

**REEL
NO.**

6

BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUELS

ENEMY DOCUMENTS CAPTURED BY
U. S. STRATEGIC BOMBING SURVEY
TEAM 46

AGO MICROFILMING JOB NO.

379

PROCESS

Data Misc.

U. S. S. B. S.

Team 46

LU III-2

LU III - 2

Artificial
Radioactivity

I. G. Ludwigshafen

Ammoniaklaboratorium Oppau

An

Herrn

Dr. W i e t z e l ,

Ammon.-Labor.

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unser Hauptort

Unsere Zeichen

Ludwigshafen a. Rh.

Betreff

Dr. Sch8/Me

Lu 949, den 16.6.

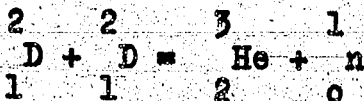
43

Der Stand der Neutronenanlage in Lu 949
Anfang Juni 1943 ist folgender :

Die Leistung unserer Neutronenanlage wurde an der Herstellung von künstlich radioaktivem Phosphor $^{32}_{15}\text{P}$ geprüft. Vorteilhaft benützt man hierzu folgenden Kernprozess :



Für unsere Anlage empfiehlt sich eine Bestrahlung von Schwefel in Form von CS_2 mit den schnellen Neutronen der D - D Reaktion.



Dieser Kernprozess wird in dem Neutronenrohr dadurch realisiert, dass man die in einer Kanalstrahlionenquelle erzeugten Deuteronen mit einer Spannung von einigen hundert Kilovolt nachbeschleunigt und den energiereichen, durch Fokussierung gebündelten Deuteronenstrahl auf eine deuteriumhaltige Substanz, in unserem Falle eine dünne Schicht von schwerem Eis, D_2O Target genannt, fallen lässt.

Die freiwerdenden schnellen Neutronen treten aus dem Neutronenrohr aus, treffen die S - Atome des CS_2 und der dabei gebildete, in unwägbarer Menge vorliegende aktive Phosphor kann von dem CS_2 durch bekannte Methoden abgetrennt werden. Die Stärke des gewonnenen aktiven Phosphorpräparates wird mit einem Geiger-Müller-Zählrohr^{*)}, das auf die beim radioaktiven Zerfall emittierten Elektronen anspricht, gemessen.

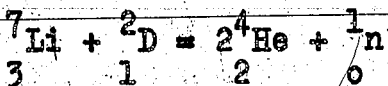
*) Nebenher wurde noch ein Zählrohrverstärker mit Netzanschluss und einem Thyatronkippkreis in der Endstufe gebaut. Die letztere empfahl sich, da das vorhandene mechanische Zählwerk von Willichowsky-Göttingen nur bei Impulsen gleicher Größe einwandfrei arbeitet, was durch den Kippkreis erreicht wird.

Beim ^{32}P geschieht der Zerfall mit einer Halbwertszeit von 14,3 Tagen. Zuverlässig messbare Bruchteile des angereicherten Präparates, das als Ammoniumphosphat vorlag, wurden auf Streifen Filtrierpapier gebracht und um den Zählrohrmantel gelegt. Die am Zählrohr in der Zeiteinheit gemessenen Ausschläge sind ein Mass für die Stärke des Präparates. Das Zählrohr gestattet Aktivitäten von etwa 5 Elektronen in der Minute noch nachzuweisen.

Bei 1 stündigem Betrieb der Anlage bei 200 KV an der Nachbeschleunigungsstrecke und 200 μ A Deuteronenstrom, der, um eine bei elektrischer Messung des Stromes leicht auftretende Täuschung durch Sekundäreffekte zu vermeiden, kalorimetrisch bestimmt wurde, erhielten wir bei Bestrahlung von 0,5 Ltr CS_2 eine Präparatstärke des gebildeten aktiven Phosphors von ca 10^5 Elektronen/min. Durch Bestrahlung von grösseren Mengen CS_2 (5 - 10 Ltr.) könnte man bei 10 stündigem Betrieb Präparate von 10^5 Elektronen/min herstellen.

Es mag hier erwähnt werden, dass bei Verwendung der aktiven Phosphorpräparate als radioaktive Indikatoren manche Untersuchungen mit Präparaten von 10^4 Elektronen/min mit Erfolg durchgeführt werden können.

Bei Steigerung der Spannung auf 250 KV ist unter den gleichen sonstigen Bedingungen eine Steigerung der Neutronenausbeute und damit auch der Ausbeute an rad. Phosphor um 60% zu erwarten. Versuche ergaben aber vorläufig nur eine Zunahme von 30%. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die mit flüssigem Stickstoff gekühlte D_2O - Schicht, die Belastung mit 50 Watt (250 KV, 200 μ A) nicht mehr aushält. Durch Verringerung der spezifischen Belastung, also eine Vergrößerung des Brennflecks ist eine Steigerung der Gesamtbelastbarkeit zu erreichen. Sollte auch dann die Belastbarkeit eines D_2O - Targets nicht hinreichend sein, so empfiehlt sich die Verwendung eines Targets mit Lithiummetall, der sicher genügend belastbar ist, aber den Nachteil einer geringen Ausbeute bei den in Frage kommenden Spannungen gegenüber einem Target mit schwerem Eis hat. Beim Li-Target wird zur Neutronenerzeugung folgender Kernprozess benützt :



Das Neutronenrohr wurde auch mit 320 KV und 200 μ A kurze Zeit betrieben, doch liegen noch keine Ausbeutemessungen vor. Es ist gegenüber 200 KV eine Steigerung der Neutronenausbeute bei einem D_2O - Target um 150% zu erwarten. Bei diesen hohen Spannungen treten infolge der entstehenden Sekundärelektronen harte Röntgenstrahlen in einer Masse auf, sodass ohne geeigneten Schutz gegen diese Strahlung, deren Intensität die Toleranzdosisleistung überschreitet, weitere Versuche bei hohen Spannungen nicht ausgeführt werden können. Daher müsste noch ein hinreichender Schutz in Form von 1 cm dicken Pb - Schirmen angebracht werden.

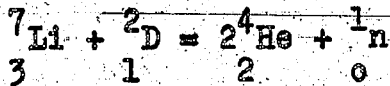
O. Meyerhof, P. Ohlmeyer, W. Gentner u. H. Maier, Leibnitz, Biochem. ZS. 298, 396-411, 1938 :
Studium der Zwischenreaktionen der Glykolyse mit Hilfe von radioaktivem Phosphor.

Beim ^{32}P geschieht der Zerfall mit einer Halbwertszeit von 14,3 Tagen. Zuverlässig messbare Bruchteile des angereicherten Präparates, das als Ammoniumphosphat vorlag, wurden auf Streifen Filtrierpapier gebracht und um den Zählrohrmantel gelegt. Die am Zählrohr in der Zeiteinheit gemessenen Ausschläge sind ein Mass für die Stärke des Präparates. Das Zählrohr gestattet Aktivitäten von etwa 5 Elektronen in der Minute noch nachzuweisen.

Bei 1 stündigem Betrieb der Anlage bei 200 KV an der Nachbeschleunigungsstrecke und $200\ \mu\text{A}$ Deuteronenstrom, der, um eine bei elektrischer Messung des Stromes leicht auftretende Täuschung durch Sekundäreffekte zu vermeiden, kalorimetrisch bestimmt wurde, erhielten wir bei Bestrahlung von 0,5 Ltr CS_2 eine Präparatstärke des gebildeten aktiven Phosphors von ca 10^5 Elektronen/min. Durch Bestrahlung von grösseren Mengen CS_2 (5 - 10 Ltr.) könnte man bei 10 stündigem Betrieb Präparate von 10^5 Elektronen/min herstellen.

Es mag hier erwähnt werden, dass bei Verwendung der aktiven Phosphorpräparate als radioaktive Indikatoren manche Untersuchungen mit Präparaten von 10^4 Elektronen/min mit Erfolg durchgeführt werden können.

Bei Steigerung der Spannung auf 250 KV ist unter den gleichen sonstigen Bedingungen eine Steigerung der Neutronenausbeute und damit auch der Ausbeute an rad. Phosphor um 60% zu erwarten. Versuche ergaben aber vorläufig nur eine Zunahme von 30%. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die mit flüssigem Stickstoff gekühlte D_2O - Schicht, die Belastung mit 50 Watt (250 KV, $200\ \mu\text{A}$) nicht mehr aushält. Durch Verringerung der spezifischen Belastung, also eine Vergrösserung des Brennfleckes ist eine Steigerung der Gesamtbelastbarkeit zu erreichen. Sollte auch dann die Belastbarkeit eines D_2O - Targets nicht hinreichend sein, so empfiehlt sich die Verwendung eines Targets mit Lithiummetall, der sicher genügend belastbar ist, aber den Nachteil einer geringen Ausbeute bei den in Frage kommenden Spannungen gegenüber einem Target mit schwerem Eis hat. Beim Li-Target wird zur Neutronenerzeugung folgender Kernprozess benützt :



Das Neutronenrohr wurde auch mit 320 KV und $200\ \mu\text{A}$ kurze Zeit betrieben, doch liegen noch keine Ausbeutemessungen vor. Es ist gegenüber 200 KV eine Steigerung der Neutronenausbeute bei einem D_2O - Target um 150% zu erwarten. Bei diesen hohen Spannungen treten infolge der entstehenden Sekundärelektronen harte Röntgenstrahlen in einer Masse auf, sodass ohne geeigneten Schutz gegen diese Strahlung, deren Intensität die Toleranzdosisleistung überschreitet, weitere Versuche bei hohen Spannungen nicht ausgeführt werden können. Daher müsste noch ein hinreichender Schutz in Form von 1 cm dicken Pb - Schirmen angebracht werden.

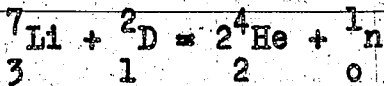
O. Meyerhof, P. Ohlmeyer, W. Gentner u. H. Maier, Leibnitz, Biochem. ZS. 298, 396-411, 1938 :
Studium der Zwischenreaktionen der Glykolyse mit Hilfe von radioaktivem Phosphor.

Beim ^{32}P geschieht der Zerfall mit einer Halbwertszeit von 14,3 Tagen. Zuverlässig messbare Bruchteile des angereicherten Präparates, das als Ammoniumphosphat vorlag, wurden auf Streifen Filtrierpapier gebracht und um den Zählrohrmantel gelegt. Die am Zählrohr in der Zeiteinheit gemessenen Ausschläge sind ein Mass für die Stärke des Präparates. Das Zählrohr gestattet Aktivitäten von etwa 5 Elektronen in der Minute noch nachzuweisen.

Bei 1 stündigem Betrieb der Anlage bei 200 KV an der Nachbeschleunigungsstrecke und 200 μ A Deuteronenstrom, der, um eine bei elektrischer Messung des Stromes leicht auftretende Täuschung durch Sekundäreffekte zu vermeiden, kalorimetrisch bestimmt wurde, erhielten wir bei Bestrahlung von 0,5 Ltr CS_2 eine Präparatstärke des gebildeten aktiven Phosphors von ca 10^5 Elektronen/min. Durch Bestrahlung von grösseren Mengen CS_2 (5 - 10 Ltr.) könnte man bei 10 stündigem Betrieb Präparate von 10^5 Elektronen/min herstellen.

Es mag hier erwähnt werden, dass bei Verwendung der aktiven Phosphorpräparate als radioaktive Indikatoren manche Untersuchungen mit Präparaten von 10^4 Elektronen/min mit Erfolg durchgeführt werden können.

Bei Steigerung der Spannung auf 250 KV ist unter den gleichen sonstigen Bedingungen eine Steigerung der Neutronenausbeute und damit auch der Ausbeute an rad. Phosphor um 60% zu erwarten. Versuche ergaben aber vorläufig nur eine Zunahme von 30%. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die mit flüssigem Stickstoff gekühlte D_2O - Schicht, die Belastung mit 50 Watt (250 KV, 200 μ A) nicht mehr aushält. Durch Verringerung der spezifischen Belastung, also eine Vergrösserung des Brennflecks ist eine Steigerung der Gesamtbelastbarkeit zu erreichen. Sollte auch dann die Belastbarkeit eines D_2O - Targets nicht hinreichend sein, so empfiehlt sich die Verwendung eines Targets mit Lithiummetall, der sicher genügend belastbar ist, aber den Nachteil einer geringen Ausbeute bei den in Frage kommenden Spannungen gegenüber einem Target mit schwerem Eis hat. Beim Li-Target wird zur Neutronenerzeugung folgender Kernprozess benützt:



Das Neutronenrohr wurde auch mit 320 KV und 200 μ A kurze Zeit betrieben, doch liegen noch keine Ausbeutemessungen vor. Es ist gegenüber 200 KV eine Steigerung der Neutronenausbeute bei einem D_2O - Target um 150% zu erwarten. Bei diesen hohen Spannungen treten infolge der entstehenden Sekundärelektronen harte Röntgenstrahlen in einer Masse auf, sodass ohne geeigneten Schutz gegen diese Strahlung, deren Intensität die Toleranzdosisleistung überschreitet, weitere Versuche bei hohen Spannungen nicht ausgeführt werden können. Daher müsste noch ein hinreichender Schutz in Form von 1 cm dicken Pb - Schirmen angebracht werden.

†O. Meyerhof, P. Ohlmeyer, W. Gentner u. H. Maier, Leibnitz, Biochem. ZS. 298, 396-411, 1938 ;
Studium der Zwischenreaktionen der Glykolyse mit Hilfe von radioaktivem Phosphor.

Rn = Radon

Be = Berghium

Rn = Radon
Be = Beryllium

Rn = Radon

Be = Beryllium

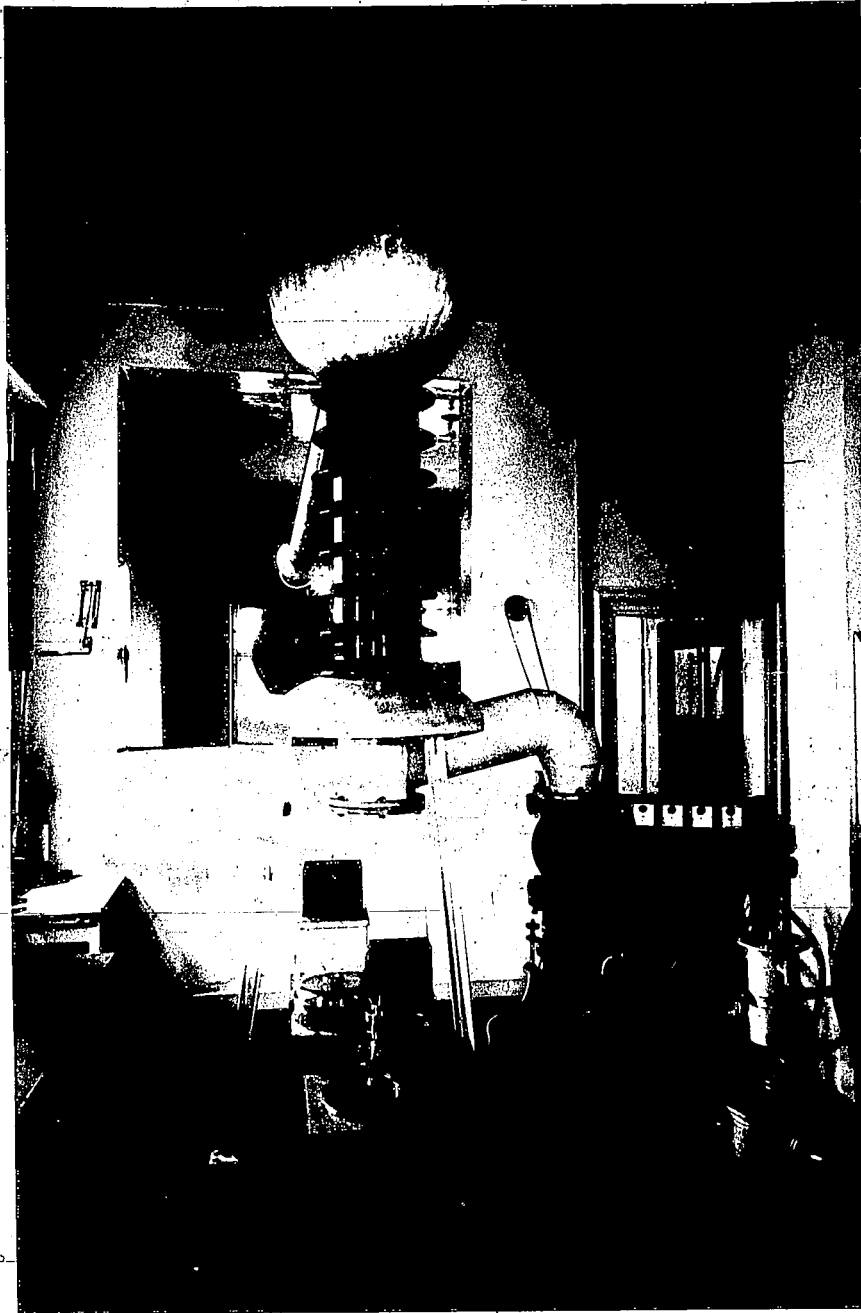
Ru = Radium

Be = Berzelliun

Da zu erwarten ist, dass die Spannung noch über 320 KV hinaus erhöht werden kann und da besonders auch anzunehmen ist, dass sich die Ergiebigkeit der Ionenquelle über 200 μ A hinaus steigern lässt, so dürfte eine Steigerung der Leistung des Neutronengenerators um ein Mehrfaches gegenüber dem jetzt schon bei 200 KV und 200 μ A erreichten Werten, die einem Rn + Be - Äquivalent von ca 3 Curie (\sim 3 gr Radium) entsprechen, zu verwirklichen sein.

Schafer

Anlagen :



1. Bild Neutronenrohr.

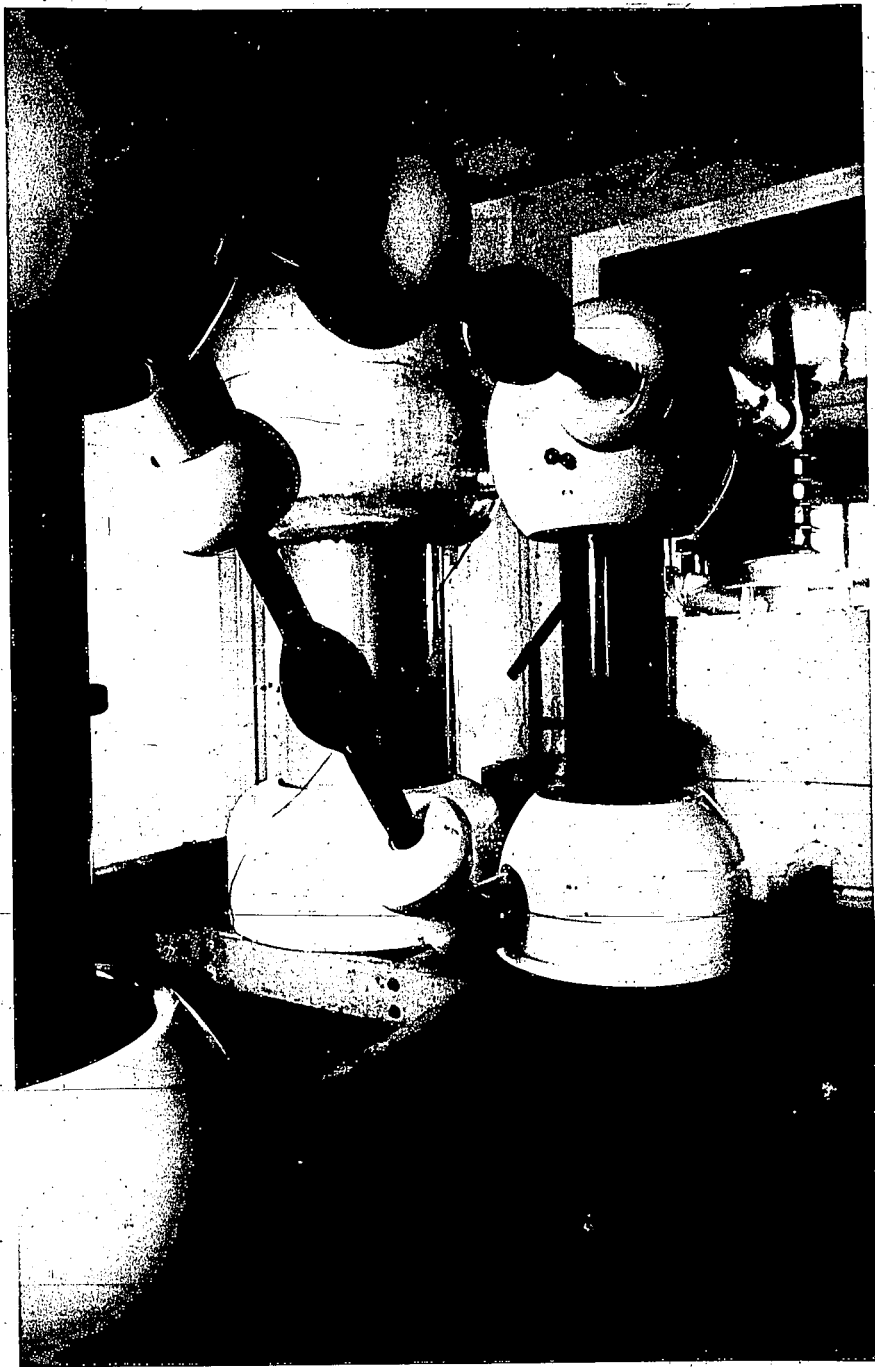


Bild Kaskadengenerator von Siemens & Halske 400 KV, 5m A.



4. Bild. Isoliertgenerator 50 KV
30 m A auf 400 KV isoliert.

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr. Sch8/S.

Tag 8.7.43.

AKTENNOTIZ.

Betr. Neutronenanlage in Lu 949.

Die Arbeiten an der Neutronenanlage in Lu 949 sind nun so weit vorgeschritten, dass wir damit künstlich radioaktive Präparate herstellen können, die eine praktische Anwendung zulassen. Dabei ist vorläufig hauptsächlich an eine Verwendung derselben als radioaktive Indikatoren gedacht. Wir weisen besonders auf die den Chemiker interessierende Untersuchungsmöglichkeit von Löslichkeitsverhältnissen, Diffusionsvorgängen in festen Systemen, Adsorptionsverhältnissen an Oberflächen und von chemischen Reaktionsmechanismen hin. Für den Biologen ergibt sich zusätzlich noch die Möglichkeit der Untersuchung von Stoffwechselfvorgängen und der biologischen Wirkung von radioaktiven Isotopen auf lebende Organismen. Wir erwähnen weiter die den Bodenkundler interessierende Möglichkeit der Untersuchung des Eindringens von Düngemitteln in den Erdboden.

Die Leistungsfähigkeit unserer Anlage wurde zunächst einmal an der Herstellung von künstlich radioaktivem Phosphor ^{32}P geprüft und es zeigte sich, dass wir für Indikatorversuche hinreichende Mengen herstellen können. Der radioaktive Phosphor wurde einerseits seiner günstigen Halbwertszeit von 14,3 Tagen wegen herausgegriffen, andererseits aber auch der besonderen Rolle wegen, die der Phosphor im biologischen Geschehen spielt. Für die Herstellung kommen noch radioaktive Isotope von Schwefel, Chlor, Brom, Jod, Kalium, Natrium, Mangan, Arsen, Silber und Gold in Frage.

Da unsere Anlage in ihrer Leistungsfähigkeit begrenzt ist und da weiter die verschiedenen radioaktiven Ur-ersuchungsarten stark wechselnde Präparatstärken erfordern, ist in jedem einzelnen Fall, zur Beurteilung der Durchführbarkeit des Versuches, eine vorherige Abschätzung der benötigten Präparatstärke notwendig, doch lassen sich auf den oben genannten Gebieten sicher Untersuchungen von Bedeutung mit Erfolg durchführen. Es ist auch zu erwarten, dass weitere Erfahrung an der Apparatur uns die in der Anlage noch steckenden Möglichkeiten vollends ausschöpfen und damit ihre Leistungsfähigkeit weiter erhöhen helfen.

Gemessen an der praktischen Unmöglichkeit, z. Zt. grössere Atomumwandlungsanlagen käuflich zu erwerben, dürfte unsere Anlage für die I.G. nicht ohne Bedeutung sein, ganz abgesehen von dem Wert der Erfahrungen auf kernphysikalischem Gebiet, die wir an ihr sammeln können.

Schäfer

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr. SchE/S.

Tag 8.7.43

AKTENNOTIZ.

Betr. Neutronenanlage in Lu 949.

Die Arbeiten an der Neutronenanlage in Lu 949 sind nun so weit vorgeschritten, dass wir damit künstlich radioaktive Präparate herstellen können, die eine praktische Anwendung zulassen. Dabei ist vorläufig hauptsächlich an eine Verwendung derselben als radioaktive Indikatoren gedacht. Wir weisen besonders auf die den Chemiker interessierende Untersuchungsmöglichkeit von Löslichkeitsverhältnissen, Diffusionsvorgängen in festen Systemen, Adsorptionsverhältnissen an Oberflächen und von chemischen Reaktionsmechanismen hin. Für den Biologen ergibt sich zusätzlich noch die Möglichkeit der Untersuchung von Stoffwechselfvorgängen und der biologischen Wirkung von radioaktiven Isotopen auf lebende Organismen. Wir erwähnen weiter die den Bodenkundler interessierende Möglichkeit der Untersuchung des Eindringens von Düngemitteln in den Erdboden.

Die Leistungsfähigkeit unserer Anlage wurde zunächst einmal an der Herstellung von künstlich radioaktivem Phosphor ^{32}P geprüft und es zeigte sich, dass wir für Indikatorversuche hinreichende Mengen herstellen können. Der radioaktive Phosphor wurde einerseits seiner günstigen Halbwertszeit von 14,3 Tagen wegen herausgegriffen, andererseits aber auch der besonderen Rolle wegen, die der Phosphor im biologischen Geschehen spielt. Für die Herstellung kommen noch radioaktive Isotope von Schwefel, Chlor, Brom, Jod, Kalium, Natrium, Mangan, Arsen, Silber und Gold in Frage.

Da unsere Anlage in ihrer Leistungsfähigkeit begrenzt ist und da weiter die verschiedenen radioaktiven Untersuchungsarten stark wechselnde Präparatstärken erfordern, ist in jedem einzelnen Fall, zur Beurteilung der Durchführbarkeit des Versuches, eine vorherige Abschätzung der benötigten Präparatstärke notwendig, doch lassen sich auf den oben genannten Gebieten sicher Untersuchungen von Bedeutung mit Erfolg durchführen. Es ist auch zu erwarten, dass weitere Erfahrung an der Apparatur uns die in der Anlage noch steckenden Möglichkeiten vollends ausschöpfen und damit ihre Leistungsfähigkeit weiter erhöhen helfen.

Gemessen an der praktischen Unmöglichkeit, z. Zt. grössere Atomumwandlungsanlagen käuflich zu erwerben, dürfte unsere Anlage für die I.G. nicht ohne Bedeutung sein, ganz abgesehen von dem Wert der Erfahrungen auf kernphysikalischem Gebiet, die wir an ihr sammeln können.

Schäfer

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr. Schä/S.

Tag 8.7.43

AKTENNOTIZ.

Betr. Neutronenanlage in Lu 949.

Die Arbeiten an der Neutronenanlage in Lu 949 sind nun so weit vorgeschritten, dass wir damit künstlich radioaktive Präparate herstellen können, die eine praktische Anwendung zulassen. Dabei ist vorläufig hauptsächlich an eine Verwendung derselben als radioaktive Indikatoren gedacht. Wir weisen besonders auf die den Chemiker interessierende Untersuchungsmöglichkeit von Löslichkeitsverhältnissen, Diffusionsvorgängen in festen Systemen, Adsorptionsverhältnissen an Oberflächen und von chemischen Reaktionsmechanismen hin. Für den Biologen ergibt sich zusätzlich noch die Möglichkeit der Untersuchung von Stoffwechselfvorgängen und der biologischen Wirkung von radioaktiven Isotopen auf lebende Organismen. Wir erwähnen weiter die den Bodenkundler interessierende Möglichkeit der Untersuchung des Eindringens von Düngemitteln in den Erdboden.

Die Leistungsfähigkeit unserer Anlage wurde zunächst einmal an der Herstellung von künstlich radioaktivem Phosphor ^{32}P geprüft und es zeigte sich, dass wir für Indikatorversuche hinreichende Mengen herstellen können. Der radioaktive Phosphor wurde einerseits seiner günstigen Halbwertszeit von 14,3 Tagen wegen herausgegriffen, andererseits aber auch der besonderen Rolle wegen, die der Phosphor im biologischen Geschehen spielt. Für die Herstellung kommen noch radioaktive Isotope von Schwefel, Chlor, Brom, Jod, Kalium, Natrium, Mangan, Arsen, Silber und Gold in Frage.

Da unsere Anlage in ihrer Leistungsfähigkeit begrenzt ist und da weiter die verschiedenen radioaktiven Untersuchungsarten stark wechselnde Präparatstärken erfordern, ist in jedem einzelnen Fall, zur Beurteilung der Durchführbarkeit des Versuches, eine vorherige Abschätzung der benötigten Präparatstärke notwendig, doch lassen sich auf den oben genannten Gebieten sicher Untersuchungen von Bedeutung mit Erfolg durchführen. Es ist auch zu erwarten, dass weitere Erfahrung an der Apparatur uns die in der Anlage noch steckenden Möglichkeiten vollends ausschöpfen und damit ihre Leistungsfähigkeit weiter erhöhen helfen.

Gemessen an der praktischen Unmöglichkeit, z. Zt. grössere Atomumwandlungsanlagen käuflich zu erwerben, dürfte unsere Anlage für die I.G. nicht ohne Bedeutung sein, ganz abgesehen von dem Wert der Erfahrungen auf kernphysikalischem Gebiet, die wir an ihr sammeln können.

Schäfer

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr. SchE/S.

Tag 8.7.43

AKTENNOTIZ.

Betr. Neutronenanlage in Lu 949.

Die Arbeiten an der Neutronenanlage in Lu 949 sind nun so weit vorgeschritten, dass wir damit künstlich radioaktive Präparate herstellen können, die eine praktische Anwendung zulassen. Dabei ist vorläufig hauptsächlich an eine Verwendung derselben als radioaktive Indikatoren gedacht. Wir weisen besonders auf die den Chemiker interessierende Untersuchungsmöglichkeit von Löslichkeitsverhältnissen, Diffusionsvorgängen in festen Systemen, Adsorptionsverhältnissen an Oberflächen und von chemischen Reaktionsmechanismen hin. Für den Biologen ergibt sich zusätzlich noch die Möglichkeit der Untersuchung von Stoffwechselfvorgängen und der biologischen Wirkung von radioaktiven Isotopen auf lebende Organismen. Wir erwähnen weiter die den Bodenkundler interessierende Möglichkeit der Untersuchung des Eindringens von Düngemitteln in den Erdboden.

Die Leistungsfähigkeit unserer Anlage wurde zunächst einmal an der Herstellung von künstlich radioaktivem Phosphor ^{32}P geprüft und es zeigte sich, dass wir für Indikatorversuche hinreichende Mengen herstellen können. Der radioaktive Phosphor wurde einerseits seiner günstigen Halbwertszeit von 14,3 Tagen wegen herausgegriffen, andererseits aber auch der besonderen Rolle wegen, die der Phosphor im biologischen Geschehen spielt. Für die Herstellung kommen noch radioaktive Isotope von Schwefel, Chlor, Brom, Jod, Kalium, Natrium, Mangan, Arsen, Silber und Gold in Frage.

Da unsere Anlage in ihrer Leistungsfähigkeit begrenzt ist und da weiter die verschiedenen radioaktiven Untersuchungsarten stark wechselnde Präparatstärken erfordern, ist in jedem einzelnen Fall, zur Beurteilung der Durchführbarkeit des Versuches, eine vorherige Abschätzung der benötigten Präparatstärke notwendig, doch lassen sich auf den oben genannten Gebieten sicher Untersuchungen von Bedeutung mit Erfolg durchführen. Es ist auch zu erwarten, dass weitere Erfahrung an der Apparatur uns die in der Anlage noch steckenden Möglichkeiten vollends ausschöpfen und damit ihre Leistungsfähigkeit weiter erhöhen helfen.

Gemessen an der praktischen Unmöglichkeit, z. Zt. grössere Atomumwandlungsanlagen käuflich zu erwerben, dürfte unsere Anlage für die I.G. nicht ohne Bedeutung sein, ganz abgesehen von dem Wert der Erfahrungen auf kernphysikalischem Gebiet, die wir an ihr sammeln können.

Schäfer

5

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr. Rr./Br.

Tag 8.7.1943

AKTENNOTIZ

Verwendung von radioaktivem Phosphor³² zur Aufklärung von Düngungsfragen und für pflanzenphysiologische Untersuchungen.

Bei der bedrohlichen Phosphatlage in der sich Europa durch die Abschnürung von den großen Phosphatlagerstätten (Nordafrika, Kola-Halbinsel, Nordamerika, Südseeinseln) befindet, rücken folgende schon oft besprochene, praktisch aber noch ungelöste Fragen der Phosphatdüngung wieder in den Vordergrund.

Lassen sich praktische Maßnahmen finden, die:

- 1) der Phosphatfestlegung im Boden von vornherein soweit entgegensteuern, daß eine wesentlich bessere Ausnützung der Düngungsphosphorsäure im Anwendungsjahre (normal 20-30%) erfolgt?
- 2) eine raschere und weitgehendere Mobilisierung der Phosphatreserve des Bodens (natürliche oder durch Festlegung entstandene Apatite, Eisen- und Aluminiumphosphate) bewirken.

Die Beurteilung der Wirksamkeit entsprechender Maßnahmen läuft praktisch hinaus auf die Feststellung von Löslichkeitsbeeinflussungen und Änderungen in der Phosphatbeweglichkeit im natürlichen Boden. Die Untersuchung auf dem gewöhnlichen chemisch-analytischen Wege begegnet außerordentlichen Schwierigkeiten, da die Löslichkeit der "festgelegten" Phosphorsäure sehr gering ist und weil überdies auch das Verhältnis von Phosphatanteil zur Gesamtmenge des Bodens äußerst ungünstig ist, beträgt doch selbst bei einer sehr starken Phosphatdüngung von z.B. 90 kg P_2O_5 /ha der Phosphatanteil nur etwa 0,003% der Bodenkrume ($\sim 3 \cdot 10^6$ kg/ha).

Es erscheint nun möglich, daß einschlägige Untersuchungen durch die Anwendung von radioaktivem Phosphor als Indikator wesentlich erleichtert werden. Es wäre daher angezeigt, die Leistungsfähigkeit der Indikator-Methode im Rahmen der durch die vorhandene Apparatur gegebenen Möglichkeiten zunächst einmal an schon bekannten Verhältnissen zu erproben. Es kommen da in Betracht der Nachweis des Humateffektes (Erhöhung der Phosphatlöslichkeit durch Alkalihumate) und der besseren Tiefenwirkung wasserlöslicher Metaphosphate und organischer Phosphate.

Außer diesen, auf praktische Düngungsmaßnahmen hinzielenden bodenkundlichen Untersuchungen wäre es von wissenschaftlichem Interesse durch Vegetationsversuche festzustellen, ob eine durch mehrere Generationen fortgesetzte Ernährung rein gezüchteter Pflanzen mit radioaktivem Phosphor erkennbare Einflüsse ausübt (Wachstum, Stoffwechsel, Mutationen).

2.7.1947

Dr. H. H. ...

Ein leicht durchzuführender, kurzfristiger Wasserkulturversuch würde die Frage beantworten lassen, ob der an sich nicht mögliche völlige Ersatz des Kaliums durch Natrium als Pflanzennährstoff gelingt, wenn gleichzeitig radioaktives Phosphat als schwacher B-Strahler zugeführt wird und damit eine möglicherweise sehr wesentliche Funktion des natürlich schwach radioaktiven Kaliums (katalytische Begünstigung der Kondensationsreaktionen der Kohlenhydratbildung?) übernimmt. Ein positiver Ausfall des Versuches wäre für die Erkenntnis der noch wenig geklärten Bedeutung des Kaliums als Pflanzennährstoff von großer Wichtigkeit.

W. H. ...

Bei der ...

- 1) der ...
- 2) eine ...

Die ...

Es ...

Anlage:

...

Statistische Daten zur Phosphatlage.

(Quelle: Statistisches Jahrbuch 1938).

	Ackerland(1936) (1000 ha)	Eigenerzeugung (Höchstziffern 1929-37) an	
		Thomasphosphat (1000 t _a)	Naturphosphat (1000 t _a)
Deutsches Reich	19.409	2312	
Österreich	1.976		
Luxemburg	111	635	
Frankreich	21.134	1637	180
Polen	18.557		13
Rumänien	13.940		
Italien	12.947		
Jugoslawien	7.459		
Tschechoslovakei	5.855	160	
Ungarn	5.619		
Bulgarien	3.906		
Dänemark	2.655		
Finnland	2.554		
Lettland	2.121		
Griechenland	2.052		
Estland	1.081		84
Belgien	1.061	1025	40
Niederlande	976		
Norwegen	833		
	<u>124.246</u>	<u>5769</u>	<u>317</u>
		<u>P₂O₅-Gehalt:</u>	<u>923</u> 80(max.)

für 124 Millionen Hektar Ackerland stehen demnach aus europäischer Eigenerzeugung insgesamt rund 1 Million t P₂O₅ zur Verfügung, das sind 8 kg P₂O₅/ha Ackerland.

Im Düngjahr 1937/38 gelangten hingegen im Deutschen Reich für 19,4 Millionen Hektar Ackerland 690.300 t P₂O₅, das sind 35,6 kg P₂O₅/ha¹⁾ zur Anwendung, d.h. also die rund 4,2 fache Menge. Tatsächlich ist die derzeitige Phosphatzuteilung im Altreich auf 30% der im Düngjahr 1938/39 bezogenen Mengen eingeschränkt.

Die besetzten russischen Gebiete, für die ohnedies keine entsprechenden Unterlagen vorhanden sind, können auch deshalb außer Betracht bleiben, weil eine gewisse Phosphatversorgung aus der Thomasphosphaterzeugung in Kriwoj-Rog (vielleicht auch Kertsch) und den Phosphoritlagern dieser Gebiete möglich ist. Spanien und neuerdings auch Schweden und die Schweiz können ihren Phosphatbedarf zur Not aus eigenen Vorkommen bestreiten.

1) In Wirklichkeit werden mit dieser Phosphatzuteilung auch Teile der sonstigen landwirtschaftlich genutzten Flächen (Gärten, Parks, Wein- und Obstgärten) gedüngt, so daß die auf 1 Hektar entfallende Menge wesentlich niedriger liegt. Die Berechnung auf kg/ha Ackerland ist für vergleichende Betrachtung zweckmäßiger, da die statistische Erfassung gesicherter ist und die Versorgung des Ackerlandes in Notzeiten ebenfalls den Maßstab hat.

Mangels entsprechender Unterlagen konnte die der kriegsbedingten Steigerung der Roheisenerzeugung entsprechende Verschiebung in der Thomasphosphaterzeugung nicht erfaßt werden, da jedoch für die Produktion in Belgien, Frankreich und Luxemburg die Höchstziffern des Konjunkturjahres 1929 eingesetzt wurden und bei den Naturphosphaten mit einem Maximalgehalt gerechnet wurde, dürfte das Schätzungsergebnis nicht wesentlich unter der derzeitigen wirklichen Gesamterzeugung liegen.

Es bedarf keiner Beweisführung für den Schluß, daß die Herabsetzung der Phosphatversorgung des Ackerlandes auf ein $\frac{1}{3}$ oder $\frac{1}{4}$ der normal erforderlichen Menge bei längerer Dauer zu empfindlichen Ertragsrückgängen führen wird. Wann dieser Zeitpunkt eintritt, hängt ab von den im Ackerboden befindlichen Phosphatreserven und deren mehr oder weniger ergiebigen Ausnutzung.

Propene

Oppau, den 9. April 1944. C.

Nr. 2
Herrn Dr. Müller - hr

Streng vertraulich !

Isoprensynthese und Polymerisation.
=====

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

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

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

Oppau, den 9. April 1944. C.

Nr. 2
Kennzeichnung - l.

Streng vertraulich !

Isoprensynthese und Polymerisation.
=====

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

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

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

ger Eigenschaften, die Polybutadienen und Bunaerzeugnissen ganz fehlen: Dehnungselastizitäten der ungefüllten Vulkanisate wie sie bisher nur mit Naturkautschuk zu erhalten waren, dabei eine so niedrige Viskosität ihrer Lösungen in Benzin, daß 20 % Lösungen nicht nur mit dem Pinsel streichbar, sondern sogar mit der Pistole spritzbar sind. Bei einer Besprechung im Sommer 43 wies Herr Dr. Rossmann von der Laro-Abteilung ganz besonders darauf hin, daß diese Eigenschaft bei Natur- und Kunstkautschuken bisher fehlt, für die Anstrichtechnik aber äußerst wertvoll ist. Sobald uns nach Wiederaufstellung der zerstörten Apparaturen die nötigen Mengen an Isoprenprodukten zur Verfügung stehen, sollen die Verwendungsmöglichkeiten in dieser Richtung hin durch die Laro-Abteilung geprüft werden. Diese Lösungspolymerisate in Benzin, deren Herstellung und Gesteigungskosten in Beilage 2 (S.6) im einzelnen beschrieben sind und für die wir die Bezeichnung Oprena vorschlagen, zeigen ferner als Ausgangsrohstoff für Chlorkautschuk sehr vorteilhafte Eigenschaften. Dr. Ph. Schenkel, dem ich die Aufgabe gestellt hatte, nach Verwertung für unsere Oprenalösungen zu suchen, prüfte deren Verhalten bei Chlorieren und stellte dabei für die Isoprenpolymerisate fest, daß aus deren stark verdünnten Lösungen beim Einleiten von Cl_2 bei -10° unter gutem Rühren ein feinkörniger gut filtrierbarer in allen für Lackrohstoffe in Frage kommenden Lösungsmitteln leichtlöslicher Chlorkautschuk erhalten werden kann.

Man vermeidet auf diese Weise das kostspielige Eindampfen der Chlorkautschuklösungen, wenn man als Lösungsmittel für die Isoprenpolymerisate ~~gradkettige~~ Paraffin-KW. benutzt. Butadienpolymerisate geben in gleicher Weise chloriert ebenfalls gut filtrierbare feinkörnige Chlorkautschuke, die aber in keinem bekannten Lösungsmittel löslich sind. Sie lassen sich in der Wärme wie andere Kunststoffe verformen und ihre Unlösbarkeit in allen Lösungsmitteln und ihre chemische Unangreifbarkeit können für besondere Zwecke wertvoll sein, doch sind schon die Rohstoffkosten und der Energiebedarf für sie im Vergleich zum Isopren so viel höher, daß sie sich damit nicht vergleichen lassen.

Unser erstes Bestreben ging dahin, die Oprenalösungen als solche für Streichwaren und zum Kaschieren von Grobgeweben oder auch zum Veredeln von Feingeweben zu verwenden und wir sandten am 12.3.42 eine Probe unserer Butadienpolymerisate an die Bunaprüfstelle Leverkusen.

1) Man weist oft darauf hin, daß im Vergleich zur Reifenindustrie, der Verbrauch an Buna für Streich- und Tauchwaren klein sei. Man muß hier aber nicht nur die reinen Fabrikatwerte vergleichen, sondern die der Volkswirtschaft erhaltenen großen Werte, wenn z.B. Textilwaren durch einen Schutzüberzug aus solchen kautschukartigen Stoffen eine erhöhte Lebensdauer erhalten. Gerade die Oprenalösungen zeigen gleiche, z.T. sogar höhere Festigkeiten und Dehnungselastizitäten bei viel geringeren Viskositäten als Naturkautschuk oder Bunaalösungen (siehe die Ergebnisse der neuen Prüfungsmethode für Kautschukfilme und die beigefügten Filmproben). Wir fanden im Werk Lu-Op Anwendungsgebiete zum technischen Ausprobieren solcher mit Oprena überzogener Gewebe in Arbeitshandschuhen, Arbeitsschuhen und in den Hanfschläuchen der Feuerwehr und des Luftschutzes. Diese Versuche

1) Auf unsere Anfrage am 29.12.42 erfuhren wir, daß der Sachbearbeiter häufig verreist sei u. dies ist wohl auch Ursache, daß wir auch bis heute noch von dieser Seite ohne Prüfungsergebnis sind.

fürhten zu den Gebrauchsmusteranmeldungen Dr. Schenkels:

OZ 12955, 14396, 14391, G.M. 261/2, 293.

Es wurden bis zur Zerstörung der Fabrikschneiderei v. 1.1.43 - 9.9.43
13 390 Paar Handschuhe, Feuerwehrschläuche: v. 1.11.43 - 31.1.44
120 St. C-Schläuche kaschiert.

Auch das Werk Capel prüft die von uns mit Oprena überzogenen Gewebe.

Nachdem unsere Probesendung nach Leverkusen ohne Prüfungsergebnis geblieben war, die oben erwähnten Gebrauchsmusteranmeldungen zu Anfragen zweier auswärtiger Firmen, einer der Arbeitshandschuhbranche und einer der Arbeitsschuhbranche bei der Zentrale geführt hatten u. schließlich über die Patentabteilung wir als die ausführende Stelle erkannt waren, gaben wir nochmals Proben zur Prüfung, diesmal an die neue Bunaprüfstelle Lu, von der wir auch unter dem 15.9.43 ein Prüfungsergebnis erhielten, auf das wir im Einzelnen in der Beilage 4, (die nachfolgt), eingehen. Die obenerwähnten Tatsachen hatten es uns erwünscht erscheinen lassen, uns selbst nach geeigneten Prüfungsmethoden umzusehen, zugleich nach solchen, die für Lösungen geeignet und nicht in erster Linie auf die Reifenprüfung zugeschnitten sind. Wir benutzen zu den Vergleichsprüfungen dünne 0,1 - 0,2 mm starke Filme, wie sie als Proben beiliegen.

Dr. W. Friedrichsen hat die in Beilage 3 (S. 9 - 37) im einzelnen beschriebene Methode ausgearbeitet und auf meine Veranlassung hat Fräulein Hedwig Lots, meine Assistentin, diese zur Reihenbestimmungsmethode weiterentwickelt. Geprüft werden vulkanisierte Filme, die aus Lösungen, nachdem diese mit Vulkanisator u. Schwefel versetzt sind, auf ebenen Glasplatten durch Eindunsten in einigen Stunden oder über Nacht gewonnen werden. Man kann nach dieser Prüfmethode, die keine maschinelle Einrichtung verlangt aus einem neuen Polymerisat nach mehreren Stunden, spätestens am nächsten Tage Vergleichswerte haben. Wir stellen täglich unter Beihilfe eines Laborjungen im 1. Lehrjahr und einer weiblichen Laborhilfskraft 30 Filme her und an jedem derselben werden je acht Festigkeits- und Dehnungswerte bestimmt. Trotz der durch die Fliegerangriffe im Werk Oppau entstandenen Störungen gelang es in der Zeit vom Sept. 43 - April 44 etwa 3000 Filme mit 15 - 20000 Prüfwerten an etwa 100 Polymerisaten auszuführen. Ohne diese Störungen wäre dieselbe Aufgabe in etwa der halben Zeit durchführbar gewesen. Sie war es nur dank der Einfachheit des Prüfgeräts und der Unbekümmertheit der Ausführenden um die schwierigen äußeren Umstände. Die beiliegenden, im einzelnen durch Anhänger bezeichneten Filmproben zeigen, daß es mit dem gewählten Vulkanisatorgemisch möglich ist, ungefüllte Filme herzustellen, von denen besonders die aus Isopren gewonnenen Oprenaproben in Festigkeit, Dehnung und Griff den Smoked Sheetsproben gleichen, nur in der Kerbzähigkeit sind alle synth. Produkte dem natürlichen bisher noch unterlegen. Isopren zeichnet sich bei den kaschierten Stoffproben noch durch seinen weichen Griff aus, dazu ist es sehr viel preiswerter. Die hohe Lagerbeständigkeit der Oprenaproben zeigen die von Dr. Daniel vor Jahren ausgeführten Proben. Die neue Filmprüfmethode bei der der Zerreißvorgang ja ein anderer als beim Schopperring ist, gibt kleinere Festigkeitswerte. Um beide Prüfweisen aufeinander beziehen zu können, haben zwei von der Bunaprüfstelle Lu auf dem Kalender hergestellten Filme auf unserem Prüfgerät zerrissen. Eine Smoked Sheetsprobe ungefüllt, Schopperwert 120 kg 500 % Dehnung und eine raß-gefüllte Buna-S-Probe Deffo = 200, 250 kg 500 % Dehnung. Die erste ergab bei uns 50 kg 600 % und die zweite 106 kg 500 %, alle Daten auf ungedehnten Querschnitt bezogen. Das Verhältnis 120:250 ist nahezu dasselbe wie das

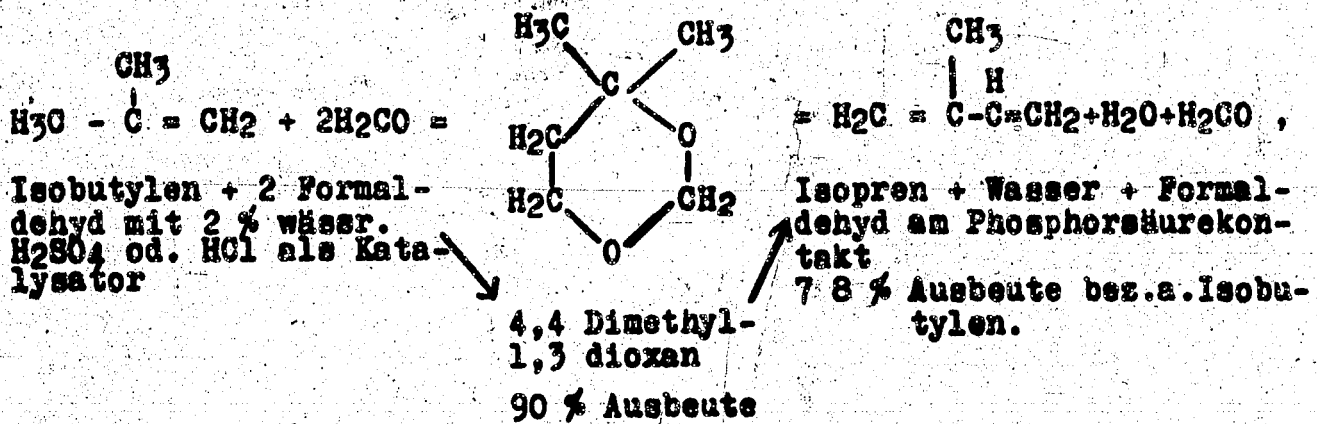
50:106. Der Zerreißwert von 50 kg für diese ungefüllte auf dem Kalandergemischte mit AZ vulkanisierte Filmprobe aus Smoked Sheets ist von der gleichen Höhe (S. 14) wie die der verschiedenen von uns aus Lösung gegossenen mit P extra vulkanisierten Smoked Sheetsproben. Diese neue Filmprüfmethode ist also als Vergleichsmethode brauchbar und kann ihrer vielen Vorteile wegen für Forschungsarbeiten über verschiedene, Polymerisationsarten und Fragen der Vulkanisation sowie zur Kontrolle im Betrieb bei den einzelnen Fabrikationsstufen angewandt werden. Sie kann in der physikalischen Richtung hin viel weiter verfeinert werden und hierdurch manche Vorgänge der elastischen Dehnung, Messungen leicht zugänglich machen. Daß die Werte dieser Methode absolut niedriger sind als beim Schopperring hängt mit der anderen Dehnungsweise zusammen. Bei dem letzteren werden alle Strukturfasern durch die Dehnung parallel gerichtet und so stark verstrammt, bei der ersteren in der einen Ebene aber allseitig auseinandergezogen. Die Filmprüfmethode zeigt ferner eine erwartete Abhängigkeit der Festigkeit von der Filmdicke. Es überraschte aber, daß diese schon bei Dicken von $10-30 \cdot 10^{-2}$ mm so stark und besonders, daß sie für die verschiedenen synthetischen Produkte verschieden groß ist. (Vergl. die Kurventafeln, Beilage 3 S 21 ff bes. die von Oprena B 245 S.19). Es scheint ein Zusammenhang zwischen dieser von uns als Filmwert bezeichneten Größe und dem die Festigkeit steigenden Einfluß des aktiven, durch seine große Oberflächenentwicklung gekennzeichneten Rußes zu bestehen. Produkte mit hohem Filmwert zeigen eine besonders gesteigerte Festigkeit bei Rußzusatz. Mit Ruß gefüllte Filme zeigen einen entsprechend niedrigen Filmwert.

An den Filmen läßt sich die Kältebeständigkeit der elastischen Dehnung gleichfalls leicht bestimmen (Tafel am Ende von Beilage 3), einen Weg die Rückparallelität an Filmen zu messen, fanden wir noch nicht; da diese für den Reifen sehr wichtige Größe gegenüber der Dehnungselastizität ganz zurücktritt, wenn Filme auf festen Oberflächen oder Geweben verwendet werden, wurde davon ganz abgesehen, es sei aber auf die interessante Tatsache hingewiesen, daß bei Isopren Lösungspolymerisate bei hoher Festigkeit und Dehnungselastizität einen sehr schlechten Rückprall, Emulsionspolymerisate hohen Rückprall und geringe Festigkeit geben.

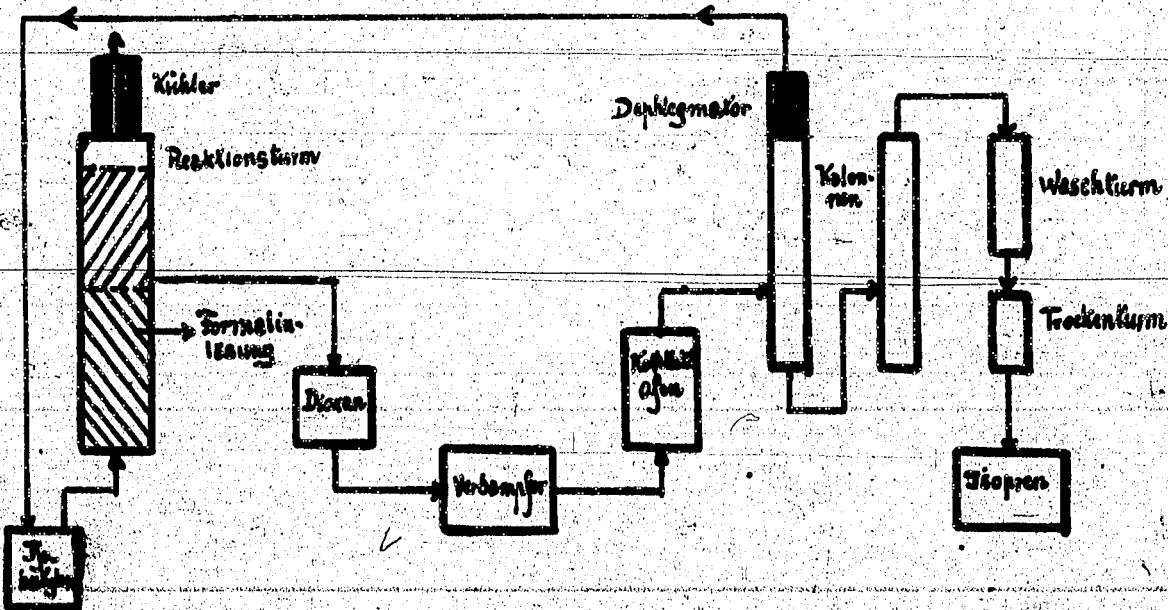
Auf eine wichtige neue Eigenschaft von Lösungspolymerisaten und gelösten Emulsionspolymerisaten sei noch aufmerksam gemacht. Mischt man zwei Lösungen von solchen verschiedener Festigkeit miteinander, so erhält man nicht annähernd den Mittelwert, wie bei der Mischung auf dem Kalandergemisch; man kann schon durch Zusatz von 10 % des hochwertigeren die Festigkeit des geringwertigen auf, ja über die des hochwertigeren hinaufbringen (Beilage 3, S.16), aber auch das Gegenteil ist möglich: mehrere gleichwertige können Minderwerte ergeben. Das molekulare Gemisch der Lösung verhält sich anders als das feine Mosaik des Kalandergemisches. Es besteht daher für Mischungen von Lösungen stets die Notwendigkeit der Prüfung. In dieser Eigenschaft der Lösungen liegt aber auch die Möglichkeit, Standardwerte durch Mischung zu erzielen.

Beilage 1

Herstellung verzweigter Diene aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd über die 1,3 Dioxane. - Verf. Dr. W. Friedrichsen:
Isoprensynthese.

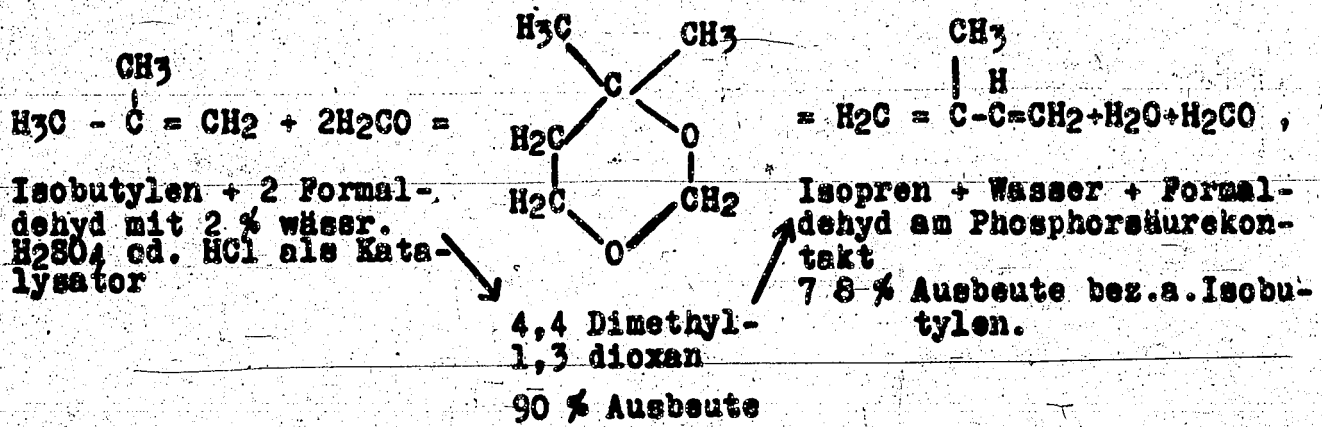


Fabrikationschema

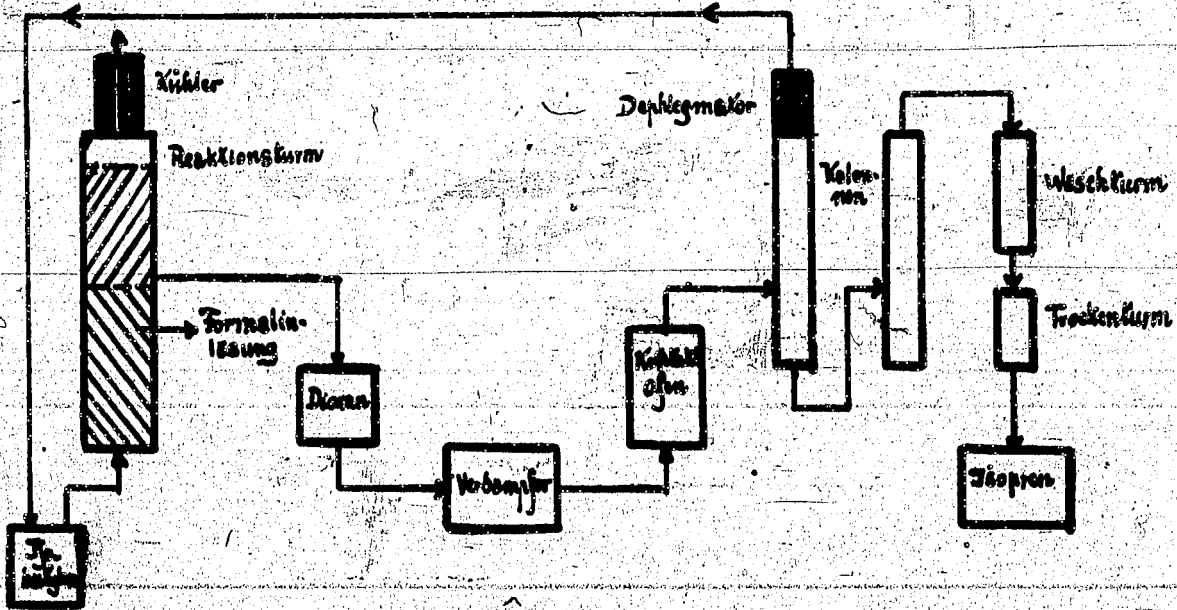


Beilage 1

Herstellung verzweigter Diene aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd über die 1,3 Dioxane. Verf. Dr. W. Friedrichsen: Isoprensynthese.

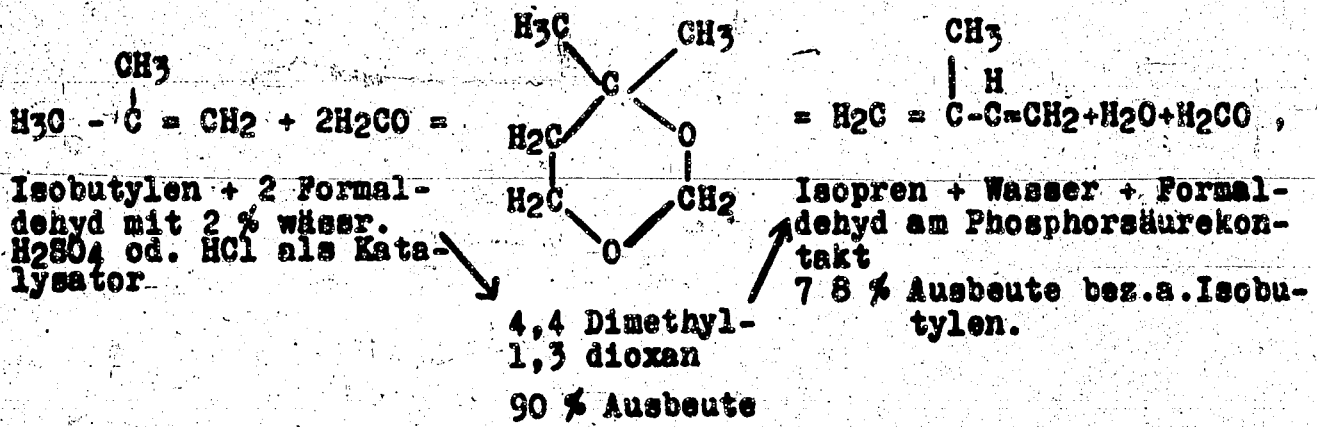


Fabrikationsschema

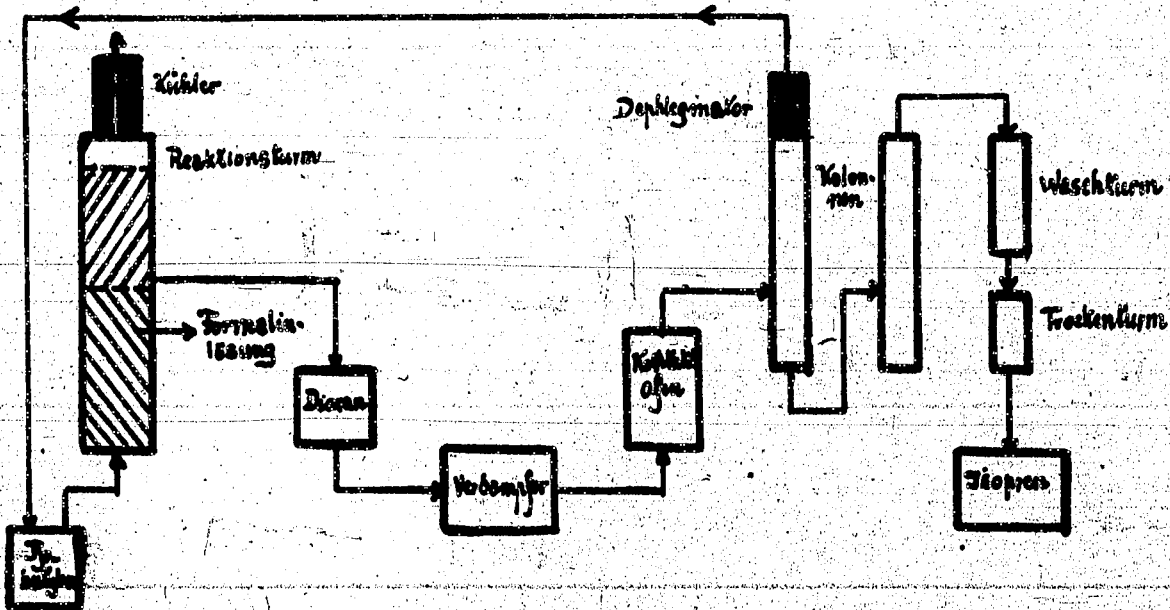


Beilage 1

Herstellung verzweigter Diene aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd über die 1,3 Dioxane. Verf. Dr. W. Friedrichsen:
Isoprensynthese.

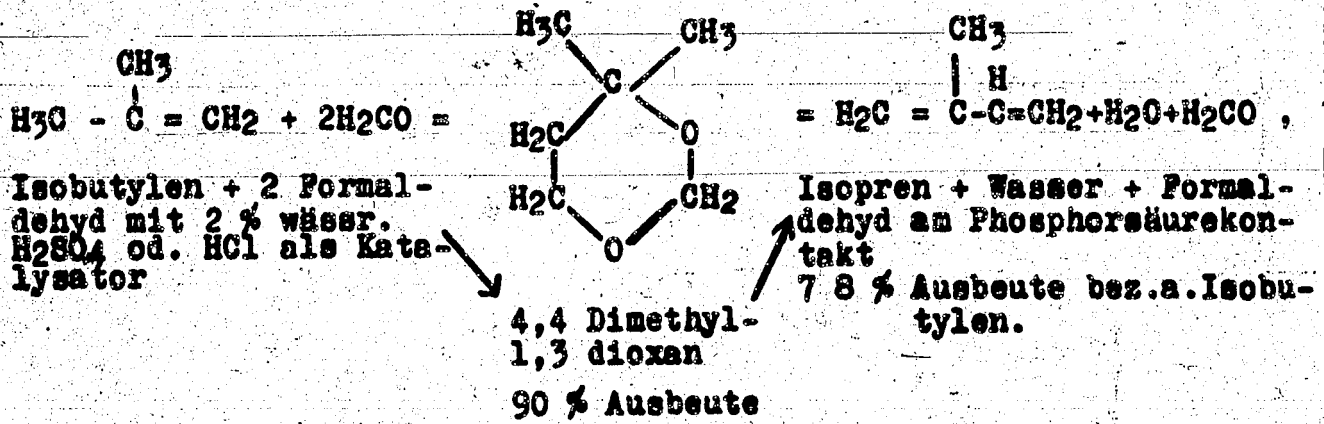


Fabrikationsschema

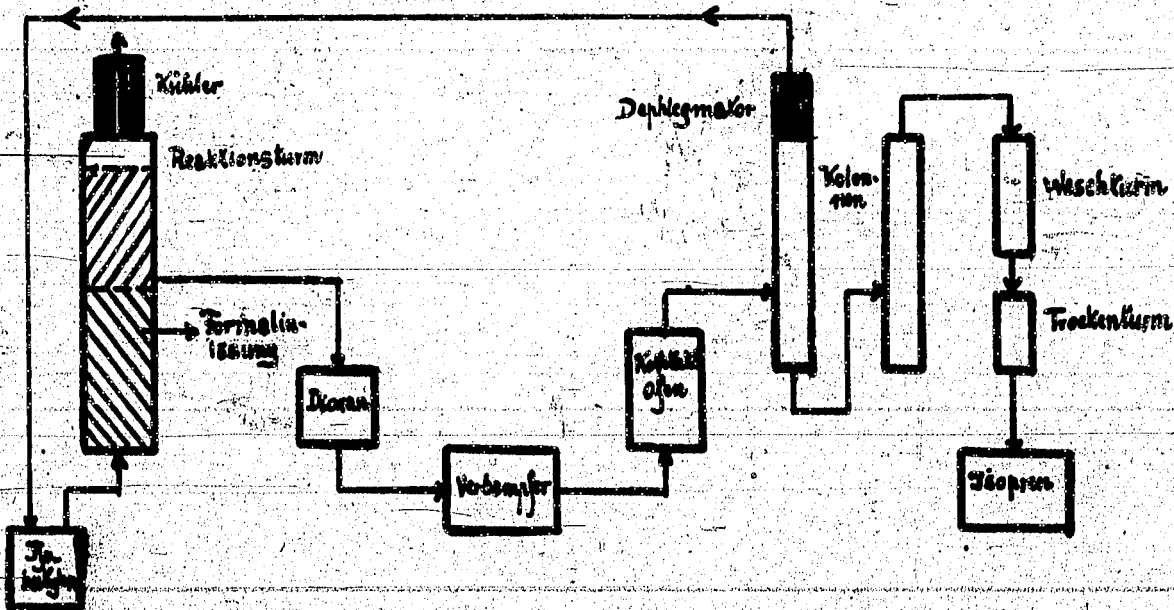


Beilage 1

Herstellung verzweigter Diene aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd über die 1,3 Dioxane. Verf. Dr. W. Friedrichsen: Isoprensynthese.



Fabrikationschema



Herstellungskosten bei Tato-Anlage: Anlagekosten 500 000 RM, davon
100 000 RM für Bauten,
Eisenbedarf 260 t, Apparatur 50 t
Bau.

Für 1 t Isopren Rohstoffe: 1053 kg Isobutylen,
1116 kg Formaldehyd 30 % Lg. 402 kg davon
zurück.

103 kg H₂SO₄,
85 kg NaOH,
4,5 kg KOH,
134 kg Kontakt.

Energien: H₂-Dampf 4 t,
N-Dampf 4 t, El. Hochspannung 1220 kWh
Kühlwasser 230 cbm,
Heizgas 750 000 WE.

Löhne: 3 Mann je Schicht RM 86,40 + 50 % Gehalt
+ 12 % Betriebsmat. u. Laborkosten.

Reparaturkosten: 8 %, Amortisation u. Zins 13 %, Feuer-
schutz u. Steuer 1,8 %.

Sa. 22,8 % v. Anlagekapital RM 312,26

Spesen je 1 kg. Tatoanlage:

10 Tatoanlage 6 Mann je
Schicht. RM 3500000
Anlagekosten

Rohstoff:		99,06 Pfg.	99,06 Pfg.
Isobutylen		99,06 Pfg.	99,06 Pfg.
Formaldehyd		18,30 "	18,30 "
H ₂ SO ₄ , KOH, NaOH		1,88 "	1,88 "
Kontakt		6,16 "	6,16 "
Energien:	Dampf, el. Energie, Wasser, Heizgas) 4,74 "	4,74 "
	Löhne, Gehalt, Be- triebsmaterial) 14.-- "	2,80 "
	Reparaturkosten, Amort., Zins, Steuer) 31,23 "	21,86 "
		<u>175,37 Pfg.</u>	<u>154,80 Pfg.</u>
		=====	=====

Beschreibung des Verfahrens:

Isobutylene wird bei 60° durch Filterkerzen fein verteilt in eine 30 % Formalinlösung, die 2 % H₂SO₄ enthält, eingeleitet. Das Dioxan scheidet sich als obere Schicht ab, und wird zum Verdampfer geführt, während die verarmte Formalinlösung neu angereichert wird. Das Dioxan das auch etwas Tertiärbutylalkohol enthält, wird über einen 1 % Phosphorsäurekontakt bei 260°C geleitet. Dabei zerfällt es in Isopren, Wasser und Formaldehyd, während der Tertiärbutylalkohol wieder Isobutylene bildet, das mittels Kolonne an einem Dephlegmator abgetrennt und zurückgeführt wird. In einer zweiten Kolonne wird das Isopren von der dünnen Formalinlösung (8 %) getrennt, gewaschen und getrocknet. Die Formalinlösung enthält noch unverändertes Dioxan und etwas (5 %) Rückstand. Die beiden letzteren lassen sich aus der Formalinlösung abtreiben, denn sie sind bei 92°C mit Wasserdampf flüchtig u. dann durch Destillation voneinander trennen. Mit Ausnahme des Reaktionssturmes, der in allen Teilen phenylalisiert sein muß, wird die Apparatur aus Eisen hergestellt.

Nach dem gleichen Verfahren wie hier das Isopren herstellbar ist, kann aus Trimethyläthylen Di-methylbutadien gewonnen werden. Trimethyläthylen läßt sich sowohl aus den verschiedenen Amylalkoholen durch H₂O-Abspaltung, als auch aus allen Pentanen durch Dehydrieren gewinnen, da sich in der Hitze am Kontakt alle Pentene bis zum Gleichgewicht in Trimethyläthylen überführen lassen. Es ist nicht nötig, diese Pentene voneinander zu trennen, denn mit Formaldehyd reagiert unter diesen Bedingungen nur ein Olefin mit der Doppelbindung am verzweigten C und das einzige noch mögliche Penten dieser Art, das 2 Methylbuten 1 ist bei den für die Entstehung des Trimethyläthylens notwendigen hohen Temperaturen ganz unbeständig. Es ist höchstens zu 1 % in dem Gemisch vorhanden. Bei Kleinversuchen im Labormaßstab wurden aus Trimethyläthylen 70 % Dimethylbutadien erhalten.

Pinakolin als Hochleistungsflugbenzin.

Es sei hier zugleich hervorgehoben, daß das aus Trimethyläthylen herstellbare 4,4,5 Trimethyl 1,3 dioxan zugleich die Möglichkeit bietet, das heute für Flugbenzin höchster OZ so wertvolle Pinakolin herzustellen. Zugleich mit diesem Dioxan entsteht wahrscheinlich das isomere 5,5,6 Trimethyl 1,3 dioxan, das mit starker wässriger HCl gespalten, Pinakolin liefert. Auf Dioxan bezogen wurden 47 % Pinakolin erhalten, hierbei fallen zwangsläufig 17 % Dimethylbutadien an, das man auch, wenn man auf Flugbenzin arbeitet, hydriert als Tetramethyläthan an Stelle von Isooktan verwerten kann, da es diesem verbleit in OZ gleichwertig und an Bleiempfindlichkeit überlegen ist (s. unten).

Für die Entstehung dieser Verfahren ist es von Interesse darauf hinzuweisen, daß 1936 bei unseren Arbeiten, die die Zusammenhänge zwischen OZ und Konstitution bei KW und deren O-Abkömmlingen zum Ziel hatten, Dr. Friedrichsen feststellte, daß Pinakolin in OZ und Bleiempfindlichkeit besonders gute Eigenschaften bei seiner Verwendung im Flugbenzin hat. Auf unsere Anregung hin machte, nachdem wir 1 t Pinakolin aus Leverkusen hierfür bereitgestellt hatten, die Abteilung Brennstoffversuche im Flugmotor größere Versuche, die die bei den Prüfungen im kleinen gefundenen Werte bestätigten. Eine praktische Verwertung lehnte damals das Luftfahrtsministerium mit dem Hinweis auf den O-Gehalt des Pinakolins als toten Ballast ab. Der Wunsch Pinakolin auf eine einfachere Weise als aus Aceton über Pinakon herzustellen, veranlaßte Dr. Friedrichsen, zu diesen Synthesen aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd die höheren KW aufzubauen, zumal dabei auch höhere Diene

Beschreibung des Verfahrens:

Isobutylene wird bei 60° durch Filterkerzen fein verteilt in eine 30 % Formalinlösung, die 2 % H₂SO₄ enthält, eingeleitet. Das Dioxan scheidet sich als obere Schicht ab, und wird zum Verdampfer geführt, während die verarmte Formalinlösung neu angereichert wird. Das Dioxan das auch etwas Tertiärbutylalkohol enthält, wird über einen 1 % Phosphorsäurekontakt bei 260°C geleitet. Dabei zerfällt es in Isopren, Wasser und Formaldehyd, während der Tertiärbutylalkohol wieder Isobutylene bildet, das mittels Kolonne an einem Dephlegmator abgetrennt und zurückgeführt wird. In einer zweiten Kolonne wird das Isopren von der dünnen Formalinlösung (8 %) getrennt, gewaschen und getrocknet. Die Formalinlösung enthält noch unverändertes Dioxan und etwas (5 %) Rückstand. Die beiden letzteren lassen sich aus der Formalinlösung abtreiben, denn sie sind bei 92°C mit Wasserdampf flüchtig u. dann durch Destillation voneinander trennen. Mit Ausnahme des Reaktionsturmes, der in allen Teilen phenytlisiert sein muß, wird die Apparatur aus Eisen hergestellt.

Nach dem gleichen Verfahren wie hier das Isopren herstellbar ist, kann aus Trimethyläthylen Di-methylbutadien gewonnen werden. Trimethyläthylen läßt sich sowohl aus den verschiedenen Amylalkoholen durch H₂O-Abspaltung, als auch aus allen Pentanen durch Dehydrieren gewinnen, da sich in der Hitze am Kontakt alle Pentene bis zum Gleichgewicht in Trimethyläthylen überführen lassen. Es ist nicht nötig, diese Pentene voneinander zu trennen, denn mit Formaldehyd reagiert unter diesen Bedingungen nur ein Olefin mit der Doppelbindung am verzweigten C und das einzige noch mögliche Penten dieser Art, das 2 Methylbuten 1 ist bei den für die Entstehung des Trimethyläthylens notwendigen hohen Temperaturen ganz unbeständig. Es ist höchstens zu 1 % in dem Gemisch vorhanden. Bei Kleinversuchen im Labormaßstab wurden aus Trimethyläthylen 70 % Dimethylbutadien erhalten.

Pinakolin als Hochleistungsflugbenzin.

Es sei hier zugleich hervorgehoben, daß das aus Trimethyläthylen herstellbare 4,4,5 Trimethyl 1,3 dioxan zugleich die Möglichkeit bietet, das heute für Flugbenzin höchster OZ so wertvolle Pinakolin herzustellen. Zugleich mit diesem Dioxan entsteht wahrscheinlich das isomere 5,5,6 Trimethyl 1,3 dioxan, das mit starker wässriger HCl gespalten, Pinakolin liefert. Auf Dioxan bezogen wurden 47 % Pinakolin erhalten, hierbei fallen zwangsläufig 17 % Dimethylbutadien an, das man auch, wenn man auf Flugbenzin arbeitet, hydriert als Tetramethyläthan an Stelle von Isooktan verwerten kann, da es diesem verbleit in OZ gleichwertig und an Bleiempfindlichkeit überlegen ist (s.unten).

Für die Entstehung dieser Verfahren ist es von Interesse darauf hinzuweisen, daß 1936 bei unseren Arbeiten, die die Zusammenhänge zwischen OZ und Konstitution bei KW und deren O-Abkömmlingen zum Ziel hatten, Dr. Friedrichsen feststellte, daß Pinakolin in OZ und Bleiempfindlichkeit besonders gute Eigenschaften bei seiner Verwendung im Flugbenzin hat. Auf unsere Anregung hin machte, nachdem wir 1 t Pinakolin aus Leverkusen hierfür bereitgestellt hatten, die Abteilung Brennstoffversuche im Flugmotor größere Versuche, die die bei den Prüfungen im kleinen gefundenen Werte bestätigten. Eine praktische Verwertung lehnte damals das Luftfahrtsministerium mit dem Hinweis auf den O-Gehalt des Pinakolins als toten Ballast ab. Der Wunsch Pinakolin auf eine einfachere Weise als aus Aceton über Pinakon herzustellen, veranlaßte Dr. Friedrichsen, zu diesen Synthesen aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd die höheren KW aufzubauen, zumal dabei auch höhere Diene

rein und einfach herzustellen waren. Das aus dem Dioxan abgespaltene Rohpinakolin ist 92 %, nach Waschen mit heißer starker HCl wird mit sehr guter Ausbeute daraus nach Destillation das Reinpinkolin mit nachstehenden OZ-werten erhalten.

Pinakolin aus Pinakon unverbleit OZ 112-114, verbleit über der Meßgrenze d. Apparatur d. Abt. Brennstoffversuche

"	"	Dioxan	"	"	113,6	"	"	"	"	"
Tetramethyläthan	n.	Pinakon	"	"	93	verbleit	110			
"	"	"	Dioxan	"	93	"	112 d.i. Isoktan	(hohe	Bleiempfindlichkeit.	

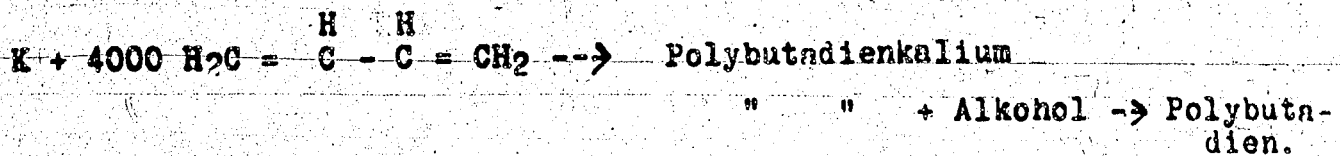
Polymerisation von Butadien und Isopren mit Alkalimetall in Benzinlösung (Dr. W. Hoeß, Dr. G. Stern, Frl. H. Lotz)

Beschreibung des Verfahrens:

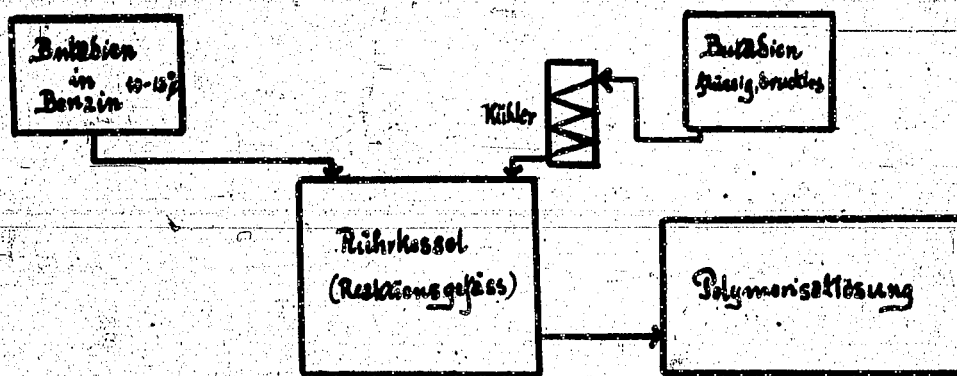
Als wir unsere Versuche zur Herstellung farbloser Lackharze aus Di- enen, vorzugweise Butadien beendet hatten, wollten wir feststellen, ob bei der technisch wichtigsten Dienpolymerisation, der von Buta- dien zu kautschukartigem Polybutadien, in gleichem Maße die außeror- dentlich geringen Spuren von O-haltigen Verbindungen hemmen oder fördern, wie wir dies bei der Polymerisation mit $AlCl_3$ u. BF_3 beobachtet hatten. Dabei hatte ich das Augenmerk vor allem auf die Poly- butadienherstellung bei Atmosphärendruck gerichtet, um die umständ- liche besonders auch bei Forschungsarbeiten viel Mechanikerarbeit er- fordernde Druckapparatur zu umgehen. Zudem ist es für die fabrika- tionstechnische Ausführung von großem Nutzen, wenn man das gesteckte Ziel in einem drucklosen Verfahren erreichen kann. Wir begannen mit der Polymerisation von gasförmigem Butadien an Alkalimetall und führ- ten dies in einer kleinen technischen Apparatur Frühjahr 39 durch. Die Feststellung im Verlauf des Krieges, daß Sowjetrußland, auf dem gleichen Verfahren aufbauend, nur mit einem neuen leistungsfähigeren Katalysator, seine Herstellung von synthetischem Kautschuk in großem Maße erfolgreich durchgeführt hatte, bestätigte, daß der von uns da- mals eingeschlagene Weg erfolgversprechend war und führte Okt. 42 zum Auftrag Prof. Krauchs an uns, auf Grund unserer eigenen Erfahrungen und den uns aus Rußland bekanntgewordenen Daten dieses Verfahren versuchstechnisch durchzuprüfen. Dies veranlaßte uns zu unserem Vor- schlag v. 18.1.43 die Polybutadienherstellung in der Gasphase ähnlich wie beim Oppanol auf dem Band u. die Ausspeicherung mit dem Knetwolf vorzunehmen. Dr. Hoeß hat hierfür einen dem Russenkatalysator in der Leistung gleichen, in der Zusammensetzung ähnlichen, aber in der Handhabung weniger empfindlichen Kontakt ausgearbeitet. Wir hatten bei unseren ersten Versuchen körniges Na - oder K-metall verwendet und in etwa 5 Tagen die Polymerisation zu Ende geführt, während der Russenkontakt diese Leistung in 2 Tagen erzielte. Neben der Gasphase- polymerisation hatten wir aber seit Ende 38 die Polymerisation in Lösung ausgeführt, und festgestellt, daß diese viel rascher verläuft. Wir erreichten damals in Lösung in 24 h dasselbe, was wir in Gasphase in 5 Tagen erreichten. Dazu bot die Lösungspolymerisation eine Reihe von Vorteilen. Vor allem war zu erwarten, daß sich bei einem solchen Verfahren die Reaktionswärme viel leichter abführen und durch inten-

Beilage 2 .

Polymerisation von Butadien und Isopren mit Alkalimetall
in Benzinlösung (Dr. W. Hoeß, Dr. G. Stern, Frl. H. Lotz)



15 % Butadien in Benzin gelöst + K-metall als Paste (aktive K-menge < 1 %) bei 25-30° zur Reaktion anlaufen lassen, dann sogleich durch flüssiges Butadien abkühlen, auf einer Temperatur zwischen 0°C und 20°C halten, ergibt in wenig Stunden eine 20 - 30 % Polymerisatlösung. In 24 Std. wird der Rührkessel dreimal gefüllt und entleert.



Fabrikationsschema.

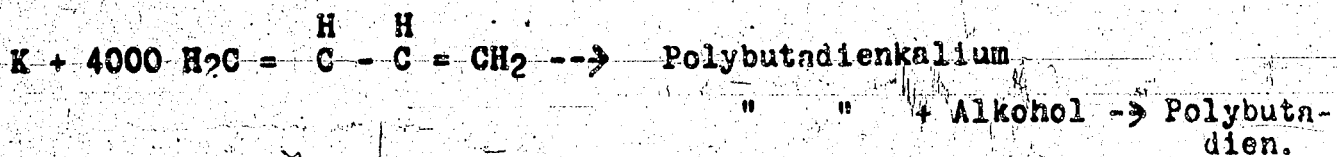
Herstellungskosten bei Tato-Anlage: Anlagekosten RM 75 000.-

Für 1 t Polybutadien als etwa 20-30 % Lösung in Benzin sind abgesehen von Benzin nötig:

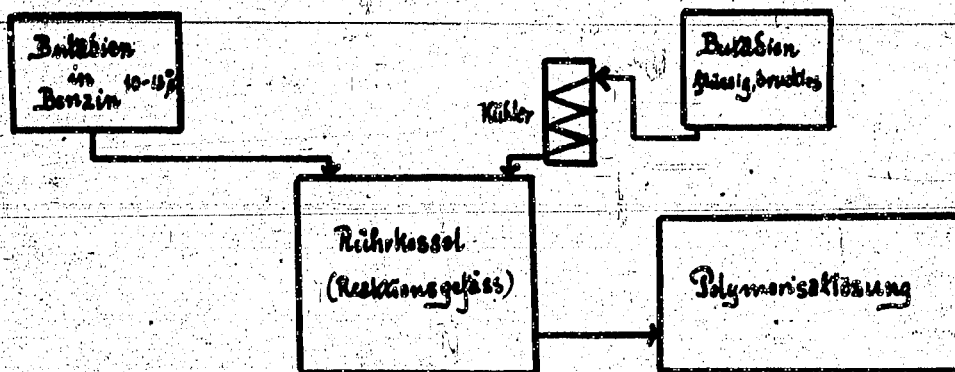
Rohtoffe: 1010 kg Butadien,
5,2 kg K-Paste (30 %),
2,5 kg NaOH (zur Feintrocknung).

Beilage 2.

Polymerisation von Butadien und Isopren mit Alkalimetall
in Benzinlösung (Dr. W. Hoeß, Dr. G. Stern, Frl. H. Lotz)



15 % Butadien in Benzin gelöst + K-metall als Paste (aktive K-menge < 1 %) bei 25-30° zur Reaktion anlaufen lassen, dann sogleich durch flüssiges Butadien abkühlen, auf einer Temperatur zwischen 0°C und 20°C halten, ergibt in wenig Stunden eine 20 - 30 % Polymerisatlösung. In 24 Std. wird der Rührkessel dreimal gefüllt und entleert.



Fabrikationschema.

Herstellungskosten bei Tato-Anlage: Anlagekosten RM 75 000.-

Für 1 t Polybutadien als etwa 20-30 % Lösung in Benzin sind abgesehen von Benzin nötig:

- Rohstoffe: 1010 kg Butadien,
- 5,2 kg K-Paste (30 %),
- 2,5 kg NaOH (zur Feintrocknung).

Energien: 360 KWh Niederspannung für Eismaschine, Rührer u. Pumpen, 96 cbm Kühlwasser.

Löhne : 3 Mann je Schicht RM 86,40 + 50 % Gehalt + 12 % Betriebsmaterial- und Laborkosten.
RM 86,40 + 43,20 + 10,37 = RM 140.-- .

Reparaturkosten: 8 % v. Anlagekapital + 13 % Amort. u. Zins + 1,8 % Feuerschutz u. Steuer Sa. 22,8 %
RM 46,84.

Spesen je 1 kg Tato-Anlage:

10 Tato-Anlage:
Anlagekosten RM 515 000
5 Mann je Schicht

Rohstoffe:		Butadien	257,72 Pfg.	Butadien	Isopren
		K-Paste	3,64 "	261,39	156,50
		NaOH	0,03 "	Rohstoffe :	0,68
Energien:	El. Energie	0,58 "		Energien :	0,68
	Kühlwasser	0,096 "		Löhne :	2,34
	Löhne	14.-- "		Rep. etc. :	3,23
	Rep. Am. St.	4,68 "			
			280,75		267,64
			=====	Oprena B	162,75
				Oprena	

Energien: 360 KWh Niederspannung für Eismaschine, Rührer u. Pumpen, 96 cbm Kühlwasser.

Löhne : 3 Mann je Schicht RM 86,40 + 50 % Gehalt + 12 % Betriebsmaterial- und Laborkosten.
 RM 86,40 + 43,20 + 10,37 = RM 140.--

Reparaturkosten: 8 % v. Anlagekapital + 13 % Amort. u. Zins
 + 1,8 % Feuerschutz u. Steuer Sa. 22,8 %
 RM 46,84.

Spesen je 1 kg Tato-Anlage:

10 Tato-Anlage:
 Anlagekosten RM 515 000
 5 Mann je Schicht

Rohstoffe:		Butadien	257,72 Pfg.	Butadien	Isopren
		K-Paste	3,64 "	Pfg.	Pfg.
		NaOH	0,03 "	Rohstoffe :	261,39 156,50
Energien:	El. Energie	0,58 "		Energien :	0,68 0,68
	Kühlwasser	0,096 "		Löhne :	2,34 2,34
	Löhne	14.-- "		Rep. etc. :	3,23 3,23
	Rep. Am. St.	4,68 "			
			280,75		267,64 162,75
			=====		Oprena B Oprena

sives Rühren im Reaktionsgefäß überall gleichmäßige Bedingungen einhalten lassen. Da nun Mittel und Arbeitskräfte es nicht gestatteten, beide Verfahren nebeneinander auszuführen, mußte ich mich dazu entschließen, die Gasphasepolymerisation zurückzustellen. Unsere Versuche haben nun ergeben, daß man in Lösung sehr gleichmäßige Polymerisate mit großem Durchsatz in einer sehr einfachen Apparatur und somit, wie die Zusammenstellung auf der vorhergehenden Seite zeigt, mit geringen Spesen erreichen kann.

Im Einzelnen ist über das Verfahren folgendes zu bemerken:

Man ist gewohnt, und ich folgte im Vorangehenden diesem Gebrauch, diese Polymerisation als Katalyse zu bezeichnen. Unsere Versuche brachten mich zunächst als Arbeitshypothese, zur rein chemischen stöchiometrischen Auffassung. Am Kopf der vorigen Seite gab ich die-
ger für eine Polybutadien vom Molegewicht 200 000 etwa, Ausdruck. Bei den bekannten Versuchen ist der tatsächliche Verbrauch an sogenannten Katalysator stets größer, nie kleiner als es dem stöchiometrischen Verhältnis entspricht. Es wird stets etwa 1/10000 vom entstandenen Polybutadien an Alkalimetall verbraucht, wenn man von dem durch Verunreinigungen bedingten Verbrauch absieht. Polymerisiert man in Gasphase, so bleibt die Reaktion bei giftfreiem Butadien im Höchstfall beim 6000 X. stehen. Polymerisiert man in Lösung, so fanden wir dann Produkte von gleichmäßigen Eigenschaften, also gleicher Molgröße, wenn man Sorge trug, daß nie mehr als einige zehntausendstel aktives Kalium vorhanden waren. Da die vorhandene Menge K-zerstörender Verunreinigungen stets größer sein wird, und zwar in jedem Falle in nie genau bestimmbar Maß, so gaben wir das Alkalimetall stets in Portionen von dieser Größenordnung zu und wählten die Zeitabstände so, daß der Reaktionseintritt zu erkennen war. (OZ 14258). Man kann das Polymerisat als ein Polybutadienkalium ansehen, das durch Alkohol zersetzt wird. Bei so geringen K-metallmengen ist Alkoholzusatz zur Zerstörung an sich nicht notwendig, wenn man sicher ist, daß die Alkalimetallmenge gleichmäßig verteilt ist. Vorsichtshalber wird man stets vor der Ausbringung zur Weiterverarbeitung etwas K-metall zerstörendes zusetzen, um etwaige der gleichmäßigen Verteilung entgangene K-metallreste sicher zu zerstören. Auch bei Emulsionspolymerisation liegt der O₂-verbrauch der Peroxyd-lösung in der Größenordnung von 1/10000 der entstandenen Bunmenge und auf der gleichen Höhe, die für den Abbau wirksame Eisenoxydmenge. Man könnte hier von einem Bunaperoxyd sprechen und von dessen stöchiometrischem Umsatz mit Eisenoxyd. So betrachtet, kann man die Unsicherheit im Umsatz aller dieser Polymerisationsreaktionen dadurch kennzeichnen, daß die eine Reaktionskomponente selbst bei reinsten Ausgangsstoffen nur einen kleinen Bruchteil der stets vorhandenen Verunreinigungen darstellt, daß ein Teil dieser mit ihr sich umsetzen und sie zerstören kann und da uns meist kein analytisches Hilfsmittel zur Verfügung steht, die genaue Menge der schädlichen Verunreinigungen festzustellen. Nur an dem Eintreten oder Ausbleiben der Polymerisationsreaktionen selbst läßt sich An- oder Abwesenheit der schädlichen Verunreinigungen erkennen. Diese Überlegungen fanden wir für die Polybutadien und -isoprenherstellung bei den bisher üblichen Temperaturen über 25°C bestätigt. Wir erhielten Produkte gleichmäßiger Qualität dann immer bei portionsweisem Zusatz der kleinen Mengen. Bei diesem Vorgehen vergeht je nach der Menge schädlicher Verunreinigungen oft längere Zeit, bis diese durch die zugesetzte Menge K-metall, als K-paste beseitigt sind. Wir fanden nun, daß man die benötigte Kaliummenge dann auf einmal zusetzen kann, wenn man die

-/-

Reaktionslösung, sobald sich bei etwa 25° eine Temperatursteigerung bemerkbar macht, rasch auf unter 20° abkühlt. Die Reaktion verläuft bei diesen zwischen 0° u. 20° C liegenden Temperaturen ebenso rasch, wie bei den höheren - in der Hauptsache in etwa 2-Stunden. Diese bei niedriger Temperatur entstandenen Produkte zeigen noch bessere Werte, wie die nach dem vorbeschriebenen Verfahren erhaltenen und sind ebenso gleichmäßig. Hierbei fällt die geringe Abhängigkeit der eigentlichen Polymerisationsreaktion von der Temperatur besonders auf; während die Anlaufreaktion, bei der sich nach der Auffassung Zieglers möglicherweise ein K-Butadien oder nach anderer Meinung aus einem Elektron des Kaliums ein aktives Butadien als Reaktionskeim bildet, in üblicher Weise temperaturabhängig ist. Die Anlaufreaktion folgt den kinetischen Gesetzen der Reaktionen in verdünnten Lösungen, während die Polymerisation Folge eines durch den Reaktionskeim ausgelösten Energiestoßes auf einen schon dichter gepackten, möglicherweise als Aggregate schon vorgebildeten Molekülverband ist. Je niedriger die Temperatur, umso enger sind die Moleküle benachbart um so günstiger für Polymerisation, um so ungünstiger aber für die Anlaufreaktion zur Reaktionskeimbildung.

Bei der Polybutadienherstellung bietet sich das Butadien, das durch die Reaktionswärme verdampft oder frisch zugeführt wird als Kühlmittel an, bei der Polyisoprenherstellung ist es zweckmäßig ein niedrig siedendes Lösungsmittel, z.B. Butan und einen Zusatz von Butan zu verwenden. Da letzteres uns nicht zugänglich war, benutzten wir an dessen Stelle das für diese Reaktion entgegen weitverbreiteter Auffassung gänzlich indifferente Isobutylene.

An die Reaktionsteilnehmer sind nach unseren Erfahrungen folgende Anforderungen zu stellen:

Lösungsmittel:

Es kann jeder gesättigte oder ungesättigte KW verwendet werden, der nicht mit Alkalimetall reagiert, gleichgültig welchen Siedepunkt er hat. Er muß frei von alkalimetallzerstörenden Verunreinigungen sein. Seine Auswahl kann dem Verwendungszweck angepaßt werden. Leichtsiedende für den Herstellungsprozeß nötige kann man zum Schluß durch höhersiedende ersetzen. Da die Art des Lösungsmittels vom Verwendungszweck bestimmt wird oder es wieder vollständig in den Herstellungsprozeß zurückkehrt, wurde davon abgesehen es in die Unkostenberechnung einzusetzen.

Butadien (Isopren): Es muß frei sein von alkalimetallschädlichen Stoffen, z.B. Aminen, die aus dem Kontakt herkommen können und frei von Dimeren, die beim Lagern unter Druck entstehen. Isopren neigt bei Luftzutritt zur Formaldehydbildung. Alle diese Verunreinigungen sind bei der Herstellung leicht zu beseitigen und wenn das Butadien von der Fabrikation frisch gasförmig oder flüssig durch Leitung besogen wird, dann ist nur eine letzte Nach Trocknung des flüssigen Butadiens mit festem NaOH nötig. Soll Butadien gelagert werden, so ist es drucklos zu lagern, dann kann es noch nach Monaten ohne weitere Reinigung verwendet werden. Bei Bezug in Transportgefäßen ist stets eine stärkere Nach Trocknung nötig.

Butadien wird als Paste, 30 % angewandt, wie sie vom Kautschuk-Industriehersteller hergestellt wird.

K:1

M.4

Herrn Dr. Müller-Lu.

Stang autverulich

2 Kr. Dapen K:217-Deim

K:300 Dis. Ambores

2 Weikwahr

12. 4/44 Stern

Isoformsynthese und Polymerisation

1) Isoformsynthese aus Isobutylen u. Formaldehyd über 1,3-Dioxan (Kofen 154,82/kg) 2) Dimethylbutadien, Tetramethylmethan u. Pinakolin aus Trimethyläthylen auf Methylalkohol od. Sinteranhydridge üb. 1,3-Dioxan wie Isopren. 3) Lösungspolymerisation von Butadien u. Isopren mit K-Metall zu synthetischem Kautschuk in Lösung (Speisen 10 g/kg) - Oprena - vorwiegend für Strich-Kautschuk u. Tautschuren, wobei die Isoprenlösungen mit der Pistole spritzbar sind, dabei ergeben sie ungefüllt eine um gleiche Festigkeit und Dehnung wie Smokid Kautsch. 4) Chlorkautschuk aus Oprenalösung durch Fällung ohne Löslösungsmittel zu müssen. 5) Filmpressmethode zur Gorpelbestimmung für Forderung aus Polymerisations- u. Vulkanisationsvorgang u. zur Kontrolle im Betrieb.

Stern 9. Apr. 1944.

1933 hatte ich zusammen mit Dr. Werner Kopp bei Versuchen Butadien mit Olefinen zu farblosen Lackharzen zu kondensieren festgestellt, daß außerordentlich geringe Mengen organischer Verunreinigungen die Reaktion stark beeinflussen und wir begannen dann, diese Erfahrungen auf die Butadienpolymerisation zu synthetischem Kautschuk anzuwenden. Diese Versuche, die im technischen Maßstab mit Künheiten für 100-200kg je Beschickung ausgeführt wurden, ließen sich im Herbst 1943 in den technischen und chemischen Erfordernissen soweit übersehen, daß die Unterlagen für eine größere technische Anlage gewonnen waren. Wir waren gerade dem Übergang an Stelle von Butadien das nach dem neuen von Dr. Wilh. Friedrichsen ausgearbeiteten Verfahren gewonnene Isopren zur Polymerisation zu verwenden, als durch eine Fliegerbombe am 9. 9. 43 beide Versuchsanlagen vollständig zerstört wurden.

In der Beilage 1 (S. 4) ist das Herstellungsverfahren für Isopren aus Isobutylen durch Anlagerung von 2 mol Formaldehyd zum 4,4-Dimethyl-1,3-Dioxan und Wiederabspalten von 1 mol Formaldehyd und Wasser am Phosphorsäurekontakt in einem Fabrikationschema wiedergegeben und Anlage- und Betriebskosten auf Grund der bisherigen Erfahrungen für eine 10 Tonnanlage aufgestellt. Isopren ist danach erheblich billiger als Butadien herzustellen und erfordert im Vergleich zu dem aus Acetylen gewonnenen Butadien nur geringe Mengen an el. Energie. Die Untersuchung der aus Isopren hergestellten Polymerisate ergab, wie im Folgenden gezeigt wird, eine Reihe wertvoller für die Strich- u. Kautschuktechnik besonders wichtiger Eigenschaften, die Polybutadienen und Bunaerzeugnissen ganz fehlen: Dehnungselastizitäten der ungefüllten Vulkanisate wie sie bisher nur mit Naturkautschuk zu erhalten waren, dabei eine so niedrige Viskosität ihrer Lösungen in Benzin, daß 20% Lösungen nicht nur mit dem Pinsel streichbar, sondern sogar mit der Pistole spritzbar sind. Bei einer Besprechung im Sommer 43 wies Hr. Dr. Koppmann von der Laro-Abteilung ganz besonders darauf hin, daß diese Eigenschaften bei Natur- und Kautschuk bisher fehlt, für die Kautschuktechnik aber äußerst wertvoll ist. Sobald nach Wiederherstellung der zerstörten Apparaturen die nötigen Mengen an Isoprenprodukten zur Verfügung stehen, sollen die Verwendungsmöglichkeiten in dieser Richtung hier durch die Laro-Abteilung geprüft werden.

Diese Lösungspolymerisate in Benzin, deren Herstellung und Sektionskosten in Beilage 2 (S. 6) im einzelnen beschrieben sind und für die wir die Bezeichnung Oprena vorschlagen zeigen als Ausgangsrohstoff für Chlorkautschuk sehr vorteilhafte Eigenschaften. Dr. Ph. Schenkel, dem ich die Aufgabe gestellt hatte, nach Verwertung für unsere Oprenalösungen zu suchen, prüfte deren Verhalten bei Chlorieren und stellte dabei für die Isoprenpolymerisate fest, daß aus deren stark verdünnten Lösungen beim Einleiten von Cl_2 bei -10° unter gutem Rühren ein feinkörniger gut filterbarer in allen für Lachrohstoffe in Frage kommenden Lösungsmitteln löslicher Chlorkautschuk erhalten werden kann.

19114 1250 4 42

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein

Handl.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

X Stern 9. Apr. 1944

Man vermeidet auf diese Weise das kostspielige Eindampfen der Chlorkautschuklösungen, wenn man als Lösungsmittel für die Hoprenpolymersale gradkettige Paraffin-kw. be-
nutzt. Butadienpolymersale geben in gleicher Weise chloriert ebenfalls gut fiktierbare
feinkörnige Chlorkautschuke, die aber in keinem bekannten Lösungsmittel löslich sind.
Sie lassen sich in der Wärme, wie andere Kunststoffe verformen und ihre Unlösbarkeit in
allen Lösungsmitteln mit ihrer chemischen Unangriffbarkeit können für besondere Zwecke wert-
voll sein, doch sind schon die Rohstoffkosten und der Energiebedarf für sie im Vergleich zum Isopren
so viel höher, daß sie sich damit nicht vergleichen lassen.

Unser erstes Bestreben ging dahin, die Oprenalösungen als solche für Strichwaren und zum
Kaschieren von Grobzeugen oder auch zum Veredeln von Feinzeugen zu verwenden und wir
sanden am 12.3.42 eine Probe unserer Butadienpolymersale an die Bunaprüfstelle Levertufen.¹⁾
Man weiß oft darauf hin, daß im Vergleich zur Reifenindustrie, der Verbrauch an Buna für
Strich- u. Tauchwaren klein sei. Man muß hier aber nicht nur die reinen Fabrikwerte ver-
glichen, sondern die der Volkswirtschaft erhaltenen großen Werte, wenn z.B. Textilwaren durch
einen Schutzüberzug aus solchen Kautschukartigen Stoffen eine erhöhte Lebensdauer erhalten.
Gerade die Oprenalösungen zeigen gleiche, z.T. sogar höhere Festigkeiten und Dehnungs-
elastizitäten bei viel geringeren Viskositäten als Naturkautschuk- oder Buna-lösungen (siehe
die Ergebnisse der neuen Prüfungs-methode für Kautschukfilme und die beigefügten Filme-
proben).

Wir fanden im Werk der Oprenaniederlassung ein technisches An-
probieren solcher mit Oprena überzogener Gewebe in Arbeitshandschuhen, Arbeitsschuhen
und in den Kautschukflächen der Feuerwehr und der Luftschutzes. Diese Versuche führten zu
den Gebrauchsmusteranmeldungen Dr. Schenkels: OZ 12955, 14396, 14397, S.M. 261/2, 293.
Es wurden bis zur Erlösung der Patente v. 1.1.43-9.9.43 13380 Paar Handschuhe,
Feuerwehrschlächte: v. 1.1.43-31.1.44 120 St. L-Schlächte kaschiert.

Auch das Werk Capel prüft die von uns mit Oprena überzogenen Gewebe.
Nachdem unsere Probeendung nach Levertufen ohne Prüfungsergebnis geblieben war, die oben
erwähnten Gebrauchsmusteranmeldungen zu Anträgen zweier auswartiger Firmen, einer
der Arbeitshandschuhbrauche und einer der Arbeitsschuhbrauche bei der Zentrale geführt hatten
und schließlich über die Patentsache wir als die ausführende Stelle erkannt waren, gaben wir
nochmals Proben zur Prüfung diesmal an die neue Bunaprüfstelle an, von der wir auch un-
ter dem 15.9.43 im Prüfungsergebnis erhielten, auf das wir im Einsetzen in der Beilage 4,
(die nachfolgt), eingehen. Die oben erwähnten Tatsachen hatten es uns erwünscht erscheinen lassen, uns
selbst nach geeigneten Prüfungs-methoden nur zu sehen, zugleich nach solchen, die für Lösungen ge-
eignet sind nicht in erster Linie auf die Reifenprüfung zugeschnitten sind. Wir bemühen uns den
Vergleichsprüfungen Durchmesser 0,1-0,2 mm starke Filme, wie sie als Proben
beiliegen.

Dr. W. Friedrichsen hat die in Beilage 3, S. 9-37) im einzelnen beschriebene Methode angeber-
tet und auf meine Veranlassung hat Ed. Hedwig Lotz, meine Assistentin, diese zur Reifenbestim-
mungsmethode weiterentwickelt. Gewirkt werden vulkanisierte Filme, die aus Lösungen, nach-
dem diese mit Vulkanisator u. Schwefel versetzt sind, auf ebenen Glasplatten durch Eindampfen in
einigen Stunden oder über Nacht gewonnen werden. Man kann nach dieser Prüfungs-methode die kin-
maschinelle Einwirkung veranlaßt, aus einem neuen Polymerisat nach mehreren Stunden, spätestens
am nächsten Tage Vergleichswerte haben. Wir stellen täglich unter Beihilfe eines Laboranten im 4.
Lehrjahr und einer weiblichen Laborantinnenkraft 30 Filme her und an jedem derselben werden je
acht Festigkeits- und Dehnungswerte bestimmt. Trotz der durch die Fliegerangriffe im
Werk Oppau entstandenen Störungen gelang es in der Zeit vom Sept. 43 - April 44 etwa 3000 Filme
mit 15-20000 Prüfwerken an etwa 100 Polymerisaten auszuführen. Ohne diese Störungen, sind

1) Auf unsere Anfrage am 29.12.42 erfuhr wir, daß der Sachbearbeiter häufig verreist sei u.
dies ist wohl auch Ursache, daß wir auch bis heute noch von dieser Stelle ohne Prüfungsergebnis sind.

1/13106 1252 5 42

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein	Name	Postl.	Urb. rechtsch. nach DIN 34	Z. 1000 01/11/42
---	------	--------	----------------------------	------------------

Dieselbe Aufgabe in etwa der halben Zeit durchführbar gewesen. Sie war es nur dank der Einfachheit
 des Prüfgeräts und der Unbekümmertheit der Ausführenden um die Schwierigkeiten auf dem Versuchsfeld.
 Die vorliegenden, im einzelnen durch Anhänger bezeichneten Filmproben zeigen, daß es mit dem gewählten
 Vulkanisatormischung möglich ist, ungeschälte Filme herzustellen, von denen besonders die aus Styren-
 gummierten Oprenapollen in Festigkeit, Dehnung und Griff den Smoked Sheetsproben gleichen nur in
 der Korbzähigkeit sind alle synth. Produkte dem natürlichen bis her noch unterlegen. Styren zeichnet
 sich bei den kalibrierten Stoffproben noch durch seinen weichen Griff aus, denn ist es sehr viel preis-
 werter. Die hohe Lagerbeständigkeit der Oprenapollen zeigen die von Dr. Daniel vor Jahren ausgeführ-
 ten Proben. Die neue Filmpulvmethode, bei der der Zerrvorgang ja ein anderer als beim Schöpfer-
 ring ist, gibt kleinere Festigkeitswerte. Um beide Prüfweisen aufeinander beziehen zu können haben
 zwei von der Bismarckstelle Lu auf dem Kalandar hergestellten Filme auf unserm Prüfgerät zerrissen.
 Eine Smoked Sheetsprobe ungeschält, Schmelzwert 120 kg 500% Dehnung und eine mitgeschälte Bismarck-
 Sprobe, d.h. 200, 250 kg 500% Dehnung. Die erste ergab bei nur 50 kg 600% und die zweite 100 kg 500%
 alle Daten auf ungedehnten Querschnitt bezogen. Das Verhältnis 120:250 ist nahezu dasselbe wie das 50:100. Der
 Zerrpunkt von 50 kg für diese ungeschälte auf dem Kalandar gemischte mit AZ vulkanisierte Filmprobe aus
 Smoked Sheets ist von der gleichen Höhe (14) wie die der verschiedenen von uns aus Lösung gegossenen
 mit Permal vulkanisierten Smoked Sheetsproben. Diese neue Filmpulvmethode ist also als Vergleichsmetho-
 de brauchbar und kann ihren vollen Vorteil wegen für Forschungen arbeiten über verschiedenen Polymerisations-
 arten und Fragen der Vulkanisation sowie zur Kontrolle im Betrieb bei den einzelnen Fabrikationsstufen
 angewandt werden. Sie kann in der physikalischen Richtung hin viel weiter vorgehen werden und hierdurch
 manche Vorgänge der elastischen Dehnung Messungen leicht zugänglich machen. Daß die Werte die-
 ser Methode ab und niedriger sind als beim Schöpfering hängt mit der anderen Dehnungsweise zusammen.
 Bei dem letzteren werden alle Stützfasern durch die Dehnung parallel gerichtet und so stark ver-
 krammt bei der ersten in der einen Ebene aber allseitig auseinandergezogen. Die Filmpulvmetho-
 de zeigt ferner eine erwartete Abhängigkeit der Festigkeit von der Filmdicke. Es überrascht aber
 daß diese schon bei Dicken von 10-30 $\cdot 10^{-2}$ mm so stark und besonders daß sie für die verschiedenen
 synthetischen Produkte verschieden groß ist. (Vergl. die Kurventafeln Beilage 3 S. 11 bis die von Oprenab 245
 S. 19) Es scheint ein Zusammenhang zwischen dieser von uns als Filmdicke bezeichneten Größe und dem
 die Festigkeit steigenden Einfluß der Aktivität durch eine große Oberflächenentwicklung gekennzeichne-
 ten Rufes zu bestehen. Produkte mit hohem Filmdickwert zeigen eine besonders getriggerte Festigkeit bei
 niedriger. Mit hoch geschälte Filme zeigen einen entsprechend niedrigen Filmdickwert. Am Ende
 Filmdickwert (s. auch die Korbzähigkeit der elastischen Dehnung gleichzeitig leicht bestimmen (Tafel
 am Ende von Beilage 3), einen Weg die Rückprallzeitzeit an Filmen zu messen kann man sich noch
 nicht, da diese für den Reißer sehr wichtige Größe gegenüber der Dehnung elastisch ganz zurücktritt,
 wenn Filme auf kleinen Oberflächen oder Stöckchenwindel werden, wurde dann ganz abgesehen, es sei
 aber auf die interessante Tatsache hingewiesen, daß bei Styren Lösungspolymerisate bei hoher Festigkeit
 und Dehnung elastisch einen sehr schlechten Rückprall, Emulsionspolymerisate hohen Rückprall
 und geringe Festigkeit geben. Auf eine wichtige neue Eigenschaft von Lösungspolymeri-
 sation und gelösten Emulsionspolymerisaten sei noch aufmerksam gemacht. Mischt man zwei Lö-
 sungen von solchen unterschiedener Festigkeit miteinander, so erhält man nicht augenmerklich den Mittel-
 wert, wie bei der Mischung auf dem Kalandar, man kann schon durch Zusatz von 10% des hochwerti-
 gen die Festigkeit des geringwertigen auf, ja über die des hochwertigen hinausbringen (Beilage 3 S. 16)
 aber auch das Gegenteil ist möglich, nämlich gleichwertige können Minderwerte ergeben. Das mo-
 lekulare Gemisch der Lösung verhält sich anders als das beim Kalandarprodukte.
 Es besteht daher für Mischungen von Lösungspulven die Notwendigkeit der Prüfung. In dieser Eigen-
 schaft der Lösungen liegt aber auch die Möglichkeit Standardwerte durch Mischung zu erhalten.

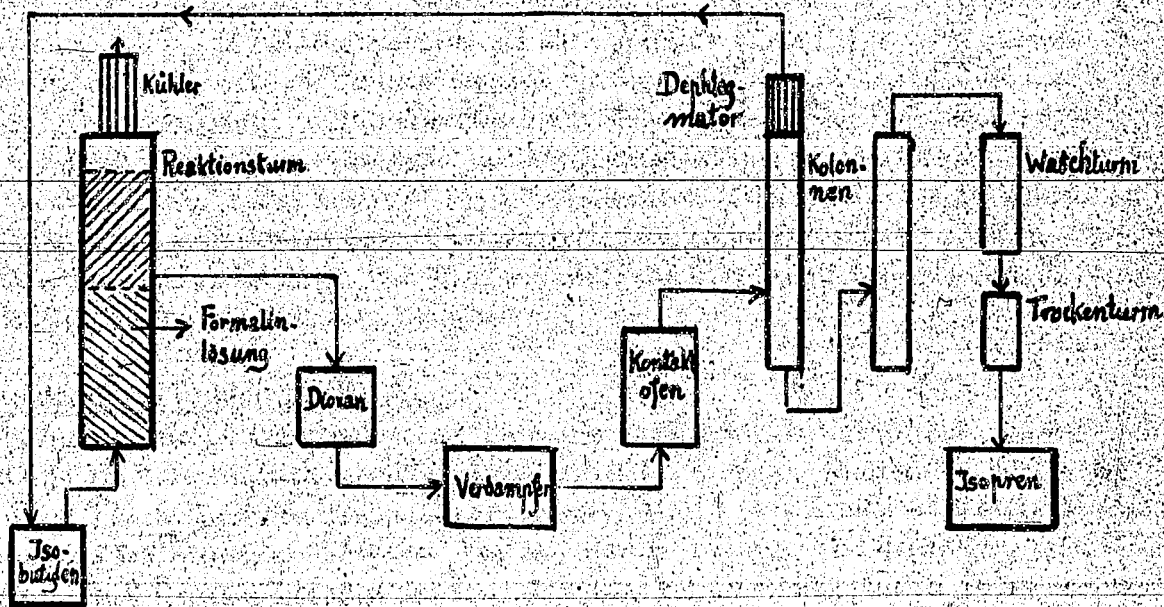
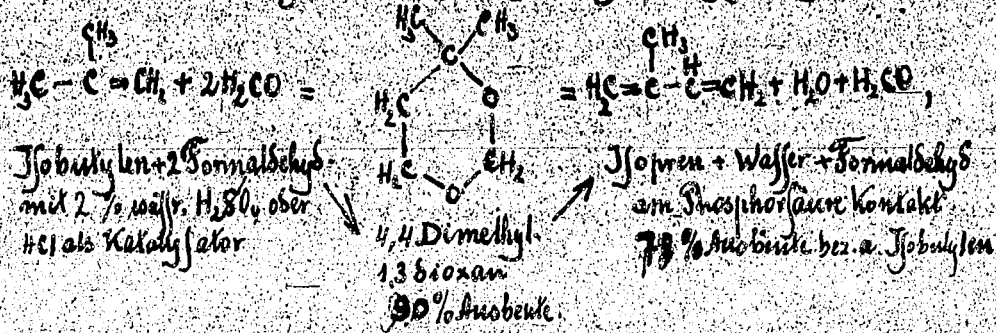
19186 7250 4 42

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein	Mater.		K... ..
Tag	Name	Urheberrechtsschutz nach DIN 24	

Beilage 1.

Herstellung verzweigter Diene aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd über

Sie 1.5 Diexane. Vgl. Dr. H. Friedrichsen: Isoprensynthese.



Fabrikationschema.

Herstellungskosten bei Taloanlage: Anlagekosten 500 000 RM davon 100 000 RM f. Bauleinrichtungen 200 t. Apparatur 50 t. Bau

Für 1 t. Isopren Rohstoffe: 1053 kg Isobutylen, 1116 kg Formaldehyd 30% Lsg 402 kg davon zurück. 109 kg H₂SO₄, 85 kg NaOH, 4,5 kg KOH, 134 kg Kontakt

Energien: H-Dampf 4 t, M-Dampf 4 t, El. Hochspannung 1220 kWh, Kühlwasser 230 tmm, Heißgas 750 000 WE

Löhne: 3 Mann je Schicht 86,40 RM + 50% Schalt + 12% Betriebsmaterial u. Lohn

Reparaturkosten: 8% Amortisation u. Zins 13% Feuer- u. Diebstahl, Steuer 1,8% Sa. 22,8% v. Anlagekapital 312,26 RM.

Speisen je 1 kg Taloanlage:

10 Taloanlage: 6 Mann je Schicht 3500 000 RM Anlagekosten.

Rohstoffe:	99,06 A	99,06 A
Isobutylen	99,06 A	99,06 A
Formaldehyd	18,30 .	18,30 .
H ₂ SO ₄ , KOH, NaOH	1,88 .	1,88 .
Kontakt	6,16 .	6,16 .
Energien: Dampf, el. Energie, Wasser, Heißgas	4,74 .	4,74 .
Löhne, Schalt, Betriebsmaterial	14 .	2,80
Reparaturkosten, Amol, Zins, Steuer	31,23 .	21,86 .
Sa	175,37	154,80

Beschreibung des Verfahrens: Isobutylen wird bei 60° durch Filterkerzen fein verteilt in eine 30% Formalinlösung, die 2% H₂O₂ enthält eingeleitet. Das Dioxan scheidet sich als obere Schicht ab, und wird zum Verdampfen geführt während die verarmte Formalinlösung neu angereichert wird. Das Dioxan das auch etwas Tertiärbutylalkohol enthält, wird über einen 1% Phosphorsäurekontakt bei 260° geleitet. Dabei zerfällt es in Isopren, Wasser und Formaldehyd, während der Tertiärbutylalkohol wieder Isobutylen bildet, das mittels Kolonne an einem Drehregulator abgetrennt und zurückgeführt wird. In einer zweiten Kolonne wird das Isopren von der dünnen Formalinlösung (8%) getrennt, quasschen und getrocknet. Die Formalinlösung enthält noch unverändertes Dioxan, und etwas (5%) Rückstand. Die beiden letzteren lassen sich aus der Formalinlösung abtreiben, da sie bei 52° mit Wasserdampf flüchtig sind und dann durch Destillation voneinander trennen. Mit Ausnahme des Reaktionskörpers, der in allen Teilen phenylatisiert sein muß wird die Apparatur aus Eisen hergestellt.

Nach dem gleichen Verfahren wie hier das Isopren herstellbar ist, kann aus Trimethyläthylen Dimethylbutadien gewonnen werden. Trimethyläthylen läßt sich sowohl aus den verschiedenen Amylalkoholen durch H₂O-Abspaltung als auch aus allen Pentanen durch Dehydrieren gewinnen, da sich in der Hitze am Kontakt alle Pentane bis zum Gleichgewicht in Trimethyläthylen überführen lassen. Es ist nicht nötig, diese Pentane voneinander zu trennen, denn mit Formaldehyd reagiert, unter diesen Bedingungen nur ein Olefin mit der Doppelbindung am verzweigten Ende und das einzige noch mögliche Penten dieser Art, das 2-Methylbuten-1 ist bei den für die Klufthebung des Trimethyläthylens notwendigen hohen Temperaturen ganz unbeständig. Es ist höchstens zu 1% in dem Gemisch vorhanden. Bei Kleinversuchen im Labormaßstab wurden aus Trimethyläthylen 70% Dimethylbutadien erhalten.

Pinakolin als Kohlenwasserstoffgemisch
 Es sei hier zugleich hervorgehoben, daß das aus Trimethyläthylen herstellbare 4,4,5-Trimethyl-1,3-Dioxan zugleich die Mächtigkeit bietet, das heute für Flugbenzin höchster OZ (so wertvolle Pinakolin herzustellen. Zugleich mit diesem Dioxan entsteht wahrscheinlich das Isomere 5,5,6-Trimethyl-1,3-Dioxan, das mit starker wässriger HCl gespalten, Pinakolin liefert. Auf Dioxan bezogen wurden 47% Pinakolin erhalten, hierbei fallen zwangsläufig 17% Dimethylbutadien an, das man auch, wenn man auf Flugbenzin abzielt, hydriert als Tetramethyläthan an Stelle von Isooktan verwenden kann, da es diesem verbleibt in OZ gleichwertig und an Dichteempfindlichkeit überlegen ist (s. unten).

Für die Klufthebung dieser Verfahren ist es von Interesse darauf hinzuweisen, daß 1936 bei unseren Arbeiten, die Zusammenhänge zwischen OZ und Konzentration bei KW und deren O-Abkömmlingen zum Teil hatten, Dr. Friedrichsen feststellte, daß Pinakolin in OZ und Dichteempfindlichkeit besonders gute Eigenschaften besitzt. Verwendet im Flugbenzin hat. Mit unserer Kurierung hin, machte, nachdem wir 1t Pinakolin aus Leverkusen hierfür bereitgestellt hatten, die Abklärung Dichteempfindlichkeit im Flugmotor größere Versuche, die die bei den Prüfungen im Kleinen gewonnenen Werte bestätigten. Eine praktische Verwertung lehnte damals das Luftfahrtministerium mit dem Hinweis auf den O-Schalt des Pinakolins als toten Ballast ab. Der Wunsch Pinakolin auf eine einfachere Weise als aus Katalon über Pinakon herzustellen veranlaßte Dr. Friedrichsen zu diesen Synthesen aus verzweigten Olefinen und Formaldehyd die höheren KW aufzubauen, einmal dabei auch höhere Diene sein und einfach herzustellen waren. Das aus dem Dioxan abgespaltene Rohpinakolin ist 92%, nach Wachen mit 80° heißer starker HCl wird mit sehr guter Ausbeute daraus nach Destillation das Reipinakolin mit nächstbestm OZ-werten erhalten.

Pinakolin aus Pinakon unverbleit OZ 112-114, verbleit über der Messgrenze d. Apparatur d. Abt. Bräu.

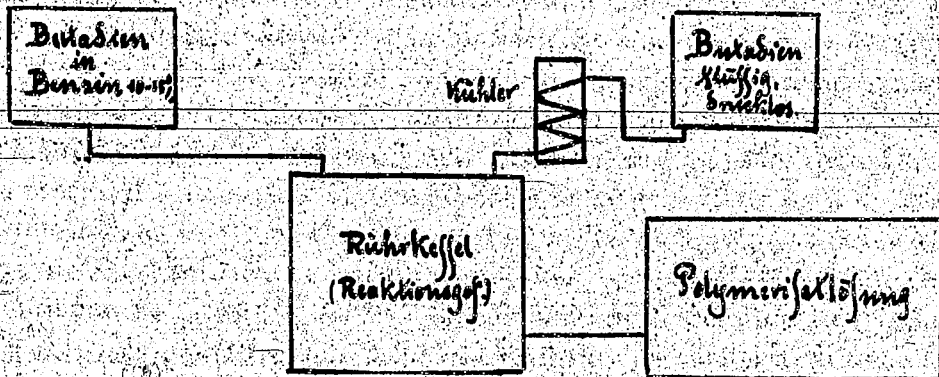
Dioxan	113.6		
Tetramethyläthylen a. Pinakon	98	110	[Kraftversuche E. Lichtkeit]
" " Dioxan	93	112.5	= Isooktan (hohe Dichteempfind-)

Beilage 2

Polymerisation von Butadien und Isopren mit Alkalimetall
in Benzinslösung (Dr. W. Hoef, Dr. S. Kern, Frl. H. Lotz)



15
16% Butadien in Benzinslösung + Kmetall als Paste (aktive K-menge < 1%) bei 25-30° zur Reaktion anlaufen lassen, dann (sofort) durch flüssiges Butadien abkühlen auf einer Temperatur zwischen 0° und 20° halten, ergibt in wenigen Stunden eine 20-30% Polymerisat-lösung. In 24h wird der Rührkessel dreimal gefüllt und entleert.



Fabrikationschema

Herstellungskosten bei Fabrikanlage: Anlagekosten 75000 RM.

Für 1 t Polybutadien als etwa 20-30% Lösung in Benzin sind abgesehen vom Benzin
nötig:

Rohstoffe: 1010 kg Butadien, 5,2 kg K-Paste (30%), 2,5 kg NaOH (zur Feinreinigung)

Energien: 360 kWh Niederspannung für Kismaschine, Rührer u. Pumpen, 96 cbm Kühlwasser

Löhne: 3 Mann je Schicht 86,40 RM + 50% Gehalt + 12% Betriebsmaterial- u. Laborkosten.
RM 86,40 + 43,20 + 10,37 = RM 140,-

Reparaturkosten: 8% v. Anlagekapital + 13% Amort. u. Zins + 1,5% Feuer- u. Diebstahl + 2,8%
RM 46,84

Speisen je 1 kg Fabrikanlage:

Rohstoffe:	Butadien	257,72	Übstrag:	262,07
	K-Paste	5,64	Löhne	14,-
	NaOH	0,03	Rep. Am. St.	4,68
Energien:	El. Energie	0,58		280,75
	Kühlwasser	0,096		
				262,07

10 Fabrikanlage:

Anlagekosten	515000 RM	5 Mann je Schicht		
Rohstoffe:	Butadien	261,59	Isopren	156,50
	Löhne	0,68		0,68
	Löhne	2,24		2,24
	Rep. St.	3,23		3,23
		267,64		162,75
	Optima B		Optima	

Beschreibung des Verfahrens: Als wir unsere Versuche zur Herstellung polymerer Lackharze aus Di-
 enin vorzugsweise Butadien bundel hatten, wollten wir feststellen, ob bei der radikalisch katalysierten
 Diethylmetrisation, der von Butadien zu Kautschukartigen Polymerten, in gleichem Maße die abge-
 ordentlich geringen Spuren von O-haltigen Verbindungen hemmen oder fördern, wie wir dies bei der
 Polymerisation mit Mg u. D.F. beobachtet hatten. Dabei hatte ich das Augenmerk vor allem auf
 die Polymerisationsherstellung bei Atmosphärendruck gerichtet, um die industriell besonders
 auch bei Forschungsarbeiten viel Mechanikerarbeit erfordernde Druckapparatur zu umgehen.
 Zudem ist es für die Fabrikations-technische Ausführung von großem Nutzen, wenn man das ge-
 wöhnliche Ziel in einem drucklosen Verfahren erreichen kann. Wir begannen mit der Polymerisation
 von gasförmigen Butadien an Alkalimetall und führten dies in einer kleinen technischen Apparatur
 im Frühjahr 39 durch. Die Feststellung im Verlauf des Krieges, daß Sowjetrußland, auf dem gleichen
 Verfahren aufbauend, nur mit einem neuen leistungsstärkeren Katalysator, seine Herstellung
 von synthetischem Kautschuk in großem Maße erfolgreich durchgeführt hatte, bestätigte das von
 uns damals eingeschlagene Weg erfolgversprechend war und führte Okt. 42 zum Auftrag Prof. Krausko
 an uns, auf Grund unserer eigenen Erfahrungen und den uns aus Rußland bekannt gewordenen
 Daten dieses Verfahren versuchsweise durchzuführen. Dies veranlaßte uns zu unserem Vorschlag
 v. 10. 1. 43 die Polymerisationsherstellung in der Gasphase ähnlich wie beim Apparat, auf dem Baad
 u. die Auszeichnung mit dem Titelwort vorzunehmen. Dr. Koch hat hierfür einen dem russ. Kataly-
 sator in der Leistung gleichen, in der Zusammenstellung ähnlichen aber zu der Hauptbestandteil
 für empfindlichen Kontakt ausgeführt. Wir hatten bei unseren ersten Versuchen kürzester Na-
 K-Metall verwendet und in etwa 5 Tagen die Polymerisation zu Ende geführt, während der russ.
 Katalysator diese Leistung in 2 Tagen erzielte. Neben der Gasphasenpolymerisation hatten wir aber
 seit Ende 39 die Polymerisation in Lösung ausgeführt, und festgestellt, daß diese viel rascher verlief.
 Wir erreichten damals in Lösung in 24 h das, was wir in Gasphase in 5 Tagen erreichten. Dann
 bot die Lösungs-polymerisation eine Reihe von Vorteilen. Vor allem, was zu erwarten, daß sich bei
 einem solchen Verfahren die Reaktionswärme viel leichter abzuführen und durch intensiveren Rühren
 im Reaktionsgefäß überall gleichmäßige Bedingungen einklinken lassen. Da nun Mittel und Arbeits-
 Kräfte es nicht gilt, beide Verfahren nebeneinander auszuführen, mußte ich mich dem schnelleren
 in der Gasphasenpolymerisation zurückziehen. Unsere Versuche haben nun ergeben, daß man in
 Lösung sehr gleichmäßige Polymerisate mit großem Durchsatz in einer sehr einfachen Appa-
 ratur und somit, wie die Zusammenstellung auf der vorhergehenden Seite zeigt, mit geringen
 Speizen erreichen kann.

Zur Einleitung ist über das Verfahren folgendes zu bemerken:
 Man ist gewohnt, und ich folgte im vorangegangenen dem Gebrauch, diese Polymerisation als Kataly-
 se zu bezeichnen. Unsere Versuche brachten mich, zunächst als Arbeitshypothese, zur rein chemischen
 stoichiometrischen Auffassung. Am Kopf der vorigen Seite gab ich dieser für ein Polymerbutadien vom Mol-
 gewicht 200 000 etwa, K -Druck. Bei den bekannten Versuchen ist der tatsächliche Verbrauch an so-
 genannten Katalysator stets größer, wie kleiner, als es dem stoichiometrischen Verhältnis entspricht, es
 wird stets etwa $\frac{1}{10000}$ vom entstandenen Polymerbutadien an Alkalimetall verbraucht, wenn man von dem durch
 Verunreinigungen bedingten Verbrauch absieht. Polymerisiert man in Gasphase, so bleibt die Reaktion bei
 gasförmigen Butadien im Höchstfall beim 6000%. Wenn Polymerisiert man in Lösung, so fanden wir dann
 Produkte von gleichmäßigen Eigenschaften, also gleicher Molekülgröße, wenn man Sorge trug, daß nie mehr
 als einige Zehntausendstel aktives Kalium vorhanden war. Da die vorhandene Menge K -restlösen-
 der Verunreinigungen stets größer sein wird, und zwar in jedem einzelnen Fall in nie geringer be-
 stimmbarer Maße, so gab es für das Alkalimetall stets in Portionen von dieser Größenordnung zu
 und wählten die Zeitabstände, so, daß der Reaktionszeitpunkt zu erkennen war. (02 14 258) Man kann
 das Polymerisat als ein Polymerbutadienkalium ansehen, das durch Alkohol zerlegt wird. Bei geringen K -
 metallmengen ist Alkoholzusatz zur Zerlegung an sich nicht notwendig, wenn man sicher ist, daß die
 Alkalimetallmenge gleichmäßig verteilt ist. Vorichtshalber wird man stets vor der Destillation zur
 Weiterverarbeitung etwas K -metall zerstückt hinzufügen, um etwaiger gleichmäßiger Verteilung un-

17118 - 1250 - 4

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein	Nr.	Butyl 2 X 2	Atomgewicht 87
---	-----	-------------	----------------

gangene Katalysator sicher zu zerstören. Auch bei der Katalysatorpolymerisation liegt der O_2 -verbrauch der Peroxydabspaltung in der Größenordnung von 1/10 000 der entstandenen Polymermenge aus auf der gleichen Höhe die für den Abbau wirksamer Katalysatormenge. Man könnte hier von einem Dimerperoxyd sprechen und von dessen stochiometrischem Umsatz mit Katalysator. So betrachtet, kann man die Unsicherheit im Umsatz aller dieser Polymerisationsreaktionen dadurch kennzeichnen daß die eine Reaktionskomponente selbst bei reinen Ausgangsstoffen nur einen kleinen Bruchteil der stets vorhandenen Verunreinigungen darstellt, daß ein Teil dieser, mit ihr sich mischen und sie zerstören können und da man meist kein analytisches Hilfsmittel zur Verfügung stellt, die genaue Menge der schädlichen Verunreinigungen festzustellen. Nur an dem Katalysator oder Katalysator der Polymerisationsreaktion selbst läßt sich die An- oder Abwesenheit der schädlichen Verunreinigungen erkennen. Diese Überlegungen haben wir für die Polybutadien- und -isoprenherstellung bei den bisher üblichen Temperaturen über $25^\circ C$ bestätigt. Wir erhalten Produkte gleichmäßiger Qualität dann immer bei portionsweisem Zusatz der kleinen Mengen. Bei diesem Vorgehen vergeht je nach der Menge schädlicher Verunreinigungen oft längere Zeit, bis diese durch die zugesetzte Menge Katalysator, abgebaut, beseitigt sind. Wir fanden nun, daß man die benötigte Katalysatormenge dann auf einmal zusetzen kann, wenn man die Reaktionslösung, sobald sich bei etwa 25° eine Temperatursteigerung bemerkbar macht, rasch auf unter 20° abkühlt. Die Reaktion verläuft bei diesen zwischen 0° und 20° liegenden Temperaturen ebenso rasch, wie bei den höheren - in der Hauptsache in etwa 2 Stunden.

Diese bei niedriger Temperatur entstandenen Produkte zeigen noch bessere Werte, wie die nach dem vorherbeschriebenen Verfahren erhaltenen und sind ebenso gleichmäßig. Hierbei fällt die geringe Abhängigkeit der eigentlichen Polymerisationsreaktion von der Temperatur besonders auf, während die Anlaufreaktion, bei der sich nach der Auffassung Zieglers möglicherweise ein K-Butadien oder nach anderer Meinung aus einem Elektron des Kaliums ein aktives Butadien als Reaktionskeim bildet, in üblicher Weise temperaturabhängig ist. Die Anlaufreaktion folgt den kinetischen Gesetzen der Reaktionen in verdünnten Lösungen, während die Polymerisation Folge eines durch den Reaktionskeim ausgelösten Energiekopfes auf einen schon vorher geordneten, möglicherweise als Aggregate schon vorgebildeten Molekülverband ist. Je niedriger die Temperatur, um so enger sind die Moleküle benachbart um so günstiger für Polymerisation, um so ungünstiger aber für die Anlaufreaktion zur Reaktionsneubildung. Bei der Polybutadienherstellung bietet sich das Butadien, das durch die Reaktionswärme verdunstet oder frisch zugeführt wird als Katalysator an, bei der Polyisoprenherstellung ist es zweckmäßig ein niedrig siedendes Lösungsmittel z. B. Toluol mit einem Zusatz von Butadien zu verwenden. Da Letzteres nicht zugänglich war, benutzten wir an dessen Stelle das für diese Reaktion entgegen wirksamer Auffassung gänzlich indifferente Isobutylbenzol.

Für die Reaktionskeimbildung sind nach unseren Erfahrungen folgende Anforderungen zu stellen. Lösungsmittel: Es kann jeder gesättigte oder ungesättigte Kohlenwasserstoff verwendet werden der nicht mit Alkalimetall reagiert, gleichgültig welches Siedemittel er hat. Er muß frei von alkalimetallzerstörenden Verunreinigungen sein. Seine Auswahl kann dem Verdunstungszweck angepasst werden. Leicht siedende für den Aufschmelzungsprozess nötige kann man zum Schluß durch höher siedende ersetzen. Da die Art des Lösungsmittels vom Verdunstungszweck bestimmt wird oder es wieder vollständig in den Aufschmelzungsprozess zurückkehrt, wurde davon abgesehen es in die Aufschmelzrechnung einzuführen.

Butadien (Isopren): Es muß frei sein von alkalimetallschädlichen Stoffen z. B. Ammoniak, die aus dem Kontakt herkommen können und frei von Dimeren, die beim Lagern unter Druck entstehen. Isopren neigt bei Luftzutritt zur Formaldehydbildung. Alle diese Verunreinigungen sind bei der Herstellung leicht zu beseitigen und wenn das Butadien von der Fabrikation frisch gasförmig oder flüssig durch Leitung bezogen wird, dann ist nur eine leichte Nachreinigung des flüssigen Butadiens mit festem $NaOH$ nötig. Soll Butadien gelagert werden, so ist es drucklos zu lagern, dann kann es noch nach Monaten ohne weitere Reinigung verwendet werden. Bei Bezug in Transportgefäßen ist stets eine stärkere Nachreinigung nötig.

Katalysator: Er wird als Paste 30% angewandt, wie sie vom Katalysatorhersteller u. hergestellt wird.

12. 4. 44. 6 Hünze & Borikles. No 1 u 2. Dr. Math. G.

4. Anl. 10.

Handwritten text in a cursive script, likely a letter or report, starting with "Handwritten text..." and containing several lines of dense text.

Second section of handwritten text, continuing the narrative or report, with several lines of dense cursive script.

Third section of handwritten text, concluding the main body of the document, with several lines of dense cursive script.

Small printed text at the bottom right corner of the page, possibly a library or archival stamp.

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

Journal-Auszug Nr. 304
10. November 1944

Dr. G. Müller-Casade, z. B.

Dr.

Dr. Hummel z. B. Nr.

Dr. Stade

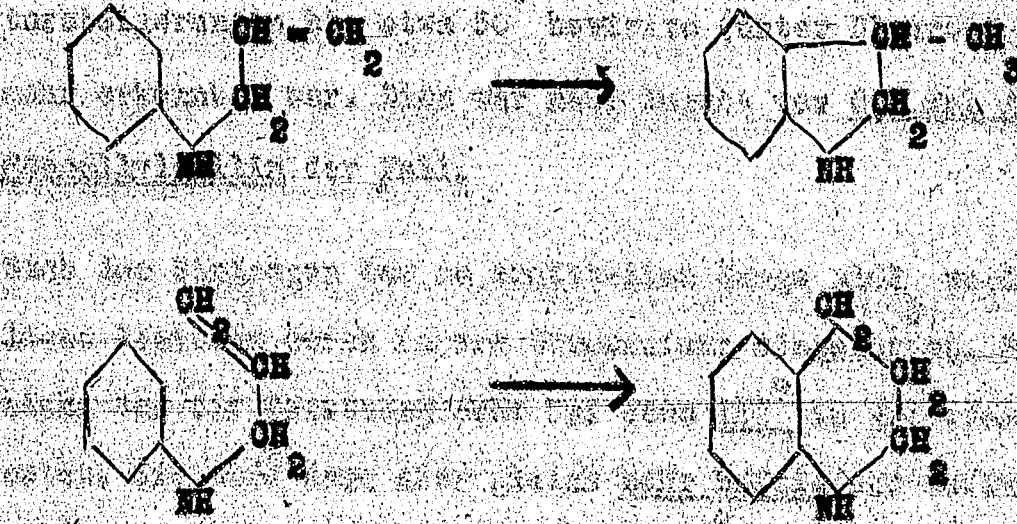
Ueber die Herstellung von Dihydromethylindol
aus Allylanilin.

Zurück an
Ammoniaklaboratorium OP

gez. G. Wietzel

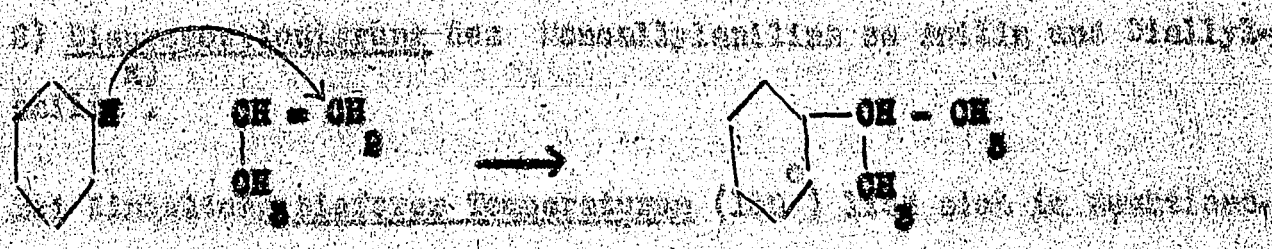
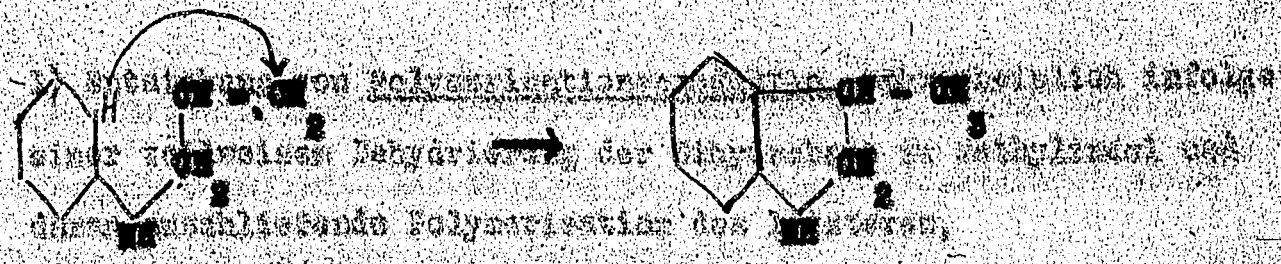
Über die Herstellung von Dihydro- β -methylindol
aus Allylanilin.

Das durch die Propylenchlorierung technisch leicht zugänglich gewordene Allylchlorid setzt sich mit Anilin glatt zu Mono- und Diallylanilin um. Unter Umsetzungsbedingungen, welche den Ringschluß begünstigen, ist aus Monoallylanilin die Bildung von Dihydro- β -methylindol (Dihydro- β -kato) und von Tetrahydrochinolin zu erwarten:



Das Ziel der hier beschriebenen Versuche war die Gewinnung solcher Ringschlußkörper aus Monoallylanilin in wirtschaftlichen Ausbeuten.

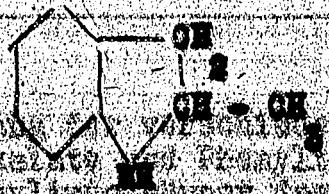
In der Erwägung, daß der unter Wasserstoffwanderung stattfindende Ringschluß als ein Analogon zur Anlagerung von Propylen an den Benzolkern nach dem untenstehenden Schema aufgefaßt werden kann, wurde zunächst Aluminiumchlorid als Katalysator verwendet.



Das Aluminiumchlorid wurde bei Zimmertemperatur solange zugesetzt,
 bis die exotherme Reaktion, welche bei allmählichem Zusatz Tempera-
 tursteigerungen bis etwa 50° bewirkte (unter Blaurotfärbung), nicht
 mehr erkennbar war. Dies war nach Zusatz von 0.5 Mol AlCl₃ auf 1 Mol
 Monomethylindol der Fall.

Nach dem Eintragen der so ermittelten Menge AlCl₃ wurde die eigent-
 liche Reaktion durch äußere Wärmezufuhr eingeleitet. Hierbei zeigte
 sich, daß die Umsetzung erst bei etwa 150° in größerem Umfang ein-
 setzt. Sie wird dann aber gleich sehr heftig und verläuft unter
 rapidem Temperaturanstieg bis etwa 250°.

Die bei dieser Versuchsanordnung erhaltenen Ausbeuten an Dihydro-
 methylindol waren gering. Sie lagen in der Größenordnung von 10%.
 Es wurde nicht das erwartete Dihydrokatol, sondern - durch Verande-
 rung der Methylgruppe - Dihydro-α-methylindol erhalten.



Folgende Nebenreaktionen fanden in beträchtlichem Umfang statt:

1) Entstehung von Polymerisationsprodukten, wahrscheinlich infolge einer teilweisen Dehydrierung der Dihydrobase zu Methylindol und deren anschließende Polymerisation des letzteren,

2) Disproportionierung des Monoallylanilins zu Anilin und Diallylanilin.

Bei Einhaltung tieferer Temperaturen (150°) ließ sich im Reaktionsprodukt gleichfalls Dihydromethylindol nachweisen, aber die erwähnten Nebenvorgänge standen trotzdem noch sehr im Vordergrund. Selbst bei Temperaturen, bei denen die Entstehung von Dihydroindolkörpern nicht mehr einwandfrei nachweisbar war ($50 - 60^{\circ}$), wurde in geringem Umfange Disproportionierung und in größerem Umfange Polymerisation beobachtet.

Es wurden nunmehr einige Versuche mit anderen Katalysatoren gemacht.

Zinchlorid wirkt viel milder als Aluminiumchlorid, es bewirkt keine so hohe Temperatursteigerung und scheint die Umsetzung einheitlicher zur Bildung von Dihydrokatol (unter Ausschluß von Dihydro- α -methylindol) zu lenken. Es wurden $0,5$ Mol $ZnCl_2$ auf 1 Mol Monoallylanilin und Temperaturen von 200° bis herunter zu 100° angewandt. Aber auch in diesem Falle standen die Disproportionierungs- und Polymerisationsvorgänge gegenüber der Ringschlussreaktion noch stark im Vordergrund.

Desgleichen wurden bei Anwendung von Schwefelsäure ($0,5$ Mol Säure auf

*) Zur Identifizierung der verschiedenen Reaktionsprodukte dienten deren Pikrate, Oxalate und Phenylthioharnstoffe, zum qualitativen Nachweis des Methylindolkörpers das Ehrlich'sche Reagens (p-Dimethylaminobenzaldehyd).

1 Mol Monoallylanilin) Indolkörper nachgewiesen, jedoch besteht hier wie beim $AlCl_3$ die Neigung zu plötzlichen Reaktionsabbrüchen unter Ablauf der bekannten Nebenvorgänge.

Es wurden auch noch andere Katalysatoren wie $FeCl_3$, $SnCl_4$, P_2O_5 geprüft. Auch diese scheinen den Ringschluss zu bewirken, ohne daß aber vorläufig besondere Vorteile festgestellt werden konnten.

Die bisherigen Versuche führten zu dem Schluß, daß Aluminiumchlorid als Katalysator doch nicht ganz ungeeignet ist. Denn Katalysatoren wie $SnCl_4$ bewirken zwar einen milden Reaktionsablauf, führen aber zu ziemlich geringen Ausbeuten und schließen dabei die Nebenreaktionen keineswegs aus. Demgegenüber schien $AlCl_3$ immerhin den Vorteil zu bieten, daß außer den Nebenreaktionen wenigstens die Bildung von Dihydromethylindol etwas mehr in Vordergrund steht. Deshalb wurde zunächst das $AlCl_3$ doch wieder herangesogen und versucht, durch Anwendung möglichst geringer Mengen desselben die Nebenvorgänge tunlichst einzuschränken und dabei die Bildung von Dihydromethylindol doch noch in lohnendem Umfange durchzuführen. Bei Anwendung katalytischer Mengen $AlCl_3$ (1 %) und mehrstündigem Erhitzen auf den Siedepunkt des Monoallylanilins wurden tatsächlich merklich bessere Ausbeuten an Dihydrokatol und Dihydro- α -methylindol erhalten (insgesamt ca. 35 %), ohne daß freilich die Disproportionierung und Polymerisation in nennenswertem Umfange zurückging.

Des weiteren wurde versucht, die Polymerisation durch Anwendung von Verdünnungsmitteln einzuschränken. Der bei der Friedel-Crafts-Reaktion

als Lösungsmittel häufig verwendete Schwefelkohlenstoff bewährte sich jedoch nicht, da er unter den vorliegenden Bedingungen als ungesprochener Wasserstoffgeber wirkt. Er führt als solcher das Dihydro-methylindol in Methylindol über, welches sich polymerisiert, und wird selber gespalten unter Entstehung von beträchtlichen Mengen Schwefelwasserstoff.

Besser eignen sich Kohlenwasserstoffe zu Verdünnungsmitteln, Die Anwendung derselben scheint den Vorteil zu bieten, daß die Umsetzung heller im Sinne der Bildung von Dihydrokatol (ohne Dihydro- α -methylindol) verläuft. Andererseits bleibt der Umfang der Disproportionierung und Polymerisation ziemlich unverändert. Die Anwendung tieferer Temperaturen (180°) in Gegenwart von Lösungsmitteln ist, wie in den früheren Fällen, von einem raschen Fallen der Ausbeuten ohne wesentlichen Rückgang der Nebenreaktionen begleitet.

Des weiteren wurde versucht, der zur Bildung von Methylindol und Polymerisation führenden Dehydrierung entgegenzuwirken durch Aufpressen von Wasserstoff. Hierdurch wurde aber die Umsetzung weitgehend in Richtung der Spaltung des Allylanilins in Anilin und Propylen verschoben.

Die Versuche, welche von April bis August 1944 in der Gruppe Dr. Fleming ausgeführt wurden, mußten zu Gunsten anderer Arbeiten von höherer Kriegswichtigkeit vorläufig abgebrochen werden.

x) z.B. Benzin, Ligroin, Cyclohexan

Zusammenfassung.

Durch Erhitzen von Monoallylanilin in Gegenwart von katalytischen Mengen Aluminiumchlorid (und anderen Katalysatoren) wurden Ringschlussreaktionen herbeigeführt, welche Dihydro-*o*- und *p*-methylnadol in Ausbeuten bis zu 35 % lieferten. Daneben finden Dehydrierungs- und Polymerisationsvorgänge sowie Disproportionierung des Monoallylanilins zu Anilin und Diallylanilin statt.

gez. Stade

gez. Flemming

Fe - Ni

18.10

I. G. Ludwigshafen

. Stickstoff-Abteilung

An **Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi**

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Zeichen Kr./Op.309	Tag 15. Oktober 1943
--------------	--------------------	------------------------------	-------------------------

Betreff **Eisenpulver - Vorräte.**

Vom 1.1.43 bis 14.10.43 wurden folgende Mengen Eisenpulver verkauft, verbraucht und an andere Betriebe abgegeben:

Sorte	t	=	moto
A	19.3	=	2 "
E	351.5	=	37 "
C	362.9	=	38 "
H	174.0	=	18 "
P	6.8	=	0,7 "

Die Vorräte ^{die} am 14.10.43 vorhanden waren, reichen unter der Annahme, dass in den nächsten Monaten der Bedarf in der gleichen Höhe bleibt wie im bisherigen Verlauf des Jahres, für:

Sorte	Vorrat am 14.10.43 t	reicht für etwa Monate
A	18.2	2
E	327.4	8.8
C	135.1	3.5
H	11.5	0.6
P	26.0	37.0

Vorräte:

Die Sorten A und P werden voraussichtlich in nächster Zeit nicht mehr hergestellt werden, weil die Vorräte genügend gross sind und kein nennenswerter Verbrauch besteht. In den Hauptsorten E, C und H betrug der Bedarf in 9/2 Monaten des laufenden Jahres 888,4 t = 93 moto, während nur 583,8 t = 61,4 moto erzeugt wurden. Die Vorräte in den Sorten C und H sind sehr gering. Bei diesen Sorten muss die Produktion gesteigert werden, was nur auf Kosten der E-Pulverherstellung möglich ist. Es wird sich daher der an sich z.Zt. noch günstige Vorrat an E-Pulver entsprechend verringern.

Gapel:

Sollte die Herstellung in Oppau durch feindliche Angriffe zum Erliegen kommen und sollten wir Gapel, dessen rasche Fertigstellung in einem solchen Fall durch besondere Massnahmen erzwungen werden müsste, anfahren, so ist dort nur eine Produktion von zunächst 50 moto vorgesehen. Die Vorräte sollten daher nicht mehr wesentlich gesenkt werden, sondern wären tunlichst auf einer Höhe zu halten, die gestattet, den Anforderungen, die sich z.Zt. auf 93 moto belaufen, innerhalb einer gewissen Zeit nachkommen zu können.

in der man durch Verbringung von Maschinen und Apparaten nach Gabel dort die Produktion steigern müsste.

Die Montage in Gabel geht z.Zt. nur sehr langsam vor sich. Es sind nur 3 Schlosser dort tätig; wir haben versucht, den Gb Nachrichten und den Ringführer "Eisenpulverkerne" zu veranlassen, uns von den grossen Elektrofirma 4-5 weitere Schlosser zu geben. Eine Zusage wurde bis jetzt nicht gegeben. Auch steht ~~noch~~ eine Anzahl von Apparaten sowie vornehmlich ein Posten Hochdruckamaturen z.Zt. noch aus, was mit den unzureichenden Zuteilungen des Gb Chem im vergangenen Jahr zusammenhängt, der von uns wiederholt auf die Dringlichkeit der Anlage hingewiesen wurde aber, weil er nichts hatte, auch keine Zuteilungen machen konnte. Erst seit Frühjahr dieses Jahres ist darin eine Besserung eingetreten; immerhin stehen aber noch heute 41 t Eisen aus, deren Zuteilung im 4. Quartal vom Gb Chem zugesagt wurde.

Produktion in Oppau:

Für den laufenden Monat rechnen wir hier in Oppau mit einer Produktion von 65 t. Wenn alles in Ordnung bleibt und vor allem die Versorgung mit Kohlenoxyd, die z.Zt. günstig ist, auch nach dem Wiederanfahren von Isobutyl so bleibt, schätzen wir für die kommenden Monate mit einer Produktion von etwa 75-80 t. Die Produktion von Eisencarbonyl in der einen zur Verfügung stehenden Kammer hat in den Vormonaten des öfteren wegen Kohlenoxydmangels gelitten.

Müller

D: Herrn Dr. Schlecht

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

G e h e i m !

27.9.44

1

Aktennotiz über eine Besprechung im Reichsamt für Wirtschaftsausbau am 31.8.44 über Carbonyleisenpulver.

Vom Amt waren anwesend die Herren Dr. Eckell, Dr. Stephan und Erlenbach, vom Hauptausschuss Elektrotechnik die Herren Oberpostrat Müller, Prof. Franz und Obering. Hanne, von I.G. die Herren Dr. Schlecht, Cluss, Dr. Döll, Dr. v. Fleischbein u. Dr. Kramer.

Von der I.G. wurde auf die unbefriedigende Erzeugungslage für Eisenpulver hingewiesen, die an sich besteht und durch besondere Ereignisse noch verschärft wurde. Einem Vorrat von etwa 100 t stehe ein Bedarf in etwa 3 facher Höhe gegenüber, der, z.Zt. nicht gedeckt werden könne, zumal die Wiederaufnahme des Betriebes in Oppau noch nicht abzusehen sei. (Eisenpulverherstellung wurde inzwischen am 17.9. wieder aufgenommen). Von den Herren des HAE wurde der Bedarf mit 80 - 100 t Carbonyleisenpulver pro Monat genannt. Da die Kapazität der Oppauer Anlage auch bei normalem Betrieb zur Deckung des Eisenpulverbedarfs nicht ausreicht, wurde die schon seit langer Zeit schwebende Frage, wie man den Ausbau der Zweitanlage beschleunigen könnte, behandelt. Als Anfahrtermine wurden genannt: 15.9.44 für Gasanlage (ist erfolgt, im Grossen gesehen werden keine prinzipiellen Schwierigkeiten auftreten), 1.10.44 für Hochdruckanlage (wird voraussichtlich etwas überschritten werden). Bis 1.12.44 soll die Anlage auf einer Produktion von 20 moto angelangt sein, bis 1.3.45 soll die volle Produktion von 50 moto erreicht werden.

Die bei der Besprechung noch unklare Lage der Zurverfügungstellung von Facharbeitskräften zur beschleunigten Fertigstellung der Montage hat sich inzwischen als Folge verschiedener Massnahmen geändert. 1.) Durch die Luftwaffe wurden 2 Schlosser zur Verfügung gestellt. 2.) Durch Gb-Chem 3 Schlosser und 1 Schweisser sowie 5 italienische Schlosser, die für den späteren Betrieb nach Beendigung der Montage eingesetzt werden sollen. Der von Herrn O.P.R. Müller zugesagte Schlosser, gegen den im Austausch ein Hochdruckschlosser von Oppau nach Gapel umgesetzt werden sollte, ist bis zum Tage der Niederschrift dieser Notiz noch nicht eingetroffen. Durch die Zuweisung von deutschen Arbeitskräften (Schauspieler, Künstler) und von Italienern wurde von I.G. die Anzahl der vorhandenen Arbeitskräfte für den Betrieb, zahlenmässig gesehen, für ausreichend bezeichnet. (Inzwischen wurde vereinbart, dass Oppau einen Hilfsmeister und 4 Fachwerker für den Betrieb nach Gapel im Austausch gegen etwa 10 Italiener leihweise zur Verfügung stellt, ferner wird ein Hilfsmeister aus einem stillliegenden Betrieb in Oppau der Eisenpulverfabrik zur Einarbeitung zur Verfügung gestellt). Die Bemühungen des Gb Chem, einen Ingenieur zur Verfügung zu stellen, haben Erfolg gehabt. Die Einstellung des betr. Herrn wird nach dessen Vorstellung durch Herrn Dir. Dr. Schierenbeck erfolgen. Nach der Diskussion der Frage, wie man die Oppauer Fertigung auf dem schnellsten Weg wieder in Gang bringen könnte (die sich inzwischen erledigt hat, insofern als der am 31.8. noch bestehende Ausfall eines Gasometers durch Re-

b.w.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

27.9.44

paratur behoben werden konnte), wurde die Frage behandelt, ob der Chem bereit sei, den sofortigen Anstieg der Produktion von 50 auf 100 moto zu kontingenzieren, was von den Herren des Hauptausschusses Elektrotechnik sowohl als auch von Seiten der I.G. als unbedingt erforderlich und vorzuziehend bezeichnet wurde. Herr Dr. Eckell bestätigte auch, dass nach einer bestehenden Anordnung sämtliche Bauvorhaben, die noch nicht in Angriff genommen sind und bis zum März 1945 nicht zum tragen kommen, nicht bearbeitet werden dürfen. Von I.G. wurde die Höhe des erforderlichen Bauvolumens mit RM 50 000 angegeben. Unter Umständen werde diese Erweiterung nach Mitteilung des Herrn Dr. Eckell Gegenstand einer Besprechung zwischen dem Planungsausschuss und dem Ob Chem und Ob N sein, wozu Präsident Kserl zuständig sei.

In Bezug auf Nickel besteht ein Bedarf von 3 moto, die Herren des HIA werden feststellen, ob für die Zwecke tatsächlich Carbonsnickel benötigt wird, oder ob auch Elektrolytnickel in Frage kommt. Die Frage der Verwendung der Apparatur der Zweitanlage zu einer eventuellen Zweifertigung von Nickel wurde dahingehend beantwortet, dass eine solche Produktion von Nickel im Notfall nur auf Kosten von Eisen stattfinden könne.

D'schlag: Herrn Dir. Dr. Müller-Guaradi
Herrn Dr. Schlecht
Herrn Class
Herrn Dr. Krügeloh, Dr. v. Fleischheim
Herrn Dr. Dell
Herrn Dr. Kramer

gez. Jansen
gez. Schlecht

Durchschlag

K A D O K
Konstruktionsabteilung Sti.
z.Hd. Herrn Dipl.Ing. Schaurer.

Carbo-Fabrik
Dr.IS/MU.

26.9.1944.

Eisenpulver-Anlage Capel.

/ In der Anlage übersenden wir Ihnen Kopie des Schreibens vom Reichsamt für Wirtschaftsaubau vom 21.ds.Mts. Da wir ausserordentlich daran interessiert sind, die Produktion von Capel von 50 Moto auf 100 Moto Eisenpulver zu bringen, möchten wir Sie bitten, festzustellen, mit welchem Mindestaufwand an Bauvolumen diese Erweiterung möglich ist.

Zur Zeit sind bereits drei Hochdruckkammern vorhanden, sodass, wenn wir ausser den bereits vorgesehenen vier 500er Oefen noch zwei weitere 500er Oefen in die dritte Kammer einbauen würden, bereits eine Hochdruckkapazität für 100 Moto Eisenpulver vorhanden wäre. Ferner gestattet das vorhandene Zersetzergebäude den Einbau weiterer vier Zersetzer, sodass wir auch auf der Zersetzerseite mit insgesamt acht Zersetzern eine Produktion von 100 Moto schaffen könnten. Es sollte, wenn irgend möglich, versucht werden, diese Montage von zwei Hochdrucköfen und vier Zersetzern ohne zusätzliches Bauvolumen durchzuführen. Wir bitten ferner um Prüfung, ob auf der Seite der Zubehörtteile (Kompressor, Umlaufpumpen usw.) ebenfalls ohne Bauvolumen die Erweiterung durchgeführt werden kann.

Sollten die für die Erweiterung zusätzlich benötigten Apparaturen für die Nachbehandlung des Eisenpulvers (Mühle, Glühofen, Windsichtung) ohne Bauvolumen nicht aufgestellt und in Betrieb genommen werden können, so würden wir notfalls einen Weg suchen, diese Nachbehandlung an anderer Stelle, z.B. in Bitterfeld durchführen zu lassen.

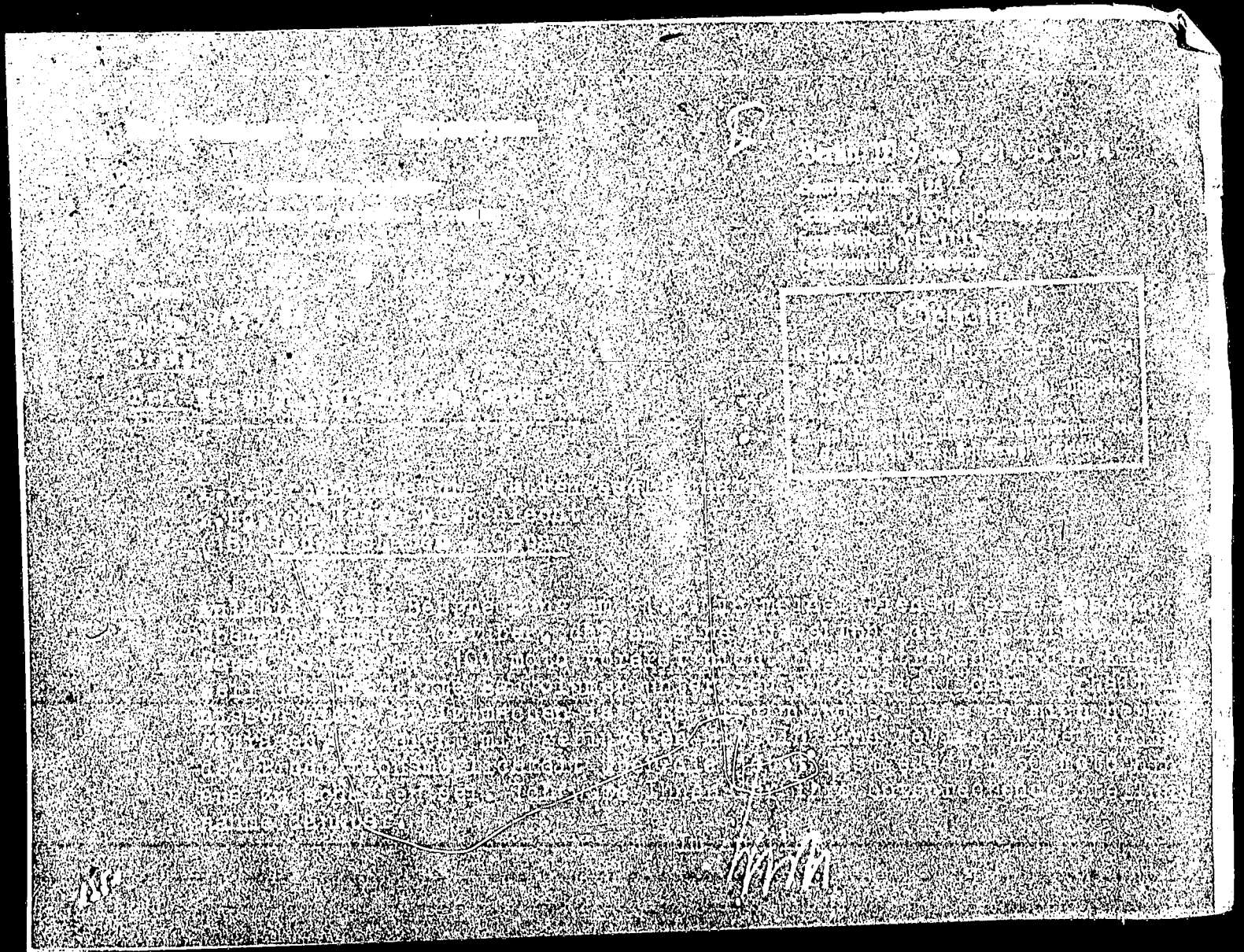
Wir wären Ihnen dankbar, wenn Sie uns nach den obigen Gesichtspunkten eine Aufstellung geben könnten, aus der ersichtlich ist, welche behelfsmässige Ausweitung der Kapazität möglich ist unter der Voraussetzung:

- a) Dass gar kein Bauvolumen zur Verfügung steht.
- b) Dass RM. 10 000.- Bauvolumen zur Verfügung stehen.
- c) Dass RM. 20 000.- Bauvolumen zur Verfügung stehen.

gez. Schlecht

Anlage.

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi
" Dir. Dr. Goldberg
" Dir. Dr. Gögge
" Dr. Pfarrer (z. Verg.)



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

16.22.8

Ø Herrn Dir. Dr. Müller-Cunrad

Carbo-Fabrik
Dr. IS/Ba.

18.8.44

Notiz

Über den Stand des Nickelbetriebes in Froese.

Die Besichtigung am 16. August ergab folgendes:

Durch die Mitarbeit von Dr. S p e e r in Froese als Maschinen-Ing. und die Zuweisung eines Schlosserhilfsmeisters und von 6 Schlossern aus Oppau können jetzt die laufenden Betriebsreparaturen weit rascher erledigt werden als früher. Da ferner auch eine Reihe der seit langem bestellten und noch benötigten Apparateteile nunmehr durch die höhere Einstufung geliefert wurden, konnte die Produktion von 10 t im Vormonat auf 20 t im Juli gesteigert werden. Vom 1. August bis 15. August wurden bereits 16 t Nickelkathoden abgezogen, sodass für den ganzen Monat August voraussichtlich mit einer Produktion von etwa 30 t Elektrolytnickel gerechnet werden kann.

Folgende Engpässe sind zur Zeit noch vorhanden:

- 1.) Die Kapazität der derzeitigen Filteranlage ist trotz der Inbetriebnahme der zusätzlichen Filterpressen 3 und 4 noch zu gering, da die Nutschen immer noch nicht betriebsfähig gemacht werden konnten. Auch für die Zukunft kann von den Nutschen kaum viel erhofft werden, weshalb zur Vorsorge unbedingt ein gummiertes Drehfilter beschafft werden muss.
- 2.) Der Wiegand-Verdampfer zum Konzentrieren der Nickelchloridlösung ist zwar zur Zeit einigermaßen in Ordnung. Seine Leistungsfähigkeit ist jedoch aus den früher von Dr. S t a e g e r wiederholt genannten Gründen immer noch nicht befriedigend. (zu geringes Vacuum wegen zu kurzer Fall-Leitung) Ausserdem sind in naher Zukunft wieder Reparaturen durch Korrosion zu befürchten, sodass die Lieferung des bereits bestellten zweiten Verdampfers mit einer ausreichenden 10 m hohen Fall-Leitung bei der Firma Wiegand noch weiter zu beschleunigen ist.
- 3.) Die Hauptschwierigkeit die heute einer weiteren Produktionserhöhung entgegensteht, liegt in der erheblichen Undichtigkeit der Elektrolyse-Büden. Der Chloraustritt aus den Büden ist immer noch so stark dass die Belegschaft arbeitsunfähig wird, wenn mehr als 6 Büden in Betrieb sind. Dr. M e r g e n s t e r n wird sich dieses grössten Engpasses besonders annehmen und die neue Deckel-Konstruktion nach Dr. H e n s b e r g so rasch als irgend möglich zur praktischen Anwendung bringen. Seine bisherigen Bemühungen, die Kathodenschlitze in den Deckel durch Gummistreifen abdichten, hatten nur geringen Erfolg, vor allem weil 200 der in Ludwigshafen für Froese angefertigten Dichtungs-Gummistreifen durch Feindeinwirkung verbrannt sind.

Zusammenfassung:

Nachdem alle Lösebehälter jetzt ausgemauert und dadurch korrosionsbeständiger geworden sind und nachdem ferner die Lagerbeschwerden an den Lösetrommeln behoben sind, ist zu erwarten, dass nach Eintreffen des zweiten Verdampfers für die Nickelchloridlösung und nach Verbesserung der Zellendeckel-Konstruktion zwecks Verhinderung des Chloraustrittes die Nickelproduktion wesentlich über 30 t pro Monat gesteigert werden kann.

Voraussetzung hierbei ist noch, dass die seit langem für Froese angeforderten Arbeitskräfte zur Verfügung gestellt werden. Dr. O h a l l be-
merkt sich in dieser Angelegenheit als

gez. Schlecht

Techn. Abteilung Ia.
z.Hd. Herrn Dipl. Ing. Schaurer.

Lauge-Abteilung
Dr. LS/Md.

22.11.1944.

Eisenpulveranlage Capel.

In der Anlage übersenden wir Ihnen eine Niederschrift über die Bespre-
chung beim Gebotem am 20. ds. Mts. betr. Erweiterung Capel. Wir möchten
Sie bitten, möglichst umgehend die darin erwähnten Unterlagen für die Er-
weiterung zusammenzustellen und am dem Gebotem einzusenden. Der Gebotem
erwartet diese Unterlagen in den nächsten vierzehn Tagen. Da die Vorarbei-
ten hierzu bei Ihnen bereits weitgehend durchgeführt sind, nehmen wir an,
dass Sie diesen Termin einhalten können.

An Apparaturen kommen - wie früher besprochen - in Betracht:

- 4 500er Hochdrucköfen oder 2 600er Hochdrucköfen,
- 2 Umlaufpumpen und die dazu erforderlichen Abstreifer, Kähler
und Hochdruckarmaturen,
- 1 Kompressor, 1 Wasser-Elektrolyseur, 2 CO-Generatoren,
- 5 Zersetzer, 3 Glühöfen, 1 Mühle, 1 Windsichter.

☞ Herrn Dir. Dr. Müller-Conradi
" " Dr. Schaurer
" " Dir. Dr. Schierenbeck, Op.
" " Dr. Krügeloh, Capel.

☞ Herrn Dr. Kramer, Op.
" " Dr. Klippel/H. Dr. Eckert, Op.
" " Dr. Konrad/H. Dr. Weishardt, Op.
" " Dr. Schlecht, Op.

ges. Schleit

Anschr.

Bericht

Über die Besprechung beim Gehechen am 20. November 1944. (Bln., Saar-
Luisenstraße)

Anwesend:	Herr Dr. Eckell,	Gehechen
	" Dr. Wirth,	"
	" Obering. Koles,	Vermittlungsstelle V, Bln.
	" Dipl. Ing. Konrad,	I. G. Oppau
	" Dr. Schlicht,	" " "

Mit Schreiben vom 10. ds. Mts., das erst heute in den Besitz des Unterzeichneten gelangte, teilte der Gehechen mit, dass auf dringenden Wunsch des Rüstungs-Lieferungsausschusses die Möglichkeit überprüft werden soll, die Eisenpulveranlage Gappel von 50 auf 100 Tonne zu erweitern. Da eine vollkommen neue Bestattung der hierfür notwendigen Aggregate zu untragbaren Termimen führen würde, müsse gegenseitig werden, dass die für die Erweiterung benötigten Apparate, insbesondere die Hochdruckkörper und Zersetzer aus der in Oppau vorhandenen Anlage ausgeleitet und in Gappel aufgestellt werden.

Hierzu teilten wir mit, dass ein Ausbau der für die Erweiterung benötigten Apparaturen aus der Eisenpulveranlage in Oppau an sich sofort stattfinden könnte, wodurch jedoch ein Ausfall in der Eisenpulverproduktion entstehen würde, der zur Zeit im Hinblick auf den außerordentlichen Mangel an Carbonyleisenspulver nicht tragbar ist. Es sei in Oppau trotz der schweren Angriffe immer wieder gelungen, die Eisenpulverproduktion wieder in die Höhe zu bringen und jede Vermeidung der dortigen Apparaturen bringe eine permanente Verringerung des Anbringens aus der jeweils wieder in Betrieb genommenen Oppauer Anlage.

Da in der Oppauer Anlage die Hochdruckapparaturen eine geringere Kapazität haben als die Niederdruckapparaturen (Zersetzeraggregate), werden zwei weitere Zersetzer der Oppauer Anlage bestehend aus dem Weg nach Gappel gebracht, ohne dass hierdurch die Carbonyl-Eisenproduktion wesentlich gestoppt zu werden braucht. Bei den Hochdruckapparaturen jedoch sollte unter allen Umständen vermieden werden, Hochdruckkörper, Umwälzpumpen, Kompressoren, Abkühlkörper und sonstige Hochdruckapparaturen zusätzlich zu beschaffen. Einem ähnlichen Mangel in Oppau habe bereits erachtet, dass in Oppau selbst nichts an derartigen Apparaturen zur Verfügung steht.

Herr Dr. Eckell erwirkte darauf, dass unbedingt die Frage geprüft werden müsse, ob in der I. G. selbst nicht auch noch irgendwelche Lagerbestände vorhanden sind. Dem Dr. Ing. Konrad wird daher von Gehechen beauftragt, zunächst in Oppau nachzusehen und falls diese beständigen, unvollständigen Lagerbeständen zu bestimmten Zeitpunkten eine Veranschaulichung der Lagerbestände zu erstellen. Falls sich aus dem Lagerbestand heraus ergibt, dass die I. G. selbst noch irgendwelche Lagerbestände an Hochdruckkörpern, Umwälzpumpen, Kompressoren, Abkühlkörpern und sonstigen Hochdruckapparaturen besitzt, soll dies dem Gehechen mitgeteilt werden. Falls sich herausstellt, dass die I. G. selbst keine Lagerbestände an Hochdruckapparaturen besitzt, soll dies dem Gehechen mitgeteilt werden.

Langs-Abteilung
Dr. LS/ML.

22.11.44.

2

Unabhängig davon soll von der Techn. Abteilung in Ludwigshafen (Herr Dipl. Ing. S c h a u r e r) umgehend sämtliche Unterlagen an den Ge-
betsam eingereicht werden, die für die Erweiterung der Bismappulver-
anlage Capel von 50 auf 100 Tonne in Betracht kommen.

gez. F. Schick

- g Herren Dir. Dr. Müller-Sunradi, Op.
- " Dir. Dr. Eymann/H. Dipl. Ing. Schaurer, Ia.
- " Dir. Dr. Schierenbeck, Op.
- " Dr. Krügeloh, Capel.
- " Dr. Kramer, Op.
- " Dr. Klippel/H. Dr. Eckert, Op.
- " Dipl. Ing. Konrad/H. Dr. Weinhardt, Op.
- " Dr. Schlicht, Op.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Herrn Dir. Dr. Müller-Gunradi

Herrn Häppler

Herrn Dir. Dr. Krauch

Carbo-Fabrik
Dr. LS/Ra.

12.9.1943

Eisenspülver / Prof. Krauch

Sehr geehrter Herr Häppler!

Obwohl mir der Arzt wegen Herzschwäche und Kreislaufstörungen noch strenge Bettruhe verordnet hat, lasse ich Ihnen diese Zeilen schreiben da mir die Beschaffung von Eisenspülver für Prof. Krauch keine Ruhe läßt. Wie Sie wissen, liegt die Eisenspülverfabrik in Oppau leider immer noch still. Wir haben über Herrn Dr. Eisenhut an Herrn Prof. Krauch den Antrag gestellt, doch 25 Schloßer noch Tage für die Wiederherstellung der Anlagen und 6 Schloßerkräfte für den laufenden Betrieb eine Woche lang von den zurzeit im Primärschießstoff arbeitenden Schloßerkraften abzusaugen, doch hat uns Herr Dr. Eisenhut noch keine diesbezügliche Zusage machen können, sodass in Oppau noch nie vor entsprechend der strikten Anordnung von Herrn Prof. Krauch sämtliche Arbeitskräfte zunächst für die Wiederinbetriebnahme der Schießstoff-Anlage einzusetzen sind.

Ich hoffe aber, dass es Herrn Dr. Eisenhut bald gelingt, von Herrn Prof. Krauch die Genehmigung zu erhalten, dass wir die Vorarbeiten für die Wiederinbetriebnahme der Oppauer Eisenspülver-Fabrik durch Einstellung der dafür benötigten Schloßerkräfte baldigst in Gang bringen. Trotz aller Bemühungen jedoch werden in absehbarer Zeit nennenswerte Mengen Eisenspülver in Oppau noch nicht anfallen. Da ferner auch in der Zweckanlage in Gabel bei weitem noch nicht so viel Carbonsäureeisenspülver erzeugt wird, als der Ring für Nachschichtenbedarf benötigt, ist nach wie vor unerlässlich, alles zu tun, um eine andere Eisenspülver-Sorte für Prof. Krauch ausfindig zu machen.

Durch die inzwischen abgeschlossenen Versuche von Herrn Dr. Eckert über die Eignung anderer Eisenspülver-Sorten, ist nunmehr klargestellt, dass aus dem Wolfener Vorrat von etwa 400 t Eisenspülver etwa 20 % ausgenüchtet werden können, die für die Zwecke von Herrn Prof. Krauch brauchbar sind. Im Hinblick darauf ist es jetzt die dringlichste Aufgabe, den Wolfener Vorrat durchzuseichten, da auf diese Weise noch etwa 80-90 t brauchbares Eisenspülver Herrn Prof. Krauch zur Verfügung gestellt werden könnten. Ich möchte Sie daher bitten, entweder durch Ihre Abteilung oder durch Herrn Prof. Krauch selbst den Abtransport des Wolfener Vorrates an jene Stelle zu veranlassen, bei der die Seichtung am schnellsten durchgeführt werden kann. Gabel scheint hierfür zur Zeit leider noch aus, da die Seichtenlage dort noch nicht einmal montiert werden konnte. Ferner hat die mikroskopische Untersuchung von Herrn Dr. Eckert gezeigt, dass das Elektrolyt-Eisenspülver der Firma

Deutsche Pulvermetallurgische Gesellschaft n. b. H.
Betrieb Heurod

(17a) Heurod über Karlsruhe 2 Lang

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Herrn Dr. Müller-Ottens

von dem uns Herr Dr. Kieffer eine Probe übersandte, zu etwa 50% aus sehr feinen Anteilen von etwa 10-20 μ besteht und daher für die Zwecke von Herrn Prof. Wesch sicher geeignet ist. Ich möchte vorschlagen, dass Sie umgehend bei der Deutschen Pulvermetallurgischen Gesellschaft anfragen, wieviel von diesem Pulver zur Zeit lieferbar ist.

Ich bin überzeugt, dass mit diesen beiden Pulversorten Herrn Prof. Wesch geholfen werden kann.

Mit besten Grüßen und Heil Hitler!

Ihr ges. Schlecht

i.A.

Bure Dr. Schlecht

Herrn Dr. Dr. Müller-Landau

Herrn Kubig, Op. 51

14.10.1944 Wl/S.

Ihre Anfrage, welche Betriebe in unzureichendem Maße Leute abgeben, wenn nach Fliegerangriffen allgemeine Arbeiten zu erledigen sind, beantworte ich so:

Sehr schlecht und wenn schon, dann nur für sehr wenige Tage, geben Leute ab:

Dr. Nische, Dr. Herdegen, Dr. Sommer, Dr. v. Taack, Dr. Wagner, Dr. Bloß, Dr. Krupp und Biolabor, sowie Herr Schünjahn, dessen Betrieb (nicht Werkstatt) auch wohl dazu in der Lage wäre.

Vorbildlich in dieser Beziehung ist Dr. Taeger, Dr. Rabe, die Herren von Kokerei-B-Versuche, Dr. Michelitsch, Dr. Voelker, Dr. Schaezlein.

Da ich nicht noch mehr Auseinandersetzungen mit obigen Herren haben möchte, bitte ich dies vertraulich zu behandeln.

Auf Veranlassung der Herren Dr. Dr. Göggele und Dr. Dr. Glöckl wurden von Ihrer Seite vor 8 Tagen 60 Leute aus Betrieben bestimmt, welche die Fabrikeinstimmung unter Anleitung von 2 Zimmerleuten wieder instandsetzen sollten. Erschienen waren am Montag 25 Mann und seit Donnerstag sind es nur noch 6 Mann. Angeblich sind die fehlenden Leute zur Schanzaktion abgedeckt.

Vor 14 Tagen hatte ich darum gebeten, 4-5 Leute aus Labors, die etwas handwerkliche Geschicklichkeit viel eher haben, als gewöhnliche Betriebsarbeiter, abzustellen, um die Personenzüge des Werkzuges wieder instandzusetzen. Durch die 2 Mann der Holzwerkstätte konnten nur 1 1/2 Wagen mit Binella versehen werden, die müßen wieder abgezogen werden, da außerordentlich viele Fensterschäden am nächsten Tage durch Fliegerangriff im Bereich der Ölfabrik usw., besonders aber in den Lagern, zu beheben waren. Durch die Nichtabstellung von diesen Leuten ist in der Zwischenzeit ein Stillstand eingetreten, sehr zum Nachteil der Allgemeinheit.

Wessi

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Herrn Prof. Dr. Krauch Stickstoff-Abteilung Oppau

o Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi

Reichsanstalt für Wirtschaftsaustausch

Berlin W 9. Scharlenderstr. 128.

Dr. Ing. L. Schlicht

Dr. IS/MU. 24.5.1944.

Sehr geehrter Herr Professor Krauch !

/ In der Anlage gestatte ich mir, Ihnen meinen bei der letzten Metallkommissionsitzung vorgetragenen Nickel-Bericht zu übersenden, aus dem der neueste Stand der deutschen Nickelversorgung aus Feinsand ersichtlich ist.

Mit ergebenem Gruss und Heil Hitler !

gez. Schlicht

Anlage.

Durchschlag

38. Sitzung der Metall-Unterkommission am 12.6.1944
in Heidelberg (Kohlhof). ~~Geheim!~~

Referat: Dr. L. Schlicht.

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

Über die Entwicklung der Nickelgewinnung aus Petsamo-Erz.

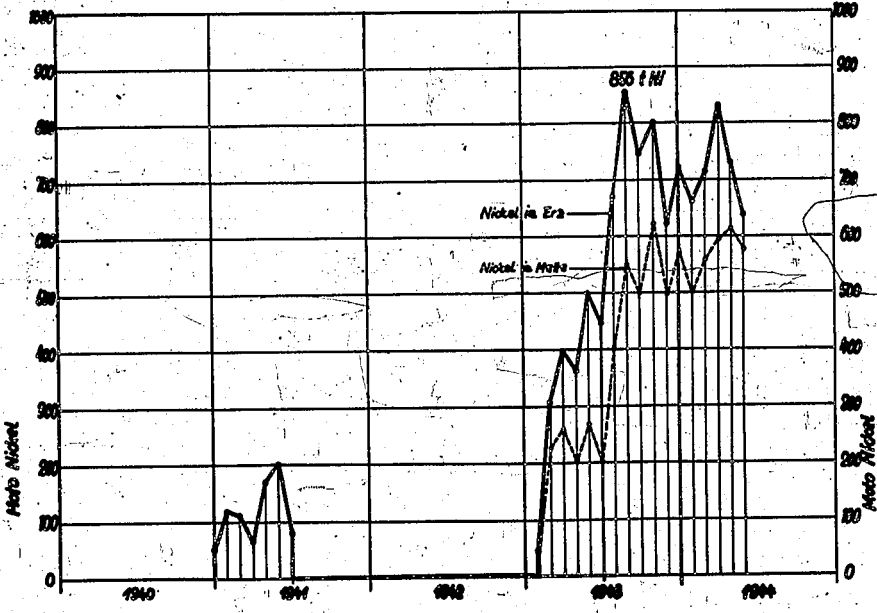
Wie bereits früher berichtet wurde, nahm die I.G. im Jahre 1940 mit der finnischen Gesellschaft Petsamon Nikkeli O.Y (PNO) die Verbindung auf mit dem Ziele, sich aus der Nickelgrube im Petsamo-Gebiet eine möglichst umfangreiche Rohstoffbasis zu sichern. Nach langwierigen Verhandlungen kamen die bekannten Abmachungen zwischen der I.G. und der PNO zustande, nach denen die I.G. das Recht auf das gesamte Ausbringen an Nickel-Rohstoffen aus dem dortigen Vorkommen erhielt, ausgenommen jene Mengen, die für den finnischen Eigenbedarf benötigt werden und maximal einer Nickelmenge von 1200 Tonnenn entsprechen.

1.) Lieferungen von Nickelers.

Die Förderung von Nickelers aus dem Petsamo-Vorkommen in Kolosjoki konnte nach umfangreichen Vorbereitungen im Dezember 1940 aufgenommen werden. Von dieser Zeit ab wurden monatlich etwa 3 - 4000 t Erz mit etwa 100 t Nickel gefördert. Dieses Erz wurde mit Lastwagen von Kolosjoki nach Kivensuo transportiert und von dort mit Schiff nach Hamburg zum Versand gebracht. Bereits im Juli 1941 jedoch wurde diese Förderung und der Abtransport von Erz nach Deutschland auf Veranlassung des Reiches wieder eingestellt, da seinerzeit die Eisenerz-Lieferungen aus Sydvaranger vorrangig waren und den gesamten zur Verfügung stehenden Schiffsraum beanspruchten. Erst als Ende 1942 die Schmelzanlage in Kolosjoki zur Verarbeitung des Erzes auf Nickelmatte behelfsmäßig fertiggestellt und in Betrieb genommen werden konnte, wurde die Erzförderung wieder aufgenommen, und zwar ist es den Finnen trotz der durch die Kriegsverhältnisse und die Nähe der Front bedingten Schwierigkeiten mit Unterstützung der I.G. gelungen, die Förderung in wenigen Monaten auf über 20 000 t Erz mit einem Nickelgehalt von etwa 700 t pro Monat zu steigern.

Durchschlag

Nickel aus Petsamo



I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung
Gasbo-Fabrik
Dr. LS/Be.

9.6.1944
12.6.1944

Im August 1942 versuchten die Finnen, ihre Hütte in Kolosjoki in Gang zu bringen. Die dabei auftretenden Schwierigkeiten konnten jedoch erst überwunden werden, als von der I.G. Herr Dr. S c h u b a r d t seine Mitarbeit dort aufnahm.

Erstmalig im Januar 1943 gelang es dann, eine brauchbare Nickelmatte in Kolosjoki zu gewinnen. Von dieser Zeit ab wurde laufend in rasch steigendem Umfang das Erz auf Matte verarbeitet. Nach einigen Monaten wurde dann ausserdem erreicht, die Matte im Konverter so weit zu verblasen, dass sie die für das I.G.-Verfahren günstigste Zusammensetzung, nämlich ein Verhältnis Kupfer zu Schwefel wie etwa 4:1 aufwies.

Die Entwicklung der Mattegewinnung in Kolosjoki zeigt die gestrichelte Kurve in der obigen Abbildung, und zwar ist dabei der Nickelinhalt der monatlich hergestellten Matte aufgetragen. Man sieht daraus, dass bereits im August 1943 über 550 t Nickel in Form von etwa 1 000 t Matte hergestellt wurden. Diese Menge entspricht etwa der maximalen Kapazität der dortigen Hüttenanlage. Die monatliche Erzeugung an Matte in Kolosjoki kann daher nur noch dadurch erhöht werden, dass man Erz einschmelzt mit höherem Nickelgehalt, als seither. Es ist nicht ausgeschlossen, dass dies erreicht wird, da das bisher verhüttete Petsamoerz nur einen durchschnittlichen Nickelgehalt von 3 - 4 % aufwies und einige Ansichten dafür vorhanden sind, in gewissen Teilen des Vorkommens höhere Nickelgehalte anzutreffen.

Da - wie aus dem Kurvenbild ersichtlich - die insgesamt gefürderte Erzmenge grösser ist, als jene Ersmenge, die in Kolosjoki maximal auf Matte eingeschmolzen werden kann, ist es erforderlich, dieses überschüssige Erz an anderer Stelle auf Matte zu verarbeiten. Hierfür kommt in erster Linie - wie bereits erwähnt - die Hüttenanlage der Norddeutschen Affinerie in Frage. Dort werden nunmehr auch laufend etwa 5 000 t Erz mit einem Nickelinhalt von 150 t pro Monat auf Matte verschmelzen, sodass im ganzen zur Zeit etwa 700 t Nickel in Form von Matte zur Raffination zur Verfügung stehen.

Unser Grossversuch in der norwegischen Nickelhütte Evje, bei dem 4 000 t Nickelers von Oktober 1942 bis April 1943 auf Matte verarbeitet wurden, zeigte, dass die dortige Hütte zu klein und veraltet ist und ausserdem wegen ihrer SO₂-Abgabe nur im Winter arbeiten kann. Evje kommt daher für die Verhüttung von Petsamo-Erz nicht mehr in Frage.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

Garbe-Fabrik
Dr. LS/Ba.

9.6.1944
12.6.1944

Eine weitere größere Verhüttungsmöglichkeit für Petsamo-Erz wurde jedoch noch vorbereitet in der Kupferhütte in Hoboken bei Antwerpen. Dort wurde mit dem Schmelzen vor einigen Wochen begonnen; die Arbeit musste jedoch vorläufig eingestellt werden, insbesondere wegen Schwierigkeiten im Antransport von Kohlen und wegen teilweiser Zerstörung durch Feindeinwirkung.

Die dritte Möglichkeit, Petsamo-Erz auf Matte zu verarbeiten, ist in den Hütten von Mansfeld gegeben. Auch dort sind die Vorbereitungen zur Verarbeitung von Petsamo-Erz so weit gediehen, dass mit der Gewinnung von Nickelmatte voraussichtlich in einigen Monaten gerechnet werden kann.

Diese verschiedenen Verhüttungsmöglichkeiten gestatten es, sämtliche in Petsamo geförderten Erzmengen laufend auf Matte zu verarbeiten. Das Äußerste was heute aus der Grube in Petsamo bei der derzeitigen Abbaumöglichkeit herausgeholt werden kann, ist eine Menge von etwa 30 000 t Erz mit etwa 850 t Nickelinhalt pro Monat. Von dieser Menge gehen für den finnischen Eigenbedarf maximal 100 Tonne ab, sodass für den deutschen Bedarf etwa 750 Tonne Nickel verbleiben.

3.) Verarbeitung von Petsamo-Matte auf Nickelmetall.

Für die Verarbeitung der Petsamo-Matte auf Nickelmetall kommen zur Zeit folgende Refinations-Anlagen in Betracht:

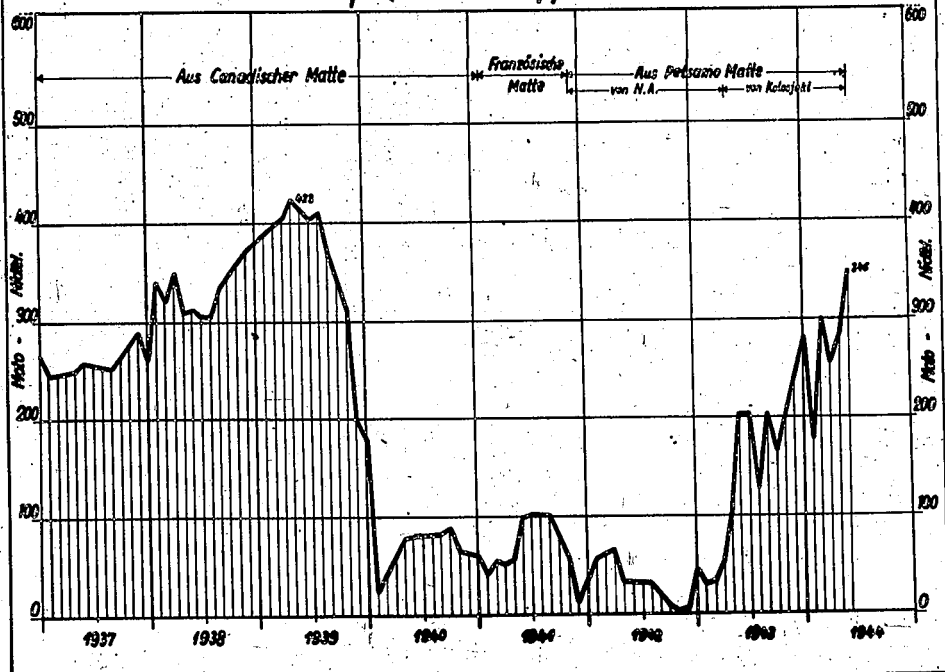
a) I.G. Oppau mit einer Kapazität von	400-450 Tonne Nickelmetall
b) I.G. Frose mit einer Soll-Kapazität von etwa	150 " "
c) Süds. Blaufarbenwerke mit einer Kapazität von etwa	200 " "
d) Falconbridge, Kristiansand mit einer Kapazität von etwa	900 " "

Da der Betrieb in all diesen Anlagen durch den Mangel an Nickel-Rohstoffen in den ersten Kriegsjahren weitgehend gedrosselt werden musste werden zur Zeit diese Anlagen auf das Wiederhochfahren vorbereitet. Hierbei macht vor allem die Beschaffung der dazu erforderlichen Hilfsstoffe und Arbeitskräfte erhebliche Schwierigkeiten.

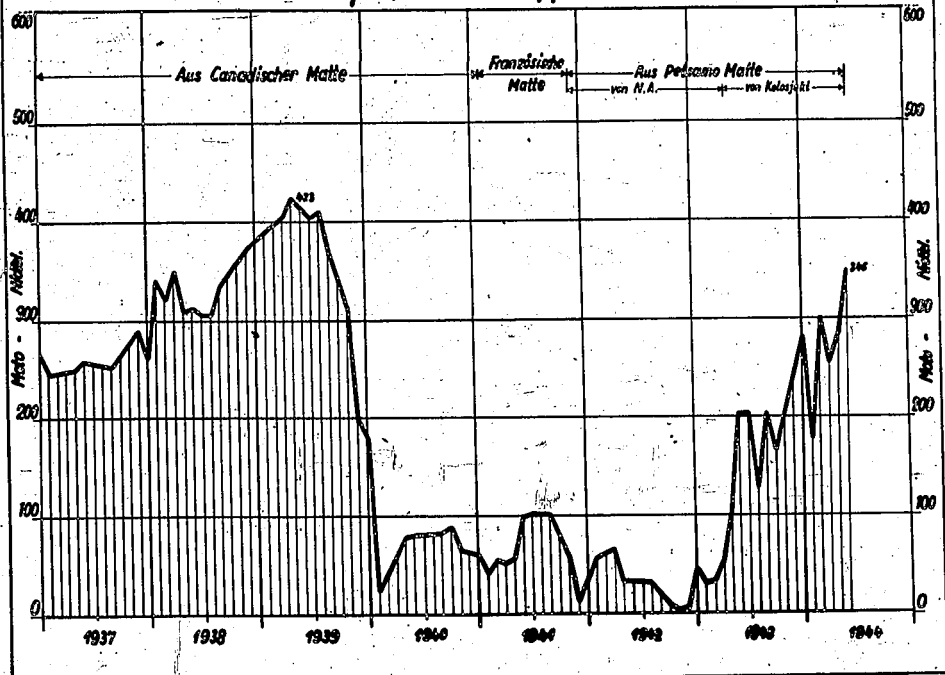
Am schnellsten ist es gelungen, die Nickelanlage in Oppau von einer Monatsproduktion von etwa 30 Tonne Nickel auf etwa 350 Tonne Nickel hochzufahren.

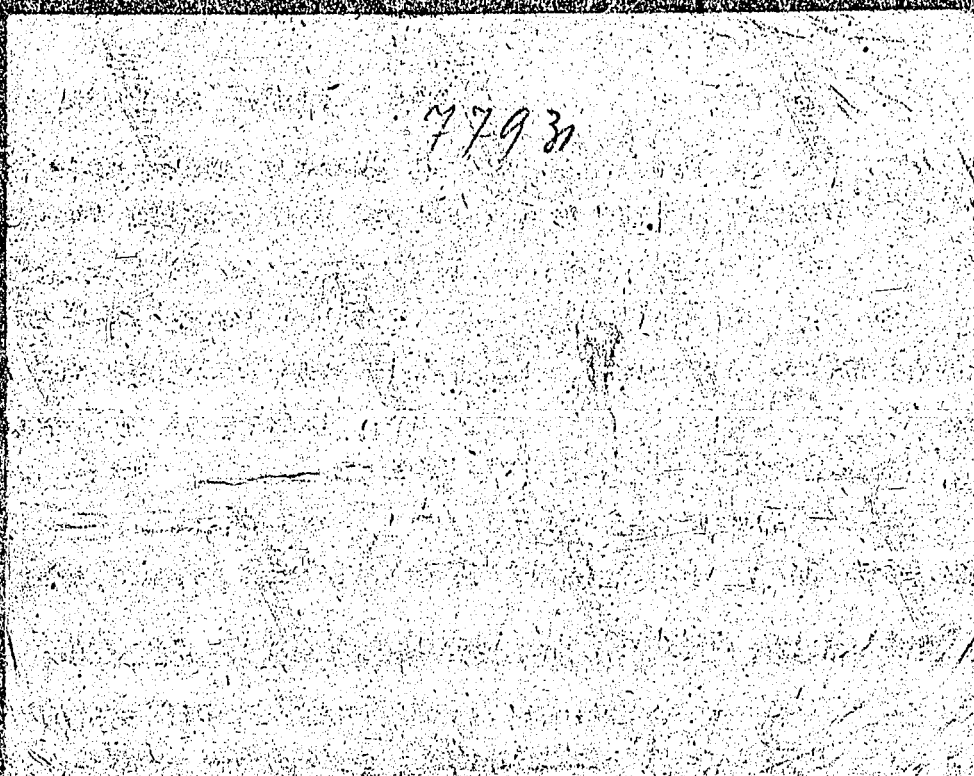
Durchschlag

Nickelproduktion in Oppau



Nickelproduktion in Oppau





77931

9.6.1944
12.6.1944

Raffinations-Kapazität zur Verfügung steht:

Oppau - Presse	400 t Nickel in Matte
Sächs. Blaufarbenwerke	100 t " " "
Kristiansand	200 t " " "
insgesamt	700 t Nickel in Matte.

Dannach kann die ³⁻⁷ in Kolosjoki und in Hamburg anfallende Matte mit insgesamt 700 t Nickel-Inhalt auch laufend auf Metalle verarbeitet werden. Hierbei ist noch nicht berücksichtigt, dass es vielleicht in den nächsten Monaten möglich sein wird, falls keine besonderen Störungen durch Feindschmelzen eintreten, die Produktion in Oppau auf etwa 450 Tonne und die von Presse auf etwa 50 Tonne Nickel zu bringen, sodass also die I.G.-Produktion 500 Tonne Nickel betragen kann. In diesem Falle würde in Kristiansand zurückgefahren werden müssen, sofern nicht zusätzlich noch Matte aus Hoboken oder Mansfeld herankommt.

4.) Bisheriges und zukünftiges Gesamtanbringen aus Petsamo.

Um einen Überblick zu gewinnen, in welchem Umfange unsere Petsamo-Arbeiten die deutsche Metallindustrie gefördert haben, seien noch die folgenden Zahlenangaben gemacht:

Insgesamt wurden bis heute, d.h. in etwa 1 1/2 Jahren aus Petsamo nach Deutschland hergebracht:

etwa 10 800 t Nickel
und etwa 6 100 t Kupfer.

Mit den für Nickel und Kupfer zur Zeit gültigen Richtpreisen gerechnet, ergibt sich für diese Metallmengen ein Wert von rund

31 Millionen RM.

Gleichzeitig wurden noch mit dem Petsamo-Rohstoff folgende Edelmetallmengen eingeführt:

4 400 kg Silber
70 kg Gold
150 kg Platin
175 kg Palladium
25 kg andere Platinmetalle
(Iridium, Rhodium, Ruthenium).

Im Gesamtwert von etwa

1,4 Millionen RM

Raffinations-Kapazität zur Verfügung steht:

Oppau - Presse	400 t Nickel in Matte
Sächs. Blaufarbenwerke	100 t " " "
Kristiansand	200 t " " "
insgesamt	700 t Nickel in Matte.

Dannach kann die ^{3/4} in Kolosjoki und in Hamburg anfallende Matte mit insgesamt 700 t Nickel-Inhalt auch laufend auf Metalle verarbeitet werden. Hierbei ist noch nicht berücksichtigt, dass es vielleicht in den nächsten Monaten möglich sein wird, falls keine besonderen Störungen durch Feindeinwirkungen eintreten, die Produktion in Oppau auf etwa 450 Tonne und die von Presse auf etwa 50 Tonne Nickel zu bringen, sodass also die I.G.-Produktion 500 Tonne Nickel betragen kann. In diesem Falle würde in Kristiansand zurückgefahren werden müssen, sofern nicht zusätzlich noch Matte aus Hoboken oder Mansfeld herankommt.

4.) S bisheriges und zukünftiges Gesamterbringen aus Petsamo.

Um einen Überblick zu gewinnen, in welchem Umfange unsere Petsamo-Arbeiten die deutsche Metallindustrie gefördert haben, seien noch die folgenden Zahlenangaben gemacht:

Insgesamt wurden bis heute, d.h. in etwa 1 1/2 Jahren aus Petsamo nach Deutschland heringebracht:

etwa 10 800 t Nickel
und etwa 6 100 t Kupfer.

Mit den für Nickel und Kupfer zur Zeit gültigen Richtpreisen gerechnet, ergibt sich für diese Metallmengen ein Wert von rund
31 Millionen RM.

Gleichzeitig wurden noch mit dem Petsamo-Rohstoff folgende Edelmetallmengen eingeführt:

4 400 kg Silber
70 kg Gold
130 kg Platin
175 kg Palladium
15 kg andere Platinstoffe
(Iridium, Rhodium, Ruthenium).

Im Gesamtwert von etwa

1,4 Millionen RM

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung
Gasfabrik
Dr. L. Ba.

9.6.1944
12.6.1944

7

Sofern keine Störungen eintreten, kann damit gerechnet werden, dass Deutschland aus dem Petsamo-Vorkommen im Jahre 1944 die folgenden Metallmengen erhält:

etwa 10 000 t Nickel
" 6 000 t Kupfer
" 4 000 kg Silber
" 65 kg Gold
" 120 kg Platin
" 160 kg Palladium
" 12 kg andere Pt-Metalle (Iridium, Rhodium,
Ruthenium)

mit einem Gesamtwert von

rund 30 Millionen RM.

gez. L. Schlecht.

An den
Herrn Reichsminister für Rüstung
und Kriegsproduktion
Der Chef des Rohstoffamtes

B e r l i n - Wannsee

Am Sandwerder 23

RoA. 00/210513 16.5.1944

Sehr geehrter Herr Präsident !

Zu Ihrem Schreiben vom 16.5.1944 möchte ich auf die folgenden Zusammenhänge hinweisen :

Die Nickelproduktion in Oppau musste, wie Ihnen bekannt, seinerzeit infolge der geringen Nickelerz-Zufuhr auf nur 30 t Nickel zurückgenommen werden. Infolgedessen wurde im Zuge der verschiedenen Einziehungsaktionen der grösste Teil der eingearbeiteten Belegschaft dieses Betriebes abgezogen und diese ausserordentlich stark reduziert. Wenn es trotzdem gelang, die Produktion im Laufe des letzten Jahres von 30 t auf 300 t zu erhöhen, so war dies nur durch äusserer Anstrengungen aller Beteiligten möglich, wobei ich gerne daran erinnere, daß uns durch die behördlichen Bemühungen bis jetzt über 100 Mann für die Nickelfabrikation zugewiesen worden sind. Allerdings muß darauf hingewiesen werden, daß mit Rücksicht auf die besondere Gefährlichkeit des Carbonylbetriebes die Anforderungen an den Gesundheitszustand der dort Beschäftigten sehr hoch sein müssen und daß ein Teil der uns zugewiesenen Leute auf ärztliche Anordnung zurückgegeben werden mußte. Eine weitere Steigerung der Produktion war bisher in erster Linie deshalb nicht möglich, weil die bisher zugewiesenen Arbeitskräfte für den Vollbetrieb nicht ausreichten.

Wenn nun darauf hingewiesen wird, daß es einem so grossen Werk wie Oppau ein Leichtes sein müste, aus eigenen Reserven dem, im Rahmen des Ganzen gesehen, verhältnismässig kleinen Nickelbetrieb zu helfen, so muß ich darauf hinweisen, daß wir dies, soweit es in unseren Kräften stand, immer getan haben. Ich erinnere hierbei nur an die Tatsache, daß die Nickelfabrik verhältnismässig sehr viele Hochdrucköfen für ihre Produktion benötigt, deren Betriebsbereitschaft stets in unseren überlasteten Hochdruckwerkstätten auf meine Veranlassung sichergestellt werden konnte. Trotzdem Nickel bis jetzt nur in der Dringlichkeitsstufe II eingestuft war, habe ich mit allen Kräften dafür gesorgt, daß neben den Reparaturen, die für höher eingestufte Produkte nötig waren, auch die Nickelfabrik voll und ganz zu ihrem Recht kam, weil ich mir der Bedeutung des Nickels im Rahmen der deutschen Kriegswirtschaft voll bewusst bin. Allerdings ist es unmöglich für den Nickelbetrieb aus der übrigen Belegschaft Kräfte freizumachen, was Sie schon daraus ersehen mögen, daß der Belegschaftsstand der Oppauer Betriebe seit 1943 trotz der ausserordentlichen Anforderungen an kriegswichtigsten Produktionen um ungefähr 17 % gesunken ist. Ausserdem erinnere ich an die schwerwiegenden Folgen der zahlreichen Angriffe, die das Werk Oppau aushalten musste und die leider bewirkt haben, daß wir noch bei keiner unserer Pro-

- 2 -

duktionen die Höhe erreicht haben, die wir uns vorgenommen hatten, ja noch nicht einmal die, die wir vor den Angriffen im Sommer 1943 erreichten. Die Nickelproduktion leidet also in Oppau naturgemäß genau so, wie auch die in wesentlich höherer Dringlichkeitsstufe befindlichen Produkte wie Stickstoff, Treibstoffe, Oppanol, etc. und ich glaube, daß die Betriebsführung das Bewusstsein haben kann, alles getan zu haben, wenn heute trotz der mangelnden Dringlichkeitsstufung Nickel mit ungefähr zwei Drittel seiner Kapazität läuft.

Dasselbe gilt für den Vollbetrieb der Nickelanlage Frose. Dort liegen die Verhältnisse noch ungünstiger, da es sich um eine Neuanlage handelt, deren Fertigstellung auch von behördlicher Seite nicht als vordringlich bezeichnet wurde, wahrscheinlich deshalb, weil auf dem Gebiet der Nickelmetallgewinnung aus Nickelmatte eine Ausweichanlage in Kristiansand vorhanden ist, auf die man im Notfall zurückgreifen wollte, zumal diese eine Kapazität von etwa 10 000 t Nickel aufweist und dadurch auch ausreichend wäre für den Fall, daß sämtliche deutschen Refinationsanlagen ganz ausfallen würden.

Daß diese durch Kristiansand gegebene Ausweichmöglichkeit auch behördlicherseits immer in Betracht gezogen wurde, ergibt sich ferner daraus, daß zu der Zeit, als es uns gelang größere Mengen Nickelrohstoffe für Deutschland zu sichern, von behördlicher Seite daran gedacht wurde, die Nickelanlagen Oppau und Frose zwecks Einsparung deutscher Energien und Arbeitskräfte überhaupt stillzulegen und die Petsamo-Rohstoffe nur in Kristiansand auf Nickel- und Kupfermetall verarbeiten zu lassen. Trotz dieser auch heute noch vorhandenen Ausweichmöglichkeit nach Kristiansand, haben wir seit Jahren immer wieder versucht, die Anlage in Frose in betriebsfertigen Zustand zu bringen. Unserem Gesuch, diese Anlage wenigstens probeweise einfahren zu dürfen, wurde am 14.9.1942 entsprochen, aber nur unter der einschränkenden Voraussetzung, daß dort nur die noch aus der Vorkriegszeit liegenden etwa 38 t Nickel-Kupfermatte durchgesetzt würden und dann diese Anlage wieder stillzulegen ist. Aufgrund der in dieser kurzen Einfahrperiode gewonnenen Erfahrungen hatten wir verschiedene Ergänzungsapparaturen bestellt, die leider teils bei den Lieferfirmen durch Feindeinwirkung verloren gingen, zum anderen Teil jedoch wegen Fehlens einer besonderen Dringlichkeitsnummer bis heute noch nicht geliefert werden konnten.

Wir sind uns darüber ganz klar gewesen, daß die Nickelanlage Frose, die noch eines noch unerprobten Verfahrens arbeitet, im Betrieb noch mancherlei Änderungen, wie dies bei jeder neuen Anlage der Fall ist, erforderlich macht. Dies war ja auch der Grund weswegen wir um die Möglichkeit der Erprobung immer gebeten haben. Wenn es nun bisher nicht gelungen ist und in der von Ihnen erwähnten kurzen Frist von 3 Monaten auch nicht gelingen kann, die nötigen Abänderungsvorschläge durchzuführen, so ist, wie wir dies betont haben, in erster Linie die ungenügende Einstufung des Nickels hierfür verantwortlich zu machen, wofür die Betriebsleitung kein Vorwurf treffen kann. Es sei auch erinnert, daß es sich bei der Besonderheit des Froser Nickelverfahrens um Ersatzteile und Ergänzungsstücke handelt, die nicht aus bei uns vorhandenen Beständen ergänzt werden können, ganz abgesehen davon, daß dieser Weg gesetzlich unzulässig wäre.

- 3 -

Im März 1943 teilten wir alle die geschilderten Schwierigkeiten dem RUK-Ministerium mit und baten darum, die Nickelanlage Frose möglichst bald laufend in Betrieb nehmen zu können. Wir wiesen dabei darauf hin, daß nur eine laufende Anlage die Sicherheit dafür bietet, daß sie im Notfall herangezogen werden kann. Im Mai 1943 erhielt die I.G. die nachgesuchte Erlaubnis. Durch besondere Bemühung des Sonderringführers gelang es wenigstens einen Teil der für Frose benötigten Arbeitskräfte abzustellen, so daß mit einer kleinen Produktion von etwa 10 t begonnen werden konnte. Die Höchstleistung in Frose kann jedoch, wie dargelegt, erst dann erreicht werden, wenn die dafür weiter benötigten Arbeitskräfte und bestellten Ergänzungsreparaturen baldigst zur Verfügung stehen. Hierfür ist die erwähnte vordringliche Einstufung unserer gesamten Nickelarbeiten von behördlicher Seite unerlässlich.

Ich glaube zusammenfassend durch diese Ausführungen unter Beweis gestellt zu haben, daß betriebsseitig nicht nur alles geschehen ist, um die Nickelproduktion entsprechend der besonderen Bedeutung des Nickels zu fördern, obwohl die amtliche Dringlichkeitseinstufung der Bedeutung dieser Produktion nicht entspricht, sondern auch, daß die dabei getroffenen Maßnahmen mit jeder unter den jeweiligen Verhältnissen nur möglichen Beschleunigung und mit Ausnutzung aller in den Werken vorhandenen Möglichkeiten durchgeführt wurden.

Verteiler :

Hrn. Gen. Dr. Schmitz
 " Dir. Dr. Müller-Gunradi
 " Dr. Schlecht

Im März 1943 teilten wir alle die geschilderten Schwierigkeiten dem RUK-Ministerium mit und baten darum, die Nickelanlage Froese möglichst bald laufend in Betrieb nehmen zu können. Wir wiesen dabei darauf hin, daß nur eine laufende Anlage die Sicherheit dafür bietet, daß sie im Notfall herangezogen werden kann. Im Mai 1943 erhielt die I.G. die nachgesuchte Erlaubnis. Durch besondere Bemühung des Sonderringführers gelang es wenigstens einen Teil der für Froese benötigten Arbeitskräfte abzustellen, so daß mit einer kleinen Produktion von etwa 10 t begonnen werden konnte. Die Höchstleistung in Froese kann jedoch, wie dargelegt, erst dann erreicht werden, wenn die dafür weiter benötigten Arbeitskräfte und bestellten Ergänzungsreparaturen baldigst zur Verfügung stehen. Hierfür ist die erwähnte vordringliche Einstufung unserer gesamten Nickelarbeiten von behördlicher Seite unerlässlich.

Ich glaube zusammenfassend durch diese Ausführungen unter Beweis gestellt zu haben, daß betriebsseitig nicht nur alles geschehen ist, um die Nickelproduktion entsprechend der besonderen Bedeutung des Nickels zu fördern, obwohl die amtliche Dringlichkeitseinstufung der Bedeutung dieser Produktion nicht entspricht, sondern auch, daß die dabei getroffenen Maßnahmen mit jeder unter den jeweiligen Verhältnissen nur möglichen Beschleunigung und mit Ausnutzung aller in den Werken vorhandenen Möglichkeiten durchgeführt wurden.

Verteiler :

- Hrn. Geh. Dr. Schmitz
- " Dir. Dr. Müller-Gunradi
- " Dr. Schlecht

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Vermittlungsstelle W

Berlin NW 7

Unter den Linden 82

Fernspr. f. Ortsverkehr 12 00 21

" f. Fernverkehr 12 64 01

10.11.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Erlaubnis Nr. 5 2 2 2

Z. S. S. S. (Abteil.)

Einschreiben

Nr. 20/11 7.11.1944

Bestellungsnummer

Diese Sendung vom 7.11.44 ist versandt
mit offener Verpackung. Die Marke ist
mit der Aufschrift des Erfinders versehen.
Bitte die den Schutzstempel zu versenden.

VERMITTLUNGSSTELLE W

Dr. Doll

- ✓ [Marke Nr. 20/11, Erlaubnis-Nr. 5 2 2 2]
- [Marke Nr. 20/11, Erlaubnis-Nr. 5 2 2 2]
- [Marke Nr. 20/11, Erlaubnis-Nr. 5 2 2 2]

10.11.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Vermittlungsstelle W
Berlin NW 7
Unter den Linden 82
Fernspr. f. Ortsverkehr 12 00 21
" f. Fernverkehr 12 64 01

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
K. H. v. Döhl Nr. 9 1 1 1 1
I. G. F. (AG 11)

Einschreiben

20.11.1944 7.11.1944

Wiederholungsstück

Dieses Einschreiben vom 2.11.44 ist verändertes
Einkaufsbestellungsformular für Mafas 212
und die Reparatur der Berlin-Buchendruckerei
bestellt als des Schließungsstück zu versenden.

VERTRIEBSSTELLE W
g.m.b.H. Döhl

- ✓ 1 Stück Nr. 212, Mafas-Formel, 20
- 1 Stück Nr. 212, Mafas-Formel, 20
- 1 Stück Nr. 212, Mafas-Formel, 20

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Vermittlungsstelle W

Berlin NW 7

Unter den Linden 82

Fernspr. f. Ortsverkehr 12 00 21

f. Fernverkehr 12 64 01

10/11

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Unter den Linden 82, Berlin NW 7

Z. 1. 2. 3. 4. (1944)

Einschreiben

№. 20/1/4 7.11.1944

Wiederholungsbescheid

Dieser Bescheid vom 2.11.44 ist verbindlich
für alle Angehörigen der I.G. Farben Aktiengesellschaft
und die Mitglieder der I.G. Farben Betriebsräte
insoweit sie den Gehaltsanspruch zu verwalten

VERTEILUNGSSTELLE 7

IG Farben

- 1. Herrn Dr. Dr. H. J. Müller, Berlin NW 7
- 2. Herrn Dr. Dr. H. J. Müller, Berlin NW 7
- 3. Herrn Dr. Dr. H. J. Müller, Berlin NW 7

1941

1941

General

General information regarding the company's operations and financial status for the year 1941.

1941

Main body of text containing detailed financial reports, including income statements, balance sheets, and operational data for the year 1941.

1941

1941

Geheim!

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Königsplatz Nr. 11 in Berlin

Dr. H. H. H. über Elektrolyse

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 92 des StGB.
2. Deltatexte nur verschlossen, bei Postbefreiung als "Eingetragen".
3. Auffmerkung unter Verantwortung des Empfängers unter geheimerem Verkehr.

Dr. 00/2/5 5.11.1944

Anlagen für die Elektrolyse

Vor Ihnen von dem an die gerichteten Rundschreiben des Ausschusses vom 4.11.44 hinsichtlich der Frage der Erzielbarkeit einer Erzielung der Elektrolyse Kenntnis genommen und bitten Sie die folgende Stellung zu nehmen:

Wichtig ist die chemische Elektrolyse im Gegensatz zu den mechanischen Verfahren praktisch nicht noch Erzielbarkeit eingestuft, nur im ganz wenigen Ausnahmefällen ist dies Erzielbarkeit der Fall. Die Bedingungen der Wirtschaftsgruppe Chemische Industrie sind hinsichtlich Erzielbarkeit, sind folgendermaßen. Die Erzielbarkeit ist im Falle Elektrolyse jedoch dadurch gekennzeichnet, dass praktisch die gesamte Elektrolysevorrichtung sowohl in Regel als auch in Gegenrichtung, nämlich in, umgekehrt. Dieser Nachverhalt wird auf heute von Haupting Elektrolyse, Sondersatz Schmelzstrahltechnische Elektrolyse, unterteilt und ferner darauf hinzuweisen, dass auch diejenigen Elektrolyse von Elektrolyse, die an die Elektrolyse erfolgen, sind allgeringsten Teil in Verfahren der Stufe II eingestuft. Da die Anlage für Elektrolyse auf ausdrücklichen Wunsch der Wirtschaftsgruppe Elektrolyse ausschließlich für einen Zweck festgelegt wird, entspricht es durchaus der Erwünschtheit, dass von Ihrer Seite die Elektrolyse die Elektrolyse gegeben wird, dass Ihre Verfahren reinlich für Elektrolyse der Stufe II verwendet wird. Wir bitten Sie daher, das Elektrolyse in vorstehendem Sinne zu unterrichten.

Unabhängig hiervon haben wir uns mit der Wirtschaftsgruppe Chemische Industrie in Verbindung gesetzt, die wegen der Bedeutung der Elektrolysevorrichtung wachsend an der Landeswirtschaftsamt Brandenburg eine Anweisung zur vollen Belieferung der Elektrolyseanlage Regel mit Kohle bzw. Kohlenstaub wird. In diesem Zweck bitten wir Sie, uns umgehend die voraussichtliche monatliche Belieferung Ihrer Kohle- bzw. Kohlenstaub bis zur Vollproduktion der Anlage mit 30 Tausend bekanntzugeben. Über die Wirtschaftsgruppe wird wiederum eine entsprechende Anmeldung an den Landeswirtschaftsamt Brandenburg erfolgen.

Herrn Dr. Dr. Müller-Schell, Dr. VERRMITTLUNGSSTELLE W
Herrn Dr. Schlicht/Dr. Erhart, Dr. DBII

245

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung Oppau

Herrn Dir. Dr. Schierenbeck.

Carbo-Fabrik
Dr. IS/MU.

24.5.1944.

Nickelanlage Frose /
Zweiter Chemiker.

Als zweiten für die Nickelanlage Frose dringend benötigten Chemiker wurde uns auf Veranlassung von Herrn Dir. Dr. Müller-Gunradi über Herrn Dr. Wietsel aus dem Ammoniaklaboratorium Herr Dr. Heber zugewiesen. Obwohl Herr Dr. Heber keinerlei Betriebserfahrung, die gerade im vorliegenden Falle besonders wichtig wäre, besitzt und seither auf einem dem Nickel ganz fremden Gebiet, nämlich anorganisch analytisch arbeitete, wollte ich diesen Herrn in Frose einsetzen. Seit 19. ds. Mts. ist Herr Dr. Heber jedoch erkrankt, sodass immer noch kein zweiter Chemiker für Frose zur Verfügung steht.

Ich darf bei dieser Gelegenheit nochmals darauf aufmerksam machen, dass es für die rasche Fortführung der so dringenden Arbeiten in Frose am besten wäre, wenn Herr Dr. Hamprich wenigstens für einige Monate dafür abgestellt würde, der ja das Frose-Verfahren im Laboratorium studiert hat und die Planung und den Bau der dortigen Anlage seinerseits mitverantwortlich geleitet hat.

Herrn Dir. Dr. Müller-Gunradi

Dr. Dr. Goldberg

gez. Schlecht

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung Oppau

Herrn Dir. Dr. Schierenbeck.

Carbo-Fabrik
Dr. IS/MU.

24.5.1944.

Nickelanlage Frose /
Zweiter Chemiker.

Als zweiten für die Nickelanlage Frose dringend benötigten Chemiker wurde uns auf Veranlassung von Herrn Dir. Dr. Müller-Gunrad über Herrn Dr. Wietzel aus dem Ammoniaklaboratorium Herr Dr. Heber zugewiesen. Obwohl Herr Dr. Heber keinerlei Betriebserfahrung, die gerade im vorliegenden Falle besonders wichtig wäre, besitzt und seither auf einem dem Nickel ganz fremden Gebiet, nämlich anorganisch analytisch arbeitet, wollte ich diesen Herrn in Frose einsetzen. Seit 19. ds. Mts. ist Herr Dr. Heber jedoch erkrankt, sodass immer noch kein zweiter Chemiker für Frose zur Verfügung steht.

Ich darf bei dieser Gelegenheit nochmals darauf aufmerksam machen, dass es für die rasche Fortführung der so dringenden Arbeiten in Frose am besten wäre, wenn Herr Dr. Hamprich wenigstens für einige Monate dafür abgestellt würde, der ja das Frose-Verfahren im Laboratorium studiert hat und die Planung und den Bau der dortigen Anlage seinerzeit mitverantwortlich geleitet hat.

Herrn Dir. Dr. Müller-Gunrad

Dir. Dr. Goldberg

Durchschlag

gez. Schlecht

Kochel

Der Reichsminister
für
Rüstung und Kriegsproduktion

Berlin-Wannsee, den 16. Mai 1944
Am Sandwerder 23
Tel. 80 6189 / 80 4711 / 80 7906

RoA.00/210513/16.5.44

Herrn

Direktor Dr. Müller-Cunradi,
I.G. Farbenindustrie A.G.,

Ludwigshafen a. Rh.

Dr. Schlecht

Betr.: Nickelgewinnung in Oppau und Frose.

Ich beziehe mich auf die verschiedenen, von meinen Sachbearbeitern mit Ihnen und den für die Nickelerzeugung in Oppau und Frose verantwortlichen Herren geführten Besprechungen, in denen diese immer wieder auf die besondere Dringlichkeit der Nickelerzeugung für die Rüstung hingewiesen haben. In der letzten Besprechung beim Hauptring Metalle am 9. Mai ds. Js., bei der außer Herrn Direktor Haefliger und Dr. Schlecht auch Ihr Vertreter anwesend war, wurde erneut festgestellt, daß es weder in Oppau noch in Frose bisher gelungen ist, eine auch nur annähernd befriedigende Sicherung der Nickelgewinnung zu erreichen. Ich habe aus allen diesen Besprechungen und den mir vorgelegten Berichten den Eindruck gewonnen, daß die verantwortlichen Herren der I.G. Farbenindustrie A.G. die für die volle Sicherung der Nickelerzeugung in Oppau und in Frose erforderlichen Maßnahmen nicht mit der im Interesse der Rüstung gebotenen Beschleunigung und Entschlußkraft getroffen haben, zumal es sich bei der Nickelproduktion in den beiden Betrieben der I.G. Farbenindustrie A.G. um ein im Verhältnis zu den Gesamtanlagen äußerst geringes Produktionsvolumen handelt. Ich bitte, ab sofort der Nickelproduktion in den Betrieben Oppau und Frose Ihre besondere Aufmerksamkeit zuzuwenden. Ich muß ferner bitten, daß die für die Inangsetzung der Nickelfabrik Frose erforderlichen Voraussetzungen betrieblicher und verfahrensmäßiger Art nunmehr mit der Beschleunigung durchgeführt werden, die angesichts der Dringlichkeit der Nickelgewinnung geboten ist. Die Nickellage erfordert es, daß die volle Ausnutzung der Erzeugungskapazität der Nickelfabrik Oppau mit 450 t Nickelmetall ab sofort und die Inangsetzung der Nickelfabrik Frose im Vollbetrieb spätestens in 3 Monaten erfolgt. Ich mache Sie persönlich dafür verantwortlich, daß alle erforderlichen Maßnahmen mit der gebotenen Beschleunigung getroffen und durchgesetzt werden.

In Vertretung

gez. Kehrl

Beglaubigt:



Franck
Büroangestellte.

Dr. Müller-Gunrad

den 3. Juni 1944
a.Zt. Sanatorium Bühlerhöhe

Herrn Präsident K e h r l
Reichsministerium für Rüstung
und Kriegsproduktion
Berlin - Wannsee
Am Sandwerder 23

Sehr geehrter Herr Präsident!

Unserem Antwortschreiben vom möchte ich einige
persönliche Zeilen hinzufügen.

Da ich mich gegenwärtig in ärztlicher Behandlung im Sanatorium befinde, kann ich augenblicklich nur indirekt Einfluß nehmen.

Sie werden aber aus unserem Antwortbrief und dem beiliegenden Protokoll ersehen haben, daß wir nicht nur in der Vergangenheit die größten Anstrengungen in der Nickelfabrikation - die geringe amtliche Einstufung geflissentlich übersehend - gemacht haben, sondern daß der Betriebsführer der beiden Nickelanlagen, unser Prokurist Dr. Schlecht, nicht nur der beste Fachmann - er ist der Schöpfer des Hochdruck-Nickelcarbonylverfahrens - ist, sondern daß er auch in der Vergangenheit oft schon seine besondere Tatkraft bewiesen hat.

Nun noch ein Wort zur Illustrierung der Oppauer Schwierigkeiten. Unsere Belegschaft ist, wie angegeben, um 17% gesunken. Zur gleichen Zeit sind Fliegerschäden von rund 30 Mill. Mark entstanden, die zum großen Teil beseitigt werden müssen, damit die Produktionen laufen können.

Sie können sich vorstellen, welchen Seltenheitswert ein Mann und besonders ein Schlosser bekommen hat. Daher unser vielleicht eintönig wirkendes, aber immer wieder notwendiges Hervorheben der Arbeitskräftefrage.

Heil Hitler!

Ihr