanol, Trimethyloläthan<sup>M.S.V.</sup> sind Ester hergestellt und ihr Kälteverhalten und Weichmachereigenschaften geprüft worden. Durch Reduktion der veresterten Ketosäure konnte die entsprechende Oxysäure gewonnen werden. Es sind Versuche im Gange, den Oxyester sowie dessen Verseifungsprodukt durch Abspalten von Alkohol bzw. Wasser in ein Laktone überzuführen, um nach Umsatz mit Calciumcyanid und nachfolgender Hydratierung zu einem Luran-Homologen zu gelangen, sowie die reaktionsfähige Ketogruppe der Acetylvaleriansäure zu Kondensationsreaktionen zu verwenden, mit dem Ziel, höhere Dicarbonsäuren zu synthetisieren. Gemeinsam mit der Materialprüfung sind für die Esteranlagen in Schkopau und Leuna Korrosionsfragen geklärt worden.

Luran. Während Umlagerungsversuche des Oxims mit Salzsäuregas, mit SO<sub>2</sub> sowie mit Phosphorsäure keine befriedigenden Ergebnisse brachten, sind Versuche mit SO<sub>3</sub> in SO<sub>2</sub> als Lösungsmittel bei tiefer Temperatur erfolgversprechend. ~~Versuche, Oxim aus Cyclohexan durch Umsatz mit Nitrosylchlorid zu erhalten, ergaben unter den verschiedensten Bedingungen nur harartige Produkte, desgleichen gelang es nicht, durch direkte Oxydation des Cyclohexans mit Ammoniak und Luft die Oximstufe zu fassen.~~ Weiter hat man sich mit der Frage der Aufbereitung des umgelagerten Oxims beschäftigt. Versuche haben gezeigt, daß Luran als Schädlingsbekämpfungsmittel gut zu gebrauchen ist. Monatlich werden größere Mengen Luran, die mit 20% Talkum vermischt sind, von den Wirtschaftsbetrieben zur Ungezieferbekämpfung verbraucht.

Abwasserüberwachung. Die zur Überwachung der Abwasser der Südbetriebe eingesetzte Abwasserkontrolle hat sich gut bewährt. Es konnten viele Abwasserstörungen <sup>in den Abwasserleitungen</sup> mit den Betrieben rasch behoben und Verunreinigungen <sup>vor dem</sup> Hauptkanal abgefangen werden.

Arbeiten für 1944:

Obige Probleme sowie Fragen, die innerhalb der Gruppe Kunststoff-Vorprodukte auftreten, werden bearbeitet.

*o. Herstellung des Oxims aus Cyclohexan, sowie mit der o*