

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Herrn Dir. Dr. AMBROS

13.4.59

22.04
A. 12.00

getrocknet.

Ausbeute: In der Technikums-Kreislauf-Apparatur im Durchschnitt
94 - 95%, Lebensdauer des Kontaktes etwa 4 Wochen.

1) Bei der Untersuchung wurde festgestellt, dass die ...
von
... ..
...

2)
... ..
... ..

3)
... ..

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Herrn Hrn. Dr. AMBROS

13.4.39

V der Anlage

3. Stufe

| | Maximal | Normal |
|----------|-------------------------|-------------------------|
| Butadien | 180 Mote 250 kg/Std. | 108 Mote 150 kg/Std. |

1.) Bei der Zw-Abteilung wurde angefragt, ob die notwendigen Mengen Formaldehyd vorhanden sind. Die Kapazität der Formaldehyd-Fabrik reicht auf alle Fälle aus. Die Lieferung des Methanols muss sichergestellt werden.

2.) Um den für unsere Anlage erforderlichen Acetylenbedarf sicherzustellen, wurde mit der Hauptwerkstätte Oppau vereinbart, einen modernen grösseren Acetylen Generator aufzustellen.

3.) Aller Voraussicht nach kann der zur Hydrierung dienende Wasserstoff dem Netz entnommen werden.

| | Maximal | Normal |
|-------------|-------------|-------------|
| Formaldehyd | 100 kg/Std. | 60 kg/Std. |
| Methanol | 200 kg/Std. | 120 kg/Std. |

gez. Niemann

gez. Reppe

| | Maximal | Normal |
|-------------|-------------------------|-------------------------|
| Formaldehyd | 1000 kg in 10 Min. | 600 kg in 10 Min. |
| Methanol | 200 - 300 kg in 10 Min. | 120 - 150 kg in 10 Min. |
| Acetylen | 5 - 10 kg in 10 Min. | 3 - 7 kg in 10 Min. |

1) Die Menge Formaldehyd wird sichergestellt bei Lieferung der Wasserstoff-Verbindungen bei der Hydrierung.

2) Die Menge Methanol wird voraussichtlich genügen, wenn der Propylaldehyd in der ersten Stufe in beträchtlicher Menge entsteht.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Karte Nr. **Br. AMROS**

13.4.39

IV der Anlage

Anmerkung 2:

Leistung und Bedarf der Anlage.

| In 606 Kontakt- inhalt 2 cbm | 1. Stufe 1.4-Butandiol | |
|------------------------------------|---|--|
| | Maximal | Normal |
| Butandiol | 300 Moto 416 kg/Std. = 1000 kg/41% Lag. | 180 Moto 250 kg/Std. 600 kg/Std. |
| Formaldehyd | 208 Moto 100% | 125 Moto |
| | 290 kg/Std. | 174 kg/Std. |
| Acetylen | 109,5 cbm/h | 65,5 cbm/Std. |
| | 2. Stufe | |
| | Maximal | Normal |
| Butandiol | 312 Moto 100% 435 kg/Std. 100% | 187 Moto 261 kg/Std. = 730 bzw. 435 kg in Lösung = 1010 kg. bzw. 607 kg in Lag. |
| Wasserstoff Nullgas | 240 cbm/Std. | 146 cbm. |

Destillation.

in der Stunde sind abdestillieren:

| | Maximal | Normal |
|------|---|--|
| d.s. | 1010 kg in Lösung 435 " Butandiol 20 - 30 kg Butanol ^{*)} 5 - 10 kg Propanol ^{**)} | 607 kg in Lösung 261 " Butandiol 15 - 12 kg Butanol 4 - 7 kg Propanol |

*) Die Menge Butanol wird abnehmen bei Erhöhung der Wasserstoffdruckspannung bei der Hydrierung.

**) Die Menge Propanol wird voraussichtlich geringer, wenn der Propargylalkohol in der ersten Stufe im Kreislauf geführt wird.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Herrn Dir. Dr. AMERON

13.4.39

VII der
Anlage

4. ANMERKUNGEN:

Um den genannten Termin einhalten zu können, ist es notwendig, dass die erforderlichen Arbeitskräfte zur Verfügung stehen. Nach der Aufstellung der Technischen Abteilung ist der Bedarf folgender:

| | | | |
|----------|-----------------------|---|------------|
| 1. Stufe | 14 500 Arbeitsstunden | = | 240 Wochen |
| 2. " " | 11 000 " " | = | 180 " " |
| 3. " " | 5 000 " " | = | 85 " " |
| | | | <hr/> |
| | | | 505 Wochen |

505 Wochen = 84 Mann für 6 Wochen.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Herrn Hrn. Dr. AMERSON

15.4.39

VI der
Anlage

Anmerkung 2.

Terminplan:

Der Terminplan für die einzelnen Apparateteile ist in Arbeit und wird in etwa 10 Tagen fertiggestellt sein. Soweit sich heute übersehen lässt, wird möglicherweise nur die Beschaffung der Armaturen in der ersten Stufe (Ventile, Rohrleitungen aus V2A) eine Verzögerung erwarten lassen. Es wurde festgestellt, dass an anderer Stelle in der Firma solche Apparateteile vorhanden sind. Gegebenenfalls werden wir zur Beschaffung dieser Teile die Hilfe der Direktion in Anspruch nehmen. Im übrigen liegen die Termine soweit fest, dass am 1. Oktober 1939 mit dem Anlaufen der Apparatur gerechnet werden kann.

Durchschlag

Vertraulich

1.4-Butandiol durch kontinuierliche katalytische Hydrierung von
1.4-Butindiol (REPPE-Verfahren).

zurück an
Euro Hauptlaboratorium

Betriebsvorschrift für die 36 l-Apparatur Lu 6.

Der Ofen wird mit

36 l

Kontakt No. 27538 (enthaltend 15% Ni, 5% Cu, 0,6% Cr, Bimsstein) gefüllt und der Katalysator jeweils im Ofen bei 310°C im Wasserstoffstrom reduziert. Nach beendeter Reduktion werden bei ca. 200°C 200 Atm. Wasserstoff aufgedrückt und der Wasserstoff im Kreislauf durch das System gepumpt. Mit Hilfe einer Druckwaage misst man die in der Stunde im Kreislauf gepumpte Menge Wasserstoff, die 700 - 800 l/Std. bei 200 Atm. betragen soll.

2,8 kg

Sodann werden bei einer Ofentemperatur von 60 - 65°C Butindiol (100%ig) in ca. 35%iger wässriger Lösung ($p_H = 6$) zugepumpt und die bei der stark exothermen Reaktion auftretende Temperatursteigerung durch den Wasserstoffkreislauf bzw. Minderung der Aussenheizung geregelt. Die Temperatur soll zweckmässig im oberen Teil des Ofens 40 - 50°C nicht übersteigen und am Ausgang des Ofens bei 90 - 95°C liegen.

Die hydrierte Lösung wird in einem Hochdruckabscheider aufgefangen und jede Stunde in ein Fass entspannt.

Die Anarbeitung der hydrierten Lösung durch Destilla-

-/-

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

tion wird in zwei Stufen vorgenommen und zwar werden
in einer Kolonne die Alkohole und das Wasser abde-
stilliert und das Butandiol dann im Vakuum fraktio-
niert.

Ausbeute: 90 - 92% der Theorie.

A. Schuler

Lu., den 29. 3. 1939 Dr.Sz/E.

1.4-Butandiol durch kontinuierliche katalytische Hydrierung von
1.4-Butindiol (REPPE-Verfahren).

Betriebsvorschrift für die 36 l-Apparatur Lu 6.

Der Ofen wird mit

36 l Kontakt No. 27538 (enthaltend 15% Ni, 5% Cu, 0,6% Cr, Bimsstein) gefüllt und der Katalysator jeweils im Ofen bei 310°C im Wasserstoffstrom reduziert. Nach beendeter Reduktion werden bei ca. 200°C 200 Atm. Wasserstoff aufgespresst und der Wasserstoff im Kreislauf durch das System gepumpt. Mit Hilfe einer Druckwaage misst man die in der Stunde im Kreislauf gepumpte Menge Wasserstoff, die 700 - 800 l/Std. bei 200 Atm. betragen soll. Sodann werden bei einer Ofentemperatur von 60 - 65°C 2,8 kg Butindiol (100%ig) in ca. 35%iger wässriger Lösung ($p_H = 6$) zugepumpt und die bei der stark exothermen Reaktion auftretende Temperatursteigerung durch den Wasserstoffkreislauf bzw. Minderung der Aussenheizung geregelt. Die Temperatur soll zweckmässig im oberen Teil des Ofens 40 - 50°C nicht übersteigen und am Ausgang des Ofens bei 90 - 95°C liegen.

Die hydrierte Lösung wird in einem Hochdruckabscheider aufgefangen und jede Stunde in ein Fass entspannt.

Die Aufarbeitung der hydrierten Lösung durch Destilla-

-/-

- 2 -

tion wird in zwei Stufen vorgenommen und zwar werden in einer Kolonne die Alkohole und das Wasser abdestilliert und das Butandiol dann im Vakuum fraktioniert.

Ausbeute: 90 - 92% der Theorie.

A. Schulz

- 9. Jan 1943

Notiz über eine kontinuierliche Destillation von
1,4-Dioxan in der Sulfiddestillation Schkopau A 30.

Aufenthalt Dr. Müller von 28.-29.9.1942

He. Dr. Niemann z. Verbl.

L.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboranten

Dr. 24/25

1.1.43

Aktennotiz über eine kontinuierliche Destillation von 1.4-Butandiol in der Butanoldestillation Schkopan A 30.

Für das kontinuierliche Destillieren von 1.4-Butandiol wurde in Schkopan A 30 zusätzlich eine Wasserkolonne aufgestellt, die nur mit einem Boden versehen war.

Die Butolkonzentration der zugeführten Lösung musste aus Gründen der Speichermöglichkeit oft gewechselt werden, wobei butanolfreie und auch butanolhaltige Lösung abwechselnd verwendet wurde.

Die Wasserkolonne Ia wurde ohne Rücklauf gefahren; der Sumpf enthielt im Mittel noch 20% Wasser. Aus dem Destillat wurden 1,3% Organisches (Siedepunkt -48°C) ausgelesen. Nach einer späteren Mitteilung von Schkopan, handelt es sich bei dem Ausgesalzten vorwiegend um 1.4-Butandiol. Die Kolonne Ia wird nunmehr mit einem zweiten Boden versehen und mit Rücklauf gefahren werden. Insgesamt wurden 392 to Rohlösung verarbeitet und 166 to Reinbutandiol destilliert. Der Heizdampfdruck in den Niederaufkochern stieg um etwa 0,5 at an. In den Röhren der Verdampfer hatte sich Kieselmasse von über 1 mm Schichtdicke abgelagert.

In der Vakuum-Kolonne II wurde das restliche Wasser abgetrieben und das Destillat über einen Wasserstrahler aus dem Ablaufrohr des Kondensators abgezogen; als Rücklauf wurde Destillat von der Kolonne Ia zugeführt.

In der Kolonne III wurde der Butandiol-Verlauf und in Kolonne IV das Reinbutandiol über Kopf destilliert.

Pumpen: Alles Kreiselpumpen mit Ausnahme einer Kolbenpumpe zum Abdücken des Destillationsrückstandes. Die Pumpen arbeiteten zufriedenstellend, ausser den Pumpen, die den Sumpf der Kolonne II zur Kolonne IV fördern; hier wurden laufend die Packungen undicht, was ein Abreißen des Flüssigkeitsfadens zur Folge hatte.

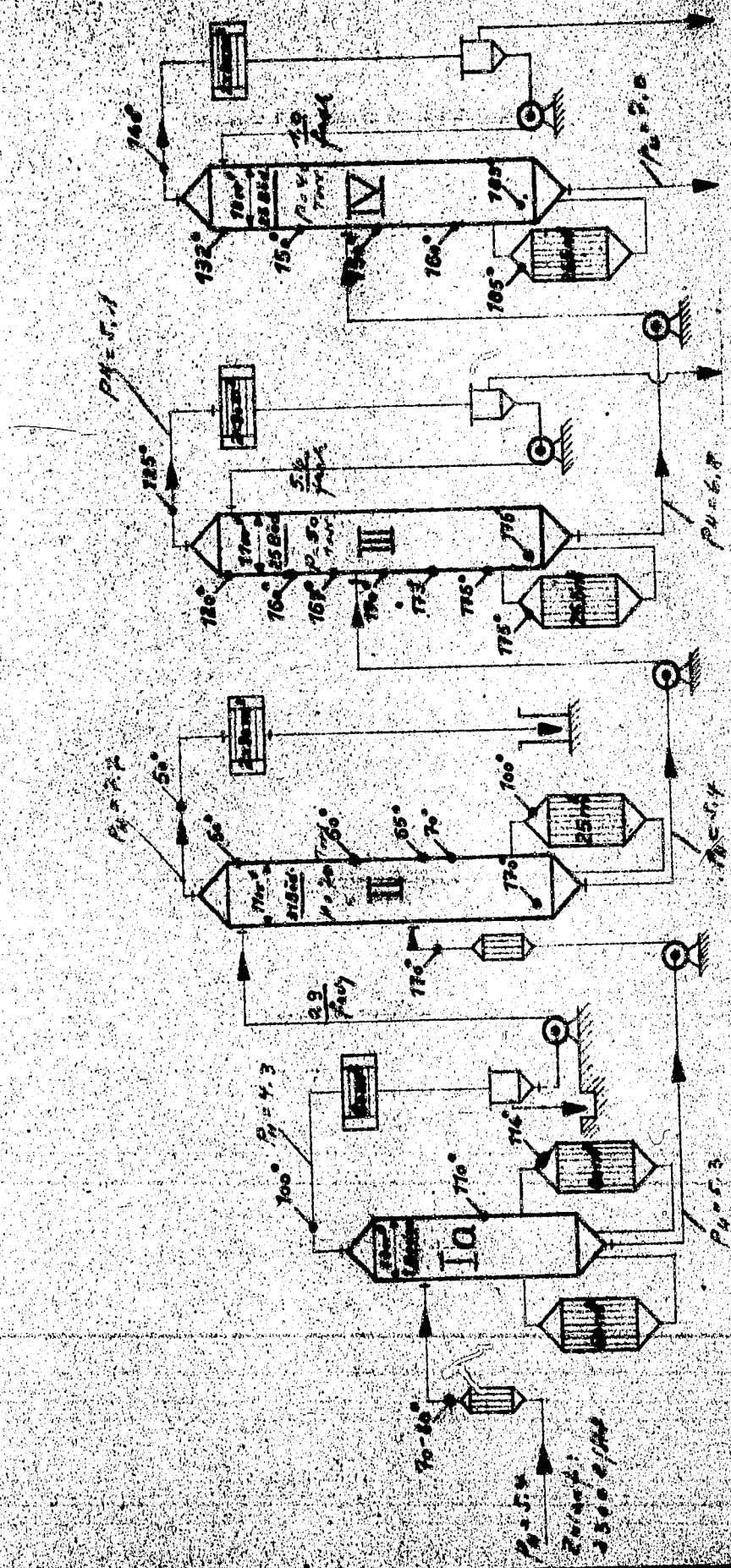
Durchschlag

Regeltechnik.

Alle Kolonnen wurden von Hand gefahren.

Aus dem Schema und den Tabellen sind Rücklaufverhältnisse, Temperaturen in den Kolonnen und analytische Werte zu entnehmen.

Schema der kontinuierlichen 1,4-Butandiol-Dest. Seyko-F 30



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium Nr. 10/19

6.1.45

Kolonne I

| Dat. | Zeit | Vorg. | Temp. | Ueberdruck | Vorgang | Rohmaterial Gehalte | Füllstand | Dampfdruck in mmHg | Temp. des D. | Zugluft in mmHg | Füllstand in mm | Dest. | Sumpf | |
|-------|-------|-------|-------|------------|---------|------------------------|-----------|-----------------------|-----------------|--------------------|--------------------|-------|--------|----------------|
| | | | | | | | | | | | | | E.N.G. | H ₂ |
| 22.9. | 14,5 | 70 | 107 | 110 | 80 | 2 706 100 | 21 | 1,5 | 740 | 2,0 | 75 | | | |
| 23. | 0,00 | 84 | 111 | 112 | 105 | 2 532 800 | 16 | 1,3 | 740 | 2,0 | 75 | | | |
| 23. | 15,00 | 75 | 105 | 107 | 90 | 2 655 800 | 17 | 1,4 | 740 | 2,5 | 70 | | | |
| 24. | 0,00 | 75 | 110 | 109 | 90 | 2 691 900 | 36 | 1,3 | 740 | 2,6 | 70 | | | |
| 24. | 15,00 | 80 | 113 | 114 | 100 | 2 891 100 | 21 | 1,3 | 740 | 2,6 | 46 | | | |
| 25. | 10,00 | 81 | 114 | 112 | 100 | 2 940 900 | 23 | 1,7 | 740 | 2,7 | 50 | | 20 | |
| 26. | 15,00 | 80 | 112 | 112 | 100 | 3 010 800 | 37 | 1,5 | 751 | 2,7 | 52 | | | |
| 27. | 14,00 | 75 | 104 | 117 | 100 | 3 000 600 | 21 | 1,4 | 752 | 2,5 | 57 | | 30 | |
| 28. | 10,00 | 75 | 110 | 109 | 100 | 3 124 600 | 27 | 1,4 | 746 | 2,5 | 67 | | | |
| 29. | 10,00 | 70 | 114 | 114 | 100 | 3 156 600 | 35 | 2,5 | 747 | 2,6 | 40 | 5,6 | 17 | 5,3 |
| 29. | 14,00 | 72 | 113 | 113 | 100 | 3 173 600 | 30 | 2,5 | 741 | 2,2 | 45 | | | |
| 29. | 18,00 | 71 | 113 | 112 | 100 | 3 133 600 | 30 | 2,5 | 732 | 2,2 | 45 | | | |
| 30. | 7,00 | 70 | 105 | 104 | 100 | 3 211 700 | 32 | 1,8 | 755 | 2,7 | 53 | 4,0 | 27 | 7,2 |
| 30. | 22,0 | 72 | 107 | 104 | 100 | 3 141 600 | 38 | 2,0 | 750 | 2,3 | 61 | | | |
| 1.10. | 9,30 | 71 | 104 | 104 | 100 | 3 250 600 | 34 | 2,0 | 740 | 2,4 | 65 | | | |

Rohöl = 8000 kg/24h. Destillat = 1100 kg/24h. R = 0

Y = 30 g/min.

Kolonne II

| Dat. | Zeit | Temp. | Ueberdruck | Ecken | | | | Ueberdruck | 1/10 Füllst. | Füllst. in mm | Dest. in mm | Temp. | Vollstand | | | Dest. | Sumpf | |
|-------|-------|-------|------------|-------|----|----|----|------------|-----------------|------------------|----------------|-------|-----------|-------|-------|-------|--------|----------------|
| | | | | 1 | 2 | 3 | 4 | | | | | | in mm | in mm | in mm | | E.N.G. | H ₂ |
| 22.9. | 12,5 | 103 | 101 | 95 | 95 | 95 | 95 | 95 | 400 | 40 | 45 | 06 | 272 | 356 | | | | |
| 23. | 0,00 | 105 | 125 | 94 | 96 | 95 | 95 | 95 | 410 | 35 | 35 | 05 | 250 | 330 | | | | |
| 23. | 15,00 | 143 | 140 | 75 | 74 | 77 | 85 | 87 | 400 | 32 | 34 | 04 | 225 | 340 | | | | |
| 24. | 0,00 | 150 | 176 | 67 | 68 | 67 | 65 | 66 | 400 | 27 | 33 | 10 | 205 | 314 | | | | |
| 24. | 15,00 | 152 | 195 | 67 | 68 | 68 | 65 | 67 | 400 | 25 | 35 | 10 | 200 | 316 | | | | |
| 25. | 10,00 | 141 | 152 | 75 | 75 | 75 | 75 | 75 | 390 | 25 | 35 | 06 | 190 | 300 | 620 | | | |
| 26. | 15,00 | 157 | 177 | 64 | 65 | 64 | 61 | 63 | 400 | 24 | 31 | 10 | 185 | 283 | 672 | | | |
| 27. | 14,00 | 153 | 175 | 65 | 66 | 65 | 63 | 63 | 405 | 24 | 26 | 10 | 175 | 280 | 670 | | | |
| 28. | 12,00 | 170 | 170 | 65 | 65 | 65 | 64 | 65 | 400 | 24 | 26 | 05 | 165 | 275 | 656 | | | |
| 29. | 7,00 | 170 | 180 | 65 | 65 | 67 | 65 | 65 | 405 | 24 | 27 | 06 | 160 | 275 | 674 | 7,7 | 5,4 | |
| 29. | 14,00 | 171 | 180 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 400 | 23 | 27 | 04 | 155 | 274 | 690 | | | |
| 29. | 18,00 | 161 | 180 | 71 | 71 | 70 | 68 | 68 | 400 | 22 | 25 | 05 | 150 | 260 | 714 | | | |
| 30. | 7,00 | 140 | 160 | 71 | 71 | 70 | 68 | 68 | 400 | 22 | 25 | 05 | 145 | 255 | 684 | 1,1 | 5,4 | |
| 30. | 15,00 | 140 | 160 | 71 | 71 | 70 | 68 | 68 | 400 | 22 | 25 | 05 | 145 | 255 | 684 | | | |
| 1.10. | 9,30 | 140 | 160 | 71 | 71 | 72 | 70 | 70 | 400 | 22 | 25 | 05 | 145 | 255 | 684 | | | |

Rohöl = 8000 kg/24h. R = 0,50 g/min

Y = 22 g/min.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Müller

9.1.45

5

Kolonne III

| Dat. | Zeit | Sumpf | Wieder- aufk. 5 | Sieden | | | | | | | Über- gang | 1/Std. Rück- lauf | Ges. Ler. Dest. | Ablauf (Kühlw. Dest.) | Vakuum oben Kond. | % w. Rein- butol | Ep. °C | Destillat | | | | |
|-------|-------|-------|--------------------|--------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|---------------|-------------------------|-----------------------|--------------------------|----------------------|------------------------|-----------|------------------|-----|-----|-----|-----|
| | | | | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | | | | | | | | H ₂ O | % | | | |
| 22.9. | 14,00 | 154 | 172 | 78 | 80 | 84 | 75 | 74 | 75 | 50 | 39 | - | 20 | 26 | - | - | - | 4,6 | | | | |
| 23. | 9,00 | 172 | 175 | 171 | 169 | 169 | 169 | 167 | 160 | 74 | 137 | 276 | 19 | 29 | - | 702 | -28 | 4,6 | | | | |
| 23. | 15,00 | 174 | 175 | 172 | 169 | 169 | 169 | 167 | 159 | 75 | 139 | 350 | 19 | 29 | - | 698 | - | 6,1 | | | | |
| 24. | 9,00 | 170 | 175 | 170 | 167 | 167 | 167 | 167 | 148 | 56 | 97 | 260 | 19 | 29 | - | 692 | 3,5 | 6,1 | | | | |
| 24. | 13,00 | 172 | 178 | 172 | 170 | 170 | 170 | 164 | 112 | 58 | 113 | 276 | 18 | 30 | - | 688 | - | 10,6 | | | | |
| 25. | 10,00 | 175 | 176 | 174 | 171 | 171 | 171 | 168 | 154 | 45 | 72 | 276 | 20 | 28 | 692 | 706 | 1,5 | -12 | 7,0 | | | |
| 26. | 15,00 | 175 | 176 | 175 | 172 | 172 | 172 | 169 | 165 | 108 | 131 | 364 | 4500 | 20 | 33 | 692 | 705 | 9,3 | - | 5,5 | | |
| 27. | 14,00 | 174 | 175 | 175 | 170 | 170 | 170 | 167 | 160 | 113 | 146 | 695 | 7000 | 20 | 35 | 704 | 712 | 11,0 | - | 9,3 | 5,4 | |
| 28. | 7,00 | 174 | 175 | 173 | 170 | 170 | 170 | 165 | 160 | 115 | 148 | 695 | - | - | 700 | 714 | 8,0 | +2 | - | - | - | |
| 28. | 13,00 | 173 | 174 | 171 | 170 | 170 | 169 | 165 | 160 | 138 | 149 | 276 | 8500 | 22 | 32 | 604 | 680 | - | - | - | - | - |
| 29. | 7,00 | 177 | 178 | 175 | 173 | 173 | 173 | 169 | 162 | 125 | 148 | 620 | 9500 | 20 | 35 | 616 | 710 | 10,3 | +2 | 3,4 | 6,0 | 5,1 |
| 29. | 18,00 | 178 | 177 | 175 | 173 | 174 | 172 | 168 | 128 | 90 | 126 | 695 | 9900 | 20 | 32 | 598 | 690 | - | - | - | - | - |
| 30. | 7,00 | 179 | 179 | 177 | 174 | 174 | 174 | 168 | 161 | 82 | 85 | 392 | 10800 | 17 | 32 | 634 | 705 | - | - | - | - | - |
| 30. | 15,00 | 170 | 174 | 170 | 167 | 167 | 167 | 164 | 150 | 75 | 135 | 392 | 11500 | 19 | 37 | 652 | 665 | - | - | - | - | - |
| 1.10. | 6,30 | 178 | 178 | 178 | 176 | 176 | 176 | 172 | 168 | 84 | 149 | 392 | 15100 | 20 | 30 | 680 | 704 | - | - | - | - | - |

Destillat = 84 kg/Std. $\eta = 5,6$ Pauch

$\eta = 0,4$ Pauch

Kolonne IV

| Dat. | Zeit | Sumpf | Wieder- aufk. 6 | Sieden | | | | | Über- gang | 1/Std. Rück- lauf | Vakuum oben Kond. | Ablauf (Kühlw. Dest.) | Qualitäts- Rein-Butol | Analyse von Destillat | | | | | | | |
|-------|-------|-------|--------------------|--------|-----|-----|-----|-----|---------------|-------------------------|----------------------|--------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------------------|------------------|-------|--------|---|
| | | | | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 | | | | | | Ep. °C | % Ox- butyl- aldehyd | Siede- punkt °C | H ₂ O in 100 g | % in Sumpf | | | |
| 22.9. | 14,30 | 86 | 92 | 86 | 82 | 84 | 84 | 65 | 49 | - | 14 | 26 | 7 581 900 | 16,0 | 0,7 | - | - | - | | | |
| 23. | 9,00 | 163 | 180 | 159 | 126 | 152 | 150 | 143 | 119 | 133 | 779 | 729 | 20 | 37 | 7 662 808 | 18,0 | 0,6 | 227,5-227 | - | - | |
| 23. | 15,00 | 171 | 174 | 165 | 125 | 158 | 157 | 149 | 150 | 140 | 790 | 726 | 24 | 38 | 7 695 900 | 18,4 | 1,0 | - | - | - | |
| 24. | 9,00 | 176 | 182 | 168 | 130 | 163 | 160 | 156 | 140 | 145 | 790 | 724 | 26 | 39 | 7 662 900 | 18,7 | - | - | - | 45 | |
| 24. | 11,00 | 180 | 184 | 164 | 128 | 156 | 157 | 152 | 138 | 143 | 790 | 724 | 34 | 38 | 7 662 900 | 18,7 | - | - | - | - | |
| 25. | 10,00 | 180 | 183 | 168 | 128 | 160 | 158 | 153 | 138 | 142 | 790 | 706 | 25 | 38 | 7 922 800 | 18,0 | 1,2 | - | - | 0,29 | |
| 25. | 15,00 | 184 | 185 | 165 | 121 | 158 | 156 | 149 | 120 | 155 | 790 | 706 | 24 | 32 | 7 948 808 | 18,3 | 0,5 | - | - | 0,2652 | |
| 26. | 15,00 | 184 | 185 | 165 | 121 | 158 | 156 | 149 | 120 | 155 | 790 | 706 | 24 | 32 | 7 965 606 | 17,7 | 0,54 | 227,5-229 | - | 0,20 | |
| 27. | 14,00 | 182 | 185 | 165 | 125 | 162 | 156 | 152 | 124 | 138 | 790 | 704 | 25 | 36 | 7 979 800 | 18,5 | - | - | - | 0,34 | |
| 28. | 15,00 | 170 | 172 | 153 | 128 | 156 | 157 | 152 | 150 | 142 | 790 | 712 | 34 | 32 | 7 992 800 | 17,6 | 0,63 | 227,5-229 | 70,14 | 90 | |
| 29. | 7,00 | 180 | 186 | 162 | 125 | 157 | 156 | 150 | 132 | 146 | 505 | 706 | 33 | 35 | 7 998 000 | 18,6 | - | - | - | - | |
| 29. | 14,00 | 180 | 184 | 167 | 130 | 162 | 160 | 164 | 146 | 146 | 498 | 695 | 25 | 32 | 8 038 205 | - | - | - | - | - | |
| 30. | 22,30 | 182 | 186 | 162 | 125 | 158 | 156 | 150 | 134 | 140 | 498 | 715 | 26 | 35 | 8 016 465 | 18,05 | 1,2 | 227,5-229 | 70,3 | 10 | |
| 30. | 7,00 | 184 | 184 | 156 | 118 | 156 | 148 | 142 | 125 | 133 | 498 | 730 | 31 | 32 | 8 027 400 | - | - | - | - | - | |
| 30. | 22,00 | 182 | 185 | 163 | 125 | 157 | 155 | 151 | 136 | 139 | 407 | 720 | 28 | 31 | 8 032 800 | 18,6 | 0,60 | - | - | 0,22 | |
| 1.10. | 6,30 | 182 | 185 | 158 | 128 | 156 | 155 | 150 | 134 | 140 | 407 | 720 | 28 | 31 | - | - | - | - | - | - | - |

Destillat = 200 kg/Std. $\eta = 4,2$ Pauch
in 1200 "

$\eta = 0,7$ Pauch

Durchschlag

Bilanz

| Datum | Rohbutandiol | | | Vorlauf | | | | Reinbutandiol | | | Rückstand | | | | Wasser + Butanol ber.: kg |
|---|--------------|-------------|---------|---------|-------------|--------|---------------------|---------------|-------------|---------|-----------|-------------|--------|--------------------|--|
| | Ltr. | g | kg | Ltr. | g | kg | % v.R. in- butol | Ltr. | g | kg | Ltr. | g | kg | % v.Rein- butol | |
| 24. - 26.9. 7,00 - 7,00 | 110 700 | 1,012 b/22° | 111 927 | 3 595 | 1,02 b/34° | 3 672 | 8,3 | 44 750 | 0,985 b/57° | 44 030 | 6 660 | 1,07 b/33° | 7 115 | 16,1 (I) | 57 110 |
| 26. - 27.9. 7,00 - 7,00 | 52 600 | 1,032 b/16° | 54 180 | 2 300 | 1,018 b/30° | 2 341 | 11,3 | 20 900 | 0,99 b/60° | 20 691 | 3 010 | 1,088 b/29° | 3 264 | 15,7 (II) | 27 684 |
| 27. - 28.9. 7,00 - 7,00 | 55 200 | 1,014 b/21° | 56 000 | 1 600 | 1,005 b/40° | 1 615 | 8,1 | 20 100 | 0,98 b/68° | 19 900 | 3 000 | 1,07 b/42° | 3 220 | 16,6 (III) | 31 265 |
| 28. - 29.9. 7,00 - 7,00 | 53 700 | 1,028 b/19° | 55 200 | 1 600 | 1,085 b/41° | 1 615 | 12,2 | 13 500 | 0,98 b/68° | 13 220 | 13 400 | 1,06 b/55° | 14 200 | 107,0 I | 26 165 |
| 29. - 30.9. 7,00 - 7,00 | 55 100 | 1,012 b/20° | 55 800 | 900 | 1,02 b/34° | 920 | 3,6 | 25 700 | 0,99 b/63° | 25 540 | 973 | 1,092 b/80° | 1 062 | 4,2 | |
| 30.9.-1.10. 7,00 - 7,00 | 57 500 | 1,018 b/18° | 58 655 | 1 700 | 1,023 b/36° | 1 740 | 10,4 | 17 000 | 0,98 b/67° | 16 660 | 1 507 | 1,06 b/55° | 1 597 | 9,6 (IV) | |
| Gesamtmenge | 384 800 | | 391 742 | 11 695 | | 11 903 | 8,5 | 141 950 | | 140 041 | 28 550 | | 30 458 | 21,8 I | (Mittel von I, II, III, IV = 14,5%) |
| Gesamtmenge mit Herrn Brett er- mittelt | 483 900 | | | 15 100 | | | 9,7 | 156 200 | | | 30 188 | | | 19,2 | |

Analyse

| Nr. | Probe | | Inhalt | % Butol | % Rückstand | % H ₂ O | C Z. | Jodzahl | Ep. | OH-Zahl | OCH ₃ |
|-------------|----------------|-------|--|---------|-------------|--------------------|------|---------|------|---------|------------------|
| | wann genommen? | Zeit | | | | | | | | | |
| 7 025/1 | 24.9. | 18,00 | Vorlauf (Dest.Kol.III) | | | 49,3 | 39,0 | 1,2 | | | |
| 7 027/1 | 24.9. | 18,00 | Rohlösung | 52,11 | 1,49 | 0,16 | 11,0 | 0,6 | 17,8 | 1194 | 0,5 |
| 7 028/1 | 24.9. | 18,00 | Rückstand (Sumpf Kol.IV) | 39,0 | 60,83 | 0,12 | 7,0 | 3,9 | | 1121 | |
| 8 21/1 | 26.9. | 14,30 | Wasser (Destillat Kol.II) | | | | | | | | |
| 8 21/2 | 26.9. | 14,30 | Wasser (Destillat Kol.Ia) | | | | | | | | |
| 7 031/1 & 2 | 28.9. | 16,00 | Wasser (Destillat Kol.Ia) | | | | | | | | |
| 7 026/1 | 29.9. | 10,00 | Reppa - Butanol | | | | | | | | |
| 7 029/1 | 28.9. | 15,00 | Rückstand (Sumpf Kol.IV aus Kesselwagen 545 761) | 55,6 | 44,1 | | 1,6 | | | | |
| 7 030/1 | 26.9. | 14,00 | Vorlauf (Destillat Kol.III) | | | 13,8 | 31,0 | | | | 2,1 |
| 7 032/1 | 1.10. | 12,00 | Vorlauf (Gesamtdurchschnittsprobe) | | | 23,4 | 39,0 | 1,3 | | | 4,3 |
| 7 034/1 | 1.10. | 12,00 | Rückstand (Durchschnitt von 28.9. bis 1.10.) | 24,5 | 75,5 | | 10,5 | 7,5 | | 1050 | |

Bemerkung: Der gesamte Vorlauf enthält 23,4% H₂O und mithin verringert sich die Menge um 2%. Ausserdem sind im Vorlauf noch über 50% Butandiol enthalten, sodass schliesslich der Anteil an Gesamtvorlauf 2-3% beträgt. Im Rückstand sind noch 24,5 bzw. 55,6% Butandiol enthalten, das sind im Mittel 40%. $\frac{14,2 \times 40}{100} = 5,8$; $14,5 - 5,8 = 8,7\%$ R. Für eine durchschnittlich 32%ige Rohlösung wären das $\frac{8,7 \times 32}{100} = 2,8\%$ Rückstand.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. 4/12.

9.1.42

Das destillierte 1,4-Dinitrobenzol wurde in Kesselwagen nach Lu
verschickt.

| Wagen | Wagen | H ₂ O | S Z | Johann | GR |
|----------|---------|------------------|-----|--------|-------|
| Ankunft | Nr. | | | | |
| 25.9.42 | 595 504 | 0,24 | 5 | 0,6 | 1 226 |
| 27.9.42 | 595 503 | 0,25 | 4 | 0,3 | 1 225 |
| 2.10.42 | 514 037 | 0,32 | 5 | 0,2 | 1 227 |
| 6.10.42 | 595 929 | 0,32 | 6 | 0,4 | 1 222 |
| 9.10.42 | 595 618 | 0,26 | 7 | 0,9 | 1 224 |
| 13.10.42 | 519 576 | 0,61 | 4 | 0,6 | 1 200 |
| 11.10.42 | 596 617 | 0,3 | 5 | 0,2 | 1 216 |

ppr Möller
" (Schleierhofer)
" (Krausmann)

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. 24/117.

9.1.43

Das destillierte 1.4-Butandiol wurde in Messelwagen nach Lu
verschickt.

| Wagen | | H ₂ O | S. Z. | Jodzahl | GB |
|----------|---------|------------------|-------|---------|-------|
| Ankunft | Nr. | | | | |
| 25.9.42 | 595 504 | 0,24 | 5 | 0,6 | 1 226 |
| 27.9.42 | 595 503 | 0,25 | 4 | 0,5 | 1 225 |
| 2.10.42 | 514 037 | 0,32 | 5 | 0,2 | 1 227 |
| 9.10.42 | 595 929 | 0,32 | 6 | 0,4 | 1 222 |
| 9.10.42 | 595 618 | 0,26 | 7 | 0,9 | 1 224 |
| 13.10.42 | 515 576 | 0,61 | 4 | 0,6 | 1 200 |
| 11.10.42 | 596 617 | 0,3 | 5 | 0,2 | 1 216 |

ppr Müller
" (Steinbofer)
" (Krause)

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a/Rh., den 10. April 1942
Dr. He/Ri.

Dr. Herrlö

A k t e n n o t i z Nr. 43.

Betreff: Ersatz von Amphoseife durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Probe 9515/U (Amphoseife 18 aus Rapsöl).

Die Prüfung obiger Amphoseife in unserem Standardansatz ergab folgende Werte:

| Versuch: | Emulgator: | Zeit: | Koagulat: | k-Wert: |
|------------------------------------|------------|--------|-----------|---------|
| B 3015 | 9515 / U | 6 Std. | 1,5 g | 77 |
| Vergleichsversuch mit Betriebsware | | 7-10" | 1 | 78 - 82 |

Die Amphoseife 9515/ U ist der Betriebsware ^{im diskontinuierlichen Kleinversuch} völlig gleichwertig.

Ø an TH-Abteilung

gez. Herrlö

" F(ikentscher)

" R(eppe)

Durchschlag

Dr. Niemann

Dr. Ho/Ma.

21. 2. 1942

Aktennotiz.

Betreff: Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.

Prüfung der Amphoseifen:

- 9368/U (aus Stearinsäure)
- 9347/U " Stearylalkohol Hauptlabor.)
- 9346/U " Tridecylalkohol)
- 9350/U " Tierkörperfett)
- 9348/U " gereinigtem Tierkörperfett)
- 9349/U " Olivenöl, paraffinfrei)

Bei der Prüfung dieser Produkte in unserem Standardansatz erhielten wir folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit | Koagulat | k-Wert. |
|--|-----------|----------|----------|---------|
| B 2950 | 9368/U | 5,5 Std. | 3 g | 76 |
| B 2951 | 9347/U | 7 " | 5 g | 75 |
| B 2952 | 9346/U | 25 " | 150 g | 72 |
| B 2953 | 9350/U | 7,5 " | 1 g | 79 |
| B 2954 | 9348/U | 5,5 " | 5 g | 72 |
| B 2957 | 9349/U | 11 " | 29 g | 77 |
| Vergleichsversuch mit Amphoseife 18 | | 7-10 " | 1 g | 78-82 |

Aus dem Rahmen, der an Amphoseife 18 zu stellenden Forderungen fallen lediglich 9346/U und 9349/U heraus. Die geringe Emulgierwirkung der Probe 9346/U führen wir auf die verzweigte und kurze Kette des Emulgators zurück. Auffallend ist die verhältnismässig hohe Koagulatbildung bei der paraffinfreien Amphoseife 9349/U, besonders verglichen mit der früher untersuchten paraffinhaltigen Probe Zsch 41/168. Nach den vorliegenden Versuchen scheint ein gewisser Paraffingehalt der Amphoseife von günstigem Einfluss auf Emulgierwirkung bei der Ige-litpolymerisation zu sein. Die Klarheit des Polymerisats wird durch das Paraffin nicht beeinträchtigt.

ges. Herrle

" R(eppe)

Durchschlag

Dr. Jo/fr.

21. Januar 1942. 1

Dr. Memmer

Aktennotiz.Über die p.-Einstellung und die damit in Zusammenhang stehenden Abgasmengen und Acetylenausbeuten in der Butindiol-synthese.

Da das Acetylen für die Butindiol-Reaktion stets eine gewisse Menge Inertgas mit sich führt, ist es erforderlich, einen Teil des Acetylens als Abgas aus der Reaktion zu entfernen, um eine Anreicherung der Inertgase zu vermeiden. Die Butindiol-Reaktion ist von der Acetylenkonzentration abhängig. Erfahrungsgemäß ist zur Erzielung einer annehmbaren Reaktionsgeschwindigkeit bei den augenblicklich zur Anwendung kommenden Temperaturen und Kontakten eine mindestens 80%ige Konzentration aufrechtzuerhalten. Die folgenden Überlegungen sind für eine Konzentration von 93% angestellt, wobei sich also das Inertgas im Ofen bis auf 7% anreicherte. Die Berechnungen für alle anderen Konzentrationen lassen sich entsprechend durchführen und sind in Tabelle 10 und 11 zusammengestellt. Für Lu und Schkopau kann man mit einem Inertgasgehalt von 0,5%, für B III mit 1% rechnen (vgl. Tabelle 1).

Tabelle 1.
Frisch - Acetylen.

| | Lu (lt. Analyse vom Untersuchungslabor) | Schkopau (lt. Schrb. vom 14.6.1940) | B III (voraussichtliche Werte) |
|-------------------------------|---|---|-----------------------------------|
| CO ₂ | < 0,1 | 0,05 | < 0,1 |
| CO | < 0,1 | 0,1 | < 0,1 |
| O ₂ | < 0,1 | 0,06 | < 0,1 |
| H ₂ | < 0,1 | 0 | < 0,1 |
| H ₂ | 0,4 | 0,4 | 0,9 |
| ges. K.W. | < 0,1 | 0,02 | < 0,1 |
| C ₂ H ₂ | 99,5 | 99,5 | 99,0 |

in Gendorf auch 99,5%

Die Tabelle 2 zeigt die bei den angewandten Frischgasmengen notwendigen Abgasmengen in obm und % vom Frischgas.

-/-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942.

2

Tabelle 2.

Abgas infolge von Inertgas.

| Anlage | Butindiol Mol/h | Frischgas n. cbm/h | davon Inertgas cbm | 93%iges Abgas n. cbm | % von Frisch- gas |
|----------------------------------|--------------------|-----------------------|--------------------------|----------------------------|-------------------------|
| 606 | ~ 1 | 25,4 | 0,13 | 1,8 | 7,1 |
| B 31 bei einer Prod.v. 1:1 | 6 | 158 | 0,79 | 11,3 | 7,1 |
| B III 1 Ofen | 10,7 | 301 | 3,0 | 43 | 14,3 |
| B III 6 Ofen | 64 | 1806 | 18,0 | 258 | 14,3 |

Die für die Aufrechterhaltung der gewünschten Acetylenkonzentration von 93% nötige Abgasmenge beträgt also 7 bzw. 14% des Frischgases. Dieses Abgas ist bei den augenblicklich gegebenen Kontaktaktivitäten und den angewendeten Temperaturen unvermeidbar. Selbstverständlich wird beim Arbeiten mit z.B. 80%igem Acetylen die Abgasmenge entsprechend kleiner.

Praktisch kommt man aber mit dieser Abgasmenge nicht aus, da sich aus dem zur Neutralisation des technischen Formaldehyds (p_H etwa 2,5) verwendeten Natriumbicarbonat eine gewisse Menge Kohlensäure entwickelt, die zusätzlich noch aus der Reaktion zu entfernen ist. Je nach dem gewünschten p_H werden wechselnde Mengen Bicarbonat zugegeben. Für ein p_H von 6,5 - 7 sind 700 g pro cbm Zuluflösung, für ein p_H von 5,5 etwa 500 g erforderlich. Die daraus entstehenden Kohlensäuremengen und daher zusätzlich erforderlichen Abgasmengen sind in den Tabellen 3 und 4 zusammengestellt.

Tabelle 3.

Abgas infolge der zusätzlichen Anwesenheit von Kohlensäure bei p_H 6,5 - 7,0.

| Anlage | NaHCO ₃ g/h | Entwickelte Kohlensäure | | Unvermeidli- ches Abgas s. Tab. 2 | | Gesamt- Fremdgas cbm | Gesamt- abgas cbm | % von Frisch- gas |
|---------------|---------------------------|----------------------------|--------------|---|-------------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | | g | n. cbm 0° | cbm | davon Inertgas | | | |
| 606 | 181 | 95 | 0,049 | 1,8 | 0,13 | 0,18 | 2,6 | ~ 10 |
| B 31 (f. BdI) | 1120 | 588 | 0,300 | 11,3 | 0,79 | 1,09 | 15,6 | ~ 10 |
| B III (10cb) | 1920 | 1010 | 0,514 | 43 | 3,0 | 3,51 | 50,0 | ~ 17 |
| B III (60cb) | 11500 | 6050 | 3,08 | 258 | 18,0 | 21,08 | 300,0 | ~ 17 |

Durchschlag

Tabelle 4.

Abgas infolge der zusätzlichen Anwesenheit von Kohlensäure bei
 p_H 5,2.

| Anlage | NaHCO ₃ g/a | Entwickelte Kohlensäure | | Unvermeidli- ches Abgas s. Tab. 2 | | Gesamt- Fremd- gas cbm | Gesamtgas cbm | % von Frisch- gas |
|----------------------|---------------------------|----------------------------|--------|---|------------------------|---------------------------------|------------------|-------------------------|
| | | g | n. gbm | cbm | davon Inert- gas | | | |
| 606 | 128 | 68 | 0,034 | 1,8 | 0,13 | 0,164 | 2,3 | ~ 9 |
| H 31 f. Prod. 1.1 | 795 | 413 | 0,195 | 11,5 | 0,79 | 0,985 | 14,0 | ~ 9 |
| B III (1 Ofen) | 1370 | 718 | 0,365 | 43 | 3,0 | 3,365 | 48 | ~ 16 |
| B III (6 Ofen) | 8240 | 4310 | 2,20 | 258 | 18,0 | 20,2 | 290 | ~ 16 |

Aus den Tabellen ist zu ersehen, dass durch die Kohlensäure eine zusätzliche Abgasmenge von nur 3 bzw. 2% vom Frischgas hinzukommt, die vermeidbar wäre, wenn es gelänge, ohne den Zusatz von Natriumbicarbonat auszukommen, bzw. das Bicarbonat durch andere Substanzen zu ersetzen. Die Frage des Abgases mündet also in die Frage der p_H -Einstellung.

Am zweckmäßigsten wäre es also, den Säuregehalt durch keinerlei Zusätze zu beeinflussen. Bei dem p_H von < 3 beginnt aber eine leichte Säureersetzung des Kupferacetylids, wodurch die Kontaktwirkung im Laufe der Zeit herabgemindert wird. Eine gewisse Abstumpfung ist also nicht zu umgehen. (Nach unseren Versuchen ist es zweckmäßig ein p_H von 5-6 einzuhalten). Es bleibt noch die Möglichkeit, statt Natriumbicarbonat Puffersubstanzen, wie Natriumacetat oder Dinatriumphosphat, zuzugeben. Damit könnte gleichzeitig erreicht werden, dass das p_H , das von 5-6 bis etwa 3,0-3,5 abnimmt, im Verlaufe des Ofens konstant gehalten wird, was aus folgenden Grunde ganz besonders wichtig ist. Die letzten Versuche haben stets in unteren Ofendrittel eine Verstopfung des Kontaktes gezeigt, auf die schon in "4. Bericht über die Butindiolherstellung in der technischen Versuchsanlage Lu 606" vom 17. Dez. 1941 auf Seite 4 hingewiesen wurde. Es ist anzunehmen, dass die Verstopfung durch Kieselsäureablagerung hervorgerufen wurde, indem die Kieselsäure in der oberen Ofenmitte recht oder kolloidal beim p_H 3-7

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942. 4

herausgelöst wurde und sich beim $p_H < 4$ wieder abscheidet. Diese Abscheidung kann vermieden werden, wenn im Ofen keine p_H -Änderung stattfindet, das Nachsäuern z.B. durch Puffersubstanzen wieder ausgeglichen wird. Es ist versucht worden, das Nachsäuern durch Vermischen des Kontaktes mit Marmor zu verhindern, jedoch nur mit geringem Erfolg und einer zusätzlichen Bildung von Kohlensäure. Darum wurde von der Marmorbeimischung wieder abgesehen.

Die Versuche mit Puffersubstanzen hatten also den doppelten Zweck, einmal die Bildung von Kohlensäure zu vermeiden, zum anderen ein konstantes p_H im Ofen aufrechtzuerhalten, bzw. die p_H -Änderung auf ein Minimum zu beschränken. Als Puffersubstanzen wurden Dinatriumphosphat und Natriumacetat verwendet und die Versuche in einem kleinen 1,5 Ltr.-Versuchsofen und der kleineren Anlage in 606 ausgeführt.

In 1,5 Ltr.-Ofen wurden die in der Tabelle 5 zusammengefassten p_H -Änderungen beobachtet. Die Zulauflösung wurde mit Wasser verdünnt.

Tabelle 5.

p_H -Änderung bei Verwendung von Puffersubstanzen in 1,5 Ltr.-Ofen.

| Puffersubstanz | Menge % | entspricht % NaHCO ₃ | Zulauf p_H | Anstrag p_H | Erfolg |
|-------------------|---------|---------------------------------|--------------|---------------|--------|
| Natriumacetat | 0,1 | 0,06 | 4,8 | 3,7 | - |
| " | 0,15 | 0,09 | 4,7-4,9 | 4,1-4,4 | x |
| " | 0,2 | 0,12 | 5,0 | 4,2 | x |
| Dinatriumphosphat | 0,1 | 0,047 | 4,7 | 3,9 | - |
| " | 0,2 | 0,095 | 6,0 | 3,8 | - |

Man ersieht also, dass 0,15 bis 0,2 % Natriumacetat den Durchgang des p_H durch den kritischen Wert 4,0 verhindern, während die Lösung mit Dinatriumphosphat noch nachsäuert.

In 600 Ltr.-Ofen in Lu 606 wurden die in der Tabelle 6 zusammengestellten Werte gemessen. Der Zulauf wurde zum Teil mit Wasser, zum Teil mit Propargylalkohol angesetzt.

-/-

Durchschlag

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942

5

Tabelle 6.

p_H-Änderungen bei Verwendung von Puffersubstanzen im 700 Ltr.-Ofen.

| Puffersubstanz | Menge % | Zulauf p _H | Anstrag p _H | Erfolg |
|-------------------|---------|-----------------------|------------------------|--------|
| Natriumacetat | 0,1 | 3,9 | 3,7 | - |
| " | 0,16 | 5,8 | 4,2 | x |
| Dinatriumphosphat | 0,15 | 6,8 | 4,1 | x |
| " | 0,2 | 6,7 | 4,2 | x |

In diesen Versuchen zeigt sich in Bezug auf Natriumacetat dasselbe Ergebnis, dass 0,1% sicher zu wenig sind, während bei 0,16% die p_H-Änderung bei 4,2 aufgehalten wird. Die Ergebnisse mit Dinatriumphosphat liegen günstiger als im kleinen Ofen, wurden aber nur über kurze Zeit gefahren, sodass sie noch nicht als absolut sicher angesehen werden können.

Im Hinblick auf die Abgasfrage ist es also in jedem Falle vorteilhaft, Natriumbicarbonat durch eine andere p_H-einstellende Substanz zu ersetzen, sofern durch sie keine Störungen in den folgenden Stufen hervorgerufen werden. Ein völliges Fortlassen aller p_H-einstellenden Substanzen halten wir bei dem gegenwärtigen Stand der Erkenntnisse für unzweckmässig.

Es ist noch zu erwähnen, dass sich aus diesen Zusätzen eine wichtige Konsequenz für die Tetrahydrofuranstufe ergibt. Der Phosphorsäuregehalt der Butindiollösung nach der Nofatierung entspricht 0,07 %, sofern in der Butindiolstufe 0,16% Dinatriumphosphat zugegeben wurden. Es wäre infolgedessen nicht mehr nötig, neue Phosphorsäure zuzuführen.

Es ist zweckmässig diese Abgasengen im Hinblick auf die Acetylenausbeute zu betrachten, insbesondere unter Berücksichtigung der noch durch Undichtigkeiten und die Löslichkeit des Acetylen in der Butindiollösung verlorengehenden Acetylenmengen.

Das durch Undichtigkeiten verlorengehende Acetylen ist für die drei Butindiol-Anlagen in der Tabelle 7 angegeben, wobei die Bestimmung der Dichtigkeitsprüfung (maximal 1/10 Atm. Abnahme in einer Stunde) zu Grunde gelegt ist.

-/-

Durchschlag

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942.

6

Tabelle 7.

Durch Undichtigkeit verlorengehendes Acetylen.

| Anlage | Gasvolumen cbm | Verlust n. cbm | % des Frischgases |
|----------------|-------------------|-------------------|----------------------|
| 606 | 2,5 | 0,25 | 1 |
| B 31 | 15 | 1,5 | 1 |
| B III (1 Ofen) | 33 | 3,3 | 1,1 |
| B III (6 Ofen) | 198 | 19,8 | 1,1 |

Dieser Verlust ist unvermeidbar. Die Werte dürften aber für Schkopau und B III infolge der Verwendung von Elmopumpen mit ihren in allgemeinen undichten Stoffbüchsen merklich zu tief gegriffen sein.

Die den Ofen verlassende Lösung löst pro Volumeneinheit des 1,5-fache Volumen an Acetylen (gemessen in n. cbm). Die Lösungsgas aus Heiss- und Kaltabscheider werden in besonderen Kolonnen ausgegast, in denen das Acetylen 95-98%ig weggeht. Die entsprechenden Werte sind in Tabelle 8 zusammengestellt, die für B III auch die aus der Elmwasser ausgasenden Acetylmengen enthält.

Tabelle 8.

Ausgegastetes Acetylen aus Heiss- und Kaltabscheider.

| Anlage | gelöstes Acetylen cbm | % vom Frischgas | Acetylen aus Elmwasser cbm | % vom Frischgas |
|-------------------|-----------------------------|--------------------|----------------------------------|--------------------|
| 606 | 0,453 | 1,8 | - | - |
| B 31 | 2,72 | 1,7 | - | - |
| B III (1 Ofen) | 4,85 | 1,6 | 0,400 | 0,15 |
| B III (6 Ofen) | 29 | 1,6 | 2,4 | 0,15 |

Es ergeben sich also insgesamt Abgasverluste, die in Tabelle 9 zusammengestellt sind.

+

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Jo/kr.

21. Jan. 1942.

7

Tabelle 9.
Acetylenverluste.

% vom Frischgas 1) siehe nächste Seite

| Anlage | Undichtig- keit | Ausgasung und Elmo- wasser | Abgas im Ofen | Summe | Maximale Acetylen- ausbeute ohne Ab- gaswäsche |
|---|--------------------|----------------------------------|------------------|-----------------------|--|
| 606 ohne CO ₂ mit CO ₂ | 1 | 1,8 | $\frac{7}{10}$ | $\frac{9,8}{12,8}$ | $\frac{90,2}{87,2}$ |
| B 31 " | 1 | 1,8 | $\frac{7}{10}$ | $\frac{9,8}{12,8}$ | $\frac{90,2}{87,2}$ |
| B III 1 Ofen | 1,1 | 1,75 | $\frac{14}{17}$ | $\frac{16,85}{19,85}$ | $\frac{83,15}{80,15}$ |
| B III 6 Ofen | 1,1 | 1,75 | $\frac{14}{17}$ | $\frac{16,85}{19,85}$ | $\frac{83,15}{80,15}$ |

Es ist nicht zu erwarten, dass die in der letzten Spalte angegebenen Ausbeuten überschritten werden. Eher dürften sie, insbesondere bei der Verwendung von Elmopumpen, noch niedriger liegen. Die Tabelle zeigt, dass die Vermeidung der Kohlensäure nur eine geringe Ausbeutesteigerung mit sich bringt.

Da der Anteil des Abgases an Ausbeuteverlust beträchtlich ist, so liegt es nahe, zu versuchen, durch Veränderung des Abgases die Acetylenausbeute zu steigern. Dies ist jedoch nur möglich, wenn man mit geringeren Acetylenpiegel fährt. Die für die 93, 86, 79 und 72%ige Abgaskonzentration erforderlichen Abgas Mengen für die B III-Anlage bei einem Inertgasgehalt von 1% sind in der Tabelle 10 zusammengefasst.

Tabelle 10.

Maximal erreichbare Ausbeuten bei verschiedenen Acetylenkonzentra-
tionen bei einem Inertgasgehalt von 1% im Frischgas.

| Abgaskonzen- tration % | Abgasmenge % v. Frischgas | | Ausbeute % | |
|---------------------------|---------------------------|---------------------|----------------------|---------------------|
| | ohne CO ₂ | mit CO ₂ | ohne CO ₂ | mit CO ₂ |
| 93 | 14,3 | 16,8 | 83,2 | 80,2 |
| 86 | 7,2 | 8,4 | 89,9 | 88,7 |
| 79 | 4,8 | 5,6 | 92,3 | 91,5 |
| 72 | 3,8 | 4,2 | 93,5 | 92,9 |

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942. 8

Tabelle 11 zeigt die entsprechenden Werte für einen Inertgasgehalt von 0,5%.

Tabelle 11.

Maximal erreichbare Ausbeuten bei verschiedenen Acetylenkonzentrationen bei einem Inertgasgehalt von 0,5% im Frischgas.

| Abgaskonzentration % | Abgasmenge % v. Frischgas | | Ausbeute % | |
|----------------------|---------------------------|---------------------|----------------------|---------------------|
| | ohne CO ₂ | mit CO ₂ | ohne CO ₂ | mit CO ₂ |
| 93 | 7,2 | 9,6 | 89,9 | 87,5 |
| 86 | 3,6 | 5,4 | 93,5 | 91,7 |
| 79 | 2,4 | 3,2 | 94,7 | 93,9 |
| 72 | 1,8 | 2,4 | 95,3 | 94,7 |

Aus den Tabellen 10 und 11 ist besonders eindringlich ersichtlich, dass die Vermeidung der Kohlensäure nur bei Abgaskonzentrationen von über etwa 85% von Bedeutung ist.

Die letzten Spalten der Tabellen 10 und 11 ergeben mit einigen weiteren auf die gleiche Weise berechneten Werten die Kurve auf Seite 9.

Eine weitere Steigerung der Ausbeute ist möglich durch Wiedergewinnung des im Abgas enthaltenen Acetylen durch eine Abgaswäsche, deren Wirkungsgrad insbesondere bei einem niederen Acetylen Spiegel sehr gut sein muss.

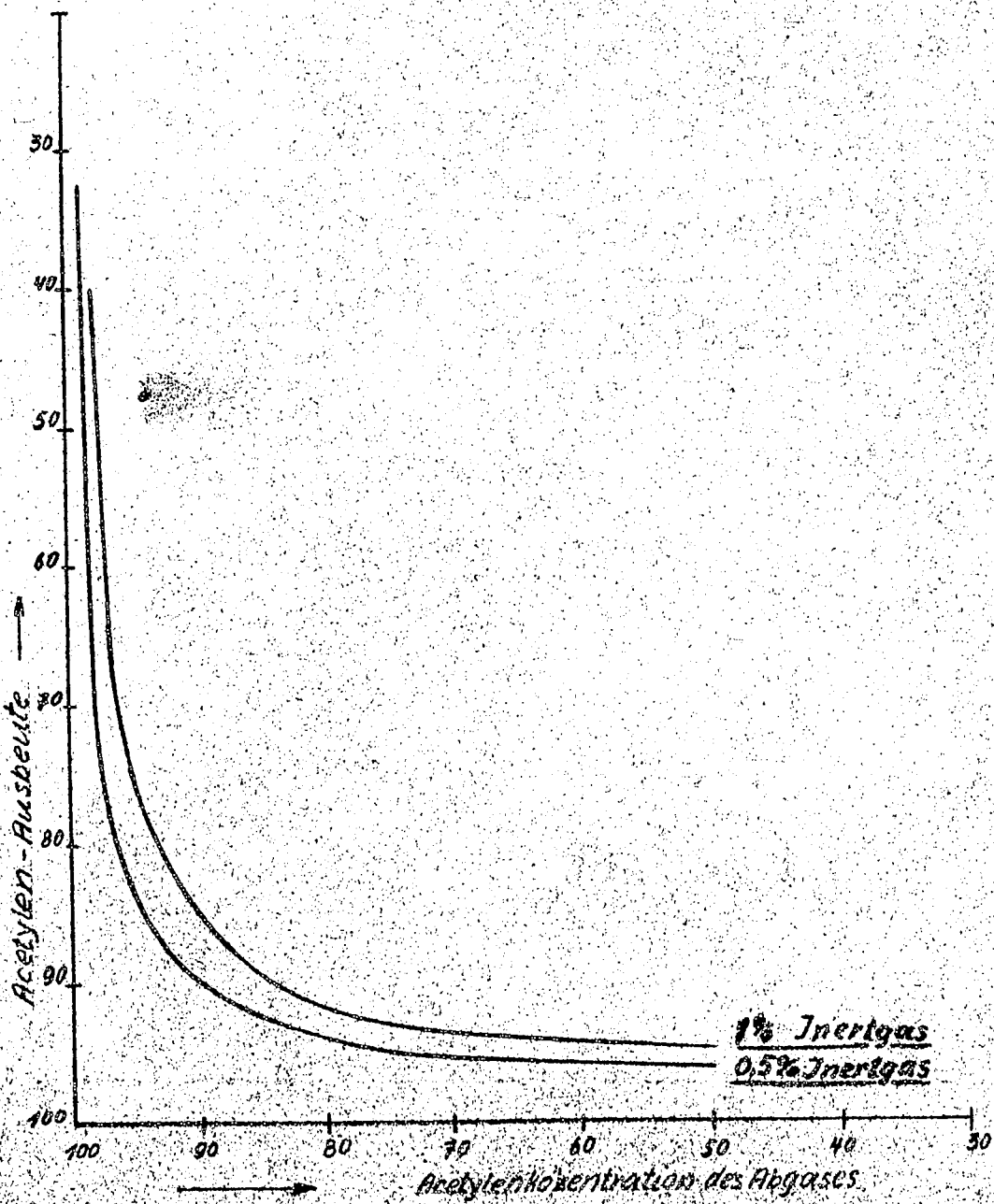
Die Verwendung des Abgases als Schweiß-Acetylen setzt eine Acetylenkonzentration von über 90% voraus. Die zur Erzielung dieser Acetylenkonzentration erforderlichen Abgasmengen kommen aber in dieselbe Größenordnung, wie die insgesamt in Lu benötigten Mengen Schweiß-Acetylen. Da das Abgas jedoch kontinuierlich anfällt und diskontinuierlich verbraucht wird, so stehen mangels geeigneter Speichermöglichkeiten dieser Verwendung technische Schwierigkeiten entgegen.

-/-

1.) (von Seite 7)

Die entsprechende Vergrößerung der Frischgasmengen durch die Acetylenverluste in den Spalten 2 und 3 ist rechnerisch nicht berücksichtigt, da sie zu vernachlässigen ist.

Acetylen-Ausbeute in Abhängigkeit
vom Acetylen Spiegel



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Jo/fr.

21. Jan. 1942. 10

Zusammenfassend kann man sagen, dass zur Erzielung einer Acetylen-Ausbeute von etwa 95% folgende drei Massnahmen erforderlich sind:

- 1.) Die Durchführung der Reaktion bei einem Acetylen Spiegel von nicht über 85%.
- 2.) Die Reinigung des Abgases durch eine Acetylenwäsche, die mit einem Wirkungsgrad von 60-70% arbeiten muss.
- 3.) Die Durchführung der Reaktion bei Abwesenheit von Natriumbicarbonat, wodurch allerdings wesentlich weniger als durch die ersten beiden Punkte gewonnen wird.

gez. Gaus

gez. Joost

gez. Tr(ieschmann)

R. (appe)

Ø an: Herrn Dr. Niemann
" Dr. Steinhöfer
" Dr. Trieschmann
" Dr. Gaus
" Dr. Joost

Durchschlag

H. Kröper

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Herrn Direktor Dr. Reppe!

Dr. Kröper, den 20. Dez. 1941.

Aktennotiz.

$AlCl_3$ Tetrahydrofuran, Journ. 13 Dr. Reppe (Klein).

350 g Tetrahydrofuran wurden mit 150 g wasserfreiem $AlCl_3$ versetzt und überschüssiges Tetrahydrofuran abdestilliert. (150).

Der Rückstand wurde in einer Bombe unter Kohlenoxyd auf 275° erhitzt. Der Rückstand enthält ein wasserunlösliches Polymerisat.

Darstellung von Oxoniumsalzen zur Verwendung als Katalysatoren für Tetrahydrofuranumsetzungen:

Triäthylxoniumborfluorid

Tributylxoniumborfluorid

Journ. 1808, Vers. 592/593, Dr. Kröper, vom 25. 5. 39.

ges. Kröper

Durchschlag

H. Herrle

G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

~~XXXX~~ Aktennotiz. Nr. 40.

Dr. He/Rl.

17.12.41 1

Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Amphoseife 9315/U aus Wachsalkoholvorlauf; durch-
schnittliches Molekulargewicht des Olefins = 1967.

Schreiben der T.H.-Abteilung vom 5. Dez. 1941 (Dr. Scho/sr.).
9348

Bei der Prüfung des obigen Emulgators in unserem Standardversuch erhielten wir folgendes Ergebnis:

| Versuch: | Emulgator: | Zeit: | Koagulat: | K-Wert: |
|---|------------|-----------|-----------|---------|
| B 2930 | 9315/U | 10,5 Std. | 1 g | 78 |
| Vergleichswerte für Amphoseife, Betriebsware: | | 6-14 " | 1 g | 78 - 84 |

Die für Polymerisationszeit, Koagulatmenge und k-Wert gefundenen Werte liegen innerhalb der bei Amphoseife, Betriebsware, üblicher Grenzen. Die kürzere Kohlenstoffkette (C₁₄) des Emulgators 9315/1 ist in unserem Ansatz ohne Einfluss auf die polymerisationstechnischen Eigenschaften dieses Emulgators.

gez. Herrle
" R(eppe)

Durchschlag an:
T.H. Abteilung

19. DEZ. 1941

Durchschlag

I.G. FARBEINDUSTRIE A.G.
Hauptlaboratorium

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium Ludwigshafen a. Rh., den 11. Dez. 1941

Dr. Niemann

Durchschlag an:
Frl. Dr. MÜLLER

Aktennotiz.

Beitrag zur Hydrierung von Glutararimid zu Piperidin.

Piperidin erhält man durch Hydrierung von Glutararimid mittels ANKINS-Katalysator (Kupfer-Chrom) in Gegenwart von Diemal bei 200 Atm. H_2 und Temperaturen bis 100° in 40%iger Ausbeute. Mit RANEY-Nickel in Gegenwart von Ammoniakwasser erhält man Piperidin durch Hydrierung mit über 60% Ausbeute.

Beispiel 1:

200 g Glutarimid, 50 g ANKINS-Katalysator, 200 g Diemal (Ausbeute 69 g Piperidin).

Beispiel 2:

200 g Glutarimid, 250 g konz. Ammoniak, 80 g RANEY-Nickel (Ausbeute 104 g Piperidin).

Durchschlag

J. Brück
R

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. He/fr.

8.12.41

Dr. Niemann

Aktennotiz Nr. 39.

Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Napsinphenylsulfosaurem Ammonium (Probe 9233/U).

Obigen uns mit Schreiben vom 29. Okt. 1941 bemusterten Emulgator haben wir in unserem Standardansatz vergleichend mit Igepal NA-Paste (Partie 1/286) geprüft. Dabei erhielten wir folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit | Koagulat | k-Wert |
|---------|-----------|----------|----------|--------|
| B 2916 | 9233/U | 19 Stdn. | 6 g | 78 |
| B 2919 | P.1/286 | 16 " | 15 g | 79 |

Das Ammonsalz besitzt gegenüber dem Na-salz eine etwas bessere Emulgierwirkung, die Polymerisationszeiten liegen dagegen bei beiden Proben gleich ungünstig (Amphoseife 18 ca. 3 Stunden). Wegen der für Polymerisationszwecke ungenügenden Reinheit der Produkte können aus dem Versuchsergebnis keine weiteren Schlussfolgerungen gezogen werden.

Die Polymerisate sind durch im Emulgator vorhandenen Verunreinigungen gelb gefärbt, besitzen jedoch, wie bei mit Arylsulfonaten hergestellten Polymerisaten schon öfters beobachtet, eine vorzügliche Klarheit.

J. G. J.
P.

Ø an: T.H.-Abtlg.
 (Ihr Memo v. 29.10.41
 Dr. Ku/S. 7708)

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. He/fr.

5.12.41

Dr. Niemann

Aktennotiz Nr. 38.

Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Emulgator 9272/U (Amphoseife aus PS₁₄-Säure).

Bei der Prüfung des obigen Emulgators in unserem Standardansatz fanden wir folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit | Koagulat | k-Wert |
|---|-----------|-----------|----------|--------|
| B 2918 | 9272/U | 16,5 Std. | 3 g | 80 |
| Vergleichsvers. mit Amphoseife 18, Betriebsware | | 6-14 Std. | ~ 1 | 78-84 |

Der Emulgator 9272/U ist bezüglich Polymerisationszeit und Emulgierwirkung (Koagulat) der Betriebsware von Amphoseife leicht unterlegen.

Farbe und Klarheit des Polymerisats entsprechen einem mit Amphoseife-Betriebsware hergestellten Produkt.

Dr. Herrle
" Gnth
" K(epp)

Ø an: T.H.-Abtlg.
(Ihr Memo v. 18.11.41
Dr. Scho/sr. 9178)

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. He/fr.

5.12.41

Dr. Niemann

Aktennotiz Nr. 38.

Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Emulgator 9272/U (Amphoseife aus PS₁₄-Säure).

Bei der Prüfung des obigen Emulgators in unserem Standardansatz fanden wir folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit | Koagulat | k-Wert |
|---|-----------|-----------|----------|--------|
| B 2918 | 9272/U | 16,5 Std. | 3 g | 80 |
| Vergleichsvers. mit Amphoseife 18, Betriebsware | | 6-14 Std. | ~ 1 | 78-84 |

Der Emulgator 9272/U ist bezüglich Polymerisationszeit und Emulgierwirkung (Koagulat) der Betriebsware von Amphoseife leicht unterlegen.

Farbe und Klarheit des Polymerisats entsprechen einem mit Amphoseife-Betriebsware hergestellten Produkt.

gez. Herrle
" Gäh
" R(eppe)

Bian: T.H.-Abtlg.
(Ihr Memo v. 18.11.41
Dr. Scho/sr. 9178)

B. Huns
H. H. Dr. Pöschke, H. Dr. Seebach
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Je/Ri.

2.12.41

Dr. NICKMANN

Aktennotiz über den Besuch der Herren

Direktor KAUFHOLZ
Ing. BÜHME
MENNINGER (Vertreter)

von der Fa. BERSTORFF am
am 27.11.1941,

ferner waren von Lu anwesend die Herren

Dr. BÜCHE,
Dr. FIKENTSCHER,
JACQUE.

Die Fa. Berstorff wurde auf Grund der Messergebnisse unserer Walzversuche in Troisdorf (s. Bericht vom 21.11.1941) zu einer Besprechung eingeladen. Der Zweck dieser Besprechung war, die obigen Ergebnisse, soweit sie für den Kalanderbau von Wichtigkeit sind, der Firma Berstorff bekanntzugeben^{x)} und die sich hieraus ergebende Umkonstruktion der bei dieser Firma in Auftrag gegebenen Luvitherm-kalander zu erörtern.

Eingangs der Besprechung erklärten die Herren der Fa. B., dass es jetzt noch möglich ist, eine Umkonstruktion der Kalander vorzunehmen, da lediglich deren Konstruktionsarbeiten beendet sind, der Bau des Kalanders jedoch noch nicht begonnen habe. Ferner erklärten die Herren, dass Ihnen jetzt eine Umkonstruktion der Kalander weit weniger unangenehm ist, als Umänderungen nach der Fertigstellung.

Als Ergebnis der Besprechung wurde für den Bau der 80 cm Kalander folgendes festgelegt:

Der Walzendurchmesser soll von 450 auf etwa 400 mm verringert werden. Zur Verminderung der auftretenden Walzendrucke soll eine Zwischenwalze mit einem Durchmesser von 200-230 mm gewählt werden. Der nach den obigen Messungen hierbei zu erwartende Walzendruck wurde mit etwa 0,7 Tonnen/cm, statt etwa 2 Tonnen bei 450 mm Walzendruck angegeben. Da die kleine Zwischenwalze als die zweitoberste Walze zum Antrieb nicht geeignet ist, muss der Antrieb auf die zweitunterste Walze und damit die Einstellmechanik nach oben verlegt werden. (Kulissen f. 2 Walzen)

x) Die Berstorffer Herren waren von diesen Mitteilungen sehr beeindruckt.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Je/Ri.

2.12.41 2

Die Herren der Firma B. stellten uns eine Übersichtszeichnung der verabredeten Konstruktion in Aussicht. Es wurde vereinbart, dass die Fa. B. nach Festlegung der mit uns besprochenen Neukonstruktion dieses dem Kunden für den Bau der anzufertigenden Kalanders vorschlägt.

Als Möglichkeit, die auftretenden Walzendurchbiegungen auszugleichen wurde vorgeschlagen:

- 1.) eine Vorrichtung zur Walzenschrägstellung und
- 2.) mehrere Auswahlwalzen mit verschiedenem balligen Schliff.

Nachdem die Herren der Fa. B. von der ersten Möglichkeit abrieten, wurde vereinbart, dass die zweite Möglichkeit dem Kunden zu empfehlen sei.

Anschliessend an die Besprechung wurden der Fa. BERSTORFF noch unsere Erfahrungen mit der Schmierung der Walzenlager mitgeteilt, wonach sich die Schmierung dieser Lager mit einem von uns hergestellten Ölgemisch als besonders gut erwiesen habe und dass seit dieser Zeit selbst bei erhöhter Beanspruchung keine Lagerschwierigkeiten mehr zu beobachten waren.

Die von uns angewandten Massnahmen zur Erzielung einer einwandfreien Walzfolie von 56 cm Breite auf den nur 60 cm breiten Kalanderswalzen und die Regelung der Foliendicke durch das Kühlen der Walzen mit kalter Luft wurde ebenfalls den Herren von B. mitgeteilt.

Die Möglichkeit der elektrischen Beheizung von Kalanderswalzen wurde ebenfalls besprochen. Es bestand Übereinstimmung darüber, dass bis zu Walztemperaturen von etwa 200° und in Fällen, bei denen eine zuverlässige Dampfversorgung mit genügend hohem Druck vorhanden ist, eine Dampfheizung infolge ihrer Einfachheit und Billigkeit gegenüber der elektrischen Beheizung vorzuziehen ist, während bei den übrigen Fällen die elektrische Heizung mit der Möglichkeit, eine einheitliche Temperatur über die ganze Walzenbreite zu erzielen, geeigneter ist.

Die Übersendung einer Kurventafel mit unseren Walzdruckmessungen in Abhängigkeit mit dem Walzendurchmesser wurde in Aussicht gestellt.

xxxxx Besuchsbericht.

Dr. P1/P1.

19.11.41 1

Besuch des Herrn Dr. BART der Weinsener Blechwarenindustrie-
werke A.-G., Küsseln.

Übernahme des Luvithern-Verfahrens.

Herr Dr. BART kam als Vertreter der obigen Firma um sich über das Luvithern-Verfahren zu informieren. Nachdem das Luvithern-Abkommen mit der Firma unterzeichnet ist, haben wir ihm in üblicher Weise das Verfahren vorgeführt und an Hand von Kleinversuchen erläutert.

Herr Dr. B. war im wesentlichen daran interessiert, ein Bild über die Gestehskosten der Folie zu gewinnen. Nach seiner Mitteilung ist er beauftragt Herrn Dr. BLANK von RWI unter Vorlage einer Kalkulation die Vorteile darzulegen, die darin bestehen, dass seine Firma von Igelitpulver ausgehend über die Luvithernfolie die beschriebenen Bleche direkt für die Konservendosen herstellen kann. Als besonderen Nachteil für den Fall, dass er die beschriebenen Bleche beschaffen muss, bezeichnet er die grosse Lagerhaltung und die Gefahr der Beschädigung der Kaschierungen.

Wir erläuterten ihm, dass die gesamte Luvithernanlage aus 4 Maschinen-Einheiten besteht, dem Nischwalzwerk, dem Walzender, der Luvithernmaschine und der Schneidemaschine, und forderten ihn auf, sich hinsichtlich des Maschinenbedarfs und des Preises direkt mit den entsprechenden Firmen (BUNZLU, THOMAS, ELBENBERGER, KAMPF u. GÜBEL) in Verbindung zu setzen, da wir für die von ihm beabsichtigte 20 cm-Anlage genaue Unterlagen nicht besitzen.

Nach bezüglich der Energien geben wir ihm die nötigen Unterlagen:
20 t/h. Dampf: 0,1 - 0,2 Tonne/Std.
Strom: 120 KW/Std. für Antrieb und Heizung.

Als Leistung der Anlage nannten wir ihm 18 kg Folie/Std.

Für die Bedienung wurden 1 Maschinenschlosser und für jede Schicht je 1 Schichtführer und 5-6 Frauen als nötig bezeichnet.

erner empfahlen wir ihm, die Beschaffung eines Schweißgerätes.

Die Firma interessiert sich zunächst für die Kaschierung von Blech zur Herstellung von Konservendosen (in Dosen ca.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

KOPF

Dr. Fl/Rl.

19.11.41 2

800 000 Tafeln = etwa 800 Tonnen Eisen). Für diese Menge werden
ungefähr 10 Tonnen Iselit-Folie UC 40 benötigt. Diese Menge kann
im Dreischichtbetrieb auf 1/2 - 2 Luvitormaschinen hergestellt
werden.

Porner ist die Firma stark an der Maschinerie von Tappe für Umhal-
lagen interessiert. Ohne Herrn Dr. S. gegenüber davon zu sprechen,
halten wir für dieses Anwendungszweck unsere Folie aus VB 15 wegen
ihrer besseren Verschweißbarkeit für geeigneter als Luvitormfolie,
zumal in diesem Fall der hohe Erweichungspunkt der Luvitormfolie
nicht erforderlich ist.

gez. Fikentscher

gez. Reppe

Durchschlag an:

Color. Abt./Euro.

Abt. 7, H. S.

L. H. A. H.

L. Schöb/RI.

Dr. Schöb/RI.

14.11.41 / 1

Emulsionsmischpolymerisate aus Vinylacetat/Vinyläther.

Bisher war es nicht möglich, Emulsionspolymerisate aus Vinylacetat/Vinyläther herzustellen. Durch geeignetes Zuführen der Monomeren ist es nun gelungen, Polymerisate bis zu einem Mol Vinylisobutyläther auf ein Mol Vinylacetat zu erhalten.

Vinylacetat wird mit Wasser, Amphoseife, Puffer und Katalysator vorgelegt. Vinyläther wird als 2. Komponente langsam zugegeben; z. B.

- 86 g Vinylacetat,
- 500 cm³ Wasser,
- 5 cm³ Amphoseife,
- 2 g Na-Persulfat,
- 3 g sec. Na-Phosphat (oder Kreide)

werden im Kolben mit Rührwerk vorgelegt

50 g Vinylisobutyläther

werden innerhalb einer Stunde zutropfen lassen.

Polymerisationstemperatur 50 - 60°.

Ausbeute: 85-95%.

Auch umgekehrte Zugabe der beiden Komponenten führt zum Ziele, in dem man den Vinyläther in der wässrigen Phase vorlegt und Vinylacetat und Natriumpersulfat zutropfen lässt. Die Polymerisate geben sehr festhaftende Filme und können zu Anstrichzwecken verwendet werden.

Der k-Wert liegt zwischen 50 - 60.

Dr. Schöb
F.
R.

Dichloracrylnitril-Polymerisation.

Die uns vorliegende Dichloracrylnitril-Probe liess sich für sich allein nicht polymerisieren.

Wegen des zu erwartenden hohen Erweichungspunktes versuchten wir die Mischpolymerisation

mit Vinylchlorid für Astralon und
mit Styrol für kochfestes Spritzmaterial.

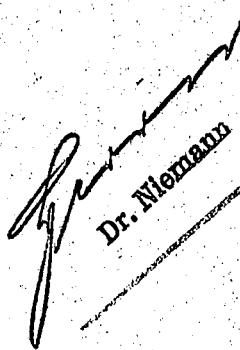
Mit Vinylchlorid trat keine Polymerisation ein (Dr. Herrle).

In Styrol polymerisierten bei einem Ansatz von

70 St : 30 Dichlor. 20% Dichloracrylnitril
ein. $k = 27$; EP. nicht messbar, weil Material zu spröde (Dr. Eder).

Die Methanol-Extraktion ergab keine Veränderung im Chlorgehalt.

Demnach scheint es möglich, mit reinem Dichloracrylnitril brauchbare Mischpolymerisate mit Styrol herzustellen.


Dr. Niemann

gez. Fikentscher

gez. Reppe

16/b

6.11.41.

I.

Bericht über die Besprechung am 5. November 1941 über die
Neukonstruktion eines Lavithern-Kalanders.

An der Besprechung nahmen teil die Herren:

| | | |
|---|---|----------------------------------|
| Dr. Herrmann Obering. Schade Dipl.-Ing. Weber | } | Kalle & Co., Wiesbaden-Biebrich. |
| Dipl.-Ing. Hild Dipl.-Ing. Siegel | | |
| Dr. Pikentscher Dipl.-Ing. Beck Dr. Pietsch Jaeger | } | I.G. Ludwigshafen a/Rh. |
| | | |

Zweck der Besprechung war, die Neukonstruktion eines Kalanders zur Herstellung breiter Lavithernfolien bei Kalle unter Berücksichtigung der Walsversuche, die Ende Oktober 1941 in Treisdorf durchgeführt wurden und über die in den nächsten Tagen berichtet wird, festzulegen.

Diese Versuche haben ergeben, dass der Walendruck mit zunehmendem Walendurchmesser nicht nur proportional, sondern annähernd in der 3. Potenz ansteigt, ferner, dass beim Auswalzen dünner Igelitfolien die erzielbare Menge an einwandfreien Folien mit zunehmendem Walendurchmesser zurückgeht. Ähnliche Beobachtungen ergaben sich bereits bei unseren Walsversuchen in Kilsburg, entsprechend unserem Bericht vom 15.11.39 und dem Nachtrag vom 18.11.39.

Alle diese Versuche, besonders die Druckmessungen von Treisdorf, besagen, dass der Walendurchmesser möglichst klein gehalten werden muss.

Kalle benötigt für verschiedene Einsatzgebiete breite Lavithernfolien und damit eine grosse Walslänge von etwa 1 m, die wiederum bei den erforderlich hohen Drucken bei der bisherigen Bauart der Kalander einen grossen Walendurchmesser bedingt. Aus obigen Gründen können jedoch die für die normale Kalanderbauart benötigten Walendurchmesser nicht in Frage kommen, sodass eine Ausweichmöglichkeit durch Neukonstruktion zu schaffen ist.

Durchschlag

26/b

6.11.41.

II.

Als Ergebnis der Besprechung wurde festgelegt:

Die bisher bewährte Kalandertbauart soll zunächst grundsätzlich als 4-Walzenkalander beibehalten werden; dagegen soll entsprechend dem Vorschlag des Hauptlaboratoriums zur Verringerung des Walzendruckes eine Zwischenwalze mit einem etwa 40 % kleineren Durchmesser eingesetzt werden. Das Kalandergestell soll jedoch so gebaut sein, dass bei Nichtbewährung der verkleinerten Zwischenwalze oder bei Umstellung der Produktion, diese Walze ohne besondere Schwierigkeiten gegen eine Walze mit dem Durchmesser der übrigen Walzen ausgetauscht werden kann. Der Firma Kleinewefers werden zur Konstruktion eines solchen Kalanders folgende Richtlinien und Unterlagen gegeben:

- 1.) Zur Berechnung der Walzendurchmesser sollen von der Firma Kleinewefers die von Hauptlaboratorium bei verschiedenen Walzendurchmessern ermittelten Walzendrucke als Unterlagen benutzt werden.
- 2.) Für die obere letzte Walze soll zum Ausgleich der auftretenden Walzendurchbiegung eine Schrägverstellung oder eine bzw. zwei Erweitervalzen mit verschiedenen Schliff vorgesehen werden.
- 3.) Die Durchbiegung, die durch Temperaturbeeinflussung kompensiert werden kann, darf etwa 5 % betragen.
- 4.) Die Leistungsbeanspruchung der Walzen ist zu berücksichtigen, wie sie sich aus dem KW-Verbrauch des Versuchskalanders Ia 510b ergibt. Dieser wurde zu 12 KW bei 7 m Walzgeschwindigkeit angegeben. Als Maximalgeschwindigkeit des neuen Kalanders sollen etwa 15 m pro Minute angenommen werden.
- 5.) Der Walzendurchmesser sämtlicher Walzen soll möglichst klein gewählt werden.
- 6.) Für einen 1000 mm breiten Kalanders wurde als wahrscheinlich brauchbarer Walzendurchmesser 450 mm, für die Zwischenwalzen etwa 300 mm genannt, wobei ein Walzendruck von etwa einer Tonne pro m bzw. 100 t über die gesamte Walzenlänge zu erwarten wäre.

-/a

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

56/b

6.11.41. III.

Auf die bisher geforderten Reserven bezüglich des Walsendruckes soll zugunsten eines geringeren Walsendurchmessers verzichtet werden, da nach Ansicht des Hauptlaboratoriums durch Erhöhung des Gleitmittelsatzes für sich allein und durch die damit gegebene Erhöhung der Walstemperatur eine beträchtliche Druckverminderung erzielbar sein dürfte. Diese Erhöhung des Gleitmittelsatzes lässt bei der Herstellung von dünnen Verpackungsfolien im Gegensatz ~~zu~~ den Folien für die Kabelindustrie keine merklichen Nachteile erwarten.

Die Vorteile der Stützwalzen sowie die zu erwartenden Nachteile und Schwierigkeiten wurden besprochen. Es bestand Übereinstimmung darüber, dass zunächst die Entwicklung der obigen Kalender-Konstruktion abgewartet werden ~~soll~~, und dass die Eignung der Stützwalzenwerke für Igelit-Feinfolien an dem von der Kuro bei der Firma Kleinewefers bereits in Auftrag gegebenen Stützwalzenwerk zunächst festgestellt werden soll.

Als höchste Walzgeschwindigkeiten bei den verschiedenen Walsendurchmessern, die mit dem bisherigen Igelit PCU, Typ L, bei 155-160° Walztemperatur und bei einer Foliendicke von etwa 50 μ noch eine strukturfreie Folie erzielen lassen, wurden vom Hauptlaboratorium als ungefähr ~~Werte~~ genannt:

| | | | |
|---|-------|-----|-----|
| Walsendurchmesser in mm | 224 | 350 | 700 |
| höchst zulässige Walzgeschwindigkeit in m / l' | 12-15 | 9 | 7 |

Die Herren der Firma Kleinewefers stellten eine Zeichnung der Kalenderkonstruktion in etwa 14 Tagen an die Firma Kalle und in doppelter Ausfertigung an das Hauptlaboratorium in Aussicht. Diese Konstruktion soll in einer gemeinsamen Besprechung nochmals besprochen werden.

ges. Jaqué
P(ikentscher)

Durchschlag an:

Kalle & Co., Wiesbaden-Biebrich.
Dynamit-A.G., Troisdorf.
Color.-Abt. Kuro, Ia.
Herrn Dr. Pietsch.

93. NOV. 1941
Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. He/b

5.11.41. I.

Dr. Niemann

A k t e n n o t i s No. 37.

Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.

Prüfung der Produkte: 9220/U
9221/U
9222/U
9223/U (Amphoseifen aus Olivenöl).

Obige Proben wurden in unserem Standard-Ansatz auf ihre Brauchbarkeit geprüft und erwiesen sich dabei der Betriebsware von Amphoseife 18 als gleichwertig.

Die Versuchsergebnisse in einzelnen haben wir in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

| Versuch: | Emulgator: | Zeit: | Koagulat: | k-Wert: |
|-------------------------------|------------|--------|-----------|---------|
| B 2900 | 9220/U | 6 Std. | 0,6 g | 82 |
| B 2901 | 9221/U | 5 " | 1,3 g | 79 |
| B 2902 | 9222/U | 7 " | 0,7 g | 82 |
| B 2903 | 9223/U | 7 " | 1,6 g | 82 |
| Vergl.-Vers.mit Amphoseife 18 | | 6-14 " | ~1 g | 78-84 |

Durchschlag an:
F.H.-Abteilung.

Ihr Schr.v.16/23.10.41, Zeichen: Jes/S.7601

J. He/b
He

Durchschlag

Dr. He/b

5.11.41.

I.

Aktennotiz No. 36.Ersetz von Amphoseife durch neue Emulgiermittel.

Prüfung J.1992/96a und J.1992/96b (mepasinsulfamidobuttersaures Natrium und Mepasinsulfamidobuttersäure).

Die Prüfung obiger, uns von Herrn Dr. Kraikalla übersandten Proben in unserem Standard-Versuch hatte folgendes Ergebnis:

| Versuch: | Emulgator: | Zeit: | Koagulat: | k-Wert: |
|------------------------------------|-------------|---------|-----------|---------|
| B 2872 | J.1992/96 a | 10 Std. | 7 g | 85,5 |
| B 2875 | J.1992/96 b | 15 " | 10 g | 82,5 |
| Vergl.-Vers.mit Ampho- seife 18 | | 6-14 " | ~ 1 g | 78 - 84 |

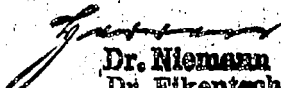
Beide Proben sind noch ziemlich stark gefärbt und in kaltem Wasser (J.1992/96 auch nach dem Neutralisieren) nur unvollständig löslich. Polymerisationszeit und Koagulatmenge erreichen die entsprechenden Werte bei Amphoseife 18 nicht, lassen sich aber durch Verwendung reinerer Produkte sicher noch verbessern.

Die mit den Emulgatoren hergestellten Polymerisate sind durch die bereits im Emulgator enthaltenen Verunreinigungen gelb gefärbt und bei der Probe J. 1992/96b stark getrübt.

Zur Erzielung von besser löslichen Produkten halten wir die Verwendung von kurzkettigeren Mercolen für zweckmäßig.

Durchschlag an:
Herrn Dr. Kraikalla.

J. Kraikalla
" " " " " "


Dr. Niemann
Dr. Fikentscher

7.10.41 1

Labor.-Besprechung am 7.10.1941 in Lu.

Anwesend: die Herren Dr. NEUBERT
Dr. GISSELBACH } Ia, Dentalabteilung
Dr. Oppermann }
später Dr. Fikentscher Ia, Hauptlabor.
Dr. Mattenach Kuro

Ia hat für Gaumenplatten die Benzylcellulose unter der Bezeichnung Pertax in den Handel gebracht. Die I.G. hat sich mit diesem Material schon so weitgehend verpflichtet und den Behörden gegenüber festgelegt, dass die Verwendung von Gummi mit Ausnahme eines ganz kleinen Kontingents (500 kg) in Deutschland verboten wurde.

In der Praxis zeigte sich nun, dass die Gaumenplatten aus Benzylcellulose schnell rissig werden und altern (längste Tragzeit 4 Monate). Die Erscheinung hängt, wie an einer Pressplatte aus Benzylcellulose leicht zu erkennen ist, mit der zu geringen Standfestigkeit der Benzylcellulose bei Körpertemperatur zusammen.

Es besteht nun zunächst die Aufgabe in möglichst kurzer Zeit durch Zusätze zu Benzylcellulose den bestehenden Mangel zu beseitigen.

Aus einer Reihe von Polymerisaten und Mischpolymerisaten hat sich das Mischpolymerisat aus 50 Styrol und 50 Methacrylsäuremethylester am besten verhalten. Infolge der Vertragslage mit Röhm u. Haas wiesen wir darauf hin, dass die I.G. zur Zeit nur mit einem Mischpolymerisat aus 70 Styrol und 30 MM-Ester vorgehen darf und gaben den Herren eine kleine Probe des Mischpolymerisats sofort mit. Es erscheint wünschenswert, dass bei den kommenden Verhandlungen mit R.u.H. noch möglichst ein Verhältnis von 60 Styrol und 40 Methacrylsäuremethylester ausgehandelt wird, ohne dass R.u.H. über die Verwendung des Mischpolymerisats irgend etwas erfahren soll.

Ferner soll für sich allein ein mit Acrylester etwas weicher eingestelltes Mischpolymerisat aus Styrol und Methacrylsäuremethylester geprüft werden (50 St, 30 MM, 20 B). Im Hinblick auf die Verwendung ist ein gröberes Korn des Polymerisats erwünscht.

Durchschlag

7.10.41 2

Das Hauptlaboratorium wird versuchen, in Abwesenheit von Emulgiernitteln und in Anwesenheit von Titanweiss bzw. Litholrot ein Pulverpolymerisat herzustellen.

Den Herren wurden unsere Erweichungspunktsbestimmungsmethode und Viskositätsmessung nach UBBELOHDE vorgeführt.

Zur Herstellung der sog. Grundplatten, die bisher aus Polystyrol + 10% Weichmacher bzw. Mowilith hergestellt worden sind, empfehlen wir unser Produkt D 236 (Ugelit MP Typ S), mit welchem wir einen Handversuch ausführten, der befriedigend ausfiel.

Durchschlag an:

~~Im. Dentalabteilung~~
Patent-Abteilung Ia
I.K.-Abteilung
Color.-Abtlg. Kuro

J. W. Silbermann

Durchschlag

7.10.41 2

Das Hauptlaboratorium wird versuchen, in Abwesenheit von Emulgiernmitteln und in Anwesenheit von Titanweiss bzw. Litholrot ein Pulverpolymerisat herzustellen.

Den Herren wurden unsere Erweichungspunktsbestimmungsmethode und Viskositätsmessung nach UBBELOHDE vorgeführt.

Zur Herstellung der sog. Grundplatten, die bisher aus Polystyrol + 10% Weichmacher bzw. Mowilith hergestellt worden sind, empfehlen wir unser Produkt D 236 (Igelit MP Typ S), mit welchem wir einen Handversuch ausführten, der befriedigend ausfiel.

Durchschlag an:

~~Patent-Abteilung~~
Patent-Abteilung Lu
L.K.-Abteilung
Color.-Abtlg. Kuro

J. F. Müller

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Dr. Niemann
Dr. Niemann
Dr. Fikentscher

Hauptlaboratorium

7.10.41 1

Labor.-Besprechung in Lu 510 b am 7.10.1941.

Anwesend: die Herren Ing. BECK, Color.-Abtlg. Kuro
Dr. PIETSCH, Ing.Büro Hauptlabor.
Dr. FIKENTSCHER } Hauptlaboratorium
JACQUE }

- 1.) Vorfolie aus Typ L. VKE Frankfurt/M. wird entscheiden, an welcher Stelle die Vorfolie aus Typ L für die Metallwalzwerke herstellen soll. Wegen der Kürze der Zeit bis zum nächsten Treffen bei den Deutschen Kabelwerken Ketschendorf am 31.10.1941 wird voraussichtlich das Hauptlaboratorium die Vorfolie herstellen müssen.
- 2.) Die Verwendung des Igelit PCU Typ L in Scherbenform anstelle der Vorfolie soll zunächst nur I.G.-intern und evtl. in Troisdorf geprüft werden, da die Metallwalzwerke sich zur Zeit schon auf die Verwendung der Vorfolie eingerichtet haben.
- 3.) Die Menge von Igelit PCU Typ L, die allein für das Dekafolverfahren benötigt wird, ist für Frühjahr 1942 auf 16 bis 18 t zu veranschlagen, entsprechend 12 bis 14 t Folienbedarf.
- 4.) Nachdem es uns gelungen ist, durch die Breitenstreckung die Breite der Kalandervolie um mindestens 50% zu steigern, besteht für Kalle an sich keine Notwendigkeit mehr, anstelle eines Kalenders von 80 cm Walzbreite auf einen Kalender mit 100 cm Walzbreite überzugehen, da sich Kalle mit 100 cm breiten Folien begnügt.
- 5.) Die Untersuchung des Einflusses der Walzendicke von Kalandern auf die Foliendicke, den spezifischen Walzdruck pro cm und die Walzgeschwindigkeit, soll womöglich in Lu auf den neuen Kalandern von Dr. EBERT durchgeführt werden.

Durchschlag an:
Color.-Abtlg. Kuro
(H. Ing. BECK)
Herrn Dr. PIETSCH
" " JACQUE.

Prof. Silbermann

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Dr. Niemann
Dr. Niemann
Dr. Fikentscher

Hauptlaboratorium

7.10.41 1

Labor.-Besprechung in Lu 510 b am 7.10.1941.

Anwesend: die Herren Ing. BECK, Color.-Abtlg. Kuro
Dr. PIETSCH, Ing.Büro Hauptlabor.
Dr. FIKENTSCHER } Hauptlaboratorium
JACQUE }

- 1.) Vorfolie aus Typ L. VKS Frankfurt/M. wird entscheiden, an welcher Stelle die Vorfolie aus Typ L für die Metallwalzwerke herstellen soll. Wegen der Kürze der Zeit bis zum nächsten Treffen bei den Deutschen Kabelwerken Ketschendorf am 31.10.1941 wird voraussichtlich das Hauptlaboratorium die Vorfolie herstellen müssen.
- 2.) Die Verwendung des Igelit PCU Typ L in Scherbenform anstelle der Vorfolie soll zunächst nur I.G.-intern und evtl. in Troisdorf geprüft werden, da die Metallwalzwerke sich zur Zeit schon auf die Verwendung der Vorfolie eingerichtet haben.
- 3.) Die Menge von Igelit PCU Typ L, die allein für das Dekafolverfahren benötigt wird, ist für Frühjahr 1942 auf 16 bis 18 t zu veranschlagen, entsprechend 12 bis 14 t Folienbedarf.
- 4.) Nachdem es uns gelungen ist, durch die Breitenstreckung die Breite der Kalandervolie um mindestens 50% zu steigern, besteht für Kalle an sich keine Notwendigkeit mehr, anstelle eines Kalanders von 80 cm Walzbreite auf einen Kalendar mit 100 cm Walzbreite überzugehen, da sich Kalle mit 100 cm breiten Folien begnügt.
- 5.) Die Untersuchung des Einflusses der Walzendicke von Kalandern auf die Foliendicke, den spezifischen Walzendruck pro cm und die Walsgeschwindigkeit, soll womöglich in Lu auf den neuen Kalandern von Dr. EBERT durchgeführt werden.

Durchschlag an:
Color.-Abtlg. Kuro
(H. Ing. BECK)
Herrn Dr. PIETSCH
" JACQUE.

gog. Fikentscher

Durchschlag

Vertraulich!

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. FI/RI.

3.1.41

1

Besprechungsbericht

Luvithern- und Igelitfeinfolien.

Besprechung am 30 Sept. 1941 beim OKH, Berlin.

Bei der Besprechung waren, wie bisher, die Herren des Heereswaffenamtes, die Vertreter der verschiedenen Folienhersteller, die Herren von Ketschendorf für das Dekafolverfahren und von Lu die Herren Ing. BECK und Dr. FIKENTSCHEE anwesend.

Das wesentlichste Ergebnis der Besprechung ist, dass es den Metallwalzwerken FLACH, Wiesbaden, und Folienfabrik Fürth-Forchheim nacheinander nach langen Versuchen gelungen ist, auf ihren Walzwerken Feinfolien herzustellen, welche den Ansprüchen für das Dekafolverfahren entsprechen. Zu diesem Gelingen trug wesentlich die Verwendung des vom Hauptlaboratorium ausgearbeiteten Igelit PCU Typ L und die Beratung der Werke bei den Besichtigungen unserer Luvithernanlage bei. Den endgültigen Entscheid über die Verwendung der Feinfolien für Kabel nach dem Luvithernverfahren machte Dr. FISCHER, Ketschendorf von einem Grossversuch abhängig, für dessen Durchführung folgendes beschlossen wurde:

Das Hauptlaboratorium Lu stellt 1 Tonne Igelit PCU Typ L her, welche voraussichtlich in Treisdorf und nicht in Bitterfeld auf Verfolien verarbeitet werden soll. Von der Verfolie erhalten:

300 kg Folienfabrik Fürth-Forchheim,

100 kg Fa. ROTH, München,

50 kg Blatt-Metall A.G., München, und den Rest aber mindestens

300 kg Fa. FLACH, Wiesbaden.

Zur Erleichterung für die Feinfolienhersteller setzt Dr. FISCHER Ketschendorf die Höchstgrenze für die Dickenchwankungen der Folien von 35 auf 40 μ herauf, während gleichzeitig als unterste Grenze 25 μ statt bisher 20 μ gefordert wird. Für die Luvithernfolie, die nach wie vor einwandfrei läuft, bleiben die bisherigen Dicken (28 $\mu \pm 2$) unverändert bestehen.

Die in Bitterfeld bei der Herstellung der Verfolie infolge schlecht eingepasster Walzenbacken aufgetretenen Verschmutzungserscheinungen die vor allem von PFF beanstandet wurden, lassen sich künftig leicht vermeiden.

Udo H. Fischer
Dr. Fikentscher

Durchschlag

Dr. Fi/Bl.

3.1.41 2

Die Firmen ROTH und Blatt-Metall A.G., München, sind in ihrer Entwicklung noch weit zurück. Blatt-Metall geht entsprechend unserer Anlage von der elektrischen Heizung auf Dampfheizung über.

Ing. BECK bedauerte in längeren Ausführungen die Zurückhaltung und geringe Neigung der Metallwalzwerke sich von uns an Ort und Stelle beraten zu lassen und führte aus, dass durch eine engere Zusammenarbeit die Entwicklung wesentlich rascher fortschreiten würde. Von HWA wird für die nächste Zeit ein häufigerer Erfahrungs austausch bei den einzelnen Firmen vorgeschlagen. Die nächste Zusammenkunft soll am 31. Oktober in Ketschendorf stattfinden (Berichtigung des Dekafelverfahrens). Mit Herrn EICHORN und Herrn SEIFERT von HWA habe ich die Listen der Luvithernhersteller und der Firmen, welche noch den Dekafelverfahren arbeiten, durchgesprochen, siehe Anlage.

Der Gesamtbedarf an Luvithern bzw. Feinfolien für das Dekafelverfahren beträgt nach Anlaufen sämtlicher Dekafelmaschinen ab Frühjahr ¹⁹⁴² etwa 13 bis 14 Tonnas (Einschichtbetrieb). Die Kapazität der Fa. FLACH, die a. Z. 1500 kg beträgt, kann durch Dreischichtbetrieb auf 5000 kg monatlich, diejenige von Fürth-Ferchheim von 1200 kg monatlich auf 2000 kg gesteigert werden. Für die nächsten Monate reichen die vom Hauptlaboratorium hergestellten und gestapelten Mengen aus.

Bedauerlich ist, dass der Termin für die Lieferung des ersten Kalenders für die DAG, Treisdorf, von Bersterff von Oktober 1941 auf März 1942 verlegt wurde. Das HWA will deshalb bei Bersterff vorstellig werden.

Zur Deckung der in nächster Zeit von den Metallwalzwerken angeforderten Mengen Verfolien aus Typ L ist es notwendig, dass Schkopau möglichst bald mit der Lieferung von Typ L einsetzt. Der von Schkopau dafür genannte Termin von März 1942 muss als härtester Termin unbedingt gehalten werden. Es wäre für das Hauptlaboratorium eine wesentliche Entlastung, wenn der Termin ververlegt werden könnte.

gez. Fikentscher
" R(eppe)

Durchschlag an:
H. DIR. DR. AMBROS,
H. DIR. BORSWARDT,
H. DR. KOLLER.

2035-20M-461
P/207

Durchschlag

XIXX
Anlage zu Besprechungsbericht.

Dr. Fl/ri.

3.1.41 1

Luvithern- u. Iselitfeinfolien.
Besprechung am 30. Sept. 1941 beim OKH, Berlin.

1.) Luvithernanlagen sind bisher beantragt und genehmigt bei folgenden Firmen:

DAG, Treisdorf (2 Anlagen),
DOP, Eilenburg (2 Anlagen),
Günther WAGNER, Hannover (2 Anlagen) u.
Folienfabrik Fürth-Paretheim (1 Anlage).

2.) Das Luvithernabkommen haben ferner folgende Firmen abgeschlossen:

Kelle & Co., Wiesbaden-Biebrich,
HÜSCH, Dortmund,
HEUMEYER, Kürnberg,
ROSE & Co., Hamburg,
Gottfried HAGEN, Köln-Kalk,
FLACH, Wiesbaden.

Bei den Firmen FLACH, Wiesbaden, und Gottfried HAGEN, Köln-Kalk, diene die Unterzeichnung des Luvithernabkommens und die Besichtigung der Luvithernanlage in La offenbar mehr der eigenen Orientierung ^{über} die Herstellung von Feinfolien als dem Bau einer eigenen Luvithernanlage.

Die vom EWA erwähnte Firma Eisen- & Hüttenwerke Rasselstein hat sich bisher wegen Luvithernherstellung noch nicht an uns gewandt.

Ein Teil der genannten Firmen steht wegen der Genehmigung der Luvithernanlagen nicht mit dem EWA, sondern mit dem RWA in Unterhandlung, vor allem soweit die Luvithernfolie in die Verpackungsindustrie gehen soll.

3.) Dekafolmaschinen stellen folgende Firmen auf:

a) Die Maschinen stehen oder kommen in nächster Zeit in Betrieb bei den Firmen?

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

XXXX Anlage Blatt 2

Dr. FI/Ri.

3.I.41

Bedarf in Tonnen:

| | |
|---|-----|
| Deutsche Kabelwerke Berlin, Werk Ketschendorf, | 2,0 |
| Clement Zahn, Weipert/Sudetengau, | 0,8 |
| Clement Zahn, Drieditz /OS, | 0,6 |
| Kabelwerk Rheydt AG. fällt für die nächste Zeit aus | - |
| Hackethaler Draht- u. Kabelwerke AG., Hannover, | 0,2 |
| Siemens Schuckert, Gartenfeld, | 0,4 |
| Kabelwerk Duisburg | 0,4 |
| Kabelwerk Hohenselbe, Inh. H. Preiss u. Zahn, Hohenselbe, | 0,4 |
| Kabelfabrik und Draht-Industrie, Wien, | 0,6 |
| Joh. Fongg, Thörl b. Aflenz, | 0,4 |
| Rhein. Draht u. Kabelwerke, Köln, | 0,4 |
| Südd. Kabelwerke Mannheim | 0,2 |
| Kabelwerke Krakau | 0,6 |
| Felten & Guilleaume Carlswerk AG, Köln, | 1,0 |
| (arbeitet nach Mitteilung unseres Verkaufskontors nach dem Langband-Verfahren) | |

b) Folgende Kabelwerke werden in Laufe der Zeit
auf Dekafolmaschinen arbeiten:

| | |
|--|-----|
| AG Kabelwerk Berlin | 1,2 |
| Deutsche Telefonwerke AG, Berlin, | 0,8 |
| Osnabrücker Kupfer u. Draht | 0,4 |
| Bayer. Kabelwerk ROTH | 0,4 |
| Berg. Kabelwerk Dr. B. Müllmann, Wuppertal-Barmen, | 0,2 |
| Kerten u. Co., Stollberg/Rh., | 0,2 |
| Bergmann, Berlin, | 0,6 |
| Dr. Cassierer, Berlin-Charlottenburg, | 0,4 |
| Leonische Drahtwerke, Nürnberg, | 0,2 |
| Nordd. Kabelwerke, Berlin, | 0,2 |
| Waskönig u. Walter, Wuppertal | 0,2 |
| Kabel u. Gummiwerke Vohwinkel | 0,2 |
| Kabelwerk NEUMAYER, Nürnberg, | 0,2 |
| Felten u. Guilleaume, Wien, | 0,2 |
| Frager Kabelfabrik, Prag, | 0,2 |
| Vogel, Berlin-Koepenick, | 0,4 |

ZUSAMMEN

14,0 Tonnen

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. H/Hi.

25.9.41 1

Bericht über den Besuch des Herrn Dr. HECHT, Elberfeld, am 23.9.41.
Kollidon / Peristen.

In Elberfeld bzw. Leverkusen wurden in einem beträchtlichen Teil der fertigen Ampullen der letzten Fabrikationsserie aus den Sendungen 17 u. 18, entsprechend B5 A6449/1 u. B5 A6449/2 vom 28.7. bzw. 6.8.1941, faexrige Ausscheidungen beobachtet, die sich erst nach der Abfüllung beim Lagern gebildet haben sollen. Der Besuch des Herrn Dr. HECHT, Elberfeld, diente der Klärung der Frage, ob solche nachträgliche Ausscheidungen aus Kollidonlösungen möglich sind.

Ferner ist beabsichtigt, hinsichtlich der Viskosität und Farbe zulässige Grenzen festzulegen.

Zunächst wurde für sämtliche Sendungen, zurückgehend bis Mai 1941, die Übereinstimmung der verschiedenen Versuchsnummern von Lu und Elberfeld anhand der Kollidnummern hergestellt (siehe Tabelle). Zur besseren Verständigung übernahm Lu in Zukunft fortlaufend die Nummerierung von Elberfeld und setzt vor die Nummer den Buchstaben L, wodurch zum Ausdruck kommen soll, dass es sich um das noch nicht mit Äther extrahierte Kollidon handelt. Elberfeld setzt, wie bisher hinter die fortlaufende Nummer die Zahl 41 (entsprechend 1941), wodurch zum Ausdruck kommen soll, dass nämlich die Partie mit Äther extrahiert ist. Die fortlaufende Nummer wird von uns auf die Note in der Rubrik "Produkt" hinter das Wort Kollidon gesetzt.

Folgende gemeinsame Prüfungen werden für das Kollidon vereinbart:

1.) Viskosität.

Die Viskosität wird in Elberfeld bei 37° (Körpertemperatur) in der fertigen Salzlösung 2,5 %ig gemessen und als relative Viskosität, bezogen auf die Salzlösung, angegeben. In Lu werden wie die relative Viskosität der 2,5 Vol.-%igen Lösungen des nicht extrahierten Kollidons in reinem Wasser bei 25° gemessen. Die Messergebnisse sollen ausgetauscht werden um mit der Zeit auf diese Weise die Grenzen der zulässigen Viskosität festzulegen. Nach dem bisherigen Befunden

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

soll die relative Viskosität möglichst zwischen 1,6 und 1,9 liegen.

2.) Farbe.

Zur Feststellung der Farbe wird Lu, wie bisher, 10 Gew.-%ige Lösungen herstellen und im Dunkeln aufbewahren. Die Farbe soll nach Möglichkeit der der letzten beiden Lieferungen L 22 u. L 23 entsprechen. Ausgesprochen schlecht wird die Farbe der Partien L 20 und L 21, entsprechend unseren Sendungen vom 15. und 27.8.41, bezeichnet.

3.) Ausscheidungen.

Wie eingangs erwähnt, wurden nur bei den Partien L 17 u. L 18 mit den extrem hohen Viskositätswerten, entsprechend unseren Sendungen vom 29.7. und 6. 8. 1941, nachträgliche Ausscheidungen in den Ampullen beobachtet. Die Ausscheidungen sind kompakte Fäserchen und sehen so aus, als ob sie vom Filtermaterial herrühren könnten. Bei allen anderen, z.T. wesentlich älteren Lagerproben wurden diese Ausscheidungen nicht beobachtet.

Um ~~auszuschließen~~ zu prüfen, ob solche nachträglichen Ausscheidungen beim Lagern möglich sind, werden wir in Zukunft die 10%igen Lösungen klar filtriert und nach Zusatz von 0,01 % Zephirolbase als Antiseptikum in Flaschen mit Glasschliff aufbewahren.

Die faserigen Ausscheidungen der mitgebrachten Ampulle werden noch mikroskopisch näher untersucht.

gez. F. Leubschner

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Pi/Ri.

25.9.41 3

Tabelle

| Liefer-Datum: | Menge kg. | Versuchs-Nr. Lu | Coll.-Nr. | Versuchs-Nr. Elberfeld: | Relat. Viskosität (z) Elberfeld | Farbe: |
|---------------|-----------|--------------------|-------------|-------------------------|---------------------------------|----------|
| 7.5.41 | 19 | J 36/28 | - | 9 | 1,90 | |
| " | 20 | J 36/29 | - | 10 | 1,72 | |
| 12.5.41 | 20 | PVP J 36/32 | - | 11 | 1,83 | sehr gut |
| " | 16 | PVP S ₂ | - | 12 | 2,02 | gut |
| 6.6.41 | 16 | J 36/35 | 86 A 5192/1 | 13 | 1,87 | |
| " | 7,7 | PVP S ₂ | 86 A 5192/2 | 14 | 1,59 | |
| 15.7.41 | 20 | J 36/38-40 | 86 A 6448 | 15 | 1,69 | |
| " | 20 | J 36/38-40 | 86 A 6449 | 16 | 1,70 | |
| 28.7.41 | 20 | J 36/43-44 | 86 A 6449/1 | 17 | 2,16 | gut |
| 6.8.41 | 20 | J 36/44 | 86 A 6449/2 | 18 | 2,09 | gut |
| 15.8.41 | 20 | J 36/46 I u. II | 86 A 6449/3 | 19 | 1,75 | gut |
| 27.8.41 | 16,85 | J 36/47I u. 48 | 86 A 7131 | 20 | 1,33 | gelblich |
| " | 16,66 | J 36/47I u. 48 | 86 A 7132 | 21 | 1,40 | gelblich |
| 15.9.41 | 45 | J 36/51/I-III | 86 A 7132/1 | 22 | 1,69 | gut |
| 17.9.41 | 35 | J 36/51 II-IV | 86 A 7657 | 23 | | |
| | | | 86 A 7132/2 | | | |
| | | | | | | 1,77 |
| | | | | | | 1,26 |
| | | | | | | 1,72 |
| | | | | | | 1,70 |

Durchschlag

D. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a./Rh., den 27. August 1941
Nr. 71/41.

Besuchsbericht

Betr.: Luthern-Anlage.

anwesend die Herren

- Dr. Herrmann)
- Ing. Schade) Kalle & Co., Maschinen-Betrieb,
- Ing. Weber)
- Ing. Kaiser)
- Dr. Pitsch)
- Dr. Vikentseher)

Vor der endgültigen Herausgabe der Bestellungen der Luthern-Apparatur wären für die Firma Kalle & Co. noch eine Reihe techn. Fragen zu klären.

Nach Mitteilung von Herrn Dr. HERRMANN wird Kalle nunmehr Luthernrollen für Kabelwerke herstellen. Darüber hinaus aber ist das IFA an der Herstellung von Rollen für Verpackungszwecke stark interessiert und würde die benötigten Maschinen der Firma Kalle & Co. hierfür bewilligen.

Es handelt sich zunächst um die Aufstellung von 7 Aggregaten.

Die Besprechung im einzelnen ergab folgendes:

1. Verwalzwerke

Zum Verwalzen des Materials für den Kalender genügt ein Verwalzwerk von gleicher oder nur etwas größerer Walzenbreite. Kalle wird Maschinen von 1200-1300 mm Breite aufstellen. Obwohl ein Walzwerk für einen Kalender genügt, empfehlen wir, den Platz für die Aufstellung eines zweiten Maschinenwerkes pro Kalender vorzusehen für den Fall, dass entweder die Arbeitgeschwindigkeit auf dem Kalender noch erhöht werden kann oder dass einmal dickere Rollen hergestellt werden sollen.

Die Zeichnung soll, ebenso wie die der Kalenderwalzen, elektrisch erfolgen, da der benötigte Hochdruckstahl nicht zur Verfügung steht.

Durchschlag

II. Kalender.

Die längere Besprechung über die Breite des Kalenders ergab, dass Kalle & Co. voraussichtlich einen Kalender der Firma KLEINWEFERS mit der Walzenbreite von 1 m bestellen wird, auch auf die Gefahr hin, dass bei evtl. Schwierigkeiten der Luvithermisierung der ca. 85-90 cm breiten Kalenderfolien die Kalenderbreite nicht vollständig ausgenutzt werden kann. Walzendicke 550 mm.

Von den 4 Walzen sind 3 übereinander angeordnet, die 4. unten vorgelegt. Es kommt nur ein Arbeiten von unten nach oben in Frage:

- 1.) wegen der Verschmutzung im umgekehrten Falle;
- 2.) weil die Folie im letzten Walzenspalt über die einzige festangeordnete mittlere Walze laufen soll.

Sehr eingehend wurde über die Beheizung der Walzen gesprochen. Da Kalle leider über den nötigen Hochdruckdampf nicht verfügt, ist von Kalle die Beheizung durch feststehende axial angeordnete elektrische Heizkörper beabsichtigt. Unter der Voraussetzung, dass bei der dabei stattfindenden Wärmeübertragung durch Strahlung genügend Wärmeenergie durch elektrische Heizkörper zugeführt werden kann, halten wir vor allem im Hinblick auf die Gleichmäßigkeit der Wärmeverteilung in der Walze die geplante elektrische Beheizung für möglich. Auch die Fragen hinsichtlich des Antriebs, der Spalteinstellungen, ^{der} Walzenumfangsgeschwindigkeiten, der Friktion, der Kühlung der Lager, der Regulierung der Querschnittsdicke durch Gebläse und der Abzugvorrichtung wurden eingehend erörtert.

- 3.) Bestmöglich der eigentlichen Luvithermmaschine soll mit der Bestellung abgewartet werden, wie die Luvithermisierung von 800 mm breiten Kalenderfolien auf unserer neuen Luvithermmaschine gelingt. Die Gesamtanlage und die elektrische Einrichtung der Luvithermmaschine wurden geneigt.

- 4.) Auch an der Schneidemaschine wurden alle von uns getroffenen Neuerungen vorgeführt und besprochen.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 3 -

3.) Kalle & Co. wird auch eine Mohr-, Gleich- und Sichterlage,
sowie entsprechend unserer Anlage, vor allem für Versuchs-
zwecke aufzustellen.

H. Kuno
Abt. H., Sfm.

gez. Fikentscher
E(opp).

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 3 -

3.) Kalle & Co. wird auch eine Mahl-, Wasch- und Siebanlage,
etwa entsprechend unserer Anlage, zur alleinigen Verwertung
zwecke aufzustellen.

*H. Kalle
Abt. H., S. 100*

ges. Filialleiter
• 2 (oppo).

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium a/Rh., den 25. August 1941
Dr. N/11.

Durchschlag mit
Color. Abtlg./Kuro
Abtlg. 5, Pfm.

Resümeebericht

Betr.: Luvithersanlage.

Anwesend die Herren

Direktor BECK) Pa. Gottfried HAGEN, Köln,
Ing. BOISSERON)
RIEDEL-ROSEN, Color. Abtlg./Kuro,
Dr. PISTON, Hauptlaboratorium,
Dr. FRIEDTSCHEK,

Die Firma Gottfried HAGEN, Köln, stellt auf 1600 mm breiten Kalandern 0,3 mm starke Gummirollen zur Weiterbearbeitung auf Gummirollen her. Da der eine von den beiden Kalandern n.2. stillsteht, wurde die Firma von OZV aufgefordert, die Frage zu prüfen, ob der Kalandern zur Herstellung von Luvithersfolien geeignet ist. Die Kalandernwalzen sind geschliffen. Über die auf dem Kalandern erreichbaren Drucke konnten keine Angaben gemacht werden.

Nach Unterzeichnung der Luvithersvereinbarung besuchten uns die Herren Direktor BECK u. Ing. BOISSERON um das Luvithersverfahren kennenzulernen und die Versuche auf ihren Kalandern vorzubereiten.

Wir informierten die Herren, wie üblich, eingehend über das ganze Verfahren, zeigten ihnen die Anlage im Betrieb mit Ausnahme der Mischeinrichtung zur Herstellung des Typ L, da dieser Typ von Schkopau fertig geliefert werden soll, und führten ihnen in Handversuchen das Prinzip der Luvithersherstellung vor. Auch über die Verwendung der Luvithersfolien wurde gesprochen.

Als Ausgangsmaterial empfahlen wir, Vorfolien aus Igelit DCU Typ L.

Für den Fall, dass der Kalandern auch bei Nichttauschung der Rollenbreite und Herstellung von 500-600 mm breiten Folien sich ungeeignet erweist, glauben wir nicht, dass die Firma sich einen zur Herstellung von Luvithersfolien geeigneten Kalandern beschaffen wird.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 2 -

In Interesse der Entwicklung der Folienherstellung wäre es erwünscht, dass bei den von der Firma geplanten Versuchen mit Igalit PVC Typ Z ein eingearbeiteter Techniker der I.G. zugegen wäre.

gen. Fibentscher
• R(epps).

Durchschlag

Aktennotiz Nr. 31.

Ersetz von Amphocife 16 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Phenylmepacinsulfonat, salzarm.

Phenylmepacinsulfonat-Betriebsware (Igepal NA) erwies sich als gutes Emulgiermittel für Igelit PCU (vgl. unsere Aktennotiz Nr. 30), enthält jedoch ca. 10 % Na-sulfat, bezogen auf wirksame Substanz. Es ist bekannt, dass anorganische Salze 1.) die Koagulatbildung fördern, 2.) die Wasseraufnahme eines durch Eintrocknen der Emulsion gewonnenen Polymerisats erhöhen. Es erschien deshalb wünschenswert, auch den salzfreien Emulgator auf seine Eignung zu prüfen. Zu diesem Zweck erhielten wir von Dr. K i r s c h und Dr. V e r n i g e r 2 Produkte:

J.1795/79 (aus Igepal NA P.104 hergestellt) und

J.1797/195 (Laborpräparat).

Diese Produkte enthielten ca. 1 % Natriumsulfat und 3 % Natriumacetat, bezogen auf wirksame Substanz. Wegen der geringen zur Verfügung stehenden Menge wurden sie in einem Versuch geprüft.

Apparatur: H-Apparatur, ohne Voremulgiergefäß.

Das Flottenverhältnis war wieder 1:3. Die Emulgatorkonzentration betrug zunächst 1 %. Dabei wurde die Emulsion jedoch sahnig, so dass wir die Emulgatormenge auf 1,5 % erhöhen mussten.

Unter sich waren die beiden geprüften Emulgatoren ziemlich gleichwertig; gegenüber Igepal NA zeigten sie jedoch eine deutlich erhöhte Polymerisationsgeschwindigkeit.

Durch Zusatz von Kongalit C konnte die Polymerisation weiter stark beschleunigt werden. Es zeigte sich, dass dabei ein pH < 6,5 eingehalten werden muss. Bei einem Durchsatz von 30 kg VOL/Std. wurde eine Raumausbeute von 27 kg (Ausbeute bezogen auf monomeres VOL = 90 %) erzielt.

Nach 10-tägiger Laufzeit der Apparatur betrug die Koagulatmenge in M.II 2,3 kg, in M.III 0,5 kg. Ein Rückschluss auf die Emulgierwirkung von Phenylmepacinsulfonat salzarm kann daraus jedoch

-/-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Sa/Sr.

27.8.41

2

Aktuelle Nr. 11.

nicht gezogen worden, da die Emulsion teilweise schmig war.
 Einzelheiten des Versuchs bitten wir der folgenden Tabelle zu entnehmen.

| Versuch | Emulgator | Na ₂ S ₂ O ₅ % | Konz. g/l | Temp. °C | Reaktions- zeit min | REA. | Ans- beute % | k-Wert |
|---------|------------|--|--------------|-------------|---------------------------|------|--------------------|--------|
| N 77/7 | J. 1790/79 | 0,2 | - | 45 | 20 | 17,5 | 80 | 75,0 |
| N 77/10 | " | 0,2 | 0,05 | 35 | 20 | 18,0 | 90 | 73,5 |
| N 77/20 | J. 1797/99 | 0,2 | - | 45 | 20 | 18,0 | 90 | 74,0 |
| N 77/29 | " | 0,2 | 0,05 | 40 | 30 | 27,0 | 90 | 76,0 |

Zusammenfassung:

Phenylmethylsulfonat als Emulgator hat sich im vorliegenden Versuch gut bewährt. Der Betriebsweise ist es bezüglich Polymerisationsgeschwindigkeit überlegen.

Für Erzielung einer stabilen Emulsion ist eine Emulgatorkonzentration von 1,5 % in Emulgierwasser nötig.

Durch Zusatz von Kungalit kann die Polymerisationsgeschwindigkeit ohne Verschlechterung des k-Wertes stark gesteigert werden. Die Wirksamkeit von Kungalit beschränkt sich auf den η -Bereich < 6,5.

S an: Herrn Dr. Krukowski
 Herrn Dr. Kirck
 Herrn Dr. Vorniger
 F. H.-Abteilung
 L. E.-Abteilung
 Color.-Abt./Buro

Jug. Gussler
 F.
 R.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Riemann

Dr. He/E.

21.8.41

1

Aktennotiz No. 29.

Ersatz von Amphoseife 15 durch neues Emulgiermittel.
Prüfung von Produkt ZSch. 41/123 (Amphoseife aus Palmöl).

Obige, uns mit Schreiben vom 5.8.1941 von der T.H.-Abteilung
bestellte Amphoseife haben wir in unserem Standardansatz ge-
prüft. Sie erwies sich in allen Eigenschaften als gleichwertig
mit der Betriebsware.

Einzelheiten bitten wir der folgenden Tabelle zu entnehmen.

| Versuch | Emulgator | Zeit | Koagulat | k-Wert |
|---------------------------------------|--------------|-----------|----------|---------------------------|
| B 2832 | ZSch. 41/123 | 7 Std. | 1 g | 83 |
| Vergleichswerte für Be- triebsware | | 6.14 Std. | ~ 1 g | 78-84 78-84 |

gez. Herrle

" F(ikentscher).

Durchschlag an:
T.H.-Abteilung

Durchschlag

Laboratoriumsnotiz.

Verwendung von Luvithern zum Abdecken von Freibeeten.

Vor etwa 3 Monaten (vgl. unser Schreiben vom 26.4.41) übergaben wir der Landwirtschaftlichen Abteilung dicke Luvithernfolien vom Typ UG 60 und UG 80 mit der Bitte, sie im Vgl. zu Glas hinsichtlich ihrer Brauchbarkeit zum Abdecken von Freibeeten zu prüfen.

Die Besichtigung auf dem Limburgerhof mit Herrn Dr. KESSE zeigte folgendes Ergebnis:

- 1.) Die Temperatur der mit Folien abgedeckten Gurkenbeete war ^{2-3°} höher als die der mit Glas abgedeckten Beete; dabei waren Zwischenwände in den etwa 30 cm hohen Beeten nicht angebracht.
- 2.) Infolge der geringeren Erwärmung der Folien gegenüber den Glassplatten waren die Folien ständig mit Kondenswassertröpfchen beslagen. Dies wird für alle Kulturen als Nachteil empfunden, da durch die ständig an einer Stelle fallenden Wassertropfen Pflanzenschäden eintreten können.
- 3.) Wahrscheinlich infolge dieser ständigen Benetzung mit Wasser auf der einen Seite und der gelegentlich starken Sonnenbestrahlung auf der anderen Seite sind die Folien stark getrübt und soweit versprüdet, dass die dünneren Folien (UG 60) gossenteils unter dem Einfluss von Regen und Wind zerriessen sind. Die stärkeren Folien haben ein schwaches Hagelwetter ohne Zerreißen überstanden.
- 4.) Hinsichtlich des Pflanzenwachstums kann mit einiger Vorsicht gesagt werden, dass die Gurkenpflanzen unter der Folie vielleicht etwas üppiger im Kraut standen als die unter Glas. Ein vergleichendes Ergebnis der Gurkenrate liegt nicht vor. Falls die Versuche im kommenden Frühjahr wiederholt werden, ist folgendes beachtenswert:
 - 1.) Die Verwendung von dünneren Isolierplatten, ^(0,2 mm u. stärker) welche voraussichtlich ihre Form weniger als die Folien verändern und vielleicht auch langsamer versprüden.

Labor.-Notiz.

Verwendung von Luvithern zum Abdecken von Freibeeten.

- 2.) Die Verwendung von in einer oder 2 Richtungen orientierten dünnen Folien auf oder zwischen Glasplatten um den Einfluss des polarisierten Lichtes auf das Pflanzenwachstum kennenzulernen.

In beiden Fällen wird es sich empfehlen, die Folien durch vertikale Zwischenwände getrennt zu halten.

gez. Fikentscher

gez. Reppe

Durchschlag an:

H. Dr. BERGER, Kuro.

H. Dr. KESSE, Landw. Abtlg. Limburgerhof.

Labor.-Notiz.

Verwendung von Luvithern zum Abdecken von Freibetten.

- 2.) Die Verwendung von in einer oder 2 Richtungen orientierten dünnen Folien auf oder zwischen Glasplatten um den Einfluss des polarisierten Lichtes auf das Pflanzwachstum kennenzulernen.

In beiden Fällen wird es sich empfehlen, die Folien durch vertikale Zwischenwände getrennt zu halten.

gez. Fikentscher

gez. Reppe

Durchschlag an:

H. Dr. BERGER, Kuro.

H. Dr. REESH, Landw. Abtlg. Limburgerhof.

H. F. G. Hermann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. F1/H1.

13.9.41

Besuchsbericht.

Besucher Herr Dr. SCHNECKO von Fa. Kalle & Co.,
Wiesbaden - Siebrich.

Herr Dr. SCHNECKO kam am 12. d. M. nach Lu um sich in folgenden
3 Angelegenheiten zu orientieren:

1.) Schneiden von Lavithernfolien.

Herr Dr. SCHNECKO, den bei Kalle & Co. die gesamte Cellophan-
fabrikation untersteht, wird in seinem Folien Schneidebetrieb
späterhin auch die Lavithernfolien schneiden.

Die an Kalle & Co. gelieferte Versuchsrolle Lavithern G 30 liess
sich nach seiner Angabe ohne Schwierigkeiten bei normaler Geschwin-
digkeit (72 m) und ohne Ausbeuteverlust (abgesehen vom Randabfall)
zu 17 mm breiten Bändern schneiden.

2.) Wasserdichte Überzüge für in Cellophan verpackte Wurstwaren.

Die in Cellophan verpackten Wurstwaren trocknen bei längerer
Lagerung vollkommen aus. Andererseits ist für den Räucherprozess
die Durchlässigkeit des Cellophans für Wasserdämpfe und Rauchgase
erforderlich. Gesucht wird nun ein Überzug, der nach dem Räuchern
das Austrocknen der Ware verhindert. Herr Dr. SCHNECKO hat die
Angelegenheit schon mit der Coloristischen Abteilung Höchst be-
arbeitet und von dort einige Emulsionen empfohlen bekommen. Zur
vollständigen Orientierung wollte er auch die Ludwigshafener Er-
fahrungen zur Lösung dieser Aufgabe hinzusehen.

Eine Rücksprache auf der Color. Abtlg./Luro war wegen Verhinderung
bzw. Abwesenheit der Herren Dr. Follek und Dr. Orsmer nicht mög-
lich. Ich empfahl Herrn Dr. SCHNECKO sich vor allem wegen der
Kombination Aerosol 250 D + Ramazit + Tylose schriftlich an diese
Abteilung zu wenden und nannte ihm auf Vorschlag von Herrn Dr.
Follek zur Herstellung von Tauchüberzügen in der Schmelze Lupolen
(Schmelzpunkt 100 - 110°) evtl. zur Erhöhung der Filzfestigkeit in
Verbindung mit Lupolen II.

Durchschlag

Berichtsbericht.

3.) Emulgierung von Paraffin in Viskose.

Herr Dr. SCHNECKO ist vor die technische Aufgabe gestellt, für die matte Kuratant Paraffin in Viskose zu emulgieren und erbat hierfür die Beratung durch unseren Kemalibetrieb. Nach Rücksprache mit Herrn Dr. Ulrich wurde diese technische Angelegenheit mit den Herren Dr. Schwalter und Dr. Heid behandelt und Versuche abgesprochen.

*907 Färbereibetrieb
A/eppe*

Durchschlag an:
Color. Abtlg./Kern,
Abtlg. E. Vinn.

13.8. Aug. 1941

H. Dr. Heilmann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a/Rh., den 11. August 1941
Dr. Heilmann

Aktennotiz 28.

Betr.: Ersetz von Amphoselife 13 durch neue Emulgiermittel,
Emulgator Nr. 2351 (= Nopacinsulfamidessigsäures Na,
Essigsäure : Nopacinsulfamid = 1 : 1).

Der uns mit Schreiben vom 25.7.41 von der I.G. Höchst beantragte Emulgator wurde in unserem Standardanbats geprüft.

Er liefert mit Wasser eine klare fast farblose Lösung. Die Emulgierwirkung ist gut, ebenso Farbe und Klarheit der aus dem Polymerisat hergestellten Pressplatten. Der Verlauf der Polymerisation ist etwas träger als bei Emulgator II (Nopacinsulfamidessigsäures Na, Essigsäure : Nopacinsulfamid = 2,5-2 : 17).

Die Versuchsergebnisse im einzelnen sind in der folgenden Tabelle unter Beifügung der Vergleichswerte für Amphoselife 13 zusammengestellt:

| Versuchs-Nr. | Emulgator | Zeit | Koagulat | K-Wert |
|---------------------|----------------|---------|----------|---------|
| 3 2019 | Nr. 2351 | 18 Std. | 5 B | 86 |
| Vergleichswerte für | Amphoselife 13 | 6-14 | 1 B | 78 - 94 |

Durchschlag an:

F.F.-Abtlg.,
L.F.-Abtlg.,
H. Dr. Krichalle.

gez. F(ikentscher) gez. Herrle.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Personalabtl. 5.8.41 1
H/P.

Aktuelle

Besprechung am 12.8. über Rückholung von Chemikern, Ingenieuren und Technikern aus der Wehrmacht.

Teilnehmer: Sandig, Sante, Dietrich, Dr. Weber, Pfeiffer, Kuhn, Bauer, Behrert, Dr. Nash, Dr. Moll, Frl. Dr. Wolffhardt, Obering. Hoffmann, Kuhlmann, seitweise Dr. Niemann.

Obering. Hoffmann gibt Kenntnis von Schnellbrief des Gebiets vom 19.7. Für die wesentlich sich meldenden Arbeitskräfte sind durch Kuhlmann unter Hinweis auf die Entlassungsverfügung, die z. St. noch nicht verlässt und abzuwarten ist, beim Arbeitsamt Dienstverpflichtungsanträge einzureichen.

Wie inzwischen durch telefonische Rückfrage in Berlin festgestellt wurde, braucht eine UK-Stellung von uns nicht vorgenommen zu werden. Die zugewiesenen Arbeitskräfte werden durch das zuständige VHK sichergestellt.

Für Angehörige der I.G. wird die Ausübungsfreie nach den bestehenden Richtlinien geregelt. Verheiratete Nichtangehörige erhalten RM 6.-- pro Kalendertag; bei Ledigen wird unter Berücksichtigung der persönlichen Verhältnisse des Hinsinns von Fall zu Fall entschieden.

Die Personalfragen werden von Pfeiffer für Akademiker und Bauer für Nichtakademiker bearbeitet. Das Gehalt wird entsprechend der Anerkennung vom 17.4. über Einstellungsgehälter für kaufmännische und technische Angestellte festgelegt. Beim Abgabebetriebe ist das letzte Gehalt und die von der zugewiesenen Arbeitskraft ausgeübte Tätigkeit zu erfragen. Übersteigt das bisherige Gehalt das betriebsübliche, wird das frühere weitergeschickt. Liegt das alte Gehalt unter dem betriebsüblichen, wird eine entsprechende Anzeige an den Reichstreuhänder der Arbeit geleistet. Macht dieser innerhalb von 15 Tagen nach Eingang der Anzeige von seiner Befugnis der Gehaltsersatzung keinen Gebrauch, gilt das best-

tragschaft als genehmigt.

Die Abteilungen geben Büro Pfeiffer an, mit welchen Herren eine Kursumvereinbarung eingegangen werden soll. Es stehen uns keine Mittel zur Verfügung die Unterzeichnung eines Kursumvertrages zu erzwingen. Folgernd sich einzelne Herren den von der Rechtsabteilung verfassten Entwurf zu unterzeichnen, bleibt nichts anderes übrig, als sie so zu beschäftigen, daß sie keine Dinge erfahren, auf deren Geheimhaltung und Nichtverwertung wir Wert legen müssen. Die Nicht-akademiker erhalten von Bauer ein normales Anstellungsschreiben.

Der Bedarf an Chemikern wird von Dr. Niemann nach durch Umfrage festgestellt; an Ingenieuren und Technikern wurde er bereits ermittelt.

Eigenmächtige Zurücksendung ungeeigneter Arbeitskräfte ist nicht gestattet. Sind die Arbeitskräfte fachlich nicht geeignet, so ist eine Meldung unter Darlegung der Gründe an Kubitzsch zu erstatten, der diese weitergibt. Die zur Entscheidung darüber sind die zugehörigen Fachkräfte über diese Meldung nicht in Kenntnis zu setzen und weiter zu beschäftigen.

11

Durchschlag

Aktuelle:

Gegenwärtiger Stand unserer Isopren-Polymerisationen.

Diese Notiz bringt Resultate über einige Isopren-Mischpolymerisate, die mit keinem Isopren hergestellt sind. Das reine Isopren wurde durch thermische Spaltung seiner Sulfonsäure erhalten.

1.) Mischpolymerisat Isopren 75 : Styrol 25.

Das Produkt wurde genau nach der Buna S - Betriebsvorschrift gefahren.

a) Polymerisation.

Die der Buna S-Betriebsvorschrift entsprechenden butadien- bzw. isoprenhaltigen Ansätze polymerisierten (bei 49°) gleich schnell. Die mit früheren Isopren-Chargen beobachteten, ungewöhnlich langen Polymerisationszeiten sind also auf die damals in Isopren enthaltenen Verunreinigungen zurückzuführen.

b) Gummitechnische Werte der (nicht abgebauten) isoprenhaltigen Polymerisate (in Abhängigkeit von der Ausbeute).

Die Eigenschaften des dem Buna S entsprechenden Isopren-Styrol-Mischpolymerisats wurden bei 60, 80 und 90% Ausbeute bestimmt. In der Mischung mit 50% Russ V.M.500 ergaben sich folgende Werte (der Übersichtlichkeit halber wird nur eine Reifestufe angegeben):

| Aus- beute | Kohyprodukt | | | Mischungsdefo | | 50' / 2 atü | | | |
|---------------|-------------|-------------|-------------|---------------|---------|-------------|-----|-----|----|
| | HK Wert | Defo 20° | Defo 60° | 20° | 60° | M | F | D | H |
| 60 % | 114 | 1630/42 | 1275/37 | 3250/32 | 2500/35 | 39 | 170 | 696 | 62 |
| 80 % | 151 | 4500/45 | 2500/48 | 6000/45 | 3000/45 | 70 | 168 | 525 | 62 |
| 90 % | 109 | 1750/37 | 900/42 | 5000/34 | 2250/26 | 57 | 200 | 684 | 61 |

M = Modul, Belastung bei 300% Dehnung

F = Festigkeit in kg/cm²

D = Dehnung in %

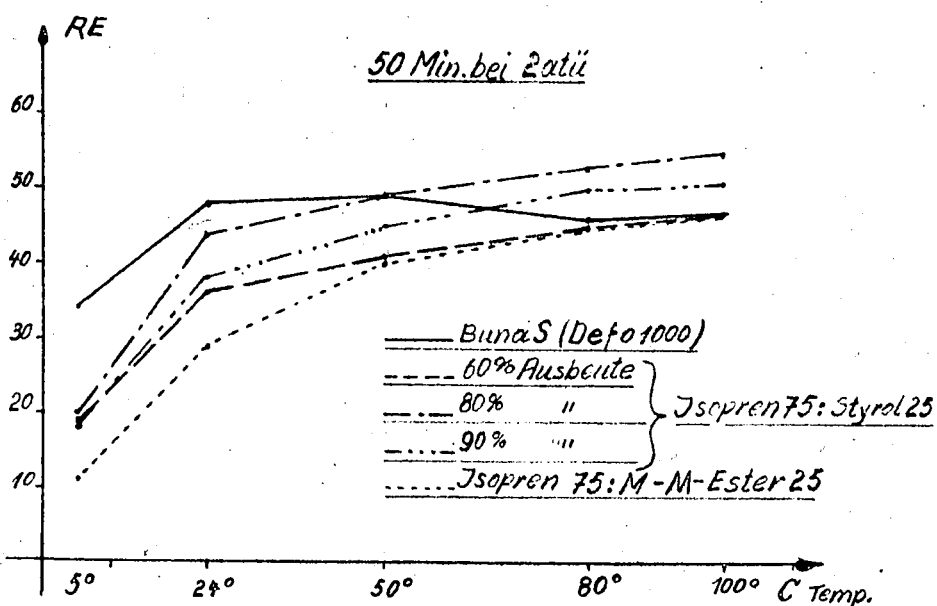
H = Harte * there

Durchschlag

Aktuelles.

Gegenwärtiger Stand unserer Isopren-Polymerisationen.

Abhängigkeit der Rückprallelastizitäten (R.E.) von der Temperatur:



Diese Werte zeigen, dass die mit reinem Isopren hergestellten Polymerisate das Niveau des Buna S nahezu erreichen. Die Elastizitäten, die sich bei Temperaturen von über 50° denjenigen eines Buna S vom Defo 1000 stark nähern, genügen jedoch bei Temperaturen von unter 30° noch nicht.

Besonders interessant ist die außerordentliche Ausbeuteempfindlichkeit der Isopren-Styrol-Mischpolymerisate im Vergleich mit Buna S. Das zu 90% auspolymerisierte Produkt zeigt von den drei Produkten 60 - 80 - 90% die besten Prüfwerte und war außerdem am besten verarbeitbar. Insgesamt waren alle drei Produkte besser verarbeitbar als Buna S unabgebaut.

2.) Mischpolymerisiert Isopren 75 : M-M-Ester 25.

Dieser Versuch wurde unter Zusatz von Triäthanolamin bei 30° gefahren und bei 57% Ausbeute abgebrochen. (Ein Vergleichsversuch mit Butadien liegt noch nicht vor).

-/-

Durchschlag

Dr. Na./fr.

1.9.41

3

Aktiennotiz.

Gegenwärtiger Stand unserer Isopren-Polymerisationen.

In der Mischung mit 50% Russ V.N.500 wurden folgende Werte erhalten:

| NE Wert | Rohprodukt | | Mischungsdefo | | 50' / 2 atü | | | |
|---------|------------|---------|---------------|---------|-------------|-----|-----|----|
| | 20° | 60° | 20° | 60° | M | F | D | H |
| 109 | 3000/26 | 1400/29 | 5500/28 | 2250/27 | 78 | 225 | 594 | 62 |

Der elastische Anteil des Rohproduktes und der Mischung ist erfreulich gering, die Verarbeitbarkeit dementsprechend gut. Die Festigkeit ist ebenfalls gut. Nur die Rückprallelastizität ist gegenüber den styrolhaltigen Produkten nicht verbessert.

Zusammenfassung.

Bei Verwendung von reinem Isopren lassen sich synthetische Kautschuke herstellen, die bei der Polymerisation dieselben Raum-Zeit-Ausbeuten ergeben, wie entsprechende Butadien-Polymerisate. Die Verarbeitbarkeit dieser Mischpolymerisate ist besser als die von Buna S. Die Vulkanisate dieser Produkte erreichen bis auf die Rückprallelastizität, die besonders bei niedrigen Temperaturen bis jetzt noch ungenügend ist, nahezu das Niveau von Buna S.

gez. Buchholz

" H(iemann)

§ an: Herrn Dir. Dr. Ambros
" Dr. Hiefeld
" Dr. Niemann
" Dr. Fikentscher
" Dr. Abel

Durchschlag

Dr. He/fr.

31.7.42 1

Aktennotiz 27.

Ersetz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.

Prüfung von Mesaponsulfonat für die kontinuierliche Polymerisation von Vinylchlorid.

Im Hinblick auf die im Herbst dieses Jahres in Lu anführende Igelit PCU - Fabrikation haben wir unsere Versuche zur kontinuierlichen Polymerisation von Vinylchlorid mit Mesaponsulfonat wieder aufgenommen (vgl. unsere Aktennotiz 18 vom 6.9.40).

Die Versuche wurden in unserer M-Apparatur durchgeführt. In Angleichung an die Arbeitsweise im Betrieb führten wir Emulgierwasser und Vinylchlorid unter Umgehung des Voresulgiiergefäßes (M I) direkt in M II ein. Nutsinhalt der Apparatur 100 Ltr.

Der erste Versuch (M 70) galt der Auswahl des am besten geeigneten Mesapontyps. Es wurden geprüft:

- Mesapon H (80%ig, sals- und sulfithaltig)
- Mesapon N, (ausgekocht mit Wasserstoffsuperoxyd, sulfitfrei)
- Mesaponsulfonat konz., kettenchlorarm.

Die Versuchsbedingungen waren folgende:

| | |
|--------------------|-------|
| Flottenverhältnis: | 1:3 |
| Emulgator: | 1,5 % |
| Na-acetat: | 0,8 % |
| Na-perfulfat: | 0,1 % |
| Anfangs-pH: | 7 |
| Temperatur: | 45°. |

Die Hausseitausbeute lag bei allen 3 Mesapontypen bei ca. 25 kg bei einer Ausbeute von 95 % (Durchsatz 30 kg VCl/oba Std.). Die k-Werte lagen wie folgt:

| | |
|---|-----|
| Mesapon H: | 62 |
| Mesapon N (mit H ₂ O ₂ ausgekocht): | 66 |
| Mesaponsulfonat konz., kettenchlorarm: | 68. |

Der mit Mesapon H erzielte k-Wert liegt infolge des Sulfidgehalts des Emulgators sehr niedrig. Durch Zerstören des Sulfits mit H₂O₂ lässt er sich deutlich verbessern. Der höchste k-Wert wurde mit

-/-

Durchschlag

Aktennotiz 27.

Mepasinsulfonat kons., kettenschlorarm erzielt.

Die Hitzebeständigkeit war am besten bei dem Mepasinsulfonat kons., kettenschlorarm hergestellten Polyvinylchlorid.

Über die Koagulatbildung lassen sich wegen der Kürze des Versuchs keine Aussagen machen, doch dürfte auch unter diesem Gesichtspunkt Mepasinsulfonat kons., kettenschlorarm, das frei von Salzen ist, den Vorzug verdienen.

Auf Grund der dargelegten Befunde erschien Mepasinsulfonat kons., kettenschlorarm als der geeignetste Emulgator aus der Reihe der Mesapone, weshalb es in einem weiteren Versuch (M 72) nochmals eingehender geprüft wurde.

Die Versuchsbedingungen waren (die gleichen wie oben beschrieben; geändert wurden lediglich:

| | |
|-------------------|---------------------|
| Natriumacetat: | 0,5 % (statt 0,8 %) |
| Natriumpersulfat: | 0,05% (statt 0,1 %) |
| Durchsatz: | 20 kg VCl/obm.Std. |

Der Versuch lief sehr gleichmäßig. Wegen der geringen zur Verfügung stehenden Emulgatormenge musste er nach 3tägiger Laufzeit abgebrochen werden. Während dieser Zeit haben wir bei Ausserachtlassung der Anfahrperiode folgende Konstanten gemessen:

| | |
|----------------------|-------------------------------|
| Dichte der Emulsion: | 1,074 - 1,076 |
| Trockengehalt: | 24,2 - 24,6 % |
| k-Wert: | 76,5 |
| RAE: | ca. 18 kg |
| Ausbeute: | ca. 90% des eingesetzten VCl. |

Diese Werte erfüllen die gestellten Forderungen; teilweise übertreffen sie diese. Der k-Wert liegt sehr günstig, so dass in Hinblick auf die niedrige, zur Anwendung gebrachte Persulfatkonzentration eine Steigerung der RAE durchaus möglich ist. Die Menge des gebildeten Koagulats war sehr gering. M III war praktisch koagulatfrei; die Koagulatmenge in M II betrug ca. 100 g (dünne Haut an Wand und Rührer).

-/-

Durchschlag

Aktennotiz 27.

Die Emulsion war während mehrerer Wochen einwandfrei lagerfähig. Soda, sowie eine methanolisch-wässrige Lösung von Phenylthioharnstoff liessen sich einwandfrei einarbeiten.

Zusammenfassung.

- 1.) Mesapon H bedingt infolge seines Sulfitgehalts niedrige K-Werte und ist deshalb als Emulgator für die Polymerisation von Vinylchlorid ungeeignet.
- 2.) Mepasinsulfonat kons., kettenchlorarm besitzt gute polymerisationstechnische Eigenschaften. Falls die damit hergestellten Polymerisate den gestellten Anforderungen genügen, eignet es sich vorzüglich als Emulgator für die Vinylchloridpolymerisation.

gez. Herrle

" Gäh

" N(iemann)

Ø an: L.K.-Abtlg. (Herrn Dr. Scholz)
Col. Abt. Kuro (Herrn Dr. Berger)

Durchschlag

36/b/fr.

28.7.41

I

A k t e n n o t i s

über das Telefongespräch des Herrn Leichtweis der Firma GÜbel,
Darmstadt, mit unserem Herrn Jaqué am 26.7.1941.

Herr L. versuchte Herrn Dr. F i e t s c h telefonisch zu erreichen. Da dieser in Urlaub war, nahm ich das Gespräch entgegen. Herr L. teilte mit, dass die Firma G. Hagen A.-G., Köln-Kalk, um ein Angebot für eine Schneidemaschine mit einer Arbeitsbreite von 1000 mm gebeten habe. Herr L. wollte sich vergewissern, ob seine Auffassung richtig ist, dass eine Arbeitsbreite von 1000 mm nicht erforderlich sei, da die Herstellung so breiter Luvithermfolien gegenwärtig nicht in Frage kommen könnte. Die Richtigkeit dieser Auffassung wurde von mir bestätigt und Herrn L. mitgeteilt, dass wir bereits die Firma Kampf in gleicher Weise unterrichtet hätten, da bei dieser eine Anfrage der Firma Hagen A.-G. wegen des Baues einer Luvithermmaschine von 1000 mm Arbeitsbreite eingelaufen sei. Darauf äußerte sich Herr L., dass er beabsichtige, der Firma Hagen eine Schneidemaschine mit der Arbeitsbreite von 800 mm anzubieten.

Nebenbei bemerkte Herr L. zu dem Schreiben der Patentabteilung vom 8. ds. Mts. an die Firma GÜbel, dass er vor der Einreichung des fraglichen Gebrauchsmusters seiner vorgesetzten Stelle (Herrn Direktor Köhler) entsprechend unserer mündlichen Vereinbarung vorgeschlagen habe, den Entwurf unserer Patentabteilung zur Einsichtnahme zu übersenden. Diese Stelle habe jedoch diesen Vorschlag mit dem Bemerkten abgelehnt, dass es nicht angängig sei, einer aussenstehenden Firma solche Entwürfe zur Begutachtung vorzulegen. Herr L. betonte, dass er sogar schriftliche Unterlagen über seine Absicht in Besitz habe.

Aus dieser Aussprache entstand der Eindruck, dass Herr L. mit der Art des Vorgehens seiner Firma nicht einverstanden ist.

Gesprächsweise teilte ich Herrn L. noch weiter mit, dass wir unter Vermeidung des Doppelerkäters eine einfachere Ausführung

-/-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

J6/b/rz.

28.7.41

2

der automatischen Geschwindigkeitsregelung der Aufwickelwelle
gefunden hätten, dass es aber unwahrscheinlich ist, dass vor
einer befriedigenden Klärung der fraglichen Gebrauchsmuster-
angelegenheit der Firma Göbel diese oder andere Verbesserungen
der Schneidemaschinen mitgeteilt werden könnten.

J. J. Jacquiné

D'schlag an:
Patentabt. Lu
Herrn Dr. Pietsch

Dr. 32/b

16.7.41.

I.

Labornote.

Polymerisation von Isopren in Gegenwart von Nickelcarbonyl.

Isopren wurde (in alkalischen Ansatz) in Gegenwart bestimmter Mengen Nickelcarbonyl polymerisiert. Dabei zeigte sich, dass die Polymerisation als solche von kleinen Carbonylmengen praktisch nicht beeinträchtigt wird. Erst bei Zusätzen von etwa 1 % Nickelcarbonyl wird die Polymerisation deutlich gehemmt:

| <u>Ansatz</u> | <u>Ni(CO)₄</u> | <u>Ausbeute</u> |
|---------------|---------------------------|-----------------|
| Isopren | — | 98 % |
| " | 0,01 % | 98 % |
| " | 0,2 % | 96 % |
| " | 1 % | 84 % |
| " | 5 % | 80 % |

Die Eigenschaften der Polymerisate dürften jedoch durch die Gegenwart von Nickelcarbonyl im Ausgangsmaterial stark beeinflusst werden. Nach der Aufarbeitung waren die Proben entsprechend der steigenden Menge Ni(CO)₄ zunehmend dunkel gefärbt. Das Carbonyl war offenbar im Polymeren gelöst und zerfiel dann während der Aufarbeitung, so dass im Polymerisat fein verteiltes Nickel zurückblieb. Derartige Schwermetalle in Kautschukbedingungen aber meist eine außerordentlich schlechte Alterungsbeständigkeit des Materials. Exakte Angaben über die Eigenschaften derartiger Produkte könnten aber nur eine entsprechend durchgeführte gummithechnische Prüfung ergeben.

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. Köpfe.

Herrn Dr. Schuster.

" " Abel.

gez. Löffler
f.
P.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a/Rh., den 14. Juli 1941
Dr. OH/RI.

Dr. Niemann

Versuchsbericht I

Betr. A) Polystyrol III

B) Zeichner für Melamin-Hornstoff-Formaldehydharze.

Anwesend die Herren

Dr. Eisenmann, Freidorf,
Dr. Filkentscher,
Dr. Gith,
Dr. Sunkel (zeitweise).
Rothstein

A.) Polystyrol III

Herr Dr. Eisenmann weist darauf hin, dass das Polystyrol III sich durch wertvolle Eigenschaften von den anderen Polystyrol-Typen unterscheidet und deshalb unbedingt in Sortiment erhalten bleiben muss. Die einzelnen Polystyrol III-Partien fallen in ihren Eigenschaften sehr gleichmäßig aus. Geringe Unterschiede in der Farbe stören nicht, da die dunkleren Partien schwarz eingefärbt werden.

Z. Z. befindet sich das Polystyrol III beim OEW zur Prüfung für die Herstellung eines Tropenfesten Artikels; sollte diese Prüfung positiv verlaufen, ist über die jetzige Liefermenge hinaus mit einem größeren Bedarf zu rechnen. Genauere Angaben über die kann in Frage kommenden Mengen konnte Herr Dr. Eisenmann jedoch nicht machen.

Herr Dr. Filkentscher hat uns umgehende Mitteilung der Versuchsergebnisse. Es wurde nochmals festgestellt, dass die Hauptschwierigkeit bei der Fabrikation des Polystyrol III in der Methanol-Extraktion liegt, deshalb soll geprüft werden, ob andere Extraktionsmittel geeigneter sind.

Herrn Dr. Eisenmann wurden einige Spritzstücke aus einem kochfesten Mischpolymerisat aus Styrol und Acrylamid gezeigt. Herr

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium

Dr. E. hat um Zusendung einer Probe dieses Mischpolymerisates.

B.) Reinmacher für Melamin-Harnstoff-Formaldehydharze.

Die Spritzstücke ^{der} Melamin-Harnstoff-Formaldehydharze zeigen starke Spannungen. Die Versuche zur Beseitigung dieser Schwierigkeit, Glycerin als Reinmacher einzusetzen, scheiterten daran, dass das Glycerin unter Vernetzung mit ^{den} Kondensationsprodukten reagiert. Es soll geprüft werden, wie weit sich wasserlösliche Polymerisationsprodukte anstelle von Glycerin in diesen Spritzmassen verwenden lassen. Von Hauptlaboratorium wurde für diese Versuche die Übersendung (jeweils 1 kg) folgender Produkte zugesandt:

- 1.) Collacrol S (25%ig),
- 2.) " A (30%ig),
- 3.) " AVN (25%ig),
- 4.) " H (16%ig),
- 5.) Kollidon (100%ig),
- 6.) Igevin B möglichst optisch rein (100%ig).

Durchschicken an:

H. Dr. Eisenmann, Erbsdorf,
H. Dr. Fikentscher,
H. Dr. Gäh,
H. Dr. Kunkel.

ges. Gäh

" F(ikentscher)
" R(epps)

Durchschlag

Ludwigshafen a/Rh., den 14. Juli 1941
Dr. Ho/Hi.

Dr. Niemann

A k t e n o t i s 26.

Betreff: Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel.
Prüfung von Napsinsulfamidobuttersauren Natrium.

Von Dr. KREIKALLA erhielten wir unter der Bezeichnung

J. 1992/33,

J. 1992/39,

J. 1992/42

drei Proben von napsinsulfamidobuttersauren Natrium, die wir im Kleinversuch auf ihre Emulgierwirkung für Igelit MP Typ K prüften.

Alle Proben sind ziemlich stark gefärbt. Die Probe J. 1992/33 ist klar löslich, J. 1992/39 ist nur teilweise löslich und J. 1992/42 ist noch schlechter löslich.

Die Emulgierwirkung geht mit der Löslichkeit parallel. Die Probe J. 1992/33 liegt am günstigsten, während J. 1992/42 die Polymerisation vollkommen verhindert.

Durchschlag an:
H. Dr. Kreikalla,
H. Dr. Froese

ges. Herrle

- * P(ikontecher)
- * R(appe)

H. Dr. FROESE wird entsprechend J. 1992/33 eine neue grössere Probe herstellen.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Dr. Niemann

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a/Rh., den 14. Juli 1941
Dr. Re/Hi.

L a b o r a t i o n

Betr.: Stabilisierung von Isoliten.

Diphenylthioharnstoff ist in Verbindung mit Soda ein sehr guter Milchstabilisator für Isolite. Er hat jedoch den Nachteil, dass wegen seiner Schwerlöslichkeit in Wasser die genaue Dosierung und homogene Einarbeitung in das Isolit während dessen Aufarbeitung Schwierigkeiten macht.

Wir fanden, dass das nur einfach phenylierte Derivat des Thioharnstoffs fast die gleichen guten Stabilisatoreigenschaften wie Diphenylthioharnstoff besitzt, in Gegensatz zu diesem in Wasser jedoch besser löslich ist. Diese Eigenschaften ermöglichen den bequemen Einsatz des Phenylthioharnstoffs als Stabilisator für Isolite, sowohl bei dem Mischverfahren, bei dem er in Form einer methanolisch-ätherigen Lösung der Milch, als auch bei dem Imperialverfahren, bei dem er der zur Stabilisierung verwendeten Sodallösung zugesetzt werden kann.

gez. Herrle,
" Fikentscher,
" R(ippe).

Durchschlag an:

Lack-Abtlg./H. Dr. Scholz,
Color-Abtlg./Kuro,
L.G. Schkopan/Prüfstelle (2 x).

Durchschlag

Dr. BA/Z.

12.7.41 1

Aktometris.

Stopfbüchse an der Gasumlaufpumpe für Hexamethylenamin Lu 115.

Herr OUBMEYER sen. teilte heute telephonisch mit, dass er die Stopfbüchse aus Spezialbronze, die sich seinerzeit nicht bewährt hatte, nochmals eingehend untersucht und dabei festgestellt habe, dass die Kolbenstange auf ihrer ganzen Länge eine unrunde Fläche von ca. 1 - 2 Hundertstel Millimeter aufweist. Die Bronzeringe zeigen keine Korrosion und lassen an sich auf guten Lauf schliessen. Leider kann man daraus keine bestimmten Schlüsse ziehen, weil die Ölverteilung beim Versuch nicht bekannt ist.

Es wurde vereinbart, dass KRANZ die Stange selbst nachschleifen und die Packung nochmals einpassen wird. Der Einbau soll in etwa 14 Tagen erfolgen.

J. J. Ranz

Durchschlag an:

Herrn Dr. Bauer, Hauptlabor.
" Dr. BÜCHE,
" Dr. Frank, Lu 10
" Dr. Niemann

Aktennotiz über die am 30. 6. 1941 im Hauptlaboratorium im statt-
gehabte Besprechung über Lackrohstoffe.

Anwesend: die Herren Dr. JORDAN, Coler.-Abtlg. Laro
 Dr. FRILLWITZ, "
 Dir. Dr. REPIE Hauptlabor.
 Dr. KRZIKALLA " (seitweise)
 Dr. FIKENTSCHER "
 Dr. HECHT "

Zunächst wurden die Arbeiten zur Schaffung als Lackrohstoffe geeigneter Phenol-Acetylen-Harze erörtert. Herr Dr. JORDAN sagte, dass diese Harze auch für die Kombination mit Vinoflex, MP 400 und ähnlichen Verbindungen geeignet seien. Nach nochmaliger kurzer Durchprüfung sollen nunmehr das Harz 2453, das Umsetzungsprodukt von Oxyphenylmethan (Lieferwerk Gersthofen) und Acetylen zur Ausgabe bei der Lackkommission angemeldet werden. Dieses Harz hatte sich bei der bisherigen Prüfung besonders günstig verhalten. Auf die Frage nach der Lieferfähigkeit wurde von dem Unterzeichneten erklärt, dass 10 Kato des Harzes ohne weiteres hergestellt werden könnten, vorausgesetzt, dass die Reichsstelle Chemie die erforderlichen Freigabevermerke erteilt. Gersthofen ist nach den Angaben von Herrn Dr. REISEL ohne weiteres in der Lage, eine derartige Menge Oxyphenylmethan zur Verfügung zu stellen. In diesem Zusammenhang interessierte sich Herr Dr. JORDAN noch für das Harz aus Oxykresylenaphan und Acetylen, das unter der vorläufigen Nummer 2413 bereits Urdingen benustert wurde und in aller nächster Zeit der Kuteko zur Ausgabe übermittelt werden soll. Obwohl dieses Harz ein Weichharz darstellt, soll es auch in Verbindung mit anderen Lackrohstoffen geprüft werden. Die früheren Arbeiten, die die Herstellung eines als Lackrohstoff geeigneten modifizierten Koresins betreffen, sollen die Kriegsende zurückgestellt werden, da bei dem Mangel an p-tert.-Butylphenol größere Mengen dieser Phenolkomponente doch nicht freigesetzt werden können.

Mit Schreiben vom 20. 4. 1941 hatte uns die Coleristische Abteilung, Laro, bereits mitgeteilt, dass das Kresolharz 2630 und

Durchschlag

das Xylolharz 2633 für die Herstellung einer neuen Laphensorte geeignet sei. Von Seiten des Hauptlaboratoriums wurde darauf hingewiesen und die Übergabe der Betriebsvorschrift sowie eines Kalkulationsgerippes zugesagt. Nach Angabe von Herrn Dr. JORDAN sind die C-Laphene besonders alterungsbeständig und übertreffen in dieser Hinsicht die A-Laphene und die S-Laphene. Es erscheint daher durchaus möglich, damit später die A-Laphene vollständig durch C-Laphene zu ersetzen.

Herr Dr. JORDAN berichtet weiterhin über Versuche, die zur Verbesserung der Härtungsgeschwindigkeit unseres Laphens II durchgeführt wurden. Bei dieser Gelegenheit wurden auch die von Leverkus (Dr. PETERSEN) entwickelten Diisocyanate als Vernetzungskomponenten in den Kreis der Untersuchungen einbezogen. Die Versuche hierüber sind jedoch noch nicht abgeschlossen, ebenso werden die Isocyanate als härtende Komponente für A-Laphen und Plastopale noch untersucht. Hierauf wurde die Frage des Härterers für das Laphen II nochmals erörtert. Bekanntlich ist alkoholische Salzsäure als Härter besonders geeignet, jedoch ist die Verwendung dieses sehr billigen Produktes im Hinblick auf die Anmeldung P. 79 939 der Firma FRENKEL zur Zeit nicht möglich. Von dem Unterszeichneten wurde hierzu bemerkt, dass andere Firmen, wie z. B. Louis ELUMER, Zwickau und die Fa. ALBERT alkoholische Salzsäure als Härter für ihre entsprechenden Kalt härten den Lacke (Diphen 3911 bzw. Diphen B. 60 M und Resol L 4) empfahlen. Wahrscheinlich stützen sie sich hierbei auf das B.P. 215 722, das eine 100%ige Veröffentlichung gegenüber der genannten FRENKEL'schen Anmeldung darstellt. In dieser Patentschrift wird die Härtung von härtbaren, also alkalisch kondensierten Phenolharzen in Form ihrer Lösungen in Alkohol-Äther-Gemisch mit Salzsäure beschrieben. Im Hinblick auf diese Literaturstelle soll mit der Patent-Abteilung nochmals unsere Stellungnahme zu der FRENKEL'schen Anmeldung erörtert werden (vgl. Anhang).

Durchschlag

In weiteren Verlauf der Besprechung verwies Dr. JORDAN auf die bereits früher untersuchten Umsetzungen von Kresoldialkohol mit Acrylsäure und evtl. Cyanserbinsäure, die damals wegen anderer dringender Arbeiten abgebrochen wurden. Von Dr. HÜBNER wurde zugesichert, dass diese Arbeiten baldigst wieder aufgenommen würden (was inzwischen bereits geschehen ist). Hierbei wurde noch bemerkt, dass zur Zeit im Hauptlaboratorium auch noch die Herstellung mit Fettsäuren trocknender und nichttrocknender Öle kombinierter Melaminharze untersucht wird.

Herr Dr. RUPPE erwähnte, dass zur Zeit von uns auch Versuche zur Verbesserung des Linitols durchgeführt werden. Hierbei wird in der Weise gearbeitet, dass, wie von dem Unterschneten näher erläutert wurde, das nach Umsatz des Tallöls mit Acetylen erhaltene Rohmaterial einer Vakuumdestillation in Gegenwart von solchen Mengen mehrwertiger Alkohole unterworfen wird, die erforderlich sind, um die während des Destillationsprozesses teilweise durch Krackung wieder in Freiheit gesetzten Säuren an die Alkohole zu binden. Derartige Versuche wurden bisher mit 1.1.1-Trimethylpropan, Hexandiol, 1.2.4-Butantriol und Glycerin durchgeführt, wobei mit Trimethylpropan die bisher besten, mit Glycerin die schlechtesten Produkte erhalten wurden. Von Dr. JORDAN wurde noch Pentaerythrit für den gleichen Zweck vorgeschlagen, welche Versuche ebenso wie unter Verwendung von Butandiol-1.2 noch durchgeführt werden sollen. Dabei taucht natürlich die Frage auf, ob die derartig hergestellten Produkte unter das DRF. 525 491 der Fa. E. DÜREN, Herdecke (Westf.) fallen. Auch diese Frage soll mit der Patentabteilung geklärt werden (was inzwischen geschehen ist, vgl. Anlage). - In diesem Zusammenhang wurde von Dr. JORDAN darauf hingewiesen, dass das Kondensationsprodukt aus Crotonaldehyd und Phenol, wie es von dem Unterschneten bemerkt worden ist, zwar gut trocknend, jedoch wegen seiner Farbe leider nicht verwendbar war. Da die Wahrscheinlich-

Durchschlag

keit, die ausserordentlich störende rote Farbe der Kondensationsprodukte ~~zur Beseitigung zu bringen~~, sehr gering ist, wurde die erneute Bearbeitung der Umsetzung von Crotonaldehyd mit Acetylen, die zum Dekadien-2.6-in-5-diol-4.7 führen muss, aufgenommen, was durch Dr. NECHT geschehen ist.

Dr. JORDAN regte an, als Ersatz für die zur Zeit ebenfalls bewirtschafteten Vorlauffettsäuren geeignete Halbestere von Dikarbonsäuren zu verwenden. In diesem Zusammenhang wurde besonders der saure Ester der Bernsteinsäure mit Butanol bzw. das saure Estergemisch aus Bernsteinsäure und Intra-solvan HS erwähnt. Die so gewonnenen Esteren sollen dann ihrerseits zur Herstellung von Trockenstoffen oder Alkydalen - analog den Vorlauffettsäuren - eingesetzt werden. In diesem Zusammenhang wurde auch darauf hingewiesen, dass man auch unter Verwendung von Acrylsäure zusammen mit langkettigen Monokarbonsäuren, die die genügende Elastizität des Polymerisats gewährleisten, zu trocknenden Alkydalen gelangen kann. Derartige Versuche werden zur Zeit von dem Unterzeichneten ausgeführt.

Das Gespräch wandte sich nunmehr dem Weichmachergebiet zu, wobei von Dr. JORDAN erwähnt wurde, dass der Glutarsäurediäthylester leichtere als Palatinal C sei und dem Sipalin gleichkomme. Die Bearbeitung dieser Produkte soll von Dr. HAUSMANN (a. B. im Urlaub) aufgenommen werden. Herr Dr. KRZIKALLA erklärte, als Weichmacher auch die entsprechenden Ester der Thiodibuttersäure bzw. Oxalibuttersäure herzustellen bzw. die zum grössten Teil schon hergestellten Produkte nochmals zur Prüfung zu geben. Auch die weiteren Versuche mit Weichmachern, die ähnlich wie das Albanol beständig sein sollen, wird von Dr. KRZIKALLA weiter ^{behandelt} untersucht.

Da im Herbst 1941 voraussichtlich grössere Mengen Tetrahydrofuran zur Verfügung stehen werden, soll die Coloristische Abt.

-/-

Durchschlag

Dr. Ht./H.

4.7.41 5

die Propaganda für dieses Produkt im Herbst stärker betreiben.

Schließlich wurde noch über einige interessante Patente und Patentanmeldungen der Konkurrenz gesprochen. S.B. hat die Pa. ALBERT eine Anmeldung A 87 687 zur Polymerisation von Acrylsäureverbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass als Polymerisationsmittel hier nicht Peroxyde, sondern Jodverbindungen bzw. Jodoverbindungen zur Anwendung gelangen. ALBERT versucht offenbar auf diese Weise in das Gebiet der Acrylsäureester einzudringen, um sich damit einen Anteil an der Polymerisationschemie zu sichern. Wie Herr Dr. FIKENTSCHER mitteilt, ist dieses Verfahren jedoch nicht neu und wurde von Dr. CATH bereits zur Polymerisation anderer ungesättigter Verbindungen benutzt, sodass es sich hier um ein reines Analogieverfahren handelt. Gegen die Anmeldung wird Einspruch erhoben werden. — Dr. PHILIPPS bemerkte noch, dass unter der Bezeichnung Rohagit die Pa. RÜHM und HAAS ein Mischpolymerisat in den Handel bringt, das sehr wahrscheinlich aus Polyvinylacetat und Polymethacrylsäuremethylester besteht. Die Untersuchung hierüber ist noch nicht abgeschlossen. (vgl. Memo von Herrn Dr. Fikentscher an Lars v. 3.7.).

In übrigen wurde vereinbart, dass Produkte, die an sich von der Coloristischen Abteilung Lars für brauchbar befunden werden, für die jedoch das Ausgangsmaterial infolge der augenblicklichen Umstände nicht oder in ungenügenden Mengen greifbar ist, trotzdem bei der Lackkommission angefordert werden sollen, um so die Priorität von Ludwigshafen zu wahren. Sobald später wieder genügende Mengen des Ausgangsstoffes zur Verfügung stehen, soll dann mit dem betreffenden Produkt vorgegangen werden.

Durchschlag an:

Herrn Dr. JORDAN
" Dr. PHILIPPS
" Dr. KRINKALLA
" Dr. RIMMANN
" Dr. FIKENTSCHER
" Dr. MAUSMANN
" Hr. HECHT

gez. Hecht

" R(eppe)

Patent-Abteilung Durchschlag

Dr. Rt/Z.

4.7.41 1

Anhang.

Aktennotiz über die am 1.7.1941 mit Herrn Dr. ENGEL, Patent-
Abteilung, stattgeführte Besprechung.

1.) Deutsche Patentanmeldung P. 78 959.

Troisdorf wird sich als Einsprechende an das Reichspatentamt wenden, um die Wiederaufnahme des Verfahrens in der Zusatzanmeldung P 78 959 zu erwirken. Es soll die britische Patentschrift 215 722 genannt und um antiseitige Prüfung gebeten werden.

2.) DEP. 525 491.

Von dem Untersuchten wurde geltend gemacht, dass hier keine Veresterung (vgl. Aktennotiz über die Besprechung mit Laro von 4.7.1941), sondern eine Umesterung vorliegt. Ausserdem wird nach diesem Verfahren wahrscheinlich eine weitgehende Trennung von Fett- und Harzsäuren bewirkt. Ein erheblicher Teil des Mehrwertigen Alkohols dürfte mit den Harzsäuren im Rückstand bleiben. Diesbezügliche Analysen (Bestimmung von Fettsäure und Harzsäureanteil im Destillat, Bestimmung der Hydroxylzahl und des Mol-Gewichtes des Rückstandes) sollen noch ausgeführt werden, um nach dem Ergebnis dieser Untersuchung eine endgültige Entscheidung treffen zu können, ob hier eine Abhängigkeit gegenüber dem obigen Patent vorliegt oder nicht.

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Ludwigshafen a/Rh., den 23. Juni 1941.
Dr. FI/ai.

Besprechungsbericht
Vertraulich!

Betr.: Luvithern- und Iselitfeinfolien.
Besprechung am 16. Juni 1941 beim OGH.

Anwesend die Herren

- Heg. Rat HSE,)
- Major HACHMANN (Heereswaffenamt,
- Ing. NICHOLSON)
- Dr. HORN, Dynamit-A.-G., Troisdorf,
- Dr. RANLSON, Folienfabrik Fürtth-Forchheim,
- WERNER, Klein, Wiesbaden,
- u. a. (Vertreter der Folienherstellung),
- Dr. FISCHER, Deutsche Kabelwerke Ketschendorf
(Kabelhersteller),
- Dr. NICK,
- Dr. SHANSEN, Bitterfeld,
- Dr. KOLLER) Color.Abtg./Kurz, III.,
- Dr. BERGER)
- Dr. FINKELBERG, Hauptlabor.,

Die Einberufung dieser Besprechung durch das OGH erfolgte offenbar auf Veranlassung der Feinfolienhersteller (insbesondere Dr. RANLSON, Folienfabrik Fürtth-Forchheim), weil sich diese bei dem OGH über die Nichtabnahme ihrer Feinfolien durch Ketschendorf für Kabel und die Beyerzeugung der Luvithernfolie beklagt haben. Sie führen das bessere Verhalten und Aussehen der Luvithernfolie hauptsächlich auf den von der I.G. verwendete Ausgangsmaterial zurück, das sich von dem Ausgangsmaterial unterscheidet, welches sie für die Feinfolien bisher erhielten (Vorfolie aus Typ F).

Dr. FISCHER, Ketschendorf, stellte zunächst fest, dass die Luvithernfolie in jeder Weise den Ansprüchen genügt. Die Feinfolien weisen demgegenüber nach Fischer folgende Mängel auf:

- 1.) Ausserordentlich starke Dickenschwankungen, die nach Fischer die Grösse von 23 bis 25 μ nicht überschreiten dürfen (Luvithern zeigt eine Dickenschwankung von nur $\pm 2 \mu$).

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 2 -

- 2.) Das häufige Auftreten von Löchern, Fehlstellen und schlechten Verklebungen in den Bändern.
- 3.) Die Qualitätsunterschiede innerhalb derselben Partie, sowohl hinsichtlich der Farbe, was nicht stören würde, als auch hinsichtlich der Festigkeit und Dehnung.
- 4.) Der niedrige Erweichungspunkt der Folien, der das Auftragen der heißen Diffusionschicht stark erschwert.

Dr. KOTZAE, Ludwigshafen, gab einen Überblick über die historische Entwicklung der verschiedenen Typen P u. Z, die sich hauptsächlich hinsichtlich des Polymerisationsgrades unterscheiden. Da der Typ P besonders gut fliecht, wurde er bisher allgemein für Folien bevorzugt. Für Lavithern hat er einen höherpolymeren Typ entwickelt, der aber u.Z. noch nicht fabrikatorisch in grossen Mengen greifbar ist.

Die Aussprache ergab:

- 1.) Der Bedarf an Lavithern- bzw. Reinfolien für das Feldkabel beträgt

| | |
|---|------------|
| in Juli | 2 Tonnen, |
| in August (nach Aufstellung der Befahelmaschinen) | 6 Tonnen, |
| durch Aufstellung weiterer in Bau befindlicher Maschinen steigt die Menge bis Dezember auf etwa | 12 Tonnen, |

Diese Zahlen gelten für Einschicht-Betrieb und verdoppeln sich bei Zweischicht-Betrieb (Reg. Sat 2512).

Erfahrungsgemäss sind die von OGH bisher genannten Mengen wesentlich zu hoch gegriffen bzw. die genannten Termine stark vorgelegt. Aus einem Gespräch mit Dr. FISCHER, Ketschendorf, habe ich den Eindruck gewonnen, dass wir bei einer monatlichen Produktion von ca. 4 Tonnen Lavithern Typ 3 30 den gesamten Bedarf für das Jahr 1941 für das Feldkabel decken können.

- 2.) Lavithern ist ausser für das Feldkabel auch für das Führungskabel sowie für andere Kabel geeignet, bei denen bisher

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 2 -

- 2.) Das häufige Auftreten von Löchern, Fehlstellen und schlechten Verklebungen in den Rändern.
- 3.) Die Qualitätsunterschiede innerhalb derselben Partie, sowohl hinsichtlich der Farbe, was nicht stören würde, als auch hinsichtlich der Festigkeit und Dehnung.
- 4.) Der niedrige Erweichungspunkt der Folien, der das Auftragen der heißen Bitumenschicht stark erschwert.

Dr. KOLBE, Ludwigshafen, gab einen Überblick über die historische Entwicklung der verschiedenen Typen P u. E, die sich hauptsächlich hinsichtlich des Polymerisationsgrades unterscheiden. Da der Typ P besonders gut fliecht, wurde er bisher allgemein für Folien bevorzugt. Für Lavithern hat in einem höherpolymeren Typ entwickelt, der aber u. Z. noch nicht fabrikatorisch in grossen Mengen greifbar ist.

Die Aussprache ergab:

- 1.) Der Bedarf an Lavithern- bzw. Reinfolien für das Feldkabel beträgt

in Juli 2 Tonnen,

in August (nach Aufstellung der Bekafol-
maschinen) 6 Tonnen,

durch Aufstellung weiterer im Bau befind-
licher Maschinen steigt die Menge bis
Dezember auf etwa 12 Tonnen,

Diese Zahlen gelten für Einschicht-Betrieb und verdoppeln
sich bei Zweischicht-Betrieb (Bsp. mit DNF2).

Erfahrungsgemäss sind die von OGI bisher genannten Mengen
wesentlich zu hoch gegriffen bzw. die genannten Termine stark
vervorlegt. Aus einem Gespräch mit Dr. FISCHER, Ketschendorf,
habe ich den Eindruck gewonnen, dass wir bei einer monat-
lichen Produktion von ca. 4 Tonnen Lavithern Typ 3 30 den
gesamten Bedarf für das Jahr 1941 für das Feldkabel decken
können.

- 2.) Lavithern ist ausser für das Feldkabel auch für das Führung-
kabel sowie für andere Kabel geeignet, bei denen bisher

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Vinylfolie verwendet wird. Der Absatz könnte in diesem Falle sehr rasch ansteigen.

- 3.) Major NACHTRIEB unterstrich noch einmal die Tatsache, dass bei der Verwendung der Folie die Erparnisse an Material gegenüber dem unpräparierten Kabel sich wie 1 : 10 verhält (einschliesslich des verwendeten Weichmachers).
- 4.) Dr. WICK, Bitterfeld, versprach, an 4 folienherstellende Firmen je 50 kg eines höherpolymeren Igelite und je 25 kg desselben Materials im gesiebten bzw. gesichteten Zustand zu liefern.

Eine interne Besprechung in Lu am 20. d. M. mit Dr. WICK ergab, dass es unabweisbar ist, noch einmal einen neuen Typ ohne die im Lavithernmaterial enthaltenen Zusätze herauszugeben und dass Bitterfeld von Lu den Lavithern-Typ B zum Verwalzen der Vorfolie vorgestellt bekommt zur Weiterleitung an die Firmen. Dr. KOLBE wird das O&M von diesem Vorgehen unterrichten.

- 5.) Dr. FISCHER wurde gebeten, genaue Unterlagen hinsichtlich der Anforderungen an die Feinfolien zusammenzustellen. Aus der Aussprache ging hervor, dass er bisher die Folie lediglich praktisch auf der Maschine ausprobiert hat. Die Porosität des Lavitherns und der Feinfolie stört nach Dr. FISCHER auf keinen Fall.

- 6.) Dem O&M hat daran, dass die Feinfolienhersteller von I.G.-Technikern besucht und beraten werden. Da wir den Eindruck gewonnen, dass einige Firmen einen solchen Besuch gernicht wünschen, weil sie noch sehr mangelhaft eingewickelt sind, sagten wir zu, diejenigen Firmen zu besuchen, die sich wegen Unterstützung an uns wenden.

In der internen Besprechung vom 20. d. M. wurde mit Dr. BÜHNEN vereinbart, dass vor allem auf dem Metallwerk in Friedrichsdorf in nächster Zeit die Versuche zur Herstellung einer Feinfolie für Lavithern bzw. einer Feinfolie in Gegenwart von Herrn BIFFLÄNDER, Euro, und Herrn JACQUE, Hauptlabor., durchgeführt werden sollen.

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaborium

7.) Hinsichtlich der Unterstützung des OMI zur schnelleren Belieferung unseres Kraftverlaufmessers und unseres Erzeitslagers hat das OMI noch einmal ne schriftliche Unterlagen.

Anschliessend an diese Besprechung wurden wir noch Herrn Ministerialdirigenten BRÖMMER (?) vorgestellt, der sich über den Stand der Dinge unterrichten liess und der die Wichtigkeit der Rollen für das Kabelgebiet noch einmal unterstrich.

gez. Fikentscher

" R(eppe)

Durchschlag an:

H. Dir. Dr. Andres,

H. Dir. Borgwardt,

H. Dr. Kollak.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Ludwigshafen a./Rh., den 17. Juni 1941
Dr. He/Bl.

Dr. Niemann

Aktennotiz 25 1

Betr.: Ersetz von Amphocife 18 durch neue Emulgiermittel
bei der Emulsionspolymerisation.
Prüfung von Polyäthylbensulfonsäuren Natrium.

Die uns mit Handschreiben vom 20.5.41 von Dr. SCHUBERT übersandte Probe von Polyäthylbensulfonsäuren Natrium zeichnet sich durch helle Farbe und gute Löslichkeit aus. Die Emulgierwirkung wurde im Kleinversuch an Igelit NF Typ K geprüft und ist von Amphocife 18 deutlich unterlegen. Mit Nehal BK6 neu besteht dagegen Gleichwertigkeit, sodass eine weitere Bearbeitung der Emulgiermittel auf Basis der Polyäthylbensulfonsäuren für die Emulsionspolymerisation aussichtsreich erscheint.

Unsere Versuchsergebnisse sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

| Versuch: | Emulgator: | Zeit: | Emulgat: | K-Wert: |
|----------|-----------------------------|--------|----------|---------|
| B 2765 | Polyäthylbensulfonsäuren Na | 8 Std. | 10 g | 84 |
| B 1990 | Amphocife 18 | 14 " | 1 g | 78 |

gez. Herrle
" Mikentscher)
" R(opp).

Durchschlag an:

Herrn Dr. Schubert,

" Dr. Schewalter, F.H.-Abtlg.

Durchschlag

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a./Rh., den 16. Juni 1941
Br. He/Bl.

Aktennotiz Nr. 24.

Betreff: Erprobung von Amphocife 18 für die Emulsionspolymerisation.

Amphocife 18 aus Olivenöl (Z. Sch. 41/094)

Schreiben der T.H.-Abtlg. v. 26.5.41.

Bei der Prüfung von Amphocife 18 aus Olivenöl (Z. Sch. 41/094) im
Kleinversuch fanden wir folgende Werte:

Polymerisationszeit : 5,5 Stdn.

Konzulat : < 1 g

Z-Wert : 84.

In ihren Eigenschaften stimmt die neue Amphocife 18 weitgehend mit
der Betriebsware überein.

gez. Herrle
* H(epp)e

Inschickung an:

T.H.-Abtlg.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a./Rh., den 16. Juni 1941
Dr. He/Pl.

Dr. Niemann

Aktennotiz Nr. 24.

Betreff: Ergebnis von Anphosolite 10 für die Emulsionspolymerisation.

Anphosolite 10 aus Olivenöl (Z. Sch. 41/094)

Schreiben der T.H.-Abtlg. v. 26.5.41.

Bei der Prüfung von Anphosolite 10 aus Olivenöl (Z. Sch. 41/094) im
Kleinversuch fanden wir folgende Werte:

Polymerisationszeit : 5,5 Stdn.

Konzentration : < 1 g

Z-Wert : 04.

In ihren Eigenschaften stimmt die neue Anphosolite 10 weitgehend mit
der Betriebsware überein.

gez. Herrle
" Heppel

Durchschlag an:

T.H.-Abtlg.

Labornotiz.

Betreff: Neue Acrylester-Polymerisate.

Die neuen Acrylester-Polymerisate, die in den letzten Wochen von uns einer kurzen Vorprüfung unterzogen wurden, lassen sich in folgende Gruppen zusammenfassen:

I. Acrylester-aliphatische Alkohole.

Von diesen wurden neu geprüft:

- 1.) Das sek. Butyl-Acrylat, $k =$ nicht vollständig löslich.
Das Produkt ist etwas steifer als das n-Butyl-Acrylat.
- 2.) Michael-Alkohol-Acrylat, $k = 83$. (etwa C_7).
Das Produkt ist stark klebend und sehr weich, aber formbeständig.
- 3.) Äthylhexyl-Acrylat, $k = 56$.
Stark klebend und fadenziehend, honigartig.
- 4.) Nonyl-Acrylat, $k = 73$.
Nonylalkohol nach Oxoreaktion aus Diisobutylen.
Produkt stark klebend und weich, fließend, besitzt aber noch eine gewisse Filmfestigkeit.

Von den genannten vier Acrylaten erscheint der Acrylester des Alkohols aus Michaelolefin rohstoffmäßig am günstigsten und wird daher weiter bearbeitet.

Eine Verwendung dieser weichen Acrylate wird versucht in Richtung:

- 1.) Lösungspolymerisate zur Verbesserung der Haftfestigkeit von Lacken, z.B. aus Nitrocellulose.
- 2.) In Mischpolymerisation mit Vinylacetat, Vinylbenzolat, Vinylchlorid und Cyclohexyl-Acrylat ähnlich wie Aeronal 500 D mit verbessertem Arbeitsbereich, für Kunstleder, Stoffappretur und Anstrichemulsionen.
- 3.) In Mischpolymerisation mit Dienen für Plastonell ähnliche Produkte.

-/-

Durchschlag

II. Glykoläther-Acrylate.

Untersucht wurden vier Glykoläther-Acrylate nämlich:

1.) Methylglykol-Acrylat, $k =$

Härte etwa entsprechend dem Polyacrylsäuremethylester.

2.) Isopropylglykol-Acrylat, $k =$ nicht vollständig löslich.

Härte etwa entsprechend dem sek. Butyl-Acrylat.

3.) n-Butylglykol-Acrylat, $k =$ unlöslich.

Produkt weich, forabeständig mit kurzem Riss, offenbar vernetzt.

4.) Cyclohexylglykol-Acrylat, $k =$ unlöslich.

Härter als Polymethyl, filzfest, stramm.

Von diesen Glykoläther-Acrylaten ist das Methylglykol-Acrylat am billigsten, aber auch am wasserempfindlichsten. Hinsichtlich der Löslichkeit interessiert das Cyclohexylglykol-Acrylat und wegen der Weichheit das n-Butylglykol-Acrylat.

Das Isopropylglykol-Acrylat dürfte als Lösungspolymerisat in Spirit und Propanol löslich sein und wird daher in dieser Richtung geprüft.

Die Verwendung der Glykol-Acrylate erscheint in zweifacher Richtung möglich:

- 1.) Mischpolymerisation des Cyclohexylglykol-Acrylats mit Dienen.
- 2.) Mischpolymerisation des n-Butylglykol-Acrylats mit Acrylnitril zu elastischen benzinfesten Produkten. Herstellung eines Spritlackes mit weichen Film aus Isopropylglykol-Acrylat.

III. Als 3. Gruppe wurden zwei Carbonyl-Acrylate polymerisiert:

1.) Isopropylmethylcarbinol-Acrylat, $k = 82.$

Das Produkt ist weich und leicht klebrig. In seinen Eigenschaften ähnlich wie Butyl-Acrylat, aber beschränkt benzinlöslich.

2.) Cyclohexylmethylcarbinol-Acrylat, $k = 60.$

Das Produkt ist noch biegsam aber härter als der Acrylsäuremethylester und besitzt geringe Schlagfestigkeit.

Durchschlag

Echstoffmässig kommt das Cyclohexylmethylcarbinol-Acrylat zur Zeit nicht in Frage, da seine Herstellung aus Acetophenon nicht möglich ist. Dagegen dürfte das Isopropylmethylcarbinol-Acrylat leicht zugänglich werden.

Letzteres interessiert vor allem wegen seiner Benzollöslichkeit und wird geprüft:

- 1.) Als Lösungspolymerisat in Ligroin bzw. Essigester.
- 2.) Als Mischkomponente mit Vinylacetat bzw. Benzolat in Richtung Aconal 500 D.
- 3.) In Mischpolymerisation mit Dienen.

IV. Die Acrylester von drei Alkoholen mit cyclisch gebundener Hydroxylgruppe zeichnen sich durch mehr oder weniger grosse Härte aus.

1.) Der Cyclohexylacrylester, $k = 97$,
als der weichste dieser drei Produkte ähnelt in seiner Härte dem Polyvinylacetat.

2.) Der Dekalylacrylester
polymerisierte bisher vielleicht infolge seiner mangelnden Reinheit nur zu niederpolymeren Produkten ($k = 30$).
Das Produkt interessiert wegen seiner Benzollöslichkeit.

3.) 3-Oxytetrahydrofuran-Acrylat, $k =$ unlöslich.
Während das monomere Produkt in Wasser löslich ist, fällt das Polymerisat in der wässrigen Lösung aus.
Die Härte des Produktes entspricht etwa dem Polyvinylchloracetat. Der Erweichungspunkt liegt schätzungsweise bei $40-45^{\circ}$.

Während das Cyclohexyl- und Dekalyl-Acrylat schon heute technisch zugänglich sind, setzt die Fabrikation des Oxytetrahydrofurans noch eine längere laboratorienmässige Bearbeitung voraus. Alle drei Acrylester interessieren in erster Linie wegen ihres relativ hohen Erweichungspunktes, wobei das Dekalyl-Acrylat im Erweichungspunkt am höchsten liegt, vor allem wenn es, wie zu erwarten, gelingt, den Acrylester in reinerer Form herzustellen und zu höheren k -Werten zu polymerisieren.

-/-

Durchschlag

In erster Linie wird das Cyclohexyl-Acrylat als Emulsionspolymerisat für Anstrich und Appretur, für Leder, Textil und Papier Interesse besitzen, sowie in Mischpolymerisation mit Vinylchlorid für Astralon und evtl. mit Vinyläthern für Polymerisat-Emulsionen. Auch die Mischpolymerisation mit Dienen wird geprüft.

Das Dekalyl-Acrylat wird vor allem in fester Form und als Lösungspolymerisat wegen seiner Benzollöslichkeit als Lack und im Anstrich Verwendung finden, evtl. in Mischpolymerisation mit billigen Komponenten, z.B. Vinylchlorid.

Das Oxytetrahydrofuran-Acrylat wird ebenfalls mit Vinylchlorid zu einem Astralon polymerisiert, wegen seiner relativ guten Verträglichkeit mit Polyvinylchlorid und seines hohen Erweichungspunktes. Es soll ferner mischpolymerisiert werden zu wasserlöslichen Produkten mit Acrylsäure und/oder basischen Acrylesteren bzw. Vinyläthern und/oder Vinylpyrroliden.

V. Anthracenallyl-Acrylat.

Polymerisiert zu einem harten, leicht polymerisierbaren in Benzol und Spirit leider unlöslichen, harzartigen Polymerisat, das gegebenenfalls als Harz Verwendung finden könnte.

VI. Das Butandiolacrylat

gibt bei der Polymerisation, wie zu erwarten, ein vollkommen unlösliches und auch in der Hitze nicht schmelzendes Polymerisat. Wie weit dieses Produkt für Lösungsmittelbeständige Vorpolymerisate nach Art der Gieschharze evtl. in Verbindung mit anderen mit dem monomeren und polymeren Produkt verträglichen Bindemitteln in Frage kommt, müssen weitere Untersuchungen zeigen. Soweit Vernetzungen in Polymerisaten zur Erzielung von Unlöslichkeit und Erhöhung der Erweichungspunkte erwünscht sind, erscheint dieses Produkt als geeignete Komponente zur Mischpolymerisation.

Zusammenfassend ist beabsichtigt, folgende Acrylester weiter zu untersuchen:

-/-

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. P1/v

31.5.41. V.

- 1.) Cyclohexyl-Acrylat.
- 2.) Dekalyl-Acrylat.
- 3.) Oxytetrahydrofuran-Acrylat.
- 4.) Michael-Alkohol-Acrylat.
- 5.) Isopropylmethylcarbinol-Acrylat.
- 6.) Butylglykol-Acrylat.
- 7.) Cyclohexylglykol-Acrylat.
- 8.) Isopropylglykol-Acrylat.

Prof. S. R. Meyer

Dr. Niemann

Aktennotiz.
Ersatz von Amphoseife 18 für die Polymerisation und Mischpoly-
merisation von Vinylchlorid (22).
Prüfung von Phenylmepasinsulfonat.

Die von uns bisher untersuchten Proben von Phenylmepasinsulfonat zeigten neben sonst guten Eigenschaften den Nachteil, dass die damit hergestellten Igelite

- 1.) schlecht in der Farbe und
- 2.) ungenügend hitzebeständig waren.

Der erste Fehler wurde inzwischen durch Verbesserung des Herstellungsverfahrens für Phenylmepasinsulfonat und Erzielung reinerer Produkte (Dr. KIRSCH) weitgehend behoben.

Die ungenügende Hitzebeständigkeit führten wir auf den Chlorgehalt des Zulgiermittels zurück. Zur systematischen Prüfung der Verhältnisse erhielten wir von Dr. KIRSCH 5 verschiedene Proben von Phenylmepasinsulfonat, die aus verschiedenen weitgehend chlorierten Mepasin erhalten worden waren:

| | | |
|-----------------------------|--------|---------------|
| J. 1797, 109 C ₁ | - 0,25 | Atome Cl/Mol. |
| J. 1797, 109 C ₃ | - 0,75 | " Cl/Mol. |
| J. 1797, 144/1 | - 1,0 | " Cl/Mol. |
| J. 1797, 147/1 | - 1,25 | " Cl/Mol. |
| J. 1797, 109/C ₉ | - 2,25 | " Cl/Mol. |

Die Prüfung erfolgte im Kleinversuch für Igelit MP Typ K und ergab folgende Gesichtspunkte:

Die Zulgierwirkung ist am besten bei dem am schwächsten chlorierten Produkt und fällt mit steigender Chlormenge stark ab.

Bezüglich Polymerisationszeit, Farbe und Hitzebeständigkeit sind die ersten 4 Proben weitgehend gleichwertig, lediglich das 2,25-fach chlorierte Produkt zeigt auch hier einen deutlichen Abfall.

Herstellungsmäßig und polymerisationstechnisch liegt das mit

-/-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. He/B.

26.5.41

2

Aktennotiz.

Erst. v. Amphotenseife 18 f. d. Polymerisation u. Mischpolymerisation von Vinylchlorid (22), Prüfung von Phenylmercaptansulfonat.

einem Mol Chlor hergestellte Phenylmercaptansulfonat am günstigsten. Herr Dr. KIRSCH wird von diesem Produkt 10 kg herstellen und uns zur Prüfung im konfunktionalen Versuch zuleiten.

Die einzelnen Versuchsergebnisse haben wir in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

| Versuch | Emulgator | Atome Cl in Chlormercaptan | Zeit Stdn. | Koagulat g | k-Wert |
|---------|------------------------------|----------------------------|------------|------------|--------|
| B.2702 | J.1797/109 C ₁ | 0,25 | 6 | 3 | 79 |
| B.2703 | J.1797/109 C ₂ | 0,75 | 6 | 4 | 79 |
| B.2700 | J.1797/141 /1 | 1,0 | 6 | 6 | 79 |
| B.2701 | J.1797/147 /1 | 1,25 | 6 | 13 | 76 |
| B.2705 | J.1797/109 C ₃ | 2,25 | 14 | 26 | 79 |

Durchschlag an:

Herrn Dr. Kerschalla
" Dr. Kirsch
Z.H.-Abteilung

J. He/B.
J. Kerschalla
Kirsch

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a/Rh., den 26. Mai 1941
Dr. CA/Ri.

Besprechungsbericht.

Anwesend die Herren

Dr. Kraikalle,
Dr. Schuster,
Dr. Flickinger,
Dr. Fikentscher,
Dr. Lentzsch,
Dr. Schaub,
Dr. Gath.

Betr.: Vinyläther.

Der Zweck der Besprechung war, bezüglich der Weiterentwicklung neuer Vinyläther, von denen uns in letzter Zeit eine grosse Anzahl zur Verfügung gestellt wurden und deren Polymere teilweise anwendungstechnisch sehr ähnliche Eigenschaften besitzen, vor allem in Hinblick auf Ausgangsbasis, Preis und Darstellungsmöglichkeit, Klarheit zu schaffen. Es ergab sich dabei als zweckmässig, die Vinyläther gemäss den Eigenschaften ihrer Polymeren in folgende 4 Gruppen einzuteilen:

- 1.) harte Polyvinyläther,
- 2.) aliphatische Polyvinyläther,
- 3.) Polyvinyläther, die einen Tetrahydrofuranring enthalten,
- 4.) basische Vinyläther.

1.) Harte Polyvinyläther.

Folgende Vinyläther geben bei der Polymerisation harte Produkte:

- a) Dekalylvinyläther,
- b) Dekalylkarbinolvinyläther,
- c) Cyclohexylvinyläther,
- d) Butyloxylohexylvinyläther,
- e) Cyclohexyläthylkarbinolvinyläther,
- f) Naphthylvinyläther,
- g) Naphthylglykolvinyläther,
- h) Butylphenylvinyläther,
- i) Phenyläthylvinyläther
- j) p-Chlorphenylvinyläther.

a) Dekalylvinyläther.

Der Polydekalyvinyläther wird a.Z. bereits technisch in grösseren Mengen hergestellt. Das technische Produkt besitzt einen k-Wert von ungefähr 18. Durch Polymerisation bei tiefer Temperatur gelingt es, den k-Wert bis auf etwa 50 zu steigern. Das Urteil der Coloristischen Abteilung/Kuro bezüglich dieses hochviskosen Dekalylvinyläthers lautet sehr günstig (vgl. Schreiben Kuro vom 9.5.41/Dr. Gr/Schä). Die technische Darstellung dieses Produktes wird a.Z. apparativ durchgearbeitet.

Dr. Schuster machte darauf aufmerksam, dass das in der Gasphase hergestellte Dekalol erheblich mehr trans-Dekalol enthält als das nach dem alten Verfahren hergestellte Produkt. Es soll geprüft werden, ob sich dieser Unterschied in den Eigenschaften der Polymeren ausdrückt.

Aus patentrechtlichen Gründen sind wir an einer Probe α -Dekalylvinyläther interessiert, die uns von den Herren Dr. Schuster und Dr. Krsikalla zugesagt wurde.

Da auf lange Sicht gesehen damit zu rechnen ist, dass das Dekalol erheblich billiger werden wird, soll die Polymerisation und Mischpolymerisation des Dekalylvinyläthers weiterhin verfolgt werden.

b) Dekalylkarbinolvinyläther.

Das Dekalylkarbinol ist an sich in glatter Reaktion erhältlich (Naphthol-Dekalol-Wasserabspaltung-Oxoreaktion). Es wird jedoch immer teurer bleiben als das Dekalol. Der Dekalylkarbinolvinyläther lässt sich bei tiefen Temperaturen zu einem harten Produkt von k-Wert 51 polymerisieren. Dr. Krsikalla wird uns eine grössere Menge (etwa 5 kg) von diesem Vinyläther zur Verfügung stellen, damit wir die Coloristischen Abteilungen mit diesem Produkt bekannt machen können.

-/-

Durchschlag

c) Cyclohexylvinyläther.

Der Cyclohexylvinyläther soll wegen der interessanten Eigenschaften (Hartharz, benzinflüchtig) seines Polymeren genauer untersucht und interessante Produkte an die Color-Abteilungen gegeben werden, obwohl die Phenalbasis s.z. nicht besonders günstig ist.

d) Butylcyclohexylvinyläther.

Der Polybutylcyclohexylvinyläther ist in seinen Eigenschaften dem Polydekylvinyläther so ähnlich, dass seine Bearbeitung zu Gunsten anderer Produkte zurückgestellt werden soll.

e) Cyclohexylmethylcarbinolvinyläther.

Das Cyclohexylmethylcarbinol ist aus Butadien und Methylvinylketon und anschließende Hydrierung zugänglich. Wegen der Patentlage und unseres Vertrages mit DUPONT ist diese Ausgangsbasis s.z. nicht aussichtreich. Deshalb werden die Arbeiten mit diesem Vinyläther einstweilen eingestellt.

f - 1.

Alle Vinyläther, die einen aromatischen Kern enthalten, waren bisher nur mit grösseren Katalysatormengen und bei höherer Temperatur polymerisierbar; dies gilt insbesondere für alle diejenigen Vinyläther, die direkt aus aromatischen Hydroxyl vinyliert sind. Nach unseren Untersuchungen an p-Chlorphenylglykolvinyläther haben wir jedoch den Eindruck, dass es vor allem eine Frage der Reinigung der monomeren Vinyläther ist um auf diesem Gebiet weiter zu kommen.

Eine Sonderstellung nimmt der Phenylmethylcarbinolvinyläther ein, der bei der Polymerisation zunächst ein viskoses Öl liefert, das bei längerem Stehen in ein festes Produkt übergeht. Die Polymerisation derartiger Vinyläther soll weiterhin untersucht werden.

2.) Aliphatische Polyvinyläther.

Es standen uns in letzter Zeit

Hexylvinyläther,

Methylcyclohexylvinyläther und

Vinyläther aus den Alkoholen des Michaeli-Syntheschemas

zur Verfügung.

Durchschlag

Ihre Polymerisate bringen im allgemeinen gegenüber einem geeignet eingestellten Polyisobutylvinyläther keine Vorteile. Deshalb haben ihre Blockpolymerisate nur dann Interesse, wenn eine besonders günstige Ausgangsbasis vorhanden ist. Aus diesem Grunde sollen vor allem der Äthylhexylvinyläther und der Vinyläther aus den Alkoholen des Michael-Synthesebenzins weiterverfolgt werden. (-wasserfeste Lederimprägnierung).

Bei der Emulsions-Mischpolymerisation können der Methylvinyläther und der Äthylhexylvinyläther wegen ihres grösseren Molekulargewichtes gegenüber dem Isobutylvinyläther Vorteile besitzen. (Vineflex MF 400 kontinuierlich)

3.) Polyvinyläther, die einen Tetrahydrofuranring enthalten.

Aus dieser Reihe haben wir bisher zwei Vinyläther untersucht, nämlich den 3-Oxytetrahydrofurylvinyläther und den Tetrahydrofurfurylvinyläther. Die Ausgangsbasis dieser beiden Vinyläther ist noch nicht geklärt. Wegen ihrer interessanten anwendungstechnischen Eigenschaften (hervorragende Verträglichkeit mit Filmbildnern und Weichmachern) sollen ^{die Polymerisate} ~~die Polymerisate~~ trotzdem weiterverfolgt und gegebenenfalls bemustert werden.

4.) Basische Vinyläther.

Neben dem Diäthylaminoethanolvinyläther ist vor allem der Vinyläther des oxäthylierten Hexamethylenamins wegen seiner günstigen Ausgangsbasis und seines niedrigen Einstandspreises von Interesse. Es soll vor allem die Mischpolymerisation mit anderen Vinylverbindungen (z.B. Acrylsäure, Acrylester, Vinylchlorid u.a.) genauer untersucht werden. Nach dem bisherigen Stand der Untersuchungen ist damit zu rechnen, dass dabei anwendungstechnisch interessante Mischpolymerisate erhalten werden können.

gez. Gäh
" F(ikentscher)
" H(iemann)
" R(eppe)

Labo r notiz.Über Versuche zur Herstellung poröser Igelitfolien zur Verpackung von Käse mittels Einwalzen porenbildender Stoffe.

Es wurde schon wiederholt festgestellt, dass Käse in luftdichten Verpackungsmaterialien frühzeitig faulig wird (siehe Schreiben des Verkaufskontors Hamburg vom 18.3.41 und Sonderdruck aus No. 52 der Molkerei-Zeitung Hildenheim, Jahrgang 1940). Luvithern kann daher trotz seiner guten Wasserfestigkeit und -undurchlässigkeit für die Käseverpackung nur dann in Frage kommen, wenn es gelingt, diesen durch geeignetes Perforieren eine genügende Luftdurchlässigkeit zu erteilen.

Das Ziel dieser Versuche war, zu prüfen, ob eine solche Perforierung statt auf mechanischen Wege mittels Nadeln oder feinen Messern oder dgl., durch Zugabe von porenbildenden Stoffen beim Auswalzen der Folien erreicht werden kann.

Die nachfolgende Zusammenstellung enthält die mit verschiedenen Zusatzmengen geprüften Stoffe und die dabei erhaltenen Ergebnisse. Die Porenzahlbestimmung erfolgte nach der mit unserer Aktennotiz vom 1.8.40 beschriebenen Methode, bei der die zu prüfende Folie auf eine mit Phenolphthalein durchsetzten ca. 10%igen Gelatineschicht angedrückt und mit 10%iger Natronlauge überschichtet wird, wobei die rotgefärbten Stellen auf der Gelatineschicht den Hindurchtritt von Natronlauge und damit die Poren anzeigen.

- | | | |
|--|---|---|
| 1. Talkum | } | ohne merklichen Einfluss auf die Porenzahl. |
| 2. Kieselgur | | |
| 3. Titanweiß | | |
| 4. thermisch stark behandelte Igelitfolien | } | wesentliche Erhöhung der Porenzahl. |
| 5. Polystyrol EH | | |
| 6. Quarzpulver | } | bedeutende Erhöhung der Porenzahl. |
| 7. Glaspulver | | |

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

36/3

17.5.41. II.

Die Versuche zeigen, dass nur Zusätze mechanisch fester Stoffe mit einer verhältnismässig grossen Teilchengrösse eine befriedigende Porenbildung ergeben. Diese Stoffe zeigen aber den Nachteil, dass sie die Oberflächen der Walzen stark beanspruchen, und dass ferner ihre Teilchen in den Käse eindringen und ihn damit ungeniessbar machen können. Die vorliegenden orientierenden Versuche haben somit ergeben, dass ein Perforieren von Igelitfolien mittels porenbildender Zusatzstoffe beim Walzen wenig aussichtereich ist und gegenüber der vorgesehenen mechanischen Perforierung mittels Nadeln oder feinen Messern keine Vorteile verspricht.

Dr. Jacobi
S. B. Meyer
Stuz

Besuchsbericht

Über den Besuch des Herrn Dr. BECKER, Troisdorf,
in Ludwigshafen am 8.5.41.

Betreff: Wasserfestmachen von Vulkanfiber.
(Siehe Schreiben der Dynamit-A.G., Troisdorf, vom 12.5.41.)

Anwesend: Dr. BECKER, Troisdorf.
Dr. FIKENTSCHER } I.G.Lu.
Dr. GÄTH

Die Vulkanfiber wird bekanntlich so hergestellt, dass ungeleimte Papierbahnen vorzugsweise in 70 %iger wässriger Zinkchloridlösung pergamentiert werden. Nach dem Pergamentieren wird das überschüssige Zinkchlorid mit Wasser ausgewaschen und anschliessend getrocknet und verpresst. Die Vulkanfiber zeichnete sich durch gute mechanische Eigenschaften aus, sie ist jedoch für viele Verwendungszwecke nicht genügend wasserfest. Bei längerer Lagerung in Wasser quillt sie sehr stark auf und schon beim Feuchtwerden werden die Platten wellig.

Dr. BECKER wollte sich über geeignete Möglichkeiten orientieren, die Wasserfestigkeit der Vulkanfiber zu verbessern.

FIKENTSCHER und GÄTH schlugen folgende Wege vor:

- 1.) Imprägnieren der ungeleimten Papierbahnen vor oder während des Zinkchloridbades mit geeigneten Kunststoffemulsionen. Überraschenderweise koagulieren nach Beobachtungen in Troisdorf eine Anzahl unserer Kunststoffemulsionen beim Auflösen von festem Zinkchlorid in den Emulsionen nicht.

Herrn Dr. BECKER wurden je 25 kg folgender Emulsionen zugesagt:

- a) Aeronal 550 D
- b) Vinofax MP 550 D
- c) Aeronal 300 D
- d) Aeronal 250 D.

-/-

Durchschlag

- 2.) Imprägnieren einer fertigen aufgerauten Vulkanfiber mit niedrig viskosen Polyvinyläther. Herr Dr. BECKER erhält vom Hauptlaboratorium Lu 10 kg Igevin J 25.
- 3.) Imprägnieren der ungeleimten Papierbahnen bzw. der fertigen Vulkanfiber mit wasserlöslichen Polymerisaten und anschließendes Wasserunlöslichmachen dieser Polymerisate, z.B.
- a) Vingrol, anschließende Härtung mit Aldehyden.
 - b) Polysäureamide, anschließende Härtung mit Formaldehyd.
 - c) Polycarbonsäuren, anschließende Überführung in ihre wasserunlöslichen Salze.
 - d) Polycarbonsäuren, anschließende Überführung in ihre wasserunlöslichen Kondensationsprodukte mit Polyalkoholen.
 - e) Salze basischer Polymerisate, anschließende Überführung in ihre wasserunlöslichen freien basischen Polymere $\frac{1}{2}$.

Hauptlabor. Lu. wird in Vorversuchen die geeigneten Produkte herauszusuchen und sie dann Herrn Dr. BECKER benutzern.

- 4.) Ein- bzw. beidseitiges Kaschieren der fertigen Vulkanfiber mit Luvithernfolie.

Die Verversuche werden vom Hauptlabor. Lu. mit VB 15 durchgeführt. Es soll vor allem die Frage geklärt werden, ob es möglich ist, die Folie direkt, ohne Verwendung einer Zwischenschicht auf die Vulkanfiber aufzubringen.

Herr Dr. BECKER wird zur Durchführung dieser Versuche einige 1 - 2 mm starke Vulkanfiber-Platten an das Hauptlaboratorium Lu schicken.

G. Gähth

gez. Gähth
" F(ikentscher)
" R(eppe)

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr.Ht/E.

16.5.41 1

Interne Aktennotiz als Anhang zum
Bericht über die Besprechung im Werk
Gersthofen am 12. und 13.5.1941.

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. REPFÉ

" Dr. NIKEMANN

" Dr. HECHT.

Über den Besuch des Unterzeichneten in Gersthofen und seine Besprechungen mit dem Werksführer Herrn Dir. Dr. WEBER sowie Herrn Dr. HEISEL sind bereits die Ergebnisse dieser Besprechung in einer gemeinsamen Aktennotiz in Gersthofen niedergelegt worden.

Darüber hinaus sind noch folgende für Iu interessante Einzelheiten zu bemerken:

Herr Dr. HEISEL hat, das OKC-Harz (Oxykresylcamphan) zur Stabilisierung von monomeren Vinyl- und Acrylverbindungen auszuprobieren. Möglicherweise bewährt es sich als Phenolkörper vor allem gut bei der Stabilisierung der Acrylester, was von uns sofort untersucht werden wird.

Im weiteren Verlauf der Besprechung teilte Herr Dr. HEISEL mit, dass auch bereits aus der in Gersthofen hergestellten Monochloroessigsäure und Phenolen verschiedene Aryloxyessigsäuren hergestellt wurden. Wir wiesen darauf hin, dass in Iu schon eine grosse Anzahl von substituierten Oxyessigsäuren hergestellt wurden, z.B. Kresyloxyessigsäure, Butylphenoxyessigsäure, Oktylphenoxyessigsäure u.s.w. Herr Dr. HEISEL erklärte, dass er von der Kresyloxyessigsäure eine grössere Menge vorrätig habe und bat um Feststellung, ob der Vinylester dieser Säure schon hergestellt worden sei. Interessant war in diesem Zusammenhang die Bemerkung von Dr. HEISEL, dass das Kresyloxyessigsäure Natrium ein ausgezeichnete Druckverstärker ist, wie in Wolfen gefunden wurde.

Ferner bat Herr Dr. HEISEL um Feststellung, wer die Prüfung des Resorcinosaphanharzes bzw. des OKC-Harzes in Iu als Stabilisierungsmittel für Fette, Öle und Seifen durchgeführt hat (von Resorcinosaphanharz genügt eine Menge von 0,2% zur sicheren Ranzigkeitsverhinderung ⁱⁿ Fettes). Nachricht hierüber wurde zu-

-/-

Interne Aktennotiz als Anhang zum Bericht über die Besprechung
im Werk Gersthofen am 12. u. 13.5.1941.

gesagt. Ausserdem wurde von dem Unterzeichneten in diesem Zusammenhang vorgeschlagen, dass Oxykresyloamphan als Antioxydant für Schlieröl prüfen zu lassen, was durch den technischen Prüfstand Oppau geschehen wird.

Das Resoreincamphanharz wird, wie von Herrn Dr. HEISEL bemerkt wurde, als solches von Höchst geprüft, während von uns die Umsetzungen mit Acetylen und Aldehyden - wie auch bei den anderen Terpenphenolen - ausgeführt werden.

In diesem Zusammenhang wies Herr Dr. HEISEL darauf hin, dass man nunmehr in Gersthofen auch ein reines Triphenolpropan durch Umsetzung von 1 Mol Monochloracetone mit 3 Mol Phenol herstellen kann. Das Produkt, das wir früher schon in der Hand gehabt haben, war nicht völlig rein. Eine neue Remusterung sollte sogleich erfolgen. - Zur Frage der Lieferfähigkeit ^{der Terpenphenole} wurde bemerkt, dass die Genehmigung der Reichsstellen natürlich vorausgesetzt - Gersthofen zur Zeit ein Lager von etwa 1500 t Camphan besitzt, wobei die diesjährige Balsamernte überhaupt noch nicht berücksichtigt ist. Die Zeiten der Verknappung von Terpen sind also erfreulicherweise endgültig vorbei.

Gersthofen stellt ausser Terpenen noch Chlorierungsprodukte dar. Deshalb wurde auch die Chlorierung von Leunakohlenwasserstoffen systematisch bearbeitet. Es gelang die Herstellung eines stabilen "Leuna-Polychlorids" mit etwa 70% Cl, das in den meisten Lösungsmitteln löslich ist. Wir werden dieses Produkt, das einen ausserordentlich billigen Einstandspreis (ca RM. 0,25 bis 0,30) aufweist, als Weichmacher für Igelit und in Kombination mit Polyvinyläthern, sowie mit Bitumenmischungen prüfen lassen.

gez. Hecht

" R(epp)e).

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a./Rh., den 14. Mai 1941
Dr. Ba/EI.

L a b o r a t o r i u m

Betr.: Einfluss von Aldehyden auf die Isopren-Polymerisation.

Zur Klärung der Frage, warum das Oppauer Isopren polymerisationsförderlicher ist als das von Hauptlaboratorium Lu hergestellte, wurden auf Grund der verbreiteten Ansicht, dass - abgesehen von Formaldehyd - Spuren von Aldehyden stark polymerisationshemmend wirken sollen, eine grosse Anzahl von Versuchen durchgeführt mit dem Ziel, ein absolut aldehydfreies Isopren herzustellen. Die Ergebnisse der Polymerisationsversuche mit derartig gereinigtem Isoprenchargen teilten wir Herrn Dr. Ba/EI mit Schreiben vom 9.4.41 mit. Der entscheidende Fortschritt, der Anschluss an die Qualität des Oppauer Isoprens, wurde nicht erreicht.

Es blieb zu entscheiden, ob die von Herrn Dr. Ba/EI durchgeführte Behandlung des Isoprens mit aldehydbindenden Mitteln nicht ausreichte, um die letzten "Spuren" Aldehyd zu vernichten, oder ob die stark polymerisationshemmende Verunreinigung gar nicht aldehydischer Natur sei.

Zur Klärung der Frage wurde versucht, durch Zugabe kleiner Aldehyd-Mengen das Oppauer Isopren auf das Niveau des Ludwigshafener hinauszurücken. Gleichzeitig sollte geprüft werden, ob nicht evtl. Spuren von Formaldehyd in Oppauer Isopren stark polymerisationsfördernd wirken.

Es wurden folgende Serien durchgeführt:
Oppauer Isopren wurde unter Zusatz von 0,1 u. 1% Formaldehyd, 0,01; 0,1 u. 1% Acet- u. Propionaldehyd polymerisiert.

Ergebnisse:

| Isopren Oppau ohne Aldehydzusatz | 0,1 % | 1 % | 0,01 % | 0,1 % | 1 % | Ausbeute |
|----------------------------------|-------------------------|-----|----------------------------|-------|-----|------------------|
| | 0,1 % CH ₂ O | 1 % | 0,01 % CH ₃ CHO | 0,1 % | 1 % | 85 % |
| | | | | | | 87 % |
| | | | | | | 94 % |
| | | | | | | 97 % |
| | | | | | | 76 % |
| | | | | | | 85 % |
| | | | | | | Durchschlag 71 % |

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptabstrakt

Die Versuche brachten das nicht erwartete Ergebnis, dass bei richtiger Dosierung auch Acet- und Propionaldehyd polymerisationsfördernd wirken, und zwar in Mengen von weniger als 0,1%. Die "Spuren" von Aldehyd, die die Dien-Polymerisation hemmen, lassen sich jetzt also zu einem Gehalt von 0,1% und mehr konkretisieren. Der Formaldehyd nimmt nur insofern eine Sonderstellung ein, als bei ihm der Schwellenwert, oberhalb dessen Beschleunigung, unterhalb dessen Hemmung eintritt, bei höheren Dosierungen liegt (0,1%, s.u.). Da der Wert von 0,1% Aldehydgehalt gleichzeitig der Grenzwert für den einwandfreien Aldehydnachweis mit Fuchsin-schwefliger Säure ist, hat man in Zukunft eine einfache Prüfmethode zur Verfügung, um bei schlecht laufenden Polymerisationen schnell entscheiden zu können, ob als störende Verunreinigungen Aldehyde mit in Frage kommen oder nicht.

Die Grenze des gleichen Aldehydnachweises in Isopren mit Fuchsin-schwefliger Säure liegt bei einem Mindestgehalt von etwa 0,1% Aldehyd. Da sich das Oppauer und das hiesige Isopren gegen das gen. Reagens praktisch gleich verhalten - die Verfärbung tritt nur sögernd auf, der Aldehyd-Nachweis ist nicht eindeutig -, war zusammen mit den Ergebnissen der oben geschilderten "Polymerisationsanalyse mit Aldehyden" ziemlich sichergestellt, dass

- 1.) das schlechte Polymerisationsverhalten des hiesigen Isoprens nicht durch Aldehyde bedingt ist und dass
- 2.) die kürzeren Polymerisationszeiten des Oppauer Isoprens nicht auf einen Gehalt an Formaldehyd, der stark beschleunigend wirkend anzusehen gewesen wäre, beruhen könnten.

Da ganz sicher zu gehen, wurde eine Polymerisationsanalyse mit Aldehyden auch mit dem hiesigen Isopren durchgeführt.

Am Isopren wurden eingesetzt:

- 0,01; 1 und 5 % Formaldehyd,
- 0,01; 0,1 u. 1 % Acet-
- 0,01; 0,1 u. 1 % Propion-
- 0,01; 0,1 u. 1 % Croton-
- 0,01; 0,1 u. 1 % Tiglin-

- / -

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

- 3 -

Ergebnis

| Isopren Lu ohne Zusatz von Aldehyd : | | 53 % Ausbeute. |
|--------------------------------------|--|----------------|
| " + 0,01 % Formaldehyd : | | 54 % " " |
| " " + 1 % " : | | 53 % " " |
| " " + 3 % " : | | 47 % " " |
| " " + 0,01 % Acetaldehyd : | | 50 % " " |
| " " + 0,1 % " : | | 51 % " " |
| " " + 1 % " : | | 38 % " " |
| " " + 0,01 % Propionaldehyd : | | 55 % " " |
| " " + 0,1 % " : | | 52 % " " |
| " " + 1 % " : | | 40 % " " |
| " " + 0,01 % Crotonaldehyd : | | 50 % " " |
| " " + 0,1 % " : | | 50 % " " |
| " " + 1 % " : | | 25 % " " |
| " " + 0,01 % Siglinaldehyd : | | 53 % " " |
| " " + 0,1 % " : | | 52 % " " |
| " " + 1 % " : | | 40 % " " |

Die Ausschläge sind auf Grund der absolut niedrigeren Ausbeuten kleiner als bei den entsprechenden Versuchen mit dem Copolymer Isopren. Die Abhängigkeit der Ausbeute von der Menge des zugesetzten Aldehyds ist jedoch einwandfrei, zumal zur Sicherheit jeder Versuch viermal gefahren wurde und der Gang jeweils derselbe war.

Zusammenfassung

- 1.) Mit Hilfe einer Polymerisationsanalyse wurde in Verbindung mit Fuchsin-schwefliger Bläue ein Verfahren zur Feststellung des Einflusses von Aldehyden auf die Isopren-Polymerisation entwickelt.
- 2.) In Anwendung dieses Verfahrens auf das Isopren Lu wurde bewiesen, dass die in diesem bis jetzt zweifellos enthaltene polymerisationshemmende Komponente nicht aldehydischer Natur ist.

gen. Buchholz
 " Fikentscher)
 " R(epp)

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a./Rh., den 14. Mai 1941
Dr. No./Al.

Dr. Niemann

L a b o r a t o r i u m

Herrn Direktor Dr. NIEMANN über
" " " " Dr. WILF,
" " " " Dr. BRILL.

Betr.: Entscheidender Fortschritt in der Feinherstellung
und damit der Polymerisationsfreudigkeit des Iso-
prene aus dem Hauptlaboratorium in.

Seit Juli 1940 wurden uns von den Herren Dr. BRILL und Dr. BRILL
laufend größere Mengen Isopren zur Verfügung gestellt.

Die Polymerisationsfreudigkeit einer polymerisierbaren Verbindung
ist abhängig von der Reinheit des Monomeren. Auf dem Weg zur
Erreichung dieses Zieles bei dem Isopren in sind 3 Abschnitte
zu unterscheiden:

1.) April - Dezember 1940.

Das Roh-Isopren wurde ein- oder mehrmals über eine kleine Kolonne
abdestilliert. Das Destillat enthielt viel niedrigeren Anteil
an (darunter Nitril), war überhöht und oft stark aldehyd-
haltig.

Die Polymerisation dieses Isoprens in Emulsion ließ sich bis zu
Ausbeuten von 50 - 80 % nur bei Temperaturen von über 5°
(-70°) und durch mehrmaliges Nachdestillieren von Nitril zu erzie-
len, weil die Zeiten trotz der hohen Temperatur bis zu 300 Std.
und mehr betragen. Häufig blieb nach Erreichung einer gewissen
Ausbeute weitere Polymerisation überhaupt aus. Das gleiche gilt
für Mischpolymerisate mit ca. 30 % Styrol. Nur die Mischpolymeri-
sate mit 20-40% Nitril ließen einagerinnen, aber auch hier waren
die Zeiten gegenüber den entsprechenden Nitrilpolymerisaten
noch erstaunlich groß.

2.) Dezember 1940 - Februar 1941.

Das Roh-Isopren wurde feinstilliert, zunächst in Labo., dann
in einer grossen Glockenbodenkolonne. Das Produkt hatte einen

- / -

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

sehr engen Mischbereich und sollen auf Grund der Prüfung mit
Nuchsin-schwefliger Säure aldehydfrei zu sein.

Die Polymerisationen verliefen im allgemeinen einheitlicher als
in I. Abschnitt, waren aber technisch immer noch unbefriedigend.
Besonders auffällig war, dass die Mischpolymerisation mit Styrol
grosse Mischungsverhältnisse erforderte.

Ein Vergleich mit Oppauer Isopren ergibt, dass letzteres trotz
niedrigeren Mischbereiches weit schneller polymerisierte. In
Tabelle ausgedrückt ergibt sich folgendes Bild (das Isopren wurde
jeweils in einem Standardansatz 30 Stunden bei 50° polymerisiert)
Die Ausbeuten betragen:

| | | |
|---------------|-----------------------------|-----------|
| Isopren Luz | Juli - Dezember 1940: | 18 - 30 % |
| | Dezember 40 - Februar 1941: | 35 - 40 % |
| Isopren Oppau | | 50 % |

3.) Reinigung des Isoprens.

Bereits sich herausgestellt hatte, dass das Isopren zu mit physikalischen Methoden allein nicht genügend gereinigt werden konnte
warfen chemische Methoden zu Hilfe genommen.

Auf Grund des Darstellungsvorganges war evtl. anzunehmen, dass
das hiesige Isopren doch noch Spuren (unter 1%) von Aldehyden
enthält, die für den grossen Mischverhältnisschied der beiden
Isoprene verantwortlich zu machen wären. Herr Dr. SCHNEIDER sofort
das dass eine grosse Anzahl solcher Isoprenchargen, die er mit
den verschiedensten aldehydfbindenden Mitteln behandelt hatte. Die
Prüfung im Standardansatz hat jedoch keine wesentliche Verbesse-
rung der Ausbeuten; die besten Werte lagen um 45%.

auf Grund von Vergleichsversuchen mit Oppauer und hiesigem Isopren
gelang es uns, eine polymerisationsanalytische Methode auszuar-
beiten, mit der bewiesen werden konnte, dass die störenden Verun-
reinigungen des Isoprens in sicher nicht aldehydfischer Natur sind
(Laborat. vom 14.5.41).

Schliesslich gelang Herrn Dr. SCHNEIDER die Darstellung eines prak-
tisch geruchfreien Isoprens über die kristallisierte Malagerung:

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Verbindung von Isopren u. SO_2

Das so gereinigte Isopren ist dem Oppauer Isopren mindestens gleichwertig. Die Mischpolymerisation mit Styrol läuft ebenfalls glatt. Die Zahlen:

| | |
|-----------------------------|----------------|
| Isopren, fein destilliert : | 37 % Ausbeute, |
| " mit SO_2 gereinigt : | 97 % " " |

Die entsprechenden Zahlen für Mischpolymerisate mit 30% Styrol sind 54% gegen 100%. Die Polymerisationsgeschwindigkeit des Isoprens hat damit die Größenordnung derjenigen des Butadiens erreicht.

gez. F(ikantscher) gez. Buchholz

Möglicherweise enthält das über Methylaldehyd hergestellte Isopren noch geringe Mengen Divinylmethan. Auch kommen evtl. flüchtige Phosphorverbindungen in geringen Mengen in Frage, die die Polymerisation verhindern. Wir versuchen in dieser Richtung verschiedene Reinigungsverfahren.

gez. R(eppe).

A k t e n n o t i z

Betr.: Prüfung der Überführbarkeit von Treibender Folie
in Lavithera.

Zur Ausführung dieser Versuche wurde mir von der Kure eine Treibender Folie mit einer Breite von 600 mm und einer mittleren Foliendicke von 90 μ zur Verfügung gestellt. Die Folie wurde vor der Behandlung auf eine Breite von 450 mm beschnitten. Die Überführung dieser Folie in Lavithera gelang ohne besondere Schwierigkeiten auf unserer Lavithermaschine bei den Bedingungen unserer normalen Versuchsfabrikation.

Am den beiliegenden Mustern 1 bis 3 der Tafel I und der Tabelle I ergeben sich die Eigenschaften der unbehandelten und behandelten Folien.

Muster 1 zeigt, dass die unbehandelte Folie eine matte Oberfläche besitzt, die sich beim Verschieben in Lavithera 60 nicht wesentlich ändert (Muster 2). Beim Verschieben trat stellenweise eine geringe Faltenbildung auf, die sich aber vermutlich bei einer größeren Erfahrung mit dieser Folienart leicht vermeiden lässt. Die aus Muster 2 durch Strecken erhaltene Folie, entsprechend Muster 3, ist glatt und praktisch fehlerfrei und zeigt einen wesentlich verbesserten Glanz der Oberfläche.

In Tafel I sind die Foliendicken der Muster 1 bis 3 über ihre Breite von 2 Messungen graphisch dargestellt. Die Verschiedenheit der Dicke an beiden Enden dürfte durch ungleichmäßige Einstellung der Rollen bedingt sein und bleibt daher bei den folgenden unberücksichtigt.

Die Kurve I zeigt, dass die Folie in der Mitte etwa 20 μ dicker ist als an den Enden und dass entsprechend der Kurve II dieser Dickenunterschied beim Verschieben auf etwa 10 μ und beim nachfolgenden Strecken, wie Kurve III zeigt, völlig verschwindet.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Die Tabelle I enthält die mechanischen Werte der Muster 1 bis 3, die in Klammer eingeklammerten Zahlen entsprechen den Werten unserer normalen Betriebspartien. Aus der Tabelle ergibt sich, dass die Werte der Treibvorfer Folie im allgemeinen nur wenig niedriger sind als die der Luwitherne. Eine Ausnahme macht die Lehmung von Muster 2, die wesentlich niedriger ist als die unserer normalen Luwitherne.

Tabelle I

| Seriennr. | Zugkraft in kg/cm ² | | Dehnung in % | |
|---|--------------------------------|-------------|--------------|-----------|
| | Längs | Quer | Längs | Quer |
| Muster 1 Luwitherne | 5,7 (5-7) | 5,2 (5-7) | 16 (10-20) | 5 (10-15) |
| Muster 2 vergeschliffen ungebackt | 4,7 (4,5-6) | 4,4 (4,5-6) | 41 (50) | 8 (25) |
| Muster 3 vergeschliffen gebackt | 10,0 (12) | 2,3 (4-5) | 22 (30) | 4 (6) |

gez. Jacqué

Durchschlag

Dr. R. H. H. H.

XXXXXX Aktennotiz

Dr. H. H. H.

7.4.41

Ersta von Amphoseife 18 für die Polymerisation und
Mischpolymerisation von Vinylchlorid (19).

Prüfung von Amphoseife Versuch 475 und ZL 41/003.

Die uns mit Schreiben vom 19. 2. 41 bzw. 3. 3. 41 von der Zw.-
Abteilung benutzten Amphoseifenlösungen

Versuch 475 (aus Olefin mit mittelstündiger Doppelbindung)

u. ZL 41/003 (aus Olefin von Paraffinalkohol 3)

wurden in unserem Standardansatz geprüft.

Die beiden Proben sind in ihren Eigenschaften sehr ähnlich. Die
Farbe ihrer Lösungen ist etwas dunkler als die von Amphoseife 18.
Die Emulgierwirkung ist sehr gut, ebenso die Hitzebeständigkeit
der Polymerisate. Dagegen ist die Klarheit der Pressplatten ungenügend,
was vermutlich auf größere Mengen an unsulfurierten Material
in Emulgator zurückzuführen ist.

In der folgenden Tabelle sind die Versuchsergebnisse zusammenge-
stellt. Ein *Durchschlag* mit Amphoseife 18 ist zum Vergleich beige-
fügt.

| Versuch | Emulgator | Zeit Std. | Koagulat | K-Wert | RP | OL |
|---------|---------------|--------------|----------|--------|------|-------|
| B 2563 | Vers. 475 | 15 | 2 | 86 | 59,5 | 44,0% |
| B 2564 | ZL 41/003 | 19 | 3 | 78 | 61 | 45,3% |
| B 1990 | Amphoseife 18 | 14 | 1 g | 78 | 59 | 44,1% |

gen. Herrle

" R(ikwatscher)

" R(appe)

Durchschlag an:

H. Dr. Knapp, Zw.-Abtlg.

H. Dr. Lindeher, F. H.-Abtlg.

I. G. Ludwigshafen
Hauptlaboratorium

Interne Besprechungsnotiz!

Unsere Zeichen

Dr. Dau/Ri.

Tag 3.4.41

Blatt 1

Betreff Buna aus Butadien nach dem REPPE-Verfahren.

Anwesend die Herren

Dr. Teupel, Schkopau,
Dr. Niemann, Lu.,
Dr. Steinhofer,"
Dr. Daumiller, ".

Gegenstand des Zusammentreffens war die Besprechung eines Prüfungsberichtes ^{x)} von Buna S aus 1.4-Butadien, das im November 1940 in Schkopau polymerisiert und aufgearbeitet wurde. Es standen 12 Tonnen Butadien aus Lu 392 zur Verfügung, die in je einem Labor- (40Ltr.-Kessel) und Betriebsversuch (20 m³-Kessel) geprüft wurden.

Der im Labor. polymerisierte und aufgearbeitete Ansatz (L 924) zeigte in jeder Beziehung gute bis normale Werte. Das gleiche gilt von 2 Proben, die bei 60% (L 925 A) und 64%igem (L 925 B) Umsatz dem Betriebsansatz (Pt. 2206) entnommen und im Labor. aufgearbeitet wurden. In jeder Beziehung schlechter als die vorhergehenden Proben und als die Schkopauer Norm ist die im Betrieb aufgearbeitete Betriebscharge (Pt. 2206). Diese wurde auf einer kleinen Bandmaschine aufgearbeitet, die nach Angaben von Dr. Teupel, bisher auch mit Schkopauer Butadien keine reproduzierbare und einwandfreie Ergebnisse erzielte. Die schlechtere Qualität dieser Probe ist also auf die Verwendung dieser Maschine zurückzuführen und hängt nicht mit den Eigenschaften des 1.4-Butadiens zusammen.

Dr. Teupel würde das 1.4-Butadien jederzeit im Betriebsaggregat aufarbeiten und hält es für völlig normal und dem Schkopauer Butadien entsprechend.

Zur nochmaligen Prüfung gingen inzwischen 10 to Butadien nach Schkopau ab.

Weiterhin wurden einige für B. 3. interessierende Fragen besprochen:

X) Schreiben Dr. KLEIN, Schkopau, vom 17. III. 41

- / -

I. G. Ludwigshafen
Hauptlaboratorium

EX-101X

Unsere Zeichen Dr. Dau/Ri.

Tag 3.4.41 Blatt 2

Betreff Buna aus Butadien nach dem REPPE-Verfahren.

Dr. Teupel kann noch keine genauen Angaben machen, welchen analytischen Reinheitsbestimmungen das von ihm abzunehmende Butadien genügen muss. Der Reinheitsgrad wird in Schkopau mittels Maleinsäureanhydrid bestimmt. Die Genauigkeit dieser Methode ist nach bisherigen Ludwigshafener Erfahrungen höchstens 2%. Dr. Teupel erklärt sich bereit, die genauen Arbeitsbedingungen schriftlich mitzuteilen.

Möglicherweise ist es zweckmässig, das bei der Polymerisation nicht umgesetzte Butadien vor der erneuten Verwendung zu destillieren. Dies würde am einfachsten in der Butadienfabrik erfolgen. Das Retourbutadien ist frei von Sauerstoff, wird flüssig mit 15°C und 5 ata geliefert und enthält folgende Verunreinigungen:

2 % H₂O

3 % Styrol, Vinylcyclohexen, Rückstand.

Dr. Teupel will in etwa 3 Wochen Mitteilung machen, ob diese Destillation notwendig und im B. 3 vorzusehen ist.

Die Verluste bei der Polymerisation betragen nach Angaben von Dr. Teupel etwa 5% Butadien und 30% Styrol, auf die eingesetzten Mengen bezogen. Diese Verluste sind durch die Löslichkeit des Styrols in der Emulgierlösung bedingt und sollen monatlich 500 - 600 to Styrol betragen ! (Die Differenz zwischen eingesetztem Butadien + Styrol und erhaltenem Buna beträgt laut Betriebsabrechnung Schkopau etwa 300 to ~~1000~~ ^{auf} 3000 to Buna).

1.4.41

1

2-11/1.

Artemotis.

Betr.: Tieftemperaturpolymerisation von Vinyläthern.

Dekalolvinyläther und ebenso Methylphenylcarbinolvinyläther lassen sich mit sauren Katalysatoren, wie Borfluorid, an festen Stoffen polymerisieren, die einen wesentlich höheren K-Wert aufweisen als Polymerisate, die unter anderen Bedingungen hergestellt werden.

In gleichem Sinne verändern sich die Eigenschaften ihrer Mischpolymerisate mit anderen Vinyläthern, z.B. mit Vinylisobutyläthern.

gez. Werle
" Gäth
" R(eppe)

27.3.41
Dr. H. S.

Durchschlag Nr.

Aktenschein Nr. 17.

F.F.-Abteilung
L.K.-Abteilung

Beitrag zur Untersuchung 15 für die
Anlagerung und Sinterpolymeri-
sation von Vinylchlorid.
Ergebnis von Butyl-Nekal:

inwieweit die Herren Dr. SCHWALTER,

F.F.-Abteilung

Dr. FINKELBERG
Dr. HERRLICH

Hauptlaboratorium.

Die Durchsicht der Ergebnisse der mit Schreiben vom 20.2.41 von der F.F.-Abteilung dem Hauptlaboratorium beantragten Versuchs-
reihen zusammengesetzten und nach verschiedenen Methoden aufbe-
reiteten Butyl-Nekal ergab folgende Gesichtspunkte:

1.) Bei 3,5:1 Butyl:Nekal ist zwischen der Paste und dem daraus
hergestellten Nekal-Trockenprodukt ein deutlicher Unter-
schied insofern, als die Paste viel Koagulat bei langer Poly-
merisationszeit, das Trockenprodukt kein Koagulat ergab
bei normaler Polymerisationszeit (Paste von 3.10.40 und
Trockenprodukt 3.Sch.1610 bzw. 3.4/5 Paste und Trockenpro-
dukt 3.Sch.1612).

Bei 3:1 Butyl:Nekal sind Paste und Trockenprodukt hinsicht-
lich Polymerisationszeit und Koagulat gleich gut (3.Sch.
1614 und 3.Sch.1615).

Folgerung:

Es wird beschlossen, auch für die höher alkylierten Produkte
3,5:1 und 4:1 u.ä. die zur Erzielung der optischen Wirkung
zu prüfen und zwar jeweils sowohl Paste als auch Trocken-
produkt.

2.) Der Anlagerungseffekt mit No-Isocet für die Sulfate und Chloride
ist so gut, dass die weitere Prüfung der mit Alkohol extrahierten
Produkte aus mit Extraktion neutralisierter Pasten
(3.Sch.1613) in Zukunft unterbleiben kann. Dasselbe ergibt
sich auch daraus, dass zwischen dem Trockenprodukt extrahiert
und nicht extrahiert aus salzsaure Paste (3.Sch.1610
und 3.Sch.1611) hinsichtlich Polymerisationszeit und Ko-

Durchschlag

27.3.41
Dr. Pl./L.

2

Qualitätsgang kein nennenswerter Unterschied besteht.

Der Ersatz von Anphoselife 18 durch ein Kopal erscheint aus zwei-
erlei Gründen besonders erstrebenswert:

- 1.) Die Kopal sind in Ia sofort und in jeder Menge greifbar,
- 2.) Die Kopal sind mit Isoliten klar verträglich und liefern
klare Pressplatten.

In die Anlage haben wir die Versuchsergebnisse tabellarisch zu-
sammengestellt.

Um Fehlschlüsse zu vermeiden, wird Herr Dr. SCHWALTER auch die
Produkte 2,5:1 und 3:1 nochmals unter gleichen Bedingungen labora-
torienmäßig herstellen. Alle 4 Butyl-Kopal (2,5:1 bis 4:1) wer-
den von uns nebeneinander unter gleichen Bedingungen nochmals ge-
prüft.

Anlage

gen. Einkentscher
" B(opp)

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

27.3.41

Anlage

| Versuch | Emulgator | Aufarbeitung | Zeit Stdn. | Kongulat | k-Wert |
|--------------|---------------------|-------------------------------|---------------|-----------|--------|
| B 2433/ 3 | Paste v. 3.10.40 | Paste | 41 | sehr viel | |
| B 2565/ 5 | Z. Sch. 1610 | trocken | 15 | 10 g | 85 |
| B 2573/ 3 | Z. Sch. 1611 | trocken extr. | 29 | 3 g | 85 |
| B 2494 | P 4/5 | Paste | 21 | 40 g | 84 |
| B 2574 | H. Sch. 1612 | extrahiert | 15 | 19 g | 87 |
| B 2575 | Z. Sch. 1613 | neutralgetrock- net, extr. | 4 | 10 g | 77 |
| B 2576 | Z. Sch. 1614 | Paste | 23 | 5 g | 80 |
| B 2577/1 | Z. Sch. 1615 | Trocken | 21 | 10 g | 88 |

21.3.41

Dr. Niemann

A. J. J. J.

A k t e n o t i e

Bezt.: Cyclooctatetraen.

Mit Handschreiben erhielten wir am 10.1.41 von Herrn Dr. TÖPFL ca. 100 g Cyclooctatetraen mit einem Siedepunkt von 141-142°/760mm.

Das Produkt liess sich nach unseren bisherigen Versuchen weder mit sauerstoffabgebenden Kontakten (Benzoyl-Peroxyd, Wasserstoffperoxyd), noch mit sauren Kontakten (Borfluoridhydrat, Borfluoridäthylätherätherat, Phosphorschwefelsäure) ~~etc.~~ auch mit Jod polymerisieren; nur beim Stehen am Licht bildete sich an der Grenzfläche Flüssigkeit-Luft-Glas ein faktischmilchiges Produkt.

Versuche, Cyclooctatetraen mit Styrol, Acrylester, Vinyläthern zur Reaktion zu bringen, verliefen bisher negativ.

Mit Maleinsäureanhydrid konnte ein Umsetzungsprodukt erhalten werden:

Versuch:

7/10 Mol Cyclooctatetraen wurde 8 Stunden mit 2/10 Mol Maleinsäureanhydrid auf 140° erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde ein Kristallkuchen erhalten, aus dem durch Umkristallisieren aus Tetrahydrofuran farblose Kristalle vom Schmp. 166-167° erhalten wurden.

Analysen:

C 71,46%
H 5,3%
Molekulargewicht 199.

Für das Additionsprodukt aus 1 Mol Cyclooctatetraen und 1 Mol Maleinsäureanhydrid errechnet sich folgende Analyse:
Molekulargewicht 202

C 71,29%
H 4,96%

geg. J. J. J.
Dr. J. J. J.

Durchschlag

A k t e n n o t i s

Betr.: Phenyl-äthyl-carbinolvinyläther.

Phenyl-äthyl-carbinolvinyläther lässt sich wie die anderen Vinyläther mit unseren Katalysatoren polymerisieren und zeigt sogleich nach dem Abklingen der Reaktion eine mässig viskose Konsistenz. Lässt man nun dieses Polymerisat bei 20° einen Tag stehen, so geht dieser ~~Phenyl-äthyl-carbinolvinyläther~~ Poly-äthyl-phenyl-carbinolvinyläther in eine sülbe, halb feste Masse über. Diese eigenartige Erscheinung kann verschiedene Ursachen haben:

- 1.) Es tritt eine Nachpolymerisation ein.
- 2.) Der Vinyläther bildet Acetaldehyd, der kondensierend wirkt.
- 3.) Es können Verunreinigungen vorhanden sein, die kondensierend wirken (z.B. Acetophenon).
- 4.) Einfluss des Luftsauerstoffs.

Zur Klärung dieses eigenartigen Verhaltens setzen wir unsere Versuche in dieser Richtung fort.

gez. Werle

- P(ikentscher)
- R(epp)

Durchschlag

I.G. LUDWIGSHAFEN A/RH.
HAUPTLABORATORIUM

s. a. Begleitmemor v. 17. 3.
Ludwigshafen a/Rh., den 17. März 1941

B E S U C H S B E R I C H T .

Betr.: Luvitherm-Verfahren.

Besuch bei der Firma Paul TRÖSTER in
Hannover am 28.2.41.

Anwesende: Herr Dr. DECKER von der Firma TRÖSTER sowie die
Herren Dr. PIETSCH u. JACQUE, I.G. L'hafen.

Auf Grund mehrfacher Anfragen der Folienfabrik Forchheim, wie weit die Firma TRÖSTER mit der Konstruktion eines Kunststoffkalenders vorgeschritten ist, benutzten wir die Gelegenheit einer Geschäftsreise ins Rheinland dazu, die Firma TRÖSTER aufzusuchen und mit ihr nochmals eingehend einige Punkte, die beim Bau des Kalenders zu beachten sind, zu besprechen. Herr D. gab uns an, dass ein vorläufiges Angebot an Forchheim abgegangen ist. Der Kalender ist mit den Abmessungen 500 mm \varnothing x 800 mm Länge angeboten worden. Auf Grund einer Vergleichsrechnung und mit Rücksicht auf gleiche Durchbiegungsverhältnisse wie bei unserem Versuchskalender und der von uns geforderten Toleranz der Folienstärke ca. $\pm 2 \mu$ glaubte Herr D. diese Abmessungen benutzen zu müssen. Wir wandten dagegen ein, dass diese hohen Forderungen bezüglich der Dickentoleranz sich besonders auf die Länge der Folienbahn bezieht, während es uns gelungen ist, in der Breite durch nachträglichen Handschliff, vor allem aber durch Kühlen der Walze mit Kaltluft die Dickengleichmässigkeit einzuhalten, und glauben deshalb, trotz der höheren Durchbiegung, mit Walzen von 400 mm \varnothing auszukommen. Falls die Firma TRÖSTER jedoch annimmt, dass die Walze bei 400 mm \varnothing zu Ermüdungserscheinungen bzw. zu Dauerbruch neigt, müsste selbstverständlich ein grösserer Walzendurchmesser gewählt werden.

Wir zeigten Herrn D. zwei Kurvenblätter über Druckversuche an unserem Kalender und wiesen darauf hin, dass beim normalen Betrieb die seinerzeit Herrn VÖGLER genannten Ballendrucke nur etwa zur Hälfte (also mit etwa 120 kg/mm Ballenlänge) erreicht werden. Damit ergibt sich eine wesentlich geringere Lagerbelastung, so dass Herr D. zur Ansicht kam, dass in diesem Fall auch Gleitlager

verwendet werden können. Mit Rücksicht auf die grosse Lebensdauer von Wälzlagern regten wir an, dass die Firma TRÜSTER uns schnellstens für den bei uns aufgestellten Kalandar eine Walze mit 2 zugehörigen Wälzlagern herstellt, so dass wir dieses Aggregat bei uns im Betrieb auf seine Betriebsfähigkeit untersuchen können. Herr D. will versuchen, die hierzu benötigten Teile schnellstens zu beschaffen (Lieferzeit ca. 4 Monate). Der Preis beläuft sich auf etwa RM. 2000.-- bis 3000.--. Auf Grund unserer in den bereits erwähnten beiden Kurvenblättern niedergelegten Versuche glaubte Herr D., dass die elastische Dehnung der Walzenständer so gross ist, dass sie Ungleichförmigkeit des Walzenschliffes bzw. des Lagers auszugleichen vermag. Es wurde verabredet, dass der Firma TRÜSTER umgehend eine Querschnittzeichnung des Walzenständers sowie auch die beiden Kurvenblätter zugesandt werden. Vertrauliche Behandlung der überlassenen Unterlagen wurde uns bereits mündlich zugesichert.

Unser Hinweis, dass bei Verwendung von Wälzlagern die Gefahr besteht, dass infolge verschiedener thermischer Ausdehnung das Wälzlager blockiert, glaubte Herr D., durch Einstellen eines genügend grossen Lagerspieles und durch Verwendung von Spülschmierung, wobei das Spülöl gekühlt wird, entkräften zu können. Der Vorschlag beruht auf Angaben der Firma VKF Schweinfurt. Als Öl wurde von dieser Firma Gargoyle, Super-Zylinderöl extra Hecla Mineral vorgeschlagen. Dieses Öl wird bei + 7° fest, es muss also beim Anfahren etwas vorgeheizt werden.

Als Ergebnis der Besprechung wurde folgendes festgelegt:

Die Firma TRÜSTER entwickelt einen 4-Walzenkalandar mit 400 mm bzw. 450 mm Ballendurchmesser bei einer Ballenlänge von 800 mm und sieht zunächst Gleitlager entsprechend den bereits Herrn VÖGLER mitgeteilten Anregungen (Zapfendurchmesser der obersten und untersten Walze etwa so gross wie der Ballendurchmesser. Lager auf der entlasteten Seite nur durch Ölkasten geschlossen. Lagerlänge grösser als Normalausführung. Lager der beiden mittleren Walzen in Normalausführung) vor. Falls die bei uns durchgeführten Versuche mit Wälzlagern zufriedenstellend sind, soll der Einbau von Wälzlagern an dem neuen Kalandar möglich sein. Die Firma

TRÖSTER wurde darauf aufmerksam gemacht; dass sie sehr grossen Wert auf Sauberhaltung der Walzen (Austreten von Lager-Schmieröl auf die Walze) legen soll.

Die Anordnung der beiden obersten Walzen in einer Doppelkulissee hielten wir mit Rücksicht auf eine genügende Elastizität der Walzenhaltung nicht für günstig und schlugen deshalb Herrn D. vor, die Doppelkulissee für die beiden untersten Walzen vorzusehen. Nachträglich ist noch zu erwähnen, dass die Walzendrucke an der untersten Walze etwas geringer als an der obersten Walze gewählt werden können, was sich für die Dimensionierung der dabei benötigten Doppelspindel vorteilhaft auswirkt (vgl. Skizze Fig. 1).

Der Kalandersoll ausserdem mit nachstehend aufgeführten Zubehör ausgerüstet werden:

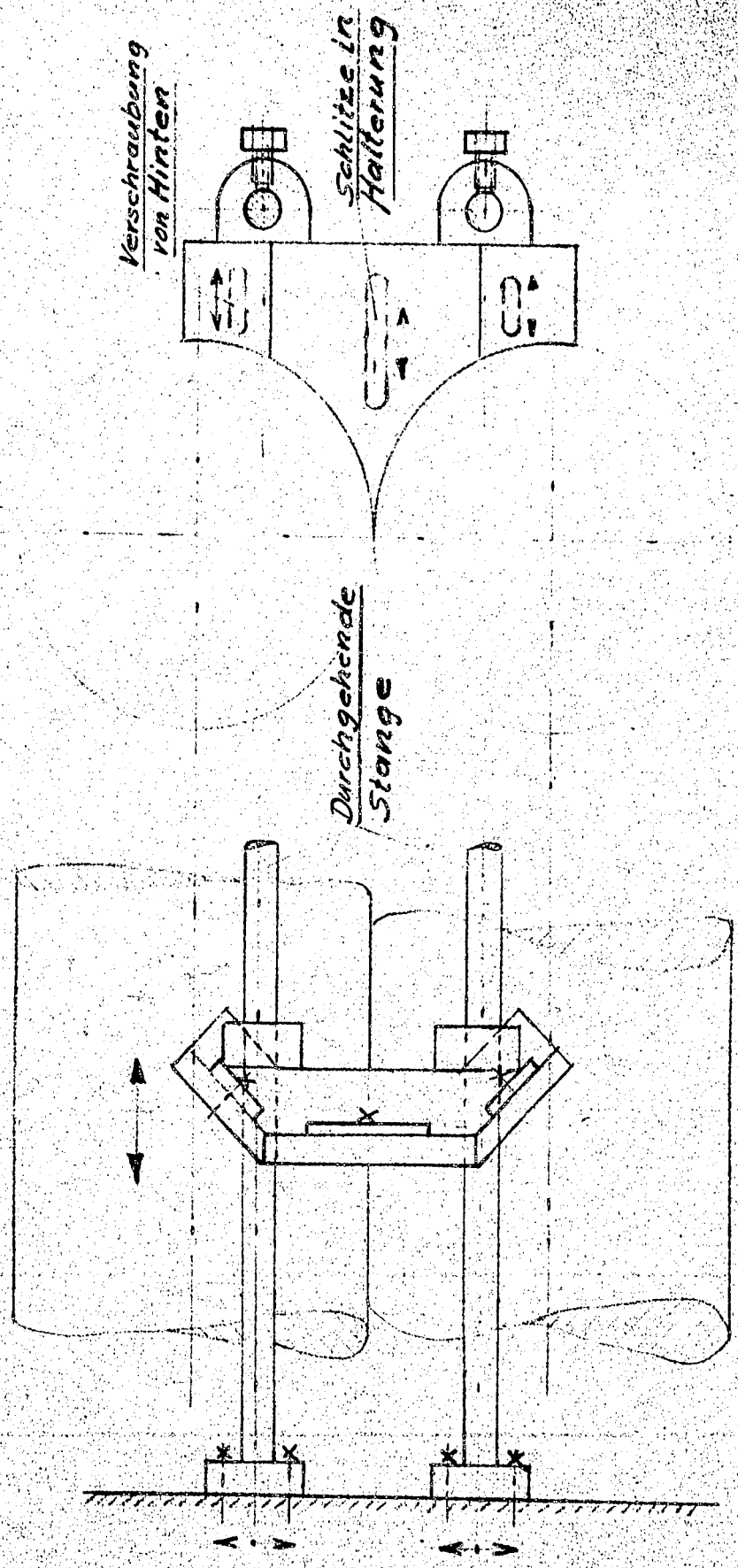
- 1.) 2 Abzugswalzen (leichte Ausführung heiz- u. kühlbar drucklos), die vom Kalanders über ein PIV-Getriebe angetrieben werden.
- 2.) 1 PIV-Getriebe für vorstehenden Zweck, das aber noch die Abnahme einer zusätzlichen Leistung von ca. 4 PS zum Antrieb einer Zusatzmaschine gestatten soll.
- 3.) Anbringung von staubdicht in Kugellagern gelagerten Kreismessern zum Schneiden der Fertigfolie auf der letzten Kalanderswalze (verschiebbar über die ganze Kalandersbreite). Das Messer soll aus ungehärtetem Stahl hergestellt werden. 2 Ersatzscheiben sind mitzuliefern.
- 4.) Zwischen Kalanders und Abzugswalzen sollen leicht schwenkbare Leitwalzen (Kugellager) von ca. 50 mm \varnothing angeordnet werden.
- 5.) An den 3 Einzugsstellen am Kalanders sollen je 1 Paar dreiteilige Abstreifbacken eingebaut werden. Die 3 Teile sollen einzeln senkrecht zur Walzenachse verstellbar sein und sollen aus Messing oder Bronze hergestellt werden. Die Backenhalterung soll mit gut wirkenden Führungen für die Verstellbacken versehen sein. Die Abstreifvorrichtungen sollen jede beliebige Walzbreite einstellen lassen, sie sollen in geringem Umfang (ca. 5 mm) nach oben und unten verschiebbar sein (Ausführungsvorschlag vgl. Skizze Fig 2). Pos. 1 - 5 ist aus dem Gesamtschema des Kalanders (Skizze Fig.3) zu ersehen.

- 6.) Der Antriebsmotor soll statt mit 60 KW besser mit 70-80 KW und einem Regelbereich von 1:3 dimensioniert werden.
- 7.) Zwischen Motor u. Kalandar ist möglichst ein Umschaltgetriebe zu verwenden.
- 8.) Bei der 1. Schaltstufe des Getriebes soll eine Walzgeschwindigkeit von 3 - 9 m/min, bei der 2. Schaltstufe eine Geschwindigkeit von 7 - 21 m/min einstellbar sein. Bei einem Regelmotor 1 : 4 soll nicht über 24 m/min hinausgegangen werden. Die Überdeckung der Schaltstufen könnte dann noch etwas grösser gewählt werden.

Diebold

47

Fig. 2.



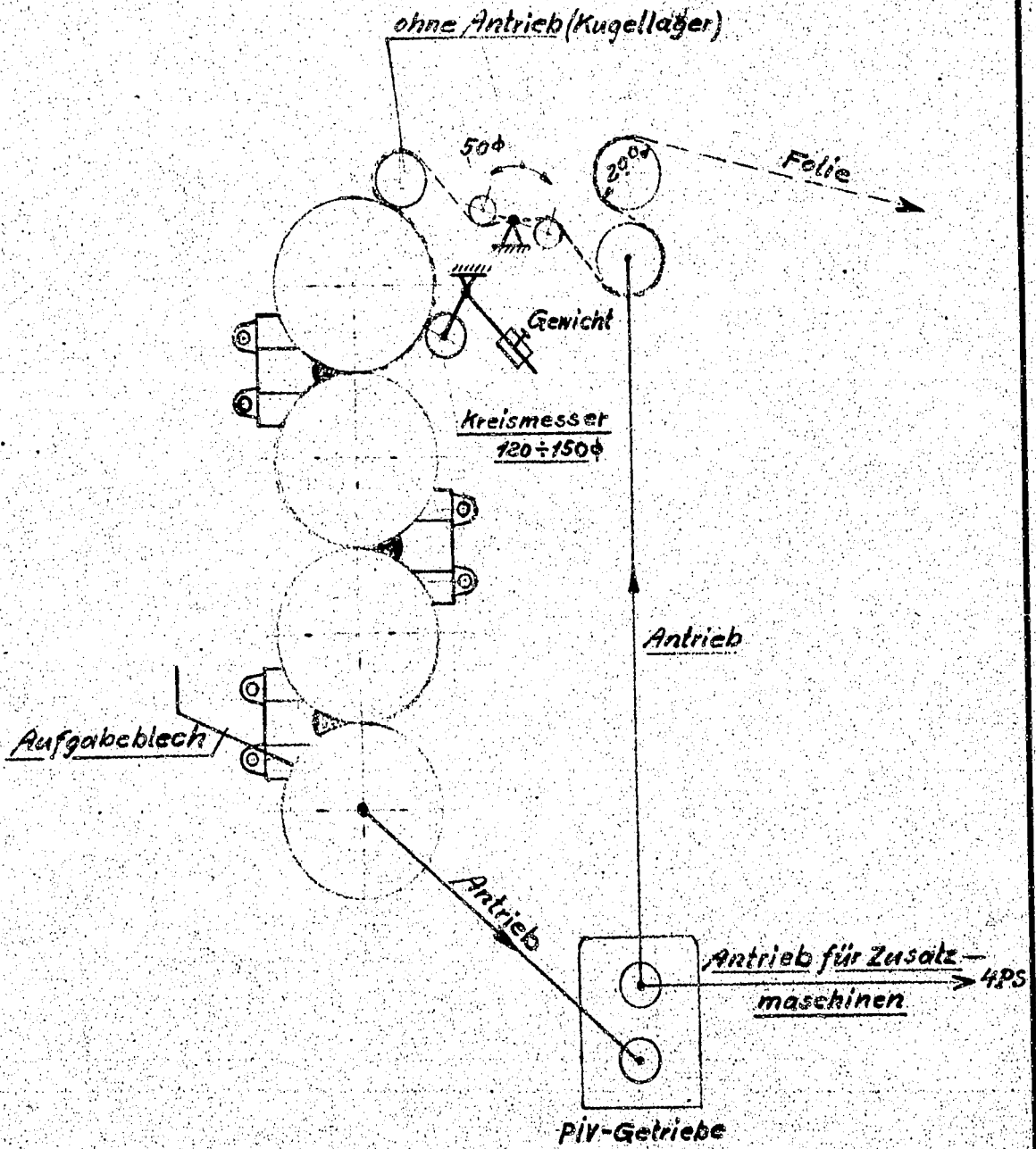
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Leitzschlager am Rhein
 Tel. 15.31.47. vom 1/11.

Notiz

Urheberrechtlich geschützt durch I.G. F.

Handwritten signature or initials

Fig. 3.



Dr. Tr/fr.

15.3.41

A k t e n n o t i e .

Besprechung über das Tanklager B 3 am 14.III.41.

Dipl.Ing. MENZER, F.A.
Dr. STEINHOFER, Hauptlabor.
Dr. TRIESCHMANN, "

Zwecks Aufstellung des Programms für das Tanklager B 3 wurde das bisherige vorläufige Schema noch einmal durchgesprochen.

Alle Absprachen über Materialien von Tanks und Pumpen bzw. ihre Auskleidungen sind unverbindlich. Auf einer gemeinsamen Besprechung mit den Herren Dr. KRANICH, Dr. BENNINGER, Dipl.Ing. SCHAAP und den obigen Besprechungsteilnehmern soll die Materialfrage abschliessend geklärt werden resp. festgelegt werden, welche Versuche noch erforderlich sind.

Die 2 Anrührköpfe im Butindiol sollen auf je 17 cbm vergrössert werden. Sie sollen stehend angeordnet werden.

Im Butindiol-Teil des Tanklagers sind ausser den bisher vorgesehenen Tanks noch 1 Tank zu 50 cbm und 2 Tanks zu 30 cbm vorzusehen. Es ist der Platz für einen Reservetank freizulassen.

Im Tetrahydrofuran-Teil des Tanklagers ist ausser den bisher vorgesehenen Tanks noch 1 Tank zu 30 cbm vorzusehen und der Platz für einen Reservetank freizulassen.

Die Puranfabrik benötigt einen 100 cbm Tank für Kondensat. Über den Aufstellungsplatz ist noch nichts beschlossen.

Für die Neutralisation der destillierten Butindiollösung sind im Tanklager ein Neutralisationstopf (Mischstrecke), ein Absitztank (20-30 cbm Inhalt) und zwei Filter vorzusehen. Die Grösse der Filter ist noch offen.

Vor Abgabe des Programms soll das neue - dem Programm zu Grunde liegende - Schema des Tanklagers erneut durchgesprochen werden. Bis dahin ist die Materialfrage zu klären.

B an: Herrn Dr. NIEMANN
" Dr. LORENZ
Teilnehmer.

gez. Trieschmann
" K(opp)

Durchschlag

5.3.41

A k t e n n o t i s .

Betr.: Ersatz von Amphoseife 18 für die Polymerisation
und Mischpolymerisation von Vinylchlorid. (16)
Nokal BIG neu, salzarme Paste (P.4/5).

Obiges uns mit Handschreiben vom 11.1.41 von der T.E.-Abteilung
 übermittelte Präparat ergab bei der Prüfung in unserem Standard-
 versuch folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit | Kongulat | k-Wert | E.P. | Ol |
|---------|----------------|---------|----------|--------|------|------|
| B 2494 | BIG neu, P 4/5 | 21 Std. | 40 g | 84 | 60,5 | 44,5 |
| B 2398 | Amphoseife 18 | 6 " | 1 g | 84 | 58,5 | 42,7 |

Das neue Präparat besitzt nur ungenügende Emulgierwirkung. Die
 Polymerisationszeit ist gegenüber Amphoseife 18 verlängert.

gez. Herrle
 " F(ikentscher)
 " R(eppe)

Durchschlag

Spezialmemo v. 27.2. Siehe unter Aktenno

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Eb/d

24.2.41. I.

B e r i c h t

Über den Besuch in LEUNA am 7. Februar 1941, zwecks
Besprechung der Lage auf dem Propionaldehyd-Gebiet.

Anwesend: Dr. GIESEN } Leuna. Dr. EBEL } I.G.F.A.
Dr. HANISCH } Dr. SPANIG }
Dr. WIEDEMANN }

Darstellung des Propionaldehydes in Leuna

durch Oxydation von n-Propylalkohol mit Luft am Silberkontakt. 85% Ausbeute. In kleinen Versuchsöfen über 90%.

Verwendung des Propionaldehydes

zur Gewinnung von Amylalkohol und Trimethyloläthan. Der Amylalkohol (60 Moto) dient als Lösungsmittel, sowie in Form seines Xanthogenates als Flotationsmittel. Den bei der Kohlenoxydhydrierung anfallenden Amylalkohol kann man wegen seines üblen Geruches für keinen der beiden Zwecke gebrauchen.

Das Trimethyloläthan wird ähnlich wie Trimethylolpropan als Glycerinersatz benutzt. Eine Erzeugungsziffer wurde nicht genannt.

Für uns verfügbare Mengen an Propionaldehyd

5 Moto.

Bemerkung des Hs.Dir.
Dr. Reppel: Falls Leute
vorhanden sind!

Darans können wir 3,9 Moto Isopren herstellen. Weitere 2 - 5 Moto Propionaldehyd will uns Herr Direktor REPPE durch Hydrierung von Propargylalkohol beschaffen.

Ausweitungsmöglichkeiten für Propionaldehyd.

Eine Anlage für 300 Moto Propionaldehyd wird in LEUNA im Laufe des Jahres fertig, doch sind die dadurch zugänglichen grösseren Mengen schon jetzt restlos vergeben.

Eine darüber hinausgehende Vergrößerung ist nur denkbar, wenn die Propylalkoholverzorgung auf andere Grund

-/-

Durchschlag

lagen gestellt wird. Zur Zeit fällt der Propyl-
alkohol als Nebenprodukt bei der Isobutylalcohol
herstellung an:

| | |
|-----------|-------------------------------------|
| 45 - 50 % | Methanol |
| 10 % | Wasser |
| 30 % | Isobutylalkohol |
| 3 - 5 % | Propylalkohol |
| Rest | Athylmethyleton u. höhere Alkohole. |

Basischer Zinkchromatkontakt, 400°, 250 Atü.

Die Menge des Propylalkoholes beträgt 3000 - 5000 Jato
Sie wird vollständig abgesetzt. In Heydebreck sollen
10000 Jato Propylalkohol anfallen, auf den aber Oppau
für seine Glycerinsynthese die Hand gelegt hat.

Neuer Weg zum Propylalkohol.

Ein grundsätzlich ergiebigerer Weg zum Propylalkohol
besteht darin, die Kohlenoxydhydrierung anders zu
leiten. LEUNA hat auf Kobaltbasis einen 5-Stoff-Kon-
takt entwickelt, der neben Methanol und Wasser in der
Hauptsache ein Gemisch von Athyl- und n-Propylalkohol
liefert. Das Verfahren wurde bis jetzt im Technikum-
masstab durchgeführt und hat gute Ergebnisse gezeigt.
Man hätte aber in LEUNA noch einige Hemmungen, es so-
fort ins Grosse zu übertragen, da man es für möglich
hält, dass die im Augenblick übliche Ofenkonstruktion
nicht geeignet ist für die Abfuhr der bedeutenden
Reaktionswärme. Die notwendigen Versuche dazu werden
zur Zeit durch den herrschenden Mangel an Arbeitern
und Materialien praktisch unterbunden.

Grundsätzliche Schwierigkeiten sieht LEUNA für das
Verfahren nicht.

Das Athyl-Propylalkohol-Gemisch kann gemeinsam zum
Aldehydgemisch dehydriert werden.

Preise.

Der Preis des Propylalkohols wird bei der Fabrikation
in Grossen voraussichtlich Mk. 0,25 betragen.
Für das Propionaldehyd berechnet sich daraus
Mk. 0,33 - 0,35 / kg. Das würde bei unseren jetzigen

Durchschlag

lagen gestellt wird. Zur Zeit fällt der Propyl-
alkohol als Nebenprodukt bei der Isobutylalkohol-
herstellung an:

| | |
|-----------|--------------------------------------|
| 45 - 50 % | Methanol |
| 10 % | Wasser |
| 30 % | Isobutylalkohol |
| 3 - 5 % | Propylalkohol |
| Rest | Athylmethylketon u. höhere Alkohole. |

Basischer Zinkchromatkontakt, 400°, 250 Atü.

Die Menge des Propylalkoholes beträgt 3000 - 5000 Jato.
Sie wird vollständig abgesetzt. In Heydebreck sollen
10000 Jato Propylalkohol anfallen, auf den aber Oppau
für seine Glycerinsynthese die Hand gelegt hat.

Neuer Weg zum Propylalkohol.

Ein grundsätzlich ergiebigerer Weg zum Propylalkohol
besteht darin, die Kohlenoxydhydrierung anders zu
leiten. LEUNA hat auf Kobaltbasis einen 5-Stoff-Kon-
takt entwickelt, der neben Methanol und Wasser in der
Hauptsache ein Gemisch ^{von} von Athyl- und n-Propylalkohol
liefert. Das Verfahren wurde bis jetzt im Technikum-
maßstab durchgeführt und hat gute Ergebnisse gezeigt.
Man hätte aber in LEUNA noch einige Hemmungen, es so-
fort ins Groesse zu übertragen, da man es für möglich
hält, dass die im Augenblick übliche Ofenkonstruktion
nicht geeignet ist für die Abfuhr der bedeutenden
Reaktionswärme. Die notwendigen Versuche dazu werden
zur Zeit durch den herrschenden Mangel an Arbeitern
und Materialien praktisch unterbunden.

Grundsätzliche Schwierigkeiten sieht LEUNA für das
Verfahren nicht.

Das Athyl-Propylalkohol-Gemisch kann gemeinsam aus
Aldehydgemisch dehydriert werden.

Preise.

Der Preis des Propylalkohols wird bei der Fabrikation
im Groessen voraussichtlich Mk. 0,25 betragen.
Für den Propionaldehyd berechnet sich daraus
Mk. 0,33 - 0,35 / kg. Das würde bei unserem jetzigen

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. K. B. / 5

24.2.41.

III.

Stand der Ausbeuten einen Isoprenpreis von
Mk. 0,90 - Mk. 0,95 / kg bedeuten.

Gegenwärtige Ausbeuten und Kapazitäten.

| | Ausbeuten | | = % d.Th. | Kapazität in Moto | Kapazität in Moto Isopren |
|--------------------------|-----------|-------|-----------|----------------------|------------------------------|
| Propionaldehyd | 100 | 129 | - | 5,0 | 3,9 |
| Methylaldehyd | 158,4 | 208 | 90 | 4,5 | 2,2 |
| Methylbutylen- glykol | 148,6 | 191,5 | 92 | 20,0 | 10,5 |
| Isopren | 77,7 | 100 | 80 | 2,0 | 2,0 |

Die Ausbeuten beim Methylaldehyd gelten für den Fall, dass das Rohaldehyd destilliert wird, da nur dann der eingesetzte Propionaldehyd vollständig für die Isopren-gewinnung ausgenutzt wird. Aus unseren Labor.-Versuchen geht hervor, dass die Destillation leicht gelingt und dass Schwierigkeiten bei der Übertragung in die grö-ßere Apparatur, die im Bau ist, nicht zu erwarten sind.

Die 80%-Ausbeute in der Isoprenstufe wurden in Klein-versuchen schon übertroffen. 84 - 85 % glauben wir mit unseren neuen Kontakten für die Zukunft gewähr-leisten zu können.

Unsere Isoprenanlage in Lu 115 ist bezüglich ihrer Kapazität nicht einheitlich, weil wir bei ihrem Bau auf die zufällig vorhandenen Apparateteile angewiesen waren. Der Engpass ist die letzte Stufe mit nur 2 Moto Leistung.

Die Feindestillation ist vor einigen Tagen angefahren worden. Wir können somit jetzt, wenn keine Schwierigkeiten in der Schichtbesetzung und ähnliche Unannehmlichkeiten im Wege stehen,

2 Moto Reinisopren

erzeugen.

-/-

Durchschlag

Vergleich unserer Arbeitsweise beim Aldolisieren mit
derjenigen von LEUNA.

LEUNA arbeitet bei der Vereinigung des Acetaldehydes mit dem Propionaldehyd genau gleich wie SCHKOPAU bei der Herstellung von Acetaldol, also Schlangenrohr, Kondensationsmittel, Alkalilauge.

Unter diesen Umständen ist eine Ausnützung der Unterschiede in der Reaktionswilligkeit der einzelnen Aldehyde nicht möglich. Soviel wir aus den Worten der Leunaer Herren entnehmen konnten, liefert das Laugeverfahren bei einem Umsatz von 60 % ein ungefähr gleichmolekulares Gemisch von C₄-, C₅- und C₆-Aldol.

Eine Ausbeute wurde nicht angegeben.

Wir haben dagegen bei einem Umsatz von 70 % eine Ausbeute an reinem Methylaldol von gegenwärtig 85 %, nach Einbau der Aldoldestillation von 90 %.

Die Aldoldestillation hat uns ausserdem gezeigt, dass wir nur wenig höhere Kondensationsprodukte von der Art des Hexantriolaldehyds bekommen. Es scheint uns darin auch ein Vorteil gegenüber SCHKOPAU zu liegen.

Tiglininaldehyd, Amylalkohol.

Wir haben gefunden, dass wir in unserer Aldolisierapparatur durch Erhöhung der Temperatur bei der Umsetzung der beiden Aldehyde leicht anstelle des Methylaldols unmittelbar Tiglininaldehyd gewinnen können. In LEUNA ist dazu stundenlanges Kochen des Methylaldols in einem eigenen Reaktionsraum erforderlich. Diese Vereinfachung würde in LEUNA neben den Ausbeutegewinnen eine weitere Verbilligung des Amylalkohols bedeuten.

Wir haben ausserdem festgestellt, dass man Amylalkohol auch unmittelbar aus dem Methylaldol durch Hydrierung darstellen kann, wenn man anstelle des Kupferchromitkontaktes einen Chromnickelkontakt

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Eb/d

24.2.41.

V.

benutzt. Die Ausbeute beträgt 98 %. Ob man also bei der Amylalkoholderstellung über den geschilderten einfachen Tiglinaldehydweg gehen wird oder über die direkte Hydrierung des Methylaldols ist noch nicht sicher. Das LEUNA-Verfahren ist aber auf jeden Fall ungeeignet.

Die leichte Zugänglichkeit des Tiglinaldehydes hat uns veranlasst, seine Kondensationsfähigkeit zu Seifenalkoholen erneut zu studieren. Wir sind dabei im Gegensatz zu den Befunden in der Crotonaldehydreihe in guter Ausbeute zu Körpern gekommen, die nach vorläufigen Ergebnissen gute Waschmittel liefern.

gez. Ebel

" R(eppe)

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Zwischenprodukten-Gruppe

Zw-Abteilung.
Dr. Sehn/Sch.

15. Februar 1941.

Gelesen von Dr. Rippe

A k t e n n o t i s

über die Besprechung am 14.2.41 in Lu betr.
Adipinsäuredinitril aus Dichlorbutan.

Anwesend waren:

Dr. Koch,
Dr. Schulze,
Dr. Martin,
Dr. Niemann,
~~Dr. Schmitt.~~

Im Hinblick auf die in Herbst zu erwartende Verknappung in Adipinsäure soll noch einmal geprüft werden inwieweit das Verfahren über Dichlorbutan eine Entlastung bringen kann.

Tetrahydrofuran.

Die 60 Moto-Anlage des Hauptlaboratoriums in Lu 501 wird voraussichtlich im April in Betrieb genommen werden. Dr. Niemann erklärt, dass diese 60 Moto ganz für Butadien-Versuchszwecke benötigt werden, sodass hieraus für die Chlorbutan-Fabrikation nichts zur Verfügung gestellt werden kann. Er schlägt vor an Schkopau heranzutreten wo im August/September eine 200 Moto-Anlage und Anfang 1942 eine weitere von 150 Moto in Gang kommen wird. Die Frage der Herstellung von Tetrahydrofuran für Dichlorbutan muss unter den gegebenen Verhältnissen von Herrn Dir. Dr. Ambros entschieden werden.

Dichlorbutan.

Nach Aufstellung der 3. Druckpumpe, mit deren Lieferung jeden Tag zu rechnen ist, könnte eines der Chloräthyl-Aggregate ganz oder wenigstens zeitweilig für Dichlorbutan herangezogen werden. 60 t Tetrahydrofuran liefern 80 t ^{Di}Chlorbutan roh. Hier ist die

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Zwischenprodukten-Gruppe

ZF-Abteilung.
Dr. Schn/Sch.

15. Februar 1941.

2.

Frage noch zu prüfen, wo das Dichlorbutan roh gegebenenfalls destilliert werden kann. Im Betrieb von Dr. Schulze besteht keine Möglichkeit, desgleichen nicht bei Dr. Koch wo die Destillations-Apparatur durch Mepasinchlorid belegt sein wird. Diese Angelegenheit wird noch mit Herrn Dr. Müller geprüft.

Adipinsäuredinitril.

Die Apparatur bei Dr. Koch ist noch 3 Wochen für Dioxydiphenylsulfon belegt und kann dann auf Dinitril umgestellt werden. Unter der Annahme, dass zweimal am Tage chargiert werden kann, würde die Apparatur 1 Tagestone leisten. Die Aufstellung eines zweiten Kessels mit Zubehör wird in Aussicht genommen, wofür Dr. Koch die Unterlagen liefern wird. Die so ausgebaute Apparatur könnte dann ca. 50 Tonne Dinitril liefern.

gez. Schnell

Durchschlag

15.2.1941

See.
Dr. SCHULZE
7. Febr.

A k t e n n o t i z .

Mit den Herren Dr. SCHNELL, Dr. KOCH und Dr. SCHULZE wurde über Adipinsäure gesprochen. Der Bedarf im April 1941 beträgt 174 Tonne, die Produktion bis dahin 185 Tonne. Im Oktober soll der Bedarf auf 450 Tonne steigen, während die Produktion nur 300 Tonne leistet. Erst Mitte 1942 sind die Anlagen soweit ausgebaut, dass die Produktion nachkommen kann. Die Adipinsäure wird zum grössten Teil für Polyamide, ausserdem für Laphen, Plastepale und Alkydale gebraucht.

Es wurde die Frage gestellt, ob es möglich ist, aus Tetrahydrofuran über Dichlorbutan Adipinsäuredinitril in grossen Mengen herzustellen, um dadurch die Adipinsäureproduktion zu entlasten. Für 100 Teile Nitril werden ^{ca} 160 Teile Adipinsäure gebraucht.

Das in Lu im kommenden Jahr hergestellte Tetrahydrofuran soll ausschliesslich für die Butadienherstellung dienen und es wird nicht möglich sein, nennenswerte Mengen davon für andere Zwecke abzuzweigen. In Schkopau aber werden von August/September 1941 zirka 200 Tonne, von Anfang 1942 ab 350 Tonne Tetrahydrofuran hergestellt. Es ist zwar vorgesehen, dass dieses Tetrahydrofuran in Schkopau auf Butadien verarbeitet ^{wird} werden. Das Hauptlaboratorium hat vom Standpunkt der Entwicklung des Verfahrens jedoch kein besonderes Interesse daran, dass das Tetrahydrofuran in Schkopau auf Butadien verarbeitet ^{immer} wird. Vielmehr hat es schon ^{immer} darauf Wert gelegt, ^{möglichst} ~~möglichst~~ viel Tetrahydrofuran für andere Zwecke freizubekommen. In diesem Zusammenhang wurde eine Zahl von ca. 100 Tonne Tetrahydrofuran genannt, die als Lösungsmittel für Bernsteinsäure, Pyrrolidin, Adipinsäure und andere Zwecke freigestellt werden sollten.

Die Prüfung der Kapazitäten in der Apparatur von Dr. SCHULZE ergab, dass ca. 80 - 100 Tonne Dichlorbutan hergestellt werden können. Für die Apparatur von Dr. KOCH lassen sich noch keine

-/-

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Hie/kr

2

15.2.41

definitiven Angaben machen. Dr. KOCH war der Ansicht, man könne etwa 50 Tonne Dinitril darin produzieren. Es hängt dies von den Versuchen, die Dr. MANCHEN dort demnächst durchführen wird, ab. (Dr. KOCH kann die Apparatur erst in etwa 4 Wochen für diesen Zweck in Betrieb setzen, da vorher noch Dioxydiphenylsulfon hergestellt werden soll.)

Legt man eine Produktion von 50 Tonne Dinitril zugrunde, so müssten dafür ca. 35 Tonnen Tetrahydrofuran zur Verfügung stehen. Der Engpass für die Fabrikation liegt in der Destillation für Dichlorbutan, wofür Dr. SCHULZ nicht eingerichtet ist. Die Verhältnisse bei Dr. O. MUELLER sollen geprüft werden. Für die Entgiftung der Abwässer muss besonders Sorge getragen werden; es soll auch versucht werden, mit möglichst wenig Natriumcyanid im Ueberschuss auszukommen.

gez. Niemann

" R (eppe)

an Zw. Abteilung.

Herrn Dr. Kröper
" Dr. Manchen

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Jh/fr.

10.2.41

A k t e n n o t i z .

H. Dr. Niemann z. T. F. H.

1.4-Butylenglykol roh / IV. Quartal 1940.

Hydrier-Versuche Lu 532. (55 Produktionstage)

(Für die Kalkulation Roh- und Reinbutandiol wurden 60% der Gesamtspesen einschliesslich Destillation verrechnet. Von diesem Betrag wurden 60% für Roh- und 40% für Reinbutandiol gebucht).

S p e s e n :

| | Summe | für 100 kg Rohbutandiol | 60% Spesen |
|--|----------------|----------------------------|------------------------|
| Löhne: | 4 337 | 2,3725 | 1,4235 |
| Energien | | | |
| N.D.Dampf: | 432 | 0,2363 | 0,1417 |
| M.D.Dampf: | 1 382 | 0,7560 | 0,4536 |
| Kraftstrom: | 1 592 | 0,8709 | 0,5225 |
| Licht: | 18 | 0,0098 | 0,0059 |
| Wasser: | 211 | 0,1154 | 0,06924 |
| Luft: | 1 | 0,0005 | 0,00032 |
| Stickstoff: | 270 | 0,1477 | 0,08862 |
| Reparatur: | 2 142 | 1,1717 | 0,7030 |
| Chemikalien + Geräte | 1 664 | 0,9102 | 0,5461 |
| Transport | 50 | 0,0273 | 0,01638 |
| Allgemeine Fabrikunkosten + Wohlfahrt | 5 272 | 2,8840 | 1,7304 |
| Summe: | 17 371 | 9,5023 | 5,7011 |
| Gutschrift: | 21 | 0,0115 | 0,0069 |
| Gesamtspesen: | 17 350 | 9,4908 | 5,6942 |
| Materialien | | Preis | |
| | | f. 100 kg/obm | f. 100 kg Butandiol |
| Butindiol | 112 007 | 59,81 | 61,273 |
| Kontakt | 2 896 | 241,3 | 1,584 |
| Nullgas | 9 272 | 5,2 | 5,072 |
| | 124 175 | | 67,93 |
| Material + Spesen: | 141 525 | 77,42 | |
| Material + 60% Spesen: | 134 585 | | 73,62 *) |

* Kalkulationswert: 74,24

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Ju/fr.

10.2.41

II

1.4-Butylenglykol rein / IV. Quartal 1940.

| | Menge in kg | Einstands- wert | Preis für 100 kg |
|-----------------------|-------------|--------------------|---------------------|
| 1.4-Butylenglykol roh | 127 912 | 94 169 | 73,62 |
| Destillationsspesen | | 14 694 | 11,48 |
| | | | 85,10 * |

* Kalkulationswert: 81,3

*gef. (Butyl
Hindemann)
" (Rieffer)*

Durchschlag

30.1.41

Aktennotiz.

Betr.: Ersatz von Amphoseife durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (15)
Prüfung von Phenylmepansulfonat für die Polymerisation von Vinylchlorid in kontinuierlichen Versuch.

Aufgrund der guten Resultate, mit Phenylmepansulfonat im Kleinversuch (unserer Aktennotiz Nr. 4 vom 19.6.1940), haben wir dieses Emulgiermittel (Partie J.1358/111/C/2 vom 26.8.1940) neuerdings für die kontinuierliche Polymerisation von reinem Vinylchlorid geprüft.

Polymerisationsbedingungen:

Der Versuch wurde in unserer H-Apparatur durchgeführt. Die Polymerisationsbedingungen waren folgende:

Emulgierwasser: 0,3 % Na-persulfat
0,6 % Na-acetat
2,0 % Phenylmepansulfonat, salzsaure
Paste (= 1,6% wirksame Substanz)
pH = 6

Flottenverhältnis: Wasser : Vinylchlorid = 3:1.
Temperatur: 45°.

Im Vergleich zu Amphoseife 18 und vor allem zu Mesapon verlief die Polymerisation träge. Zur Erzielung eines befriedigenden Durchsatzes waren 0,3% Persulfat im Emulgierwasser nötig, gegenüber 0,1% bei Amphoseife 18. Aus dem gleichen Grunde und zur Verhinderung eines zu starken Absinkens des pH wurden 0,6% Na-Acetat (krist.) als Puffer zugesetzt (End-pH der Emulsion 6,5).

Der Versuch lief 80 Stunden vollkommen störungsfrei. Die Koagulatbildung war nach dieser Zeit sehr gering. Die Ausbeute lag bei 17 kg bei 80% Ausbeute.

Die Fällung und Aufarbeitung der Emulsion liess sich vollkommen normal durchführen. Das Polymerisat ist durch im Emulgator enthaltene Verunreinigungen leicht gelb gefärbt. An dem Poly-

-/-

Durchschlag

30.1.41

II

erinnert haben wir folgende Kennzahlen gemessen:

K-Wert: 70
~~W-Wert:~~ 8
 Alkali: 0,12%

MB-Probe (Hitzebeständigkeit): schlecht.

Mit Ausnahme der Hitzebeständigkeit entsprechen diese Werte den an Igelit PCU, Typ K, zu stellenden Anforderungen. Die verhältnismäßig schlechte Hitzebeständigkeit ist vermutlich ebenso wie die verringerte Polymerisationsgeschwindigkeit auf Verunreinigungen des Emulgators zurückzuführen.

Hervorzuheben ist die gute Klarheit. Sie ist wahrscheinlich bedingt durch die bessere Verträglichkeit von Phenylsebacinsulfonat mit Polyvinylchlorid infolge des Phenylrestes.

Zusammenfassung.

Phenylsebacinsulfonat ist ein gutes Emulgiermittel für Igelite. Bezüglich Polymerisationsgeschwindigkeit und Farbe und Hitzebeständigkeit der damit hergestellten Polymerisate steht die uns gelieferte Probe hinter Amphoseife 18 zurück, was wahrscheinlich auf Verunreinigungen zurückzuführen ist. Besonders bemerkenswert ist die gute Klarheit der Polymerisate.

Falls es gelingt Phenylsebacinsulfonat in grösserer Reinheit herzustellen, glauben wir, dass dieses einen vollwertigen Ersatz für Amphoseife 18 darstellt.

gez. Herrle

" F (ikentscher)

" R (eppe)

an: Herrn Dr. Ersikalla
 Herrn Dr. Kirsch
 F.F.-Abtlg. (Herrn Dr. Ulrich/Dr. Stumler)
 Color.-Abtlg./Karo (Herrn Dr. Berger) +)
 I.O. Schkopan (Herrn Dr. Klein/Dr. Jacobi)

+) Ihr Memo v. ~~HEINRICH~~ 20.11.40 Nr. 11750.

Durchschlag

30.1.41

II

merisiert haben wir folgende Kennzahlen gemessen:

z-wert: 70

~~z-wert:~~ 8

Alkali: 0,12%

MB-Probe (Hitzebeständigkeit): schlecht.

Mit Ausnahme der Hitzebeständigkeit entsprechen diese Werte den an Igelit PCU, Typ K, zu stellenden Anforderungen. Die verhältnismäßig schlechte Hitzebeständigkeit ist vermutlich ebenso wie die verringerte Polymerisationsgeschwindigkeit auf Verunreinigungen des Emulgators zurückzuführen.

Hervorzuheben ist die gute Klarheit. Sie ist wahrscheinlich bedingt durch die bessere Verträglichkeit von Phenylmepacinsulfonat mit Polyvinylchlorid infolge des Phenylrestes.

Zusammenfassung.

Phenylmepacinsulfonat ist ein gutes Emulgiermittel für Igelite. Bezüglich Polymerisationsgeschwindigkeit und Farbe und Hitzebeständigkeit der damit hergestellten Polymerisate steht die ungelieferte Probe hinter Amphoseife 18 zurück, was wahrscheinlich auf Verunreinigungen zurückzuführen ist. Besonders bemerkenswert ist die gute Klarheit der Polymerisate.

Falls es gelingt Phenylmepacinsulfonat in größerer Reinheit herzustellen, glauben wir, dass dieses einen vollwertigen Ersatz für Amphoseife 18 darstellt.

gez. Herrle

" F (ikentscher)

" R (eppe)

an: Herrn Dr. Kruikalla
Herrn Dr. Kirsch
F.A.-Abtlg. (Herrn Dr. Ulrich/Dr. Stumler)
Color. Abtlg./Kase (Herrn Dr. Berger) +)
I.C. Schkopan (Herrn Dr. Klein/Dr. Jacobi)

+) Ihr Memo v. BUNNEN 20.11.40 Nr. 11750.

Durchschlag

A k t e n n o t i z

Über den Besuch des Herrn Dr. OSTWALD von Fa. KALLE & Co.,
Wiesbaden-Diebrich, am 22. Januar 1941.

Betr.: Hochpolymere, wasserlösliche Produkte.

Die Versuche mit Collacryl AVI bei KALLE & Co. verlaufen im
allgemeinen zufriedenstellend. Es besteht aber noch der Wunsch,
nach Verbesserung einzelner Eigenschaften. Die heutige Aussprache
ergab folgendes:

1.) Collacryl AVI.

Zu wünschen wäre, dass bei dem Produkt die Tendenz Wasser
aufzunehmen noch beschleunigt würde; wahrscheinlich wird
gleichzeitig die Nassfestigkeit der Klebung erhöht.
Jedoch darf die Hygroskopizität auf keinen Fall gesteigert
werden. Diese Veränderung der Eigenschaften soll bewirkt
werden:

a) Abgrenzung der Viskositätsstufe.

Es wird durch Veränderung des Verhältnisses der Monomeren
verschieden viskose Produkte herstellen und liefern.

b) Zusätze.

KALLE & Co. wird den Zusatz von Collacryl S u. V u. FVP
prüfen.

2.) Collacryl II.

Die Versuche sind soweit zum Abschluss gekommen, dass die
Viskositätsabgrenzungen dahin gekennzeichnet werden können,
dass die mittelviskosen Körper (Normaltyp) nicht durch hoch-
viskose Körper austauschbar sind. Das von Kalle hergestellte

Durchschlag

C. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Pi/Ri.

23.1.41

2

Produkt befindet sich im Zustand des Anlaufens. Es kann bis August nur ca. 1 Tonne für diesen Zweck zur Verfügung stellen.

3.) Lutonal H.

Das Produkt wird von Halle seit einem Jahr verwertet. Es wäre jedoch wünschenswert, dass das Abwandern in Papier oder saugende Pappe noch etwas verringert würde, vielleicht durch Einpolymerisieren von weiteren Komponenten.

Ing. F. R. Meyer
P.

Durchschlag an:

Color.Abtg./Kuro

H. Dr. Runkel zur Bearb. (1)

H. Dr. GÜth " " (3)

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. R. H.

Hauptlaboratorium
Dr. He/ffr.

Dr. Niedmann

21.1.41

A k t e n n o t i s .

Betr.: Ersatz von Amphoseife 18 für die Polymerisation und
Mischpolymerisation von Vinylchlorid (14).
Prüfung der Produkte ZL 1543 und ZL 1544. (auf Basis Mepasin)

Wir haben obige uns mit Schreiben vom 4.1.41 von der T.H.-Abteilung bemusterten Proben von Amphoseife 18 in unserem Standardansatz geprüft. Dabei erhielten wir folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit Std. | Koagulat | k-Wert | E.P. | Cl |
|---------|-----------|--------------|----------|--------|-------|------|
| B 2483 | ZL 1543 | 6 | 6 | 85 | 58,0° | 44,1 |
| B 2484 | ZL 1544 | 6 | 7 | 82 | 57,0° | 44,0 |
| B 2398 | Amphos.18 | 6 | 1 | 84 | 58,5° | 42,7 |

Die Koagulatmenge ist bei Verwendung der beiden neuen Emulgatoren etwas grösser als bei Amphoseife 18; in ihren übrigen Eigenschaften stimmen die neuen Produkte dagegen weitgehend mit der letzteren überein.

gez. Herrle
" F(ikentscher)
" R(eppe)

Ø an: T.H.-Abtlg.

Durchschlag

10.1.41

A k t e n n o t i e

Betr.: Ersatz von Amphoseife 18 für die Polymerisation und
und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (13)
Prüfung der Produkte ZL 1521 und ZL 1522.

Bei der Prüfung obiger Emulgiermittel in unserem Standardversuch fanden wir folgende Werte:

| Versuch: | Emulgator | Zeit Std. | Koagulat | k-Wert | E.P. | CI |
|----------|------------|--------------|----------|--------|------|------|
| B 2467 | ZL 1521 | 4,5 | 7 8 | 82 | 59 | 44,4 |
| B 2474 | ZL 1522 | 7 | 9 | 85 | 60 | 44,3 |
| B 2398 | Amphos. 18 | 6 | 1 | 84 | 59,5 | 42,7 |

Die Emulgierwirkung der beiden Proben erreicht die der Amphoseife 18 nicht ganz. In ihren übrigen Eigenschaften sowie bezüglich der Qualität der damit hergestellten Polymerisate sind die beiden Proben der Amphoseife 18 gleichwertig.

gez. Herrle
" F(ikentseher)
" R(eppe)

Durchschlag an:
F.F. Abteilung.

Durchschlag

A k t e n n o t i s

Für die Aluminiumwalzwerke geeignetes Material zur Folienherstellung (Igelit MP Typ VB 15).

Bei unserem Vorgehen mit Luvithermfolien zeigt sich ein ausserordentlich reges Interesse für Folien dieser Art.

Da bei der Verwendung von Igelit PCU Typ K für die Herstellung der Luvithermfolie neben der Luvithermmaschine ein Nischwalzwerk und ein Kalander benötigt werden, ist mit einer Grossentwicklung dieser Folie frühestens in 1 bis 2 Jahren zu rechnen.

Wir haben daher Versuche angestellt, aus dem leichter verarbeitbaren und für Folien entwickelten Igelit MP Typ VB 15 von Pulver ausgehend in einem Walsengang Folien herzustellen, um zu sehen, ob die Aluminiumwalzwerke mit diesem Material auf ihren vorhandenen Walzen zu den gewünschten Folien gelangen können.

Versuchsergebnis:

- 1.) VB 15 liefert in einem einzigen Walsengang aus Pulver gute und völlig farblose Walsfolien - Anlage 1.
- 2.) Die aus VB 15 erhaltene Walsfolie kann durch den Luvithermeffekt in eine Luvithermfolie übergeführt werden - Anlage 2.
- 3.) Auf dem Kalander erhält man bei wesentlich tieferer Temperatur als bei Igelit PCU Typ K dünne Folien.
- 4.) Die Folien aus VB 15 lassen sich besser und bei tieferer Temperatur kaschieren als die Folien aus Igelit PCU Typ K und verschweissen in Gegensatz zu diesen wie Astralon.
- 5.) Der bisher beobachtete einzige Nachteil der Folie aus VB 15, ihr niedrigerer Erweichungspunkt, ist für grosse Anwendungsgebiete ohne Bedeutung.

Durchschlag

Fabrikationsmöglichkeit:

Für die Herstellung von 100 Tonne Igelit MP Typ VB 15 werden neben 65 Tonne Acrylon nur 15 Tonne Acrylnurebutylester monatlich benötigt, welche voraussichtlich für diesen Zweck freigegeben werden können.

Die Polymerisation ist in der MP-Fabrik schon großtechnisch durchgeführt worden und verläuft nach Art der Acrylesteralechpolymersation mit hoher Geschwindigkeit.

Die Aufarbeitung des Polymerisates, die bisher durch Fällung, Sinterung, Waschung, Stabilisierung und Trocknung erfolgte, könnte für diesen Verwendungszweck zweckmäßiger durch einfaches Trocknen der Masse geschoben (SCHÖNE-WITZ-Verfahren).

Vorschlag:

Um in kürzester Frist einen größeren Absatz von Igelit für Feinfolien zu schaffen, sind folgende Massnahmen nötig:

- 1.) Die Herstellung eines größeren Postens von Igelit MP Typ VB 15 in der MP-Fabrik, Trocknung der Polymerisatteilchen in Kreis- oder Kublens-Trockner und Bedampfung an diejenigen Firmen, die auf vorhandenen Walzen Folien herstellen können.
- 2.) Der beschleunigte Bau von einer entsprechenden Anzahl Lavithermaschinen, die sich viel rascher und mit wesentlich geringeren Materialaufwand herstellen und aufstellen lassen als die schweren Kalander.
- 3.) Damit soll gleichzeitig die im Gang befindliche Entwicklung der Lavithermaschine mit Hilfe von Kalandern nicht betroffen werden, da das Arbeiten auf Kalandern zweifellos zu technisch einwandfreiern, in ihrer Stärke gleichmäßigeren Folie führt.

Wegen der oben erwähnten Vorteile werden die Lavithermaschinen aus

- / -

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Fi./Hd.

7.1.41

3

Igolit MP Typ VB 15 auch in Friedenszeiten neben der härteren und
in Erweichungspunkt höher liegenden Pelie aus Igolit POU Typ K
ihren Markt behaupten.

gez. Fikentscher
" R(eppe)

Durchschlag an:

Herrn Dir. Sr. AMEROS,
" " Dr. KESSELER,
Color. Abtlg./Kuro,
L.K.-Abtlg.

16.12.40

A k t e n n o t i z !

zur Besprechungsnotiz d. Anorgan. Abteilung v. 11.12.40.

Herr Dr. LÜHDEMANN wurde veranlasst, die erforderlichen Eisenmengen Herrn Dr. LORENZ wegen Kennziffer schnellstens bekanntzugeben.

Aus den in der Aktennotiz gemachten Angaben über die Kontaktlieferung 7 und 6 könnte man den Eindruck gewinnen, als ob diese Kontakte in Ordnung seien. Es muss ausdrücklich festgestellt werden, dass die Aktivität dieser Kontakte gegenüber Lieferung 3 und 4 ganz erheblich zu wünschen übrig lässt. Wenn die Lieferung 7 in Ofen 1 heute 5 1/2 Wochen lebt und wenn Lieferung 6 in Ofen 2 bis heute, da er wegen 1,5 Atm. Druckdifferenz abgestellt wurde, 7 Wochen gelebt hat, so ist das ausschliesslich den Verbesserungen chemischer Art: Druckdestillation und Übergang auf 20 % Formaldehyd zuzuschreiben.

Die folgende Zusammenstellung zeigt die Unterschiede:

Der gute Kontakt, Lieferung 3 u. 4, lebte 56 Tage ohne Druckdestillation und mit 25 % CH₂O.

| <u>Formaldehyd in</u> | | <u>Temperaturen</u> |
|-----------------------|-------|---------------------|
| <u>Austrag</u> | | |
| nach 1 Tag | 0,2 % | 90 - 102° |
| " 56 Tagen | 0,8 % | 100 - 115°. |

Lieferung 6 dagegen zeigte ohne Druckdestillation und mit 25 % CH₂O (also vergleichbare Bedingungen):

| | | |
|------------|-------|-------|
| nach 1 Tag | 0,9 % | 105° |
| " 5 Tagen | 2,2 % | 120°. |

Dass dabei im oberen Teil grobe Stränge verwendet wurden, sagt nichts gegen die schlechte Aktivität der Lieferung 6, weil die groben Stränge, in Lu 295 geprüft, ausgezeichnet aktiv waren.

- / -

Durchschlag

16.12.40

2

Ofen 2 mit 7 Wochen Lebensdauer und Lieferung 6 konnte nur deshalb so lange gefahren werden, weil mit Druckdestillation und 20% CH_2O gearbeitet wurde:

| | <u>CH_2O im Anstrag:</u> | <u>Temperatur:</u> |
|---------------|---|--------------------|
| nach 10 Tagen | 1,5 % | 100° |
| " 49 " | 1,5 % | 120° |

Normalerweise hätte der Versuch nach kurzer Zeit abgestellt werden müssen, erst die Druckdestillation erlaubte, einen CH_2O -Gehalt von 1,5 % in Kauf zu nehmen.

Von Lieferung 7 gilt dasselbe; der Versuch geht jetzt 6 Wochen mit Druckdestillation und 20%igem Formaldehyd

| | <u>CH_2O im Anstrag:</u> | <u>Temperatur:</u> |
|------------|---|--------------------|
| nach 1 Tag | 1,2 % | 100° |
| " 42 Tagen | 1,5 % | 115° |

Auch hier geringe Aktivität. Es besteht kein Zweifel, wenn es gelingt, die Qualität von ^{Lieferung} ~~Lieferung~~ 3 und 4 wieder zu erreichen, die Lebensdauer unter den jetzigen Betriebsverhältnissen ganz erheblich zu erhöhen.

gez. Niemann

" R(eppe)

Durchschlag

16.12.40

A k t e n n o t i zzur Besprechungsnotiz d. Anergan.Abtteilung v.11.12.40.

Herr Dr. LÜHDEMANN wurde veranlasst, die erforderlichen Eisenmengen Herrn Dr. LORENZ wegen Kennziffer schnellstens bekanntzugeben.

Aus den in der Aktennotiz gemachten Angaben über die Kontaktlieferung 7 und 6 könnte man den Eindruck gewinnen, als ob diese Kontakte in Ordnung seien. Es muss ausdrücklich festgestellt werden, dass die Aktivität dieser Kontakte gegenüber Lieferung 3 und 4 ganz erheblich zu wünschen übrig lässt. Wenn die Lieferung 7 in Ofen 1 heute 5 1/2 Wochen lebt und wenn Lieferung 6 in Ofen 2 bis heute, da er wegen 1,5 Atm. Druckdifferenz abgestellt wurde, 7 Wochen gelebt hat, so ist das ausschliesslich den Verbesserungen chemischer Art: Druckdestillation und Übergang auf 20 % Formaldehyd zuzuschreiben.

Die folgende Zusammenstellung zeigt die Unterschiede:

Der gute Kontakt, Lieferung 3 u. 4, lebte 56 Tage ohne Druckdestillation und mit 25 % CH_2O .

| | <u>Formaldehyd im Austrag</u> | <u>Temperaturen</u> |
|------------|-------------------------------|---------------------|
| nach 1 Tag | 0,2 % | 90 - 102° |
| " 56 Tagen | 0,8 % | 100 - 115° |

Lieferung 6 dagegen zeigte ohne Druckdestillation und mit 25 % CH_2O (also vergleichbare Bedingungen):

| | | |
|------------|-------|------|
| nach 1 Tag | 0,9 % | 105° |
| " 5 Tagen | 2,2 % | 120° |

Dass dabei im oberen Teil grobe Stränge verwendet wurden, sagt nichts gegen die schlechte Aktivität der Lieferung 6, weil die groben Stränge, in Lu 295 geprüft, ausgezeichnet aktiv waren.

Durchschlag

Ofen 2 mit 7 Wochen Lebensdauer und Lieferung 6 konnte nur deshalb so lange gefahren werden, weil mit Druckdestillation und 20% CH_2O gearbeitet wurde:

| | <u>CH_2O im Austrag</u> | <u>Temperatur</u> |
|---------------|--|-------------------|
| nach 10 Tagen | 1,5 % | 100° |
| " 49 " | 1,5 % | 120° |

Normalerweise hätte der Versuch nach kurzer Zeit abgestellt werden müssen, erst die Druckdestillation erlaubte, einen CH_2O -Gehalt von 1,5 % in Kauf zu nehmen.

Von Lieferung 7 gilt dasselbe; der Versuch geht jetzt 6 Wochen mit Druckdestillation und 20%igen Formaldehyd

| | <u>CH_2O im Austrag</u> | <u>Temperatur</u> |
|------------|--|-------------------|
| nach 1 Tag | 1,2 % | 100° |
| " 42 Tagen | 1,5 % | 115° |

Auch hier geringe Aktivität. Es besteht kein Zweifel, wenn es gelingt, die Qualität von ~~...~~ ^{Lieferung} 3 und 4 wieder zu erreichen, die Lebensdauer unter den jetzigen Betriebsverhältnissen ganz erheblich zu erhöhen.

gez. Niemann

" R(eppe)

Durchschlag

Besuchs - Bericht.

Besichtigung und Übernahme des Luvithera-Verfahrens
durch die Dynamit-a.G., Troisdorf, am 4. Dez. 1940.

Besuch der Herren: Dr. R ü h m ,
Dr. L u t z ,
Obering. D r e w s ,
Dr. L o t t .

Eingangs wurden die Herren von Herrn Direktor Dr. R e p p e von den von der Verkaufsabteilung beabsichtigten Vorgehen mit dem Luvithera-Verfahren auch bei nicht I.G.-Firmen unterrichtet und ihnen ein Exemplar des Gemeinschaftsvertrages ausgehändigt. Die Frage des Herrn Dr. R ü h m , ob technische Fortschritte von Troisdorf dem Gemeinschaftsvertrag entsprechend über die I.G. an die nicht I.G.-Firmen mitgeteilt werden müssten, wurde von Herrn Dir. Dr. R e p p e bejaht. Auf Anfrage von Herrn Dr. R ü h m wurde auf die Bereitwilligkeit des Heereswaffenamtes, Troisdorf bei der Beschaffung der Maschinen nach Möglichkeit zu unterstützen, noch einmal hingewiesen.

Bei der Durchsprache des Luvithera-Berichtes vom 25.10.40 gaben wir Herrn Dr. R ü h m Auskünfte über einzelne spezielle Fragen, besonders hinsichtlich unserer Versuche zur Herstellung dickerer Folien (bis zu 0,15 mm), hinsichtlich der Gleichmäßigkeit der Luvitherafolien, der Frage des Ausgangsmaterials und der Stabilisierung.

Bei der anschließenden Besichtigung der Apparatur in Bau 510 b konnte die Apparatur wegen einer kurzfristigen Betriebsstörung zunächst nur im Stillstand vorgezeigt werden. Den Herren von Troisdorf wurde in Gegenwart der Herren Dr. Ing. F I N T S C H und J A C Q U E die gesamte Anlage von der Vermischung und Siebung bis zum Schneiden der Folien eingehend gezeigt und erläutert.

-/-

Durchschlag

Dabei fanden vor allem die Art des Einbringens der Zusatzstoffe (Wachs und Stabilisator) durch Mahlen derselben in Gegenwart von Igelitpulver und anschließendes Mischen in einfachen Mischtrommeln, die Kühlung der Lager der Kalanderrollen mit temperiertem Kühlwasser in Umlauf, die Schneidevorrichtung für die die Kalandere verlassende Walzhaut auf der obersten Kalanderrolle, das Kalanderefundament und die Einzel*zu den*fraktion ~~einer~~ Schneidemaschine, das besondere Interesse der Troisdorfer Herren.

Die Luvithermaschine wurde unter Erläuterung des physikalisch-technischen Vorgangs beim Verschmelzen und Strecken besonders ausführlich behandelt. U.a. wurde die automatische Temperaturregung der geheizten Walstrommeln mittels eines von uns ausgearbeiteten Strahlungs-Pyrometers vorgeführt, sowie der Antrieb der einzelnen Walzen über EV-Getriebe.

Bei der Vorführung der Folien der verschiedenen Typen 20 und 6 wurde ihnen unsere Prüfung zur Bestimmung der Porenzahl der Folien gezeigt.

In einer anschließenden Besprechung, an welcher auch Herren von Betrieb (Dr. HANSEN und Dr. SCHOLE) und von der Color.-abtlg. (Dr. BECKER, Dr. HILF, Dr. KLING, QUARNHAL) teilnahmen, wurden Fragen der Stabilisierung, der Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von Astralon von den Polymerisationsbedingungen und dem k-Wert, der Bestimmung des Erweichungspunktes, der Entmischungerscheinungen in den Astralonfolien und einige Betriebsfragen besprochen.

Nach dem Essen konnten die Herren von Troisdorf noch bei den Anfahren der Luvithermaschinerie zugegen sein und sich von der störungsfreien Herstellung der Folien überzeugen. Gleichzeitig wurde das Kaschieren der Luvitherfolien ohne Klebemittel auf Papier auf einer kleinen geheizten Walze vorgeführt, wobei gezeigt wurde, dass das lästige Einrollen des kaschierten Papiers durch einfache Massnahmen behoben werden kann.

-/-

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Durchschlag an:
F.H.-Abteilung.

Hauptlaboratorium
Dr. He/b

28.11.40. I.

A k t e n n o t i z .

Betreff: Ersets von Amphoseife 18 für die Polymerisation
und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (12).

Prüfung der Produkte:

- ZL 1459 = Amphoseife 18 Lösung aus Oktadecylen
- ZL 1470 = " " " Dodecylen
- ZL 1471 = " " " Olefin v. Wachsalkohol US248
- ZL 1472 = " " " Olefin v. synth. Alkohol C₁₈
- ZL 1473 = " " " Olefin aus Kokosfettalkohol.

Wir haben diese mit Schreiben vom 13. ds. Mts. von der F.H. Abtlg. erhaltenen Produkte in unserem Standardansatz in Vergleich zu Amphoseife 18 geprüft und erhielten dabei folgende Werte:

| Versuch | Emulgator | Zeit Std. | Koagulat | k-Wert | E.P. | Cl. |
|---------|---------------|-----------|----------|--------|-------|--------|
| B 2393 | ZL 1459 | 8 | 8 g | 84 | 61° | 44,7 % |
| B 2394 | ZL 1470 | 10 | 20 | 84 | 61° | 44,2 |
| B 2395 | ZL 1471 | 6 | 17 | 88 | 61° | 44,0 |
| B 2396 | ZL 1472 | 5,5 | 22 | 77 | 60° | 43,4 |
| B 2397 | ZL 1473 | 6 | 11 | 84 | 58,5° | 45,2 |
| B 2398 | Amphoseife 18 | 6 | 1 | 84 | 58,5° | 42,7 |

Die untersuchten Produkte stellen klare Lösungen dar. Die Farbe von ZL 1470 und ZL 1473 ist leicht braun, die übrigen Lösungen sind nur schwach gefärbt.

In ihrer Emulgierwirkung erreichen die neuen Emulgi^{er}smittel Amphoseife 18 nicht. Dagegen liegen die erzielten Polymerisationsseiten günstig. Die mit den neuen Produkten hergestellten Polymerisate sind bezüglich Farbe, Klarheit, k-Wert, E.P. und Hitzebeständigkeit einem mit Amphoseife 18 hergestellten Vergleichsprodukt gleichwertig.

Eine Beurteilung der Brauchbarkeit der neuen Produkte ist erst nach Durchführung von Grossversuchen möglich.

gez: Herrle.
F(ikentscher).
gez. Reppe

Durchschlag

27.11.49 2

Dr. Niemann

KenntnisBetreff: Collonral AVA (Produkt AVA).

In dem am 25. d. M. von Herrn Dr. G. F. K. von Firma Kalle & Co., Wiesbaden-Albrich, mit unserem Herrn Dr. K. H. K. geführten Telefongespräch hat er um Auskunft über die Herstellungsmöglichkeit von 25 Kilo Collonral AVA 100%ig, an der Bundeschaft gesucht, über evtl. Ausgaben sprechen zu können. Bei dem von uns entwickelten Collonral AVA handelt es sich um ein Mischpolymerisat aus acrylamiden Acrylamid und N-Vinylpyrrolidon, das in 50%iger wässriger Lösung abgegeben wird. Für die Herstellung von 100 kg Festprodukt sind 50 kg Acrylamid und 26 kg N-Vinylpyrrolidon erforderlich, d.h. für die Produktion der geforderten 25 Kilo sind mindestens monatlich 15 to Acrylamid und 6,5 to N-Vinylpyrrolidon notwendig.

Um eine gleichmäßige Fabrikation durchzuführen, benötigen wir seit einiger Zeit eine konzentrierte destill. Acrylamid, die wir aus der technischen Säure in einer kleinen Anlage in LA 26 herstellen. Die Anlage, die bei störungsfreiem Betrieb etw. 2,5 kg Acrylamid liefert, ist als Versuchsanlage aufgestellt worden. Sie soll, sobald wie möglich, von der Acrylamid-Fabrik in technischen Maßstab übernommen werden.

Durchschlag an:H. Dir. Dr. K. H. K.,
H. Dr. K. H. K.,
L. A. -Abteilung.

gez. Kunkel

" F(ikentscher)

" R(epps)

Durchschlag

Dr. W. W. W.
1940

A k t e n n o t i z .

Betr.: Umbau der Butadiendestillation in Lu 392.

Wie unsere Versuche in Lu 392 ergaben, ist das nach dem REPPE-Verfahren entstehende Butadien aus 1.4-Butol völlig frei, dasjenige aus Gemischen von 1.3 - 1.4-Butol nahezu frei (0,2%) von Propylen. Auf Grund dieser Tatsache lässt sich die Aufarbeitung des anfallenden Wasser-, Tetrahydrofuran-, Butadien-Gemisches auf nur zwei Kolonnen vereinfachen. Wir schlagen daher vor, die Destillation in Lu 392 auf diese zwei Kolonnen zu beschränken, und im Rahmen dieses Umbaus gleichzeitig einige Vereinfachungen einzuführen und zu prüfen, wie sie für den Ausbau des Ludwigshafener Bunawerkes geplant sind.

Wie bereits erwähnt, soll die Trennung des aus dem Kontaktofen austretenden Wasser-, Tetrahydrofuran-Butadien-Gemisches in zwei Kolonnen erfolgen. Kolonne I bewirkt die Abtrennung des Wassers (Sumpf) von einem tetrahydrofuranarmen Butadien (über Kopf) und butadienfreiem Tetrahydrofuran (unterhalb des Dephlegmators), Kolonne II bei 4 ata die Reindestillation des tetrahydrofuranarmen Butadiens. Die Entfernung von Aldehyden erfolgt teils durch KOH 20-40%ig in der Gasphase vor dem Kompressor, teils durch Ätzkali in flüssiger Phase vor Kolonne II.

Diese Trennung des Butadiens vom Tetrahydrofuran bei 4 ata ist zweckmässig, da

- 1.) bei der drucklosen Destillation der mit Sole gespeiste Dephlegmator vereisen würde,
- 2.) die Destillation unter Druck die Kosten einer Kälteanlage erspart und dadurch billiger ist.

Durch den Umbau werden gleichzeitig einige Fragen geklärt, über die bisher noch nicht genügende Erfahrungen vorliegen:

- 1.) Treten bei der Butadien-Tetrahydrofuran-Destillation unter Druck im Dauerbetrieb irgendwelche Polymerisationserscheinungen auf ?

-/-

Bei der Propylen-Butadien-Destillation stellte sich heraus, dass die Anwendung von Druck zumeist mit dem Auftreten von Polymerisaten des Butadiens verbunden war. Bei Tetrahydrofuran-Butadien-Gemischen befindet sich das über Kopf gehende Butadien jedoch ständig in Strömung und gelangt nur in die kalten Zonen der Kolonne, während bei der Propylen-Butadien-Destillation das im Sumpf abgehende Butadien leicht in der Blase überhitzt werden kann. Da im Sumpf der Kolonne II praktisch kein Butadien, sondern nur Tetrahydrofuran ist, ist die Polymerisationsgefahr von vornherein als sehr klein zu veranschlagen.

- 2.) Wie gross muss die KOH-Wäsche sein und wie weit kann man den Kaliverbrauch einschränken? Kann die Reinigung mit KOH eytl. ganz wegfallen?
- 3.) Wirkt sich ein Gehalt von 0,2% Propylen störend auf die Destillation aus? Kann also die gleiche Destillationsanlage für die Destillation von Butadien aus 1.4-Butol allein, wie für solches aus Gemischen von 1.3 - 1.4-Butol verwandt werden?

Die Entfernung des Butyraldehyds aus dem Tetrahydrofurankreislauf mittels zweier Kolonnen - auf Grund von Arbeiten von Dr. v. KUTEPOW - ist bereits im Bau.

Weiterhin ist geplant, das Schlangensystem der Sangershauser-Heizung im Kontaktofen mit Höchstdruckdampf zu speisen.

Nach Durchführung dieser Arbeiten wird Lu 392 in allen Einheiten dem geplanten Schema für die Erstellung des Ludwigshafener Bunawerkes entsprechen. Wir werden dadurch in der Lage sein, dieses Schema bereits jetzt zu prüfen und weitere Erfahrungen rechtzeitig zu verwerten.

Mengenschema.

Der Berechnung der Apparatur sollen zwei Mengenverhältnisse zugrundegelegt werden, die einer Ofenfüllung von 7 t und 9 t entsprechen. Die Kontaktleistung soll 20 g Butadien pro Stunde und Liter Kontakt betragen.

| Mengen / Std. | 7 t Kontakt | 9 t Kontakt |
|-----------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Vor Ofen. | | |
| 1.4-Butol | 245 kg (2,72 KMol) | 315 kg (3,50 KMol) |
| Kreislauf: T 100% | 785 kg | 1001 kg |
| Aldehyd | 39 " } 877 kg | 50 " } 1117 kg |
| Wasser | 53 " } | 66 " } |
| Zusatzdampf | 163 " | 210 " |
| Kolonne I: | | |
| Zugang: Butadien | 140 kg | 180 kg |
| Kreislauf: | 877 " | 1117 " |
| Wasser | 261 " | 336 " |
| Sumpf: Wasser | 261 " | 336 " |
| Öl | 5 " | 6 " |
| Unterh. Dephl.: T az. | 842 " | 1072 " |
| Über Kopf: Butadien | 140 " | 180 " |
| T 100% | 35 " | 45 " |
| Aldehyd | 1,75 kg | 2,25 kg |
| Wasser | 0,35 " | 0,45 " |
| Vor Kompressor: | | |
| | 74,1 m ³ 0°C 760 mm | 94,7 m ³ 0°C 760 mm |
| | 79,4 " 20°C 760 mm | 101,5 " 20°C " " |
| Vor KOH-Wäsche: | | |
| Butadien | 140 kg) | 180 kg) |
| T 100%ig | 35 ") | 45 ") |
| Aldehyd | 1,75 kg) 260 l | 2,25 kg) 332 l |
| Wasser | 0,35 ") | 0,45 ") |
| Kolonne II: | | |
| Sumpf: T 100% | 35 kg | 45 kg |
| Öl | 1,5 kg | 1,9 kg |
| Über Kopf: Butadien | 140 kg | 180 kg |

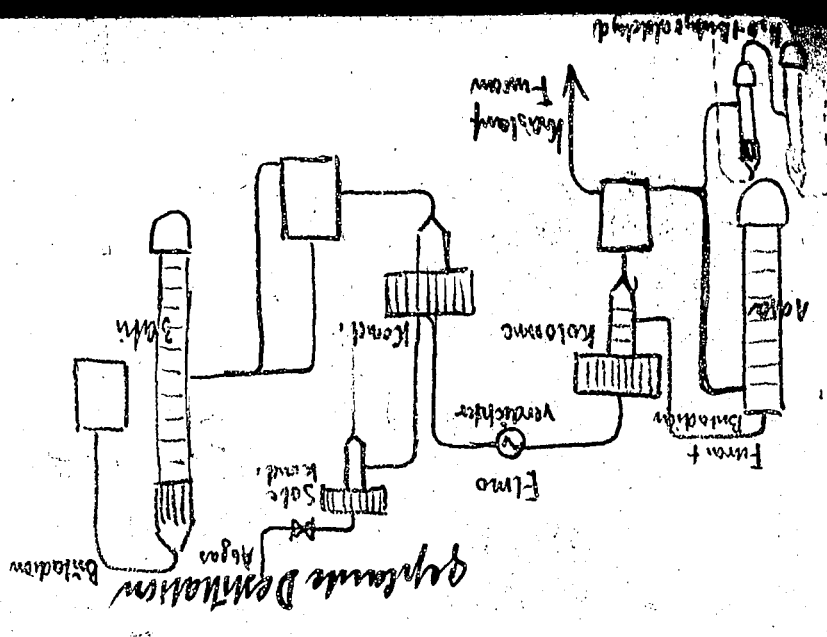
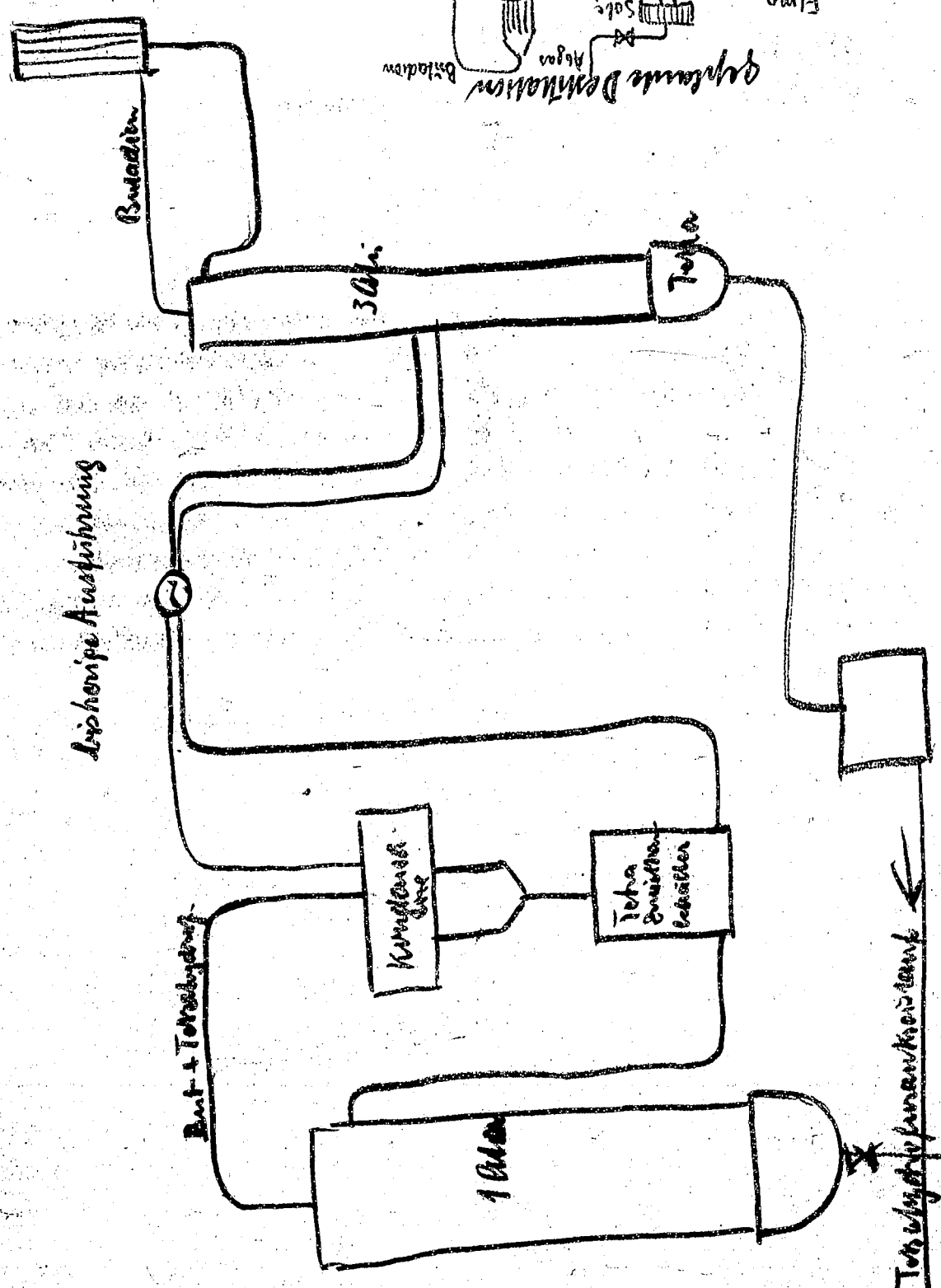
Zusätzlicher Apparatebedarf.

Für die Kompression des Gases vor Kolonne II kann bis zur Beschaffung eines Kolbenkompressors unser Elmo-Gebläse verwandt werden. Das zur Zeit als Ringflüssigkeit benutzte Tetrahydrofuran müsste durch 1,3-Butol oder Gemisch von Butendiol - 1,4-Butol (Einfriergefahr im Winter!) ersetzt werden. Für Kolonne II berechnet sich eine Glockenbodenkolonne von 300 mm. Eine derartige kann möglicherweise durch Obring. Dr. BÜCHE in absehbarer Zeit beschafft werden. Auch die Beschaffung der Kühler und Zwischenbehälter für einen Druck von 4 ata müsste in kurzer Zeit möglich sein, sodass die Aufnahme der Umbauarbeiten bereits Anfang 1941 durchgeführt werden könnte.

Daumiller

Ø an: Herrn Dir. Dr. REPPE
Herrn Dr. NIEMANN
Herrn Dr. STEINHOFER
Herrn Dr. MÖLLER
Herrn Dr. DAUMILLER
Herrn Dr. LORENZ, T.A.
Herrn Dipl. Ing. BÜCHLER, L.K.-Abt./Betriebsschlosserei

Dispersive Ausföhrung



Trennvorgang

#0+0le

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Dr. K. K. / H. Laboratorium

14.11.40 I

A k t e n n o t i s

Acrylsäureäthylester aus Acetylen, Nickelcarbonyl, Alkohol, Salzsäure.

K a l k u l a t i o n

| Einsatz | RM/kg | kg | RM. | | | | |
|---|-------|----|--------|--------|--------|--------|--------|
| 650 kg Alkohol 96%ig (14 Mol) | 48,85 | | 317,53 | | | | |
| 200 kg Salzsäure konz. | 3,60 | | 7,20 | | | | |
| 115 kg Acetylen (10% Überschuss) | 45,— | | 51,75 | | | | |
| 2,94 kg Nickel = 5% Verlust | 245,— | | 7,20 | | | | |
| | | | 383,68 | | | | |
| 374 kg Alkohol zurück- gewonnen (Ver- brauch 1,5 Mol Alkohol pro 1,0 Mol Ester) | 48,85 | | 181,50 | | | | |
| | | | 202,18 | | | | |
| <u>Spesen f. Alkoholrückgew.</u> | 4,— | | 14,95 | | | | |
| <u>Materialpreis ohne Nickelcarbonyl</u> | | | 217,13 | 217,13 | 217,13 | 217,13 | 217,13 |
| 170 kg Nickelcarbonyl aus Regeneration | 20,— | | 34,— | | | | |
| " | 25,— | | | 42,50 | | | |
| " | 30,— | | | | 51,— | | |
| Reg. in Oppau | 60,— | | | | | 102,— | |
| <u>Materialpreis pro Ansatz</u> | | | 251,13 | 259,63 | 268,13 | 319,13 | |
| für 100 kg Ester bei Ausbeute (320 kg) 80% | | | 78,50 | 81,10 | 83,80 | 99,70 | |
| (ber. auf Ni(CO) ₄) (340 kg) 85% | | | 73,80 | 76,30 | 78,90 | 93,80 | |
| (360 kg) 90% | | | 69,70 | 72,10 | 74,60 | 88,60 | |

Spesen für 100 kg Ester RM. 17,— nach besonderer Aufstellung
(Spesen für Alkoholrückgewinnung sind oben schon eingerechnet)

| <u>Einstandspreis für 100 kg Ester</u> | | | | | |
|--|-----|-------|-------|--------|--------|
| bei Ausbeute | 80% | 95,50 | 98,10 | 100,80 | 116,70 |
| | 85% | 90,80 | 93,30 | 95,90 | 110,80 |
| | 90% | 86,70 | 89,10 | 91,60 | 105,60 |

I II III IV

Durchschlag

14.11.40

II

In der Kalkulation ist der Alkohol mit RM. 48,85/-% kg eingesetzt (Vergleichspreis von 1.VII.39), wobei gleichzeitig ein Alkoholverbrauch von 1,5 Mol auf 1 Mol Ester angenommen ist, wie er sich auf Grund der Erfahrungen des Herrn Dr. HAGEN in der Acrylesterfabrik ergibt.

Setzt man für die Regenerierung der erhaltenen Nickelchloridlösung zu Nickelcarbonyl den von der Nickelfabrik Oppau angegebenen Preis von RM. 60,--/-% kg ein, so kommt man zu dem Preis der Spalte IV. Nicht berücksichtigt sind in dem Preis von Oppau die Transportkosten. Bei einer Ausbeute von 80% liegt dann der Preis des Esters immer noch unter, oder ist höchstens gleich dem von Herrn Dr. HAGEN mitgeteilten und für Mitte 1941 zu erwartenden Preis für den Ester nach dem Äthylencyanhydrinverfahren von RM. 126,--/-% kg.

Mit dem z.Zt. in Bearbeitung befindlichen Regenerierungsverfahren hoffen wir, die in Oppau durchzuführende umständliche und zeitraubende Fällung des Nickels umgehen zu können und zu einem günstigeren Regenerationspreis zu kommen. Das $Ni(CO)_4$ wird sich dann voraussichtlich auf RM. 30,--/-% kg stellen, sodass man den in Spalte III angeführten Esterpreis erhält.

Bei einer Annahme von 5% Nickelverlust und einer Ausbeute von 80% können mit den z.Zt. vorhandenen 3 to Nickel ungefähr 550 to Acrylsäureäthylester hergestellt werden. Da die geplante Anlage für 30 Moto Ester berechnet ist, sicher aber eine höhere Produktionskapazität besitzt, könnte diese mit der vorhandenen Nickelmenge ungefähr 1 Jahr betrieben werden.

Wie aus der folgenden kurzen Zusammenstellung hervorgeht, macht sich jedoch der Nickelverlust auf die für den Nickelkreislauf zur Verfügung stehende Menge sehr bald stark bemerkbar. Schon am Ende des 5. Monats stehen nur noch 1700 kg Nickel zur Verfügung. Um die Produktion auf 30 Moto halten zu können, muss der Kreislauf des Nickels immer mehr beschleunigt werden. Durch die Regenerierung in Oppau und den Transport sind jedoch hier sehr enge Grenzen gesetzt.

-/-

Durchschlag

14.11.40 II

In der Kalkulation ist der Alkohol mit RM. 48,85/kg eingesetzt (Vergleichspreis von 1.VII.39), wobei gleichzeitig ein Alkoholverbrauch von 1,5 Mol auf 1 Mol Ester angenommen ist, wie er sich auf Grund der Erfahrungen des Herrn Dr. HAGEN in der Acrylesterfabrik ergibt.

Setzt man für die Regenerierung der erhaltenen Nickelchloridlösung zu Nickelcarbonyl den von der Nickelfabrik Oppau angegebenen Preis von RM. 60,--/kg ein, so kommt man zu dem Preis der Spalte IV. Nicht berücksichtigt sind in dem Preis von Oppau die Transportkosten. Bei einer Ausbeute von 80% liegt dann der Preis des Esters immer noch unter, oder ist höchstens gleich dem von Herrn Dr. HAGEN mitgeteilten und für Mitte 1941 zu erwartenden Preis für den Ester nach dem Äthylenoxyhydrinverfahren von RM. 126,--/kg.

Mit dem s.Zt. in Bearbeitung befindlichen Regenerierungsverfahren hoffen wir, die in Oppau durchzuführende umständliche und zeitraubende Fällung des Nickels umgehen zu können und zu einem günstigeren Regenerationspreis zu kommen. Das $Ni(CO)_4$ wird sich dann voraussichtlich auf RM. 30,--/kg stellen, sodass man den in Spalte III angeführten Esterpreis erhält.

Bei einer Annahme von 5% Nickelverlust und einer Ausbeute von 80% können mit den s.Zt. vorhandenen 3 to Nickel ungefähr 330 to Acrylsäureäthylester hergestellt werden. Da die geplante Anlage für 30 Moto Ester berechnet ist, sicher aber eine höhere Produktionskapazität besitzt, könnte diese mit der vorhandenen Nickelmenge ungefähr 1 Jahr betrieben werden.

Wie aus der folgenden kurzen Zusammenstellung hervorgeht, macht sich jedoch der Nickelverlust auf die für den Nickelkreislauf zur Verfügung stehende Menge sehr bald stark bemerkbar. Schon am Ende des 5. Monats stehen nur noch 1700 kg Nickel zur Verfügung. Um die Produktion auf 30 Moto halten zu können, muss der Kreislauf des Nickels immer mehr beschleunigt werden. Durch die Regenerierung in Oppau und den Transport sind jedoch hier sehr enge Grenzen gesetzt.

-/-

Durchschlag

14.11.40

II

In der Kalkulation ist der Alkohol mit RM. 48,85/kg eingesetzt (Vergleichspreis vom 1.VII.39), wobei gleichzeitig ein Alkoholverbrauch von 1,5 Mol auf 1 Mol Ester angenommen ist, wie er sich auf Grund der Erfahrungen des Herrn Dr. HAGEN in der Acrylesterfabrik ergibt.

Setzt man für die Regenerierung der erhaltenen Nickelchloridlösung zu Nickelcarbonyl den von der Nickelfabrik Oppau angegebenen Preis von RM. 60,--/kg ein, so kommt man zu dem Preis der Spalte IV. Nicht berücksichtigt sind in dem Preis von Oppau die Transportkosten. Bei einer Ausbeute von 80% liegt dann der Preis des Esters immer noch unter, oder ist höchstens gleich dem von Herrn Dr. HAGEN mitgeteilten und für Mitte 1941 zu erwartenden Preis für den Ester nach dem Äthylenoxyhydrinverfahren von RM. 126,--/kg.

Mit dem z.Zt. in Bearbeitung befindlichen Regenerierungsverfahren hoffen wir, die in Oppau durchzuführende umständliche und zeitraubende Fällung des Nickels umgehen zu können und zu einem günstigeren Regenerationspreis zu kommen. Das $Ni(CO)_4$ wird sich dann voraussichtlich auf RM. 30,--/kg stellen, sodass man den in Spalte III angeführten Esterpreis erhält.

Bei einer Annahme von 5% Nickelverlust und einer Ausbeute von 80% können mit den z.Zt. vorhandenen 3 to Nickel ungefähr 330 to Acrylsäureäthylester hergestellt werden. Da die geplante Anlage für 30 Moto Ester berechnet ist, sicher aber eine höhere Produktionskapazität besitzt, könnte diese mit der vorhandenen Nickelmenge ungefähr 1 Jahr betrieben werden.

Wie aus der folgenden kurzen Zusammenstellung hervorgeht, macht sich jedoch der Nickelverlust auf die für den Nickelkreislauf zur Verfügung stehende Menge sehr bald stark bemerkbar. Schon am Ende des 5. Monats stehen nur noch 1700 kg Nickel zur Verfügung. Um die Produktion auf 30 Moto halten zu können, muss der Kreislauf des Nickels immer mehr beschleunigt werden. Durch die Regenerierung in Oppau und den Transport sind jedoch hier sehr enge Grenzen gesetzt.

-/-

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Dr. Ks/Tr.

14.11.40

III

| | eingesetzte Ni-menge in kg | bei einmaligen Durchsatz | | Ester- produktion pro Monat kg |
|-----------------|----------------------------------|--------------------------|--|---|
| | | Ni-Verlust kg (5%) | erhaltener Ester kg (80% Ausbeute) | |
| 1. Monat | 3 000 | 150 | 16 300 | 31 800 |
| | 2 850 | 142 | 15 500 | |
| 2. Monat | 2 708 | 136 | 14 700 | 28 650 |
| | 2 572 | 128 | 13 950 | |
| 3. Monat und | 2 444 | 122 | 13 250 | 59 950 |
| | 2 322 | 116 | 12 600 | |
| 4. Monat | 2 206 | 110 | 11 950 | |
| | 2 096 | 104 | 11 350 | |
| | 1 992 | 100 | 10 800 | |
| 5. Monat | 1 892 | 94 | 10 250 | 29 270 |
| | 1 798 | 90 | 9 750 | |
| | 1 708 | 85,5 | 9 270 | |

Es ist daher von ausschlaggebender Bedeutung, dass die vorhandene Nickelmenge konstant gehalten wird. Der entstehende Nickelverlust muss laufend ersetzt werden, wozu pro Monat ungefähr 300 kg Nickel notwendig sind.

ppg. Keller
Schuster

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS
L.K.-Abtlg.
Herrn Dr. NIEMANN
Herrn Dr. SCHUSTER

Durchschlag

12. XI. 40

Dr. Niemann

A k t e n n o t i z

Betr.: Dickenmessung der Luvithermfolie.

Besprechung am 11. November 1940 in Lu 150.

Anwesend die Herren

Ing. FRIDMANN,
Dr. PIETSCH,
JACQUE,
Dr. FIKENTSCHER.

Nach dem orientierenden Besuch des Herrn JACQUE in Nordenham zur Prüfung des Siemens & Halske-Kraftverlaufmessers und auf Grund der günstigen Begutachtung von 2 Luvithermfolien-Kabel (Ketschendorf u. De Te W) durch das Heeres-Waffenamt und die Zusage seiner Unterstützung bei der besseren Einstufung der für das Luvithermverfahren noch benötigten Apparatur war nunmehr zu entscheiden, welcher Dickenmesser für unsere Luvithermanlage bestellt werden soll.

1.) Dickenmesser nach Schopper.

Es ist anzunehmen, dass der Dickenmesser nach Schopper den jetzigen hohen Ansprüchen an Genauigkeit (± 1000 nm) nicht mehr genügt.

Trotzdem wird beschlossen, den vorhandenen Dickenmesser probeweise am Mischwalzwerk anzubauen und seine Messgenauigkeit an den vorhandenen Luvithermfolien zu prüfen. Das behelfsmässige zusätzliche Gestell wird von Herrn Dr. PIETSCH angefertigt.

2.) Siemens & Halske-Kraftverlaufmesser.

Die Prüfung der Luvithermfolie in dem Siemens & Halske-Kraftverlaufmesser in Nordenham ergab grundsätzlich dessen Brauchbarkeit. Die Genauigkeit scheint durchaus zu genügen. Die Messung der mittleren Dicke über einen grösseren Folienbereich kann gegenüber der Messung einer Linie mit einem mechanischen Abtastgerät vorteilhafter sein. Das Messgerät selbst ist wenig empfindlich und dürfte beim raschen Durchführen der Folie zu Fehlmessungen und Störungen weniger Anlass geben wie ein mechanisches Abtastgerät.

Durchschlag

12. XI. 40 2

Andererseits muss zur Erzielung einer genügenden Genauigkeit nach Herrn Ing. FRIEDMANN die DE sehr konstant sein und da diese von der Temperatur abhängig ist, auf konstante Temperatur der Rolle gesehen werden.

Die von Siemens & Halske genannte lange Lieferzeit (2 Jahre) hoffen wir durch Unterstützung des Heeres-Waffenamtes wesentlich abkürzen zu können.

Herr FRIEDMANN wird die Bestellungen des Kraftverlaufmessers und der Zusatzapparaturen zur Übertragung auf ein Schreibgerät und auf ein Steuergerät (vgl. Schreiben vom 29. I. 40 Seite 2) beschleunigt heranzugeben und uns einen Durchschlag davon zur Weitergabe an das Heeres-Waffenamt überlassen.

3.) ELTAS - Messgerät der AEG.

Dieses Gerät ist hinsichtlich seiner Messgenauigkeit und seiner Brauchbarkeit für rasch durchlaufende Polienbänder noch nicht erprobt.

Wegen des hohen Preises der ELTAS-Lehre und der dazugehörigen elektrischen Einrichtung wird beschlossen, zunächst Versuche mit einem bereits vorhandenen Orthotest nach Einbau von Rädern abzuwarten.

gez. Filkentscher

gez. Reppe

Durchschlag

Vertraulich!

12.XI.40

A k t e n n o t i z e !

Durchschlag an
Verk.-Abt./K. 75a.,
Color.-Abt./Kuro
H. Dir. Dr. AMBROS

Besuch bei De Te W und Heereswaffenamt in Berlin
am 31. Oktober und 1. November 1940

Betr.: Luvithermanfolie.

Die Besuche in Berlin erfolgten aus folgenden Gründen:

- 1.) Unsere provisorische Luvithermananlage einschließlich der Bedienung ist seit anfangs September 1940 in der Lage, die geforderte Kapazität von 2-3 Kote herzustellen. Da größere Aufträge z.Z. nicht vorlagen, mussten wir uns über den voraussichtlichen Bedarf der nächsten Monate unterrichten.
- 2.) Das Luvitherverfahren ist technisch soweit ausgearbeitet, dass auf Grund der vorhandenen Unterlagen eine Betriebsanlage projektiert werden kann. Es ist daher der Zeitpunkt gekommen, festzustellen, wie gross die wirtschaftlichen Aussichten für Luvithermanfolien sein werden.
- 3.) Wegen der mehrfachen Reklamation in der Anfangszeit und der wiederholten Änderungen der Dicken- und Breitenmasses durch die abnehmenden Firmen erschien es uns zweckmässig, uns mit dem derzeit grössten Kunden in Hetschendorf persönlich über die Anforderungen, die an die Folie zur Kabelbänderung gestellt werden, zu verständigen.
- 4.) Da wir für die Luvithermananlage ^{nur} die Dringlichkeitsstufe I b erhalten haben, aber andererseits einige Ersatz- und Zusatzapparate noch dringend benötigen, musste festgestellt werden, welche Bedeutung der Luvithermanfolie von Seiten des Heereswaffenamtes zugemessen wird und ob die Einstufung in eine höhere Dringlichkeit notwendig ist.

Besucht wurden am Vormittag des 31. Oktober 1940 das Kabelwerk von De Te W mit Herrn DRESCHER vom Verkaufsbüro Berlin und Herrn Dipl.-Ing. BUCK, Kuro, am Nachmittag des 31. v. M. mit Herrn Dipl.-Ing. BUCK die Prüfteilung des Heereswaffenamtes und am

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. FI/Hi.

Vertraulich!

12.XI.40

2

1. November 1940 das Wa. Chef-Ing. 4/X e Büro, Berlin-Charlottenburg, Steinplate 1.

Zu 1.): Der beabsichtigte Besuch in Ketschendorf kam nicht zu stande, weil Herr Dr. FISCHER uns an diesem Tage nicht empfangen konnte. Herrn Dipl.-Ing. BROX wurde mitgeteilt, dass die letzten Lieferungen sich einwandfrei verarbeiten lassen und in Ordnung seien. Die Entscheidung ^{fallen} liegt nunmehr beim Heeres-Waffenamt, das das von Ketschendorf hergestellte Kabel in Prüfung habe. Auf den Heeres-Waffenamt wurde uns sowohl von der Prüfungsabteilung (Dipl.-Ing. FREIFER) als auch vom Wa. Chef-Ing. 4/X e (Dipl.-Ing. SEIBERT) mitgeteilt, dass die bisherigen Prüfungsergebnisse, sowohl des nach dem Bekafolverfahren hergestellten Kabels von Ketschendorf als auch eines mit 4 mm Lavithersbindern gewickelten Kabels von Defetz, vollauf befriedigten und nach Abschluss einer längeren Lagerprobe mit größeren Bestellungen der Lavithersfolie durch Ketschendorf zu rechnen ist.

Da der Bedarf an Folien unsere Leistungsfähigkeit von 2-3 Tote übersteigen wird, wurde uns nahegelegt, die zuletzt gelieferte Lavithersfolie Typ G 36 auf Vorrat herauszustellen.

Zu 2.): Der Bedarf an Folien für das Bekafolverfahren wurde uns vertraulich ab Frühjahr 1941 zunächst mit 10 Tote allein für Ketschendorf genannt; bei weiterer Bewährung der Kabel rechnet das Heeres-Waffenamt mit einem späteren Bedarf von 50 Tote, wobei angenommen wird, dass auch andere Kabelwerke nach dem Ketschendorfer-Verfahren arbeiten werden.

Zu 3.): Die Festlegung von Abnahme-Bedingungen mit Ketschendorf war aus dem obengenannten Grund nicht möglich.

Bei der Besprechung mit den Herren der Defetz wurde von diesen an uns die Frage gestellt, ob wir aus Verbleiben der Folien beim Unwickeln ein Billiges, in der Wärme möglichst flüssiges und elektrisch hochwertiges Bindemittel empfehlen könnten. Die gelieferte Folie hat auch für die Versuche der Defetz in ihren Eigenschaften

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. Fi/Ri.

4.XI.40

3

entsprochen.

Die Ende Juni 1940 gelieferten 50 kg Luviethermfolien Typ 6 60 sind bei der Defek nicht eingetroffen. Wir sind ^{gegebenenfalls} bereit, sie zurückzunehmen, da wir seitdem allgemein auf die dünnere Folie übergegangen sind.

Zu 4.1) Als uns die Bedarfesahl für 10 bzw. 20 Foto Rollen genannt wurde, machten wir darauf aufmerksam, dass uns die Herstellung von 2-3 Foto n.ä. nur in einer provisorischen Versuchsanlage möglich ist.

Ein günstiges Ergebnis der Versuchsprüfung vorausgesetzt, halten die Herren des Kores-Werkes die Luviethermfolie zur Selbstherstellung für die aussichtsvollste und sind daher auch bereit, für die Luviethermanlage eine höhere Bringlichkeitsstufe zu befürworten.

gez. Fikentscher
R(epp)

Durchschlag

I. G. Ludwigshafen
Hauptlaboratorium
Dr. Ju/Ri.

Tag 9.XI.40 Blatt -

A k t e n n o t i z

1.4-Butylenglykol / III. Quartal 1940-

Hydrierversuch 532

Für die Kalkulation wurden 66,3% der Spesen verrechnet.

(72 Produktionstage)

| Spesen: | Summe: | für 100 kg Butandiol: | belastet 66,3%: |
|---|---------------|--------------------------|----------------------------------|
| Löhne | 6062 | 3,943 | 2,614 |
| Energien: | | | |
| N.D. Dampf | 443 | 0,288 | 0,191 |
| M.D. Dampf | 1413 | 0,919 | 0,6093 |
| Kraftstrom | 2194 | 1,427 | 0,9461 |
| Licht | 18 | 0,011 | 0,0077 |
| Wasser | 617 | 0,401 | 0,2658 |
| Luft | 5 | 0,003 | 0,0019 |
| Stickstoff | 414 | 0,269 | 0,178 |
| Reparatur | 2906 | 1,890 | 1,253 |
| Chemikalien + Geräte | 349 | 0,227 | 0,150 |
| Wohlfahrt + allge- meine Fabrikun- kosten | 10055 | 6,540 | 4,336 |
| Destillation | 19028 | 12,376 | 8,205 |
| S u m m e | 43504 | 28,294 | 18,7578 |
| Materialien | | | für 100 kg Butandiol: |
| Butindiol | 101380 | | 65,94 |
| Kontakt | 4376 | | 2,846 |
| Nullgas | 9612 | | 6,252 |
| S u m m e | 115368 | | 75,038 |
| Material+Spesen | 158872 | 103,3 | |
| Material + 66,3% Spesen | 144210 | | 93,79 |

F. Ju

E F A S K A D O K
I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

8.11.40
Dr. K. Wolf/E.

Dr. Nemann

Aktennotiz.

Betr.: Ferngespräch ZINSELMAYER (BARMAG) - Wolf.

Durchschlag an:
Herrn Dir. Dr. AMBROS

WOLF nimmt Bezug auf den Besuch SCHOTZKY - PIETSCH. Wir beabsichtigen, noch einige interne Klärungen herbeizuführen, bevor wir der endgültigen Bestellung einer Apparatur näher treten. Wir werden also gegebenenfalls später darauf zurückkommen. Auch würden wir die Anforderungen einer Apparatur hier durch Versuche soweit klären, dass eine Rücksprache Barmag - Aceta darüber sich erübrigt. ZINSELMAYER teilt mit, dass in dieser Richtung seinerseits noch nichts erfolgt ist. Ferner teilt er mit, dass ein Angebot über eine Aufpulvorrichtung an uns unterwegs ist. WOLF weist nochmals auf den streng vertraulichen Charakter der Unterredung von SCHOTZKY und PIETSCH hin und bittet um schriftliche Bestätigung. ZINSELMAYER meint, dass irgendwelche weitergehende Mitteilungen seitens dieser Herren gar nicht gemacht worden sind, sagt aber die Bestätigung zu.

gez. K. Wolf
" R(eppe)

Durchschlag

5.11.40

Dr. Niemann

A z t e n o t i s

Stand der Versuche zur Herstellung von Emulsion 10 PD.

An das Emulsion 10 PD werden u. a. folgende Forderungen gestellt:

- 1.) gute Emulgierbarkeit ohne Rückstand,
- 2.) gute Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln,
- 3.) koagulationsfreie Polymerisation,
- 4.) Überführen des Pulvers in Tablettenform.

Zu 1.): Schlechte Emulgierbarkeit kann bedingt sein:

- a) durch ungleichmäßiges Einpolymerisieren der Acrylsäure, bedingt durch stonweisen Verlauf der Polymerisation oder durch Vorpolymerisation im Zulaufgefäß.

Das gleichmäßige Einpolymerisieren der Acrylsäure wurde erreicht durch getrennten Zulauf der Emulsion und des Katalysators in das Polymerisationsgefäß.

- b) durch zu hohe Polymerisationstemperatur.

Die Polymerisationstemperatur darf 60° bis zur konstanten Enddichte der Emulsion nicht übersteigen.

(Bei Wiederholung mit Mesapon anstelle von Amphesife Ergebnis nicht eindeutig - wird wiederholt).

- c) durch zu hohe Temperatur beim Trocknen.

Das Produkt darf beim Trocknen an keiner Stelle über 70° erwärmt werden.

Zu 2.): Durch Abneutralisieren der Acrylsäure erhält man zwar einen gleichmäßigen Polymerisationsverlauf, wenig Koagulat und ein gut emulgierbares Em-Pulver. Das erhaltene Pulver ist aber in organischen Lösungsmitteln nicht löslich.

Seitdem die Forderung nach einer guten Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln aufgestellt worden ist, darf die Acrylsäure nicht in ihr Salz übergeführt werden. Die Polymerisation muss in saurem Gebiet durchgeführt werden.

Zu 3.): Die saure Polymerisation verläuft bei Verwendung von Amphesife 13 als Emulgiermittel nicht koagulationsfrei.

Durch Verwendung von Mesapon und Erhöhung des Prozentgehaltes auf 3,5 % sowie durch gleichmäßigen Zulauf der

Durchschlag

Analysen der Monomeren anstelle der 100%igen Monomeren wird nunmehr ein fast kongulatfreier Polymerisationsverlauf erzielt.

Sa 4.1: Die Tablettierung des sehr feinen Pulvers in einer normalen Tablettiermaschine (Dr. Gabel) ist bisher nicht gelungen.

Zum Trocknen stehen folgende Verfahren und Apparate zur Verfügung:

1.) 1 Mischerstäuber-Lufttrockner, Versuchsgruppe La 104.

Das in diesem Apparat getrocknete Pulver entspricht den coloristischen Anforderungen und wurde ausgegeben. Die Anlage ist für eine Produktion zu klein.

2.) Ein Versuchsversuch in dem Betriebs-Drause-Trockner Lu 253 ergab ein schlecht reemulgierbares Pulver infolge zu hoher Trocknungstemperatur.

Die Wiederholung des Versuches ist bei nächster Gelegenheit vorgesehen.

3.) Endlich läuft noch ein Trockenversuch auf einem kleinen Vakuumwälsentrockner in Technikum 6 a.

gez. Fikentscher
" R(eppe)

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMEROS, mit Schreiben NB. vom 1.10.40 (Dr. WEHNE),
L.C.-Abteilung.

Durchschlag

Besuchsbericht über die Besichtigung des elektrischen
Dickmessgerätes für Styreflexfolien der Firma Nordd.
Seekabelwerke Nordenham am 29. 10. 1940.

Besuchszweck:

Die obige Firma hat zur Dickmessung der von ihr hergestellten Styreflexfolien gemeinsam mit Siemens & Halske A.G., Wernerwerk, Berlin-Siemensstadt, ein elektrisches Dickmessgerät entwickelt, wozu ein von letztgenannter Firma gebauter Kraftverlaufmesser dient. Im Prinzip erfolgt die Messung in der Weise, dass durch den Luftspalt eines Messkondensators, der in einer Messbrücke liegt, die zu messende Folie geführt wird. Der durch die Kapazitätsänderung bedingte Brückenstrom wird über einen Verstärker einem Drehspulinstrument bzw. Schreibgerät zugeführt.

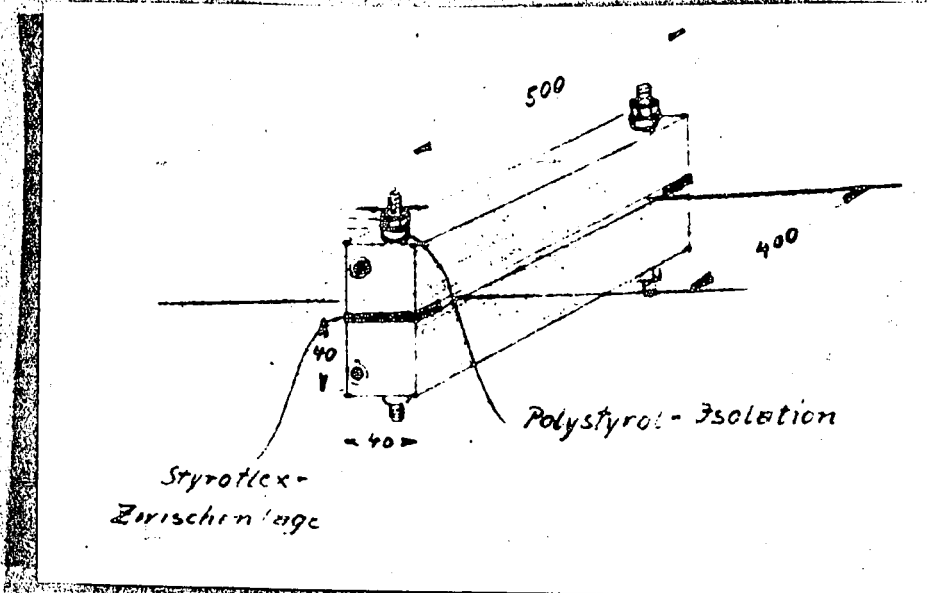
Zweck des Besuches war, an Hand von Messversuchen festzustellen, ob die Luvitheerfolien für dieses Messverfahren geeignet sind, u. ferner folgende Fragen zu klären:

- 1.) wie ist die Konstruktion des Messkondensators,
- 2.) treten infolge elektrostatischer Aufladungen Messfehler auf,
- 3.) ist auch bei der geforderten hohen Messgenauigkeit die Nullpunktlage genügend stabil.

Besuchsbericht:

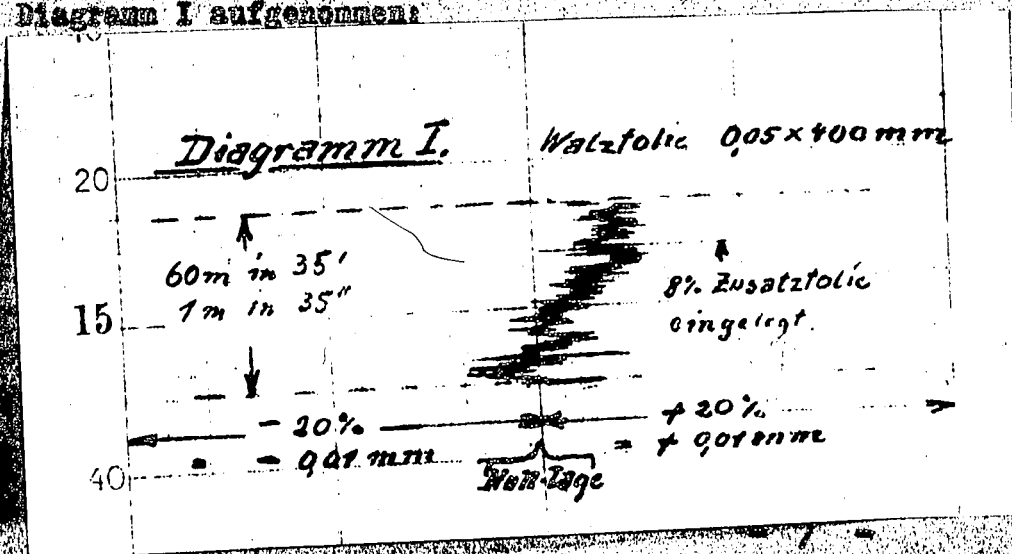
Herr Obering. HORN von der besuchten Firma konnte bei der Vorführung des Messinstrumentes zeigen, dass keiner der 3 Punkte einen störenden Einfluss auf die Messgenauigkeit ausübt.

Als Messkapazität dienen, wie folgende Skizze zeigt, 2 Vierkant-eisen mit einem quadratischen Querschnitt von etwa 40 x 40 mm, die mittels zwei elektrisch gut isolierten Schrauben zusammengehalten werden.



Durch Styroflex-Zwischenlagen an den beiden Enden der Vierkant-eisen wird ein etwa 0,5 mm breiter Spalt gebildet. Gegen elektro-statische Aufladungen oder sonstige störende Einflüsse sind ausser elektrostatisch geschützten Zuleitungen keine besondere Schutz-massnahmen nötig.

Um ein Bild über die Wirkungsweise des Instrumentes zu erhalten, wurde erst von einer Walzfolie 0,05 mm dick, ca. 40 cm breit, das folgende Diagramm I aufgenommen:

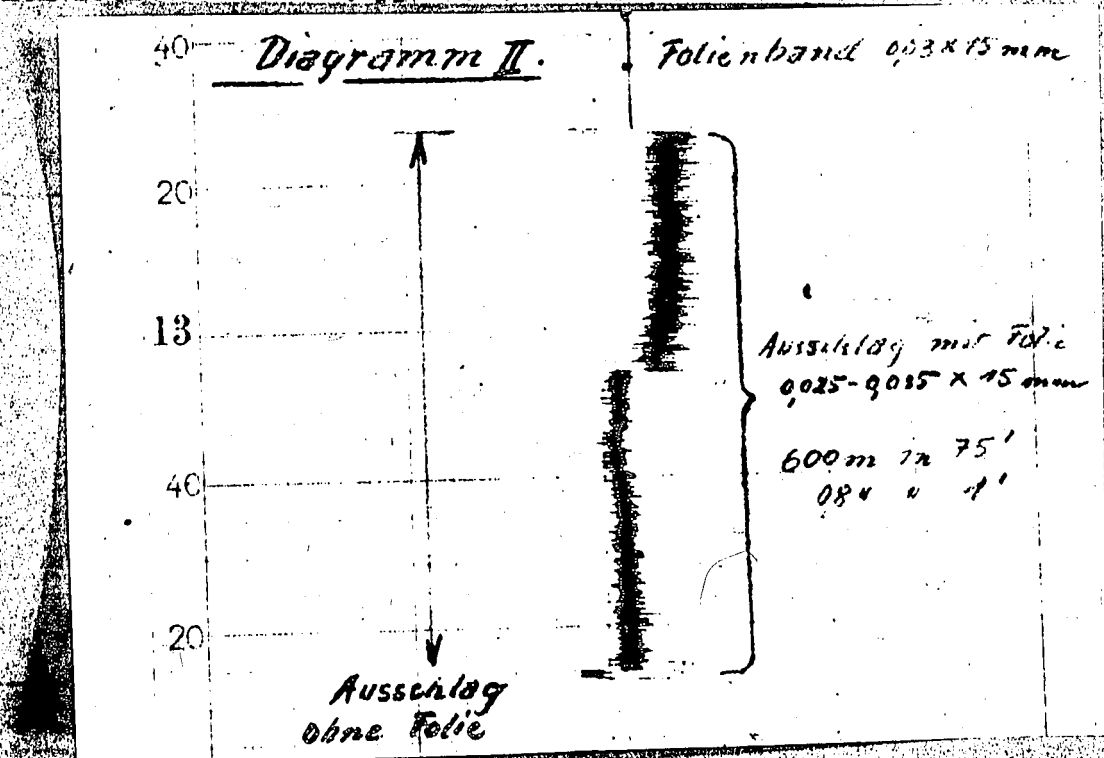


Durchschlag

Hierin
 Dabei wurde nach dem Einschleiben der Walzfolie in den Spalt des Messkondensators das Messgerät auf den 0-Punkt eingestellt. Zur Einstellung der gewünschten Empfindlichkeit wurde in den Spalt ein zusätzlicher Folienstreifen eingeführt, dessen Querschnitt 20 % der zu messenden Folie betrug. Der durch diesen Streifen bedingte Ausschlag des Messinstrumentes wurde bis an die Messgrenze des Schreibgerätes durch entsprechende Einstellung vergrößert. Bei dieser Einstellung entspricht eine Dickenänderung von 1 μ einem Ausschlag von 6 mm. Aus dem Diagramm I ist ersichtlich, dass die gemessene Walzfolie bei 35 m Länge eine Dickenänderung von $\pm 2,5 \mu$ besass.

Herr H. erklärte, dass es möglich ist, durch Anbringung von isolierten Einzelplatten auf die beiden Vierkanteisen des Messkondensators an jeder beliebigen Stelle die Foliendicke zu messen, und dass es für die von uns benötigten Einzelmessungen beider Folienränder nur erforderlich sei, den Messtrom der beiden Messstellen über das Messinstrument abwechselnd auf 2 Registrierinstrumente zu führen.

Die hohe Empfindlichkeit des Messgerätes konnte bei der Aufnahme des folgenden Diagramms II von einer 15 mm breiten und 0,3 mm dicken Lavithernfolie (Typ G 30) festgestellt werden.



Bei der Aufnahme dieses Diagramms wurde der bei der Walzfolie angewandte Messkondensator mit einem etwa 400 mm breiten Messspalt benutzt. Trotz diesem grossen Spalt gelang es, wie das Diagramm II zeigt, mit dieser Folie bei konstanter Nulllage einen Ausschlag von 35 mm zu erzielen. Diese Einstellung entspricht bei einer Dickenänderung von 1 μ einem Zeiger-Ausschlag von etwa 1 mm. Wie Herr HORN erklärte, kann diese Empfindlichkeit durch Verkleinerung der Spalthöhe und -breite ohne Schwierigkeiten auf mehr als das Zehnfache gesteigert werden.

Damit ergibt sich, dass in jedem Falle das Dickenmessgerät eine mehr als zehnfache der von uns benötigten Messgenauigkeit von $\pm 1 - 2 \mu$ besitzt und dass während der Aufnahme der Diagramme der Nullpunkt des Messgerätes weitgehend konstant bleibt. Die Beschaffung eines solchen Messgerätes ist daher für unsere Zwecke unbedingt zu befürworten.

Besichtigung sonstiger Einrichtungen.

Während der Durchführung obiger Messungen gab Herr Obering, HORN auch Gelegenheit die übrigen Fabrikationsanlagen von Styrolfolien und -fäden sowie der Schneideeinrichtungen zu besichtigen. Interessant war die Feststellung, dass die besuchte Firma ihre Schneidemaschinen von der Firma Apparatebau-Anstalt Erwin KANEP, Biehlstein-Mühlheim/Rhld., bezieht, deren Schneidemaschinen, infolge ihrer weniger massiven und z.T. besseren Konstruktion, zum Schneiden dünner Folien besser geeignet zu sein scheinen als die Maschinen der Firma Goebel, Darmstadt. So sind beispielsweise die Aufspulwellen mit ihren Friktionsvorrichtungen wesentlich leichter konstruiert und dürften schätzungsweise bei gleicher Leistungsfähigkeit etwa nur $\frac{1}{3}$ des Gewichtes als die gleichen Anlagen der Firma Goebel betragen. Einen guten Eindruck machten auch die von der Firma Kampf gelieferten Spulrahmen, die sowohl zum Aufwickeln zu Spulen wie auch zu Scheiben gebaut werden. Diese Spulrahmen erscheinen wesentlich besser durchgearbeitet als die der Firma Goebel. Herr B. machte in diesem Zusammenhang darauf aufmerksam.