dass er auch beim Bau anderer Maschinen mit der Firma Kampf gute Erfahrungen gemacht hat. Für die Erstellung einer zukünftigen Luvithermanlage wäre, aufgrund des gewonnenen Eindruckes, eine von der Firma Kampf gebaute Schneidemaschine zum Aufwickeln von Scheiben zu empfehlen.

Ueber die Schneidekosten der Styroflexfolien befragt, nannte Herr H. etwa 30/kg. Der Verkaufspreis der geschnittenen und ungeschnittenen Styroflexfolien beträgt RM 17,60.

Zum Schluss sei noch bemerkt, dass Herr Obering. HORN in entgegenkommender Weise jede geforderte Auskunft gab ohne Rückhalt sämtliche Einrichtungen zur Besichtigung freistellt.

gez. Jacqué
" F(ikentscher)
" R(eppe)

Durchschlag an:

Herrn Dr. PIETSCH,
" " Ing. FRIEDMANN,
Color.Abtlg./Kuro,
Herrn Dr. Fikentscher

1.11.40 1
Dr.Nie/E.

Bemerkungen
zu dem Besprechungsbericht vom 26. 10. 1940 über Butindiolkontakte.

In der Besprechung am 25. 10. 1940 wurde gesagt, dass wir Beweise dafür hätten, dass ein Zerfall der Kieselstränge bei Flüssigkeitsbelastung mit Säure einträte. Hierfür wurden Versuche angeführt, die Herr Dr. BÜCHE angestellt hat, um die Verteilung und Verweilzeit an Kontaktsäulen mit Kieselsträngen zu prüfen. Dr. BÜCHE hat festgestellt, dass eine 1%ige Schwefelsäure mit Kieselsträngen aus verschiedenen Herstellungspartien verschieden stark reagierte. Ausserdem fand er, dass die dadurch eintretende Veränderung der Säurekonzentration auch bei mehrtägigem Berieseln anhalten kann. Offenbar ist hierfür der verschiedene Alkaligehalt der Kieselstränge verantwortlich zu machen. Nach diesen Ergebnissen ging Dr. BÜCHE bei seinen Versuchen von verdünnter Schwefelsäure als Testflüssigkeit auf Kochsalzlösung über. Er glaubte damals und hat dies auch uns gegenüber geäussert, dass bei anhaltender Säureeinwirkung ein Zerfall der Kieselstränge einträte. Eine spätere Nachprüfung hat aber ergeben, dass die Stränge bei der Säurebehandlung mechanisch nicht zerfallen sind. Wir stellen diesen Tatbestand hiermit richtig. Das Ergebnis dieser Versuche ändert nichts an unserem dringenden Wunsch, mechanisch möglichst widerstandfähige Kieselstränge bei gleichzeitiger Saugfähigkeit zu erhalten.

gez. Niemann

Ø an:
Anorganische Abteilung
Herrn Dr. Büche
" Dr. Steinhofer
" Dr. Trieschmann

Dr. Niemann

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

31.10.40 1
Dr.Ht/E.

Durchschlag an:
Herrn Dir.Dr. BURSTEN
" Dir. Dr. KESSELER
" Dr. KOLLEK
Patent-Abteilung

Betr.: Bemerkungen zur Aktennotiz über eine Besprechung betreffs Lignin am 21.10.1940 in der Coloristischen Abteilung Lu.

Über die Reaktion zwischen Phenolen und Lignin bzw. zwischen Phenol-Formaldehyd und Lignin haben wir folgendes zu bemerken:

I.

Aus 100 t Phenol kann man etwa 110 t Phenol-Formaldehyd-Harz erhalten. Dieses Harz kann in der sonst üblichen Weise mit der gleichen Menge von Holzmehl, anderen Farb- und Füllstoffen, sowie evtl. mit Hexamethylentetramin zu etwa 200 bis 220 t Schnellpressenmischung, die etwa 50% Harz enthält, verarbeitet werden. Solche Mischungen können in bekannter Weise gelb, grün, rot, braun oder schwarz gefärbt sein.

Unter Verwendung von Lignin erhält man jedoch nur schwarze Massen, die bedeutend geringere mechanische Eigenschaften haben, was mit den von Herrn Prof. Dr. HIRCHE, Wo-Fa hergestellten Produkten und den Prüfungsergebnissen der Coloristischen Abteilung, Lu, in besten Einklang steht. Es ist nämlich durch zahlreiche Arbeiten des In- und Auslandes die Umsetzung von Phenolen und auch anderen zur Harzbildung befähigten Komponenten mit Lignin untersucht, sowie auch die Herstellung von Phenolaldehyd-Lignin-Pressmassen weitgehend beschrieben worden.

II.

Wir möchten in diesem Zusammenhang auf folgende Arbeiten verweisen, die ausschließlich die Herstellung von Harzen und Pressmassen aus Lignin [redacted] betreffen:

1.) DRP. 525 089 - I.G.
Harz aus Lignin und Chlorhydrin.

2.) - : Gewinnung synthetischer Harze aus Lignin.
Es wird die Kondensation des Lignins mit aromatischen Aminen zu Produkten und Harzen aus Lignin und Furfurol unter Verwendung verschiedener Katalysatoren beschrieben.
Farbe und Lack 1931, 185.

-/-

1872-20M-440

Durchschlag

3.) FISCHER, NORM und KUSTER:
Preßmassen aus Lignin und Phenolen.
Brennstoffchemie 12, 468 (1932); 15, 327 (1934), sowie zahlreiche Veröffentlichungen in der Tagespresse ("Celinit").

4.) A.P. 1 750 903 - Max PHILIPPS, Evansville, Ind.
Harzartige Kondensationsprodukte aus Lignin, Furfurol und Salzsäure.

5.) A.P. 1 931 176 - HOWARD,
Verwendung von Lignin als Füllstoff in Preßmassen.

6.) TSCHULKOW, SPERANSKAJA, KUSNETZOW:
Lignin-Phenol-Harze.
Es werden die bei 180° hergestellten Kondensationsprodukte aus Phenol bzw. o-, m-, p-Kresol oder Guajakol (Katalysator HCl) untersucht. Die Harzausbeute sind sehr schlecht.
Ref.: C. 1935, I, 1307.

7.) Gordon, KIRK: Lignin und plastische Massen aus Lignin.
Modern Plastics 14, S. 39 bis 41, 46 bis 47, 74 bis 75 1937.

8.) A.P. 476 344 Kend Corp. U.S.A.
Ligninhaltige Preßmassen. Ein aus Schwarzlauge hergestelltes Lignin wird mit Wasser oder Furfurol versetzt und verpresst. (Da das Verfahren in dieser Form nicht ausführbar ist, wird weiterhin empfohlen, einen Teil des Lignins durch natürliche oder k ü n s t l i c h e Harze zu ersetzen.

8a) *)

9.) Robert BÖHM: Plastische Massen aus Lignin.
Herstellung und Verwendung von Bonalite, Bonaleid (Masonite Corp.) Modern Plastics 15, N.10, 26 bis 27 (1938).

10.) Ippolito SORGATO: Die Verwendung von Lignin bei der Herstellung plastischer Massen. Es wird die Umsetzung von Lignin mit Phenolen und Alkoholen zu Kunstmassen beschrieben.
Materie Plastiche 5, 17 bis 20, 65 bis 70 (1939).

11.) LOSKIEW, KARINSKI und PANASSJUK:
Über die Ausnutzung von Lignin als Rohstoff in der Industrie der plastischen Massen. Die Kondensation von Lignin mit 3% Wassergehalt mit Holzteer bzw. mit den daraus gewonnenen Phenolfraktionen sowie dem aus letzterem durch Behandlung mit Natronlauge und Säure abgeschiedenen Phenol bei Gegenwart von Schwefelsäure als Katalysator (5% des phenolhaltigen Anteils) ergab Kondensationsprodukte mit mehr oder weniger zufriedenstellenden Eigenschaften. Bei der Verwendung

-/-

*) 8a) F.P. 452 894 Kent Corp. U.S.A. - Plastische Massen aus Faseren und Ligninstoffen. Hier wird der Zusatz von Phenol-Lignin-Harzen ausdrücklich beansprucht.

Durchschlag

von 140 bis 150° Lignin (bezogen auf Phenol) und beim Arbeiten bei etwa 135° erhielt man einen Stoff der gepulvert mit 30% Holzmehl vermengt und zu Stangen gepresst eine Schlagbiegefestigkeit von 3,5 kg/cm² und eine Gewichtszunahme nach 24 stündigem Tauchen in Wasser von 0,7% aufwies.
Ref.: C. 1939, II, 3860.

12.) A.P. 2 156 160 - Northwood Chem. Corp.: Lignin enthaltende Massen. Dieses ist wohl das allgemeinste auf dem Lignigebiet existierende Patent, das die Herstellung von Pressmassen aus Lignin beschreibt ! Durch Säureaufschluss (mit verdünnter Schwefelsäure) unter Druck hergestelltes Lignin wird mit "Plastificiers" versetzt und das Gemisch bei 140° bis 200° zu Formkörpern aller Art verpresst. Als "Plastificiers" können wirken: Säureanhydride, Säurechloride, Ester, Kohlenwasserstoffe, Alkohole, Phenole, Aldehyde, Amine, Amide, Teere, Peche, Zucker, Harze.

13.) Die Herstellung von Pressmassen aus Lignin ohne Zusatz anderer Stoffe ist in E.P. 454 833, sowie in norweg. Patent 58 017 beschrieben. Die Herstellung von ligninhaltigen Akkumulatorenplatten ist Gegenstand der A.P. 2 079 207 und 2 079 208.

Aus den genannten Literaturstellen geht hervor, dass die so oft beschriebene Reaktion zwischen Phenolen und Lignin niemals zu brauchbaren Harzen führt. Einigermassen brauchbare Produkte werden nur erhalten, wenn man bereits vorgebildete Phenol-Aldehyd-Harze zu ligninhaltigen Pressmassen verarbeitet. In diesem Falle wirkt das Lignin jedoch in der Hauptsache als Füllstoff. Ein weiterer Nachteil des Verfahrens ist, wie schon oben erwähnt, dass nur braunschwarze bis schwarze Massen erhältlich sind.

Es ist daher bei der heutigen Phenolknappheit von der Verwendung dieses wertvollen Zwischenproduktes zur Herstellung minderwertiger Pressmassen dringend abzuraten.

ges. Recht
" K(lemm)

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.K.We/Ri.

Herrn Dir.Dr.AMBROS

31.X.40

Bemerkungen zum Besuch bei I.G. Wolfen und Aceta Berlin
am 23.u.24. X. 1940.

In Wolfen und Berlin wurden im wesentlichen gezeigt:

A) Spinnapparaturen

1.) Ganz primitive Prüfapparaturen zum Ziehen von Borsten (monofil).
Vorteil: Glasrohr geeignet zur Beobachtung des Schmelzverhaltens.
Nachteile: Ungeeignet zur Prüfung der Verspinnbarkeit eines Produktes auf Seide, da Blasen bei den Borsten kaum stören, während sie das Verspinnen von Seide unmöglich machen.

2.) Bandspinnapparatur
Vorteil: Elegantes einfaches Prüf- und Betriebsverfahren.
Nachteile: Zu kleine Schmelzfläche daher hohe Übertemperaturen der Heizfläche, nur speziell geeignet für wenige unempfindliche niedrigschmelzende Produkte, z.B. Perluran. Völlig ungeeignet für 66 und ähnliche Produkte. Schwierigkeiten bei der Bandherstellung. Läßt nur mittlere Abzugsgeschwindigkeiten zu.

3.) Amerikan. Originalapparatur
Sehr kompendiöse Anlage geeignet für Betrieb, nicht aber für Prüfzwecke.
Vorteil: Es ist gleichzeitig immer nur wenig geschmolzenes Material vorhanden.
Nachteil: Gefahr der Brückenbildung über dem Schmelzrost.

4.) Größere Kondensationsautoklaven mit direkt angebauten Spinnpumpen.
Vorteil: Es ist kein nochmaliges Aufschmelzen der Produkte notwendig.
Nachteil: Das Produkt muss sich zu lange in geschmolzenem Zustand gehalten werden und verändert seine Eigenschaften stetig.

Es wurde also weder in Wolfen noch in Berlin eine Apparatur entwickelt, die universell zur Prüfung neuer Produkte in geringer Menge auf ihre Eignung zu Seide verwendbar ist.

- / -

Durchschlag

Demgegenüber zeichnet sich unsere Anlage dadurch aus, dass sie vor allem auf die Verspinnung von Seide aus beliebigen Produkten und für hohe Abzugsgeschwindigkeiten eingerichtet ist. Ähnliche Prüfanlagen gleichwertiger Leistung wurden uns nirgends gezeigt.

Unsere Einrichtung eignet sich im gleichen Masse auch für die Verspinnung von Borsten. Die thermische Behandlung der Schmelzen wie auch die verschiedenen Versuchsbedingungen lassen sich bei unseren Versuchsapparaturen genau festlegen und einhalten. Die Beobachtung der schmelzenden Produkte in einem besonderen Ofen wurde unabhängig von Wolfen oder Berlin bei uns vorgenommen und entwickelt. Der leicht veränderliche Aufbau unserer Anlage gestattet, allen erforderlichen Abänderungen bei der Verspinnung verschiedener Produkte Rechnung zu tragen.

Die z.Z. bei uns im Bau befindliche Apparatur, die unsere bisherigen Erfahrungen zusammenfasst, dürfte vor allem gesehenen Apparaten folgende Vorteile haben:

1.) Grosse Heizfläche im Schmelzraum bei kleinem Volumen der Schmelze, daher geringe Übertemperaturen der Heizfläche und schonende Behandlung empfindlicher Produkte. Es scheint dies das wesentlichste Moment zum Spinnen von 66 Seide zu sein.

2.) Eignung für kleine und grosse Substanzmengen.

3.) Möglichkeit einer besonderen Entgasung der Schmelze.

4.) Vermeidung der bei einem Schmelzrost häufig eintretenden Brückenbildung.

3) <u>Verstrecken und Zwirnen.</u>

Die in Berlin und Wolfen vorgeführten Verstreckvorrichtungen sind eine genaue Kopie der amerikanischen Apparatur, die verstrecken durch eine bestimmte Längenänderung. Demgegenüber hat es wohl noch Aussicht eine Verstreckung zu bauen, die auf einer Verstreckung mit einer bestimmten Kraft beruht.

Die Zwirnmaschinen sind die handelsüblichen Etagen- und Ringzwirnmaschinen.

- / -

Die Erfahrungen der Aceta deuten darauf hin, dass eine gute Verspinnbarkeit noch nichts endgültiges über die Brauchbarkeit des Fadens für textiltechnische Zwecke aussagt. Erst die Verstreckung entscheidet über die praktische Verwendbarkeit. Diese muss notwendigerweise mit der Verzwirnung kombiniert werden.

C) Die Prüfung der Fäden.

Die Fadenprüfung beschränkt sich auf die in der Textiltechnik üblichen Verfahren. Es erscheint uns hier sinnvoll über diese Verfahren hinaus noch etwas näher auf die Untersuchung des physikalischen Verhaltens der Fäden einzugehen.

Zusammenfassend kann gesagt werden:

In Wolfen und Berlin hat man sich mit besonderer Liebe und Sorgfalt speziell dem Verspinnen von Perlon gewidmet. Das Studium des schwierigeren Verspinnens von 66 wurde im Hinblick auf den Empfang der gesamten Dupont-Erfahrungen und -Apparaturen selbständig nur wenig gefördert.

Im Gegensatz hierzu haben sich unsere Versuche im wesentlichen darauf erstreckt, auf diesem letzteren Gebiet Erfahrungen zu sammeln. Die von Herrn Dr. HOPFF geäusserte Ansicht, dass mit der Entwicklung des Bandspinnverfahrens das gesamte Polyamidspinnproblem gelöst wurde, ist irrig. Auf Grund unserer bisherigen Arbeiten halten wir es für notwendig, dass bereits bei der Kondensation von 66 für Spinnzwecke mehr als bisher darauf hingearbeitet wird nach Beendigung des eigentlichen Kondensationsvorganges eine klare blasenfreie Schmelze zu erhalten, die nicht nur bei einem bestimmten Druck, sondern in einem ganzen Druckintervall ihre Blasenfreiheit beibehält. Eine solche Schmelze kann man z.B. erhalten, wenn man das flüssige Material einer periodisch wechselnden Druck- und Unterdruckbehandlung unterwirft, wobei die Druckunterschiede von kleinen Werten anfangend langsam gesteigert werden. Eine so behandelte Schmelze erstarrt nicht nur zu einem blasenfreien Block, sondern dieser lässt sich wieder bei verschiedenen Drucken weitgehend blasenfrei aufschmelzen. Und diese Eigenschaft ist für die

Spinnbarkeit ausschlaggebend. Jedes blasige Produkt besitzt eine sehr schlechte Wärmeleitung und benötigt daher zum Wiederaufschmelzen höhere Randtemperaturen als das klare Produkt. Durch diese höheren Temperaturen erhöht sich wiederum die Gefahr der Zersetzung.

gez. K. Wolf

Durchschlag

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.Schy/fr.

30.X.40

A k t e n n o t i z .

Besuch I.G.Wolfen, Mittwoch 23.10.40.

Herrn Dir.Dr. Reppe
" Dr. K.Wolf
" Dr. Schotzky.

Kurze Besichtigung der chemischen und physikalischen Laboratorien von Herrn Prof. Eggert und Herrn Dr. Willmann [redacted] im Verwaltungsgebäude. (Grosse, übersichtliche Labors, hell, Klimaanlage; akust.ausgeglichener Hörsaal).

Unter Führung von Herrn Dr. Hubert wurden besichtigt:

1.) Stabspinnapparatur. Sie ist stillgelegt. Herstellung der Stäbe schwierig, müssen aus grösserem Block ausgeschnitten oder blasenfrei gegossen und bearbeitet werden. Von ihrer Verwendung für Versuchszwecke - vor allem auch für andere Materialien wie Perluran - wird abgeraten.

2.) Bandgiessmaschine (war nicht in Betrieb). Zwei wechselweise benützbare Autoklaven lassen durch Schlitzdüse das geschmolzene Perluran in die Nute am Umfang eines eisernen Rades laufen. Nach 3/4 Umdrehung wird das erkaltete Band (16,3 x 4 mm) von einem zweiten Rad aufgenommen und zum Aufwickelrad geführt (Bandlänge ca. 15 m). Die Heizung der Autoklaven erfolgt durch Diphenyl-Bäder, die ihrerseits durch elektrische Wicklungen erhitzt werden. Die Diphenylbäder sind mit Rückflusskühler, Manometer und Vakuumanschluss versehen zur Druckeinstellung. Überschüssige Wärme wird durch das Kühlwasser abgeführt.

3.) Bandspinnmaschine (war nicht in Betrieb). Für Perluran-Band-Verspinnung gut brauchbar. Die Heizung der Schmelzdüse erfolgt elektrisch. Einstellung der richtigen Heizung durch zusätzliche Kühlung. Die Zuführung des Bandes muss einstellbar und gleichmässig erfolgen.

4.) Grosse Spinnapparatur (war nicht in Betrieb). 3 Autoklaven,

-/-

Durchschlag

aus denen direkt unter Zwischenschaltung von (elektrisch geheizten) Viskose-Zahnrad-Pumpen versponnen werden kann. Die Anlage ist (nach amerikanischem Muster) zur Verspinnung von Polyamid gebaut. Nach Durchlaufen einer Luftstrecke von ca. 3 m werden die aus den Düsen ausgesponnenen Fäden (~ 16) über Gummiabzugsrollen und Präparierwalzen mit einer leichten Vorverstreckung (~ 2%) auf grosse Aufspultrommeln aufgewickelt. Die Geschwindigkeiten der Abzugs- bzw. Verstreckrollen sind durch PJV-Getriebe regelbar. Fadenlanciervorrichtung.

5.) Etagenzwirnmaschine (ca. 50 Spindeln), auf der die Vorverzwirnung, Verstreckung (1:4) und Nachverzwirnung erfolgt. Anschliessend eine nach amerikanischem Muster gebaute Verstreckeinrichtung (mit 4 Spindeln) und Verzwirnung.

6.) Verschiedene kleine Versuchseinrichtungen zur Untersuchung der Verspinnbarkeit. Es wurden dickere Einzelfäden gesponnen und mit einfachen Haspelvorrichtungen mit geringer Geschwindigkeit aufgewickelt. Die einfachste Vorrichtung zum Verspinnen kleinster Mengen (einige ccm) besteht aus einem Glasrohr, das unten zu einer Düse ausgezogen und an einer Stickstoff-Flasche angeschlossen ist. Glasrohr wird in einen kleinen elektrischen Rohrofen eingesetzt zum Aufschmelzen. Andere Vorrichtung: aus Eisenrohr mit auswechselbaren Einlochdüsen. Das Rohr wird ebenfalls zum Aufschmelzen in einen elektrischen Ofen geschoben.

Ein grösseres Rohr für Druck und Vakuum war eben in Aufstellung begriffen.

Diese Einrichtungen sind vor allem für die Prüfung der Verspinnbarkeit neuer Produkte für die Borstenherstellung gedacht.

7.) Schopper-Prüfmaschinen für die Prüfung der Borsten und Fäden auf Zerreissfestigkeit und Dehnung. Prüfapparate für Abrieb, Knick- und Schlagfestigkeit von Borsten.

-/-

8.) Spinnmaschine für PC-Faser (in Betrieb). Die Verspinnung erfolgt durch Auspressen der Spinnlösung aus einer Düse von unten nach oben in Wasser.

9.) Spinnmaschine zur Herstellung von PC Stapel-Faser aus Lösung.

10.) Kleine Versuchsapparatur für Acetatseidenherstellung aus Einzelteilen nach dem Baukastenprinzip zusammengesetzt. (Walzentrio mit verstellbarem Getriebe, Wasserbäder usw.).

Besuch I.G. Berlin (Aceta), Donnerstag 24.10.40.

Unter Führung von Herrn Dr. Schlack und Herrn Dr. Wenger wurden besichtigt:

1.) Autoklav und Bandgiessmaschine (in Betrieb) für Perluran. Grössere Ausführung wie die in Wolfen gesehene.

2.) Mehrere grössere Autoklaven (bis 200 kg Inhalt) mit anschliessender Spinnpumpe z.T. in Betrieb zum Verspinnen von Perluran-Borsten, z.T. in Aufstellung begriffen.

3.) Zwei Streckeinrichtungen (in Betrieb) mit Walzen, die mit verschiedener Geschwindigkeit laufen und eine Verstreckung der Fäden im Verhältnis 1:4 vornehmen. Verstreckung von Perluran-und Polyamid (66)- Fäden.

4.) Versuchs-Spinnapparatur (in Betrieb) nach amerikan.Originalmodell nachgebaut, mit 1 Spinnstelle zum Verspinnen von Polyamid 66. Schmelzkessel mit Einschleuss-Vorrichtung, Schmelzrost, zwei Zahnradpumpen mit je einem Motor und Getriebe, Sandfilter, Diphenylheizung (15 Ltr.). Versuchsweiser Betrieb für Borstenherstellung. Eintritt des Fadens in langen Wasserkanal. Einfache Haspel. Geringe Abzugsgeschwindigkeit.

-/-

5.) Amerikan.(Original-) Spinnapparatur mit ca. 20 Spinnstellen zum Verspinnen von Polyamid 66 zu Seide im Aufbau begriffen. Auffallend die ausserordentlich massige, stabile Konstruktion und Dimensionen der Anlage.

6.) Perluran-Spinnerei mit ca. 30 Spinnstellen (in Betrieb) nach dem Band-Spinnverfahren. Die Heizung jeder Schmelzdüse erfolgt elektrisch unter Zwischenschaltung eines Diphenylbades als Wärmeausgleicher (mit Rückflusskühler). Die aus der Düse austretenden Fäden gehen durch Luft (ca. 3 m) und werden mit leichter Verstreckung aufgespult (ca. 500 m/Min).

Eine weitere Spinnstelle für Perluran war nach Art der amerikan.Apparatur (mit 2 Pumpen, Schmelzkessel, Schmelzrost) daneben in Betrieb.

7.) Weiterverarbeitung der gesponnenen Perluran-Seide. Verzwirnen und Strecken auf Etagen- bzw. Ringzwirnmaschinen und Aufspulen auf textiltechnischen Formen.

8.) Kochen der Spulen nach dem Verstrecken zur Fixierung der Verzwirnung. Präparation der Spulen (Schlichten) für die Weiterverarbeitung durch Durchsaugen einer Emulsion durch die Spulen.

9.) Weiterverarbeitung der Borsten (Schneiden, Sortieren, Verpacken).

10.) Elastizitätsprüfung der Borsten (Auflegen der Borsten auf 2 Schneiden im Abstand von 25,4 mm und Messung der Durchbiegung bei bestimmter Belastung.

11.) Herstellung der Acetatseide. Herstellung der Spinnlösung, Filtrierung in Filterpressen, Absetzbehälter. Verspinnung in abgeschlossenem Raum im Gegenluftstrom.

Rückgewinnung der Lösungsmittel in neuer, selbsttätig arbeitender Anlage.

-/-

5.) Amerikan.(Original-) Spinnapparatur mit ca. 20 Spinnstellen zum Verspinnen von Polyamid 66 zu Seide im Aufbau begriffen. Auffallend die ausserordentlich massige, stabile Konstruktion und Dimensionen der Anlage.

6.) Perluran-Spinnerei mit ca. 30 Spinnstellen (in Betrieb) nach dem Band-Spinnverfahren. Die Heizung jeder Schmelzdüse erfolgt elektrisch unter Zwischenschaltung eines Diphenylbades als Wärmeausgleicher (mit Rückflusskühler). Die aus der Düse austretenden Fäden gehen durch Luft (ca. 3 m) und werden mit leichter Verstreckung aufgespult (ca. 500 m/Min).

Eine weitere Spinnstelle für Perluran war nach Art der amerikan.Apparatur (mit 2 Pumpen, Schmelzkessel, Schmelzrost) daneben in Betrieb.

7.) Weiterverarbeitung der gesponnenen Perluran-Seide. Verzwirnen und Strecken auf Etagen- bzw. Ringzwirnmaschinen und Aufspulen auf textiltechnischen Formen.

8.) Kochen der Spulen nach dem Verstrecken zur Fixierung der Verezwirnung. Präparation der Spulen (Schlichten) für die Weiterverarbeitung durch Durchsaugen einer Emulsion durch die Spulen.

9.) Weiterverarbeitung der Borsten (Schneiden, Sortieren, Verpacken).

10.) Elastizitätsprüfung der Borsten (Auflegen der Borsten auf 2 Schneiden im Abstand von 25,4 mm und Messung der Durchbiegung bei bestimmter Belastung.

11.) Herstellung der Acetatseide. Herstellung der Spinnlösung, Filtrierung in Filterpressen, Absetzbehälter. Verspinnung in abgeschlossenem Raum im Gegenluftstrom.

Rückgewinnung der Lösungsmittel in neuer, selbsttätig arbeitender Anlage.

-/-

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.Schy/fr.

30.X.40 V

12.) Weiterverarbeitung der Seide: Schlichten in Tränkzentrifugen; Umspulen.

gez. K. Wolf

Durchschlag

2166-20M-450

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.Bs/Bi.

18.1.40

Aktennotiz !

Isopren - Polymerisation.

Nachdem die Ergebnisse der gummitechnischen Prüfung der ersten Isopren-Polymerisate vorliegen, berichten wir kurz über unsere seit Anfang August d. J. laufenden Versuche.

Die für die Herstellung von Butadien-Polymerisaten üblichen Arbeitsvorschriften wurden zunächst ohne Änderung auf die Polymerisation des Isoprens übertragen. Auf diese Weise sollte festgestellt werden, welchen Einfluss die Methylgruppe des Isoprens im Vergleich zum unsubstituierten Butadien auf den Verlauf der Polymerisation und auf die Eigenschaften des Polymerisats habe. Um irgendwelche sonstigen Fehlerquellen auszuschalten, wurden - soweit möglich - Parallelversuche gefahren, in denen das eine Mal Isopren, das andere Mal Butadien zum Ansatz kamen, alles andere aber genau gleich blieb.

Das Isopren ist bei der Polymerisation im grossen und ganzen dem Butadien ähnlich. Die Methylgruppe im Isopren scheint auf die Veränderung der Polarität des konjugierten Systems der Doppelbindungen nur einen geringen Einfluss zu haben. Eine Aktivierung der Polymerisationsfreudigkeit - wie etwa im Chloropren durch das stark polarisierende Cl-Atom - findet leider nicht statt. Die Methylgruppe wirkt vielmehr - vielleicht aus sterischen Gründen - in Analogie der Acrylester zu den Methacrylestern - stark hemmend auf die Polymerisationsfreudigkeit. Dieser Zeitfaktor ist bisher der einzige, leider sehr grosse Unterschied im Verhalten von Butadien bzw. Isopren bei der Polymerisation. Das Isopren braucht etwa die 6 - 8fache Zeit. Auch bei der Mischpolymerisation ergibt sich kein wesentlich anderes Bild. Styrol u. Acrylnitril beschleunigen die Polymerisation, die Zeiten betragen aber auch hier ein Vielfaches - je nach Ansatz das 4 - 8fache - der entsprechenden Polymerisationszeiten der Butadien-Mischpolymerisate. Genaue Vergleichszahlen sind schwer anzugeben, weil ein Butadien-Ansatz je-

- / -

Durchschlag

3166-20M-450

weils mit der anfangs vorgelegten Menge Persulfat zu Ende polymerisiert, während beim Isopren (auch bei den Mischpolymerisaten) ein oder mehrere Male Persulfat nachgedrückt werden muss.

Die Hoffnung, dass das Isopren als arteigenes Monomeres den Naturkautschuks nach der üblichen Emulsionspolymerisation einen synthetischen Kautschuk ergibe, der in seinen Eigenschaften den natürlichen weitgehend ähnlich sei, hat sich bisher leider nicht erfüllt. Das nach den bisher üblichen Methoden erhaltene Isoprenpolymerisat ist mehr dem polymeren Butadien vergleichbar. Die Einführung der Methylgruppe in das Butadien scheint die Verstrammung bei der Polymerisation etwas zurückzuhalten, nicht aber ganz auszuschalten. Das war an sich zu erwarten, denn im Molekül des Isoprens

$$\overset{1}{CH_2} = \overset{2}{C} - \overset{3}{CH} = \overset{4}{CH_2}$$
$$\quad\;\; | \;\; CH_3$$

ist erstens die Doppelbindung von C_3 nach C_4 eine Gruppierung, wie sie auch im Butadien vorliegt, und zweitens dürfte auch die Gruppierung

$$\overset{1}{CH_2} = \overset{2}{C}$$
$$\quad\;\; | \;\; CH_3$$

trotz der Methylgruppe an C_2 noch – wenn auch weniger aktiv – zu 1,2 Additionen fähig sein, wie man es auch von den substituierten Acrylderivaten weiss. Quantitative Angaben über die Verstrammung bei Butadien im Vergleich mit Isopren-Polymerisaten werden erst nach langen Versuchsreihen möglich sein und setzen voraus, dass das zum Ansatz kommende Isopren absolut frei von Butadien ist. Eine Forderung, die bei unseren Versuchen sicher nicht immer erfüllt war.

[illegible]

[illegible]

Die Isoprenpolymerisate und besonders die Mischpolymerisate mit Styrol liegen niedriger im K-Wert und sind deshalb weicher, fliessender und leichter abbaufähig als die entsprechenden butadienhaltigen Produkte. Bei bestimmter Einstellung des K-Wertes der Produkte lassen sich Polymerisate erhalten, die ohne Abbau auf der Walze gut verarbeitbar sind, und die den vom Gummitechniker gewünschten Selbstklebeeffekt in gewissem Umfange zeigen. Ein derartiges Produkt ist der Versuch Bs.517 mit K= 78. Die mechanischen Werte seines Vulkanisates sind allerdings unzureichend (s.dazu den anliegenden Bericht von Herrn Dr. EBERT vom 4.10.1940).

Die Variationen unserer Ansätze wollen wir nur in Stichworten skizzieren:

a) Emulgiermittel.
Geprüft wurden Amphoseife 18, Nekal BX und Mepasinsulfonat. Änderungen brachten quantitativ und qualitativ nichts Neues gegenüber der Butadienpolymerisation.

- / -

Durchschlag

b) Temperatur.

Temperaturesteigerung bringt die übliche Steigerung der Polymerisationsgeschwindigkeit mit sich, führt aber auch zu zunehmend verstrammten Produkten.

c) Katalysator.

Geprüft wurden: Persulfat, H_2O_2, Benzoylperoxyd, Tetrahydrofuranperoxyde (aus Mangel an Material nur kleine Modellversuche). Mischungen dieser Peroxyde und Sulfit. Am wirksamsten erwies sich Persulfat (auch die Versuche mit Tetrahydrofuran- und einem homologen Peroxyden scheinen aussichtsreich und werden fortgesetzt). Ausser der Polymerisationsgeschwindigkeit wird durch die Menge des Persulfats auch der K-Wert des resultierenden Polymerisats beeinflusst. Der oben zitierte Versuch Ba. 517 u.s. ist mit 0,3 % Persulfat gefahren. Das Material ist sehr weich und in Benzol löslich. Derselbe Ansatz mit nur 0,1 % Katalysator ergibt ein in Benzol unlösliches, weniger plastisches Polymerisat (dessen gummitechnische Werte noch ausstehen).

d) p_H-Bereich.

Das Isopren folgt auch hier dem Butadien: am schnellsten erfolgt die Polymerisation in alkalischem Medium (p_H = 12), am Neutralpunkt erfolgt die Polymerisation langsamer, bei p_H = 5 noch schlechter. Die sauer polymerisierten Produkte sind ausserordentlich weich, u.U. ölförmig.

Die bisherigen Versuche dienten einer ersten Orientierung. Der Ausbau der Isoprenpolymerisation ist damit in Angriff genommen und wird fortgesetzt. Gelegentlich machten sich Schwankungen in den Versuchsergebnissen bemerkbar, die evtl. mit darauf beruhen, dass die bisherigen Versuche mit jeweils gerade abfallenden Isopren durchgeführt werden mussten, weil ein grösserer Vorrat an reinen Isopren, mit dem alle Versuche hätten durchgeführt werden können, noch nicht vorlag.

Anlage: Prüfbericht von Herrn Dr. MEHZ vom 4. 10. 1940.

gez. Buchholz
" F(ikentscher)
" R(oppe)

Zirkuliert bei den: Herrn Dir.Dr.AMBROS,
" " Dr.KÜHNE,
" Dr. MEHZ,
" Dr. [illegible]

Durchschlag

2166-2014-450

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

Dr.Ju/b 17.10.40. I.

Aktennotiz.

Destillation von 1.4-Butandiolrohlösung in Lu 532, Juni - Oktober 1940.

Die Butandiolrohlösung wird in einer 30 m^3 fassenden Kupferblase bei Normaldruck nahezu entwässert und anschliessend im Vakuum destilliert.

Blaseninhalt: 10 m^3, 10 m^2 Heizfläche
Kolonne : Höhe = 10 m, 0,80 m Ø, Füllung: Raschigringe
Blasentemperatur: - 170° (20 atü Dampf)
Vakuum: 15 - 20 mm
Übergang: ~ 130°

Die Destillationsvor- und nachläufe wurden nochmals destilliert und der hierbei anfallende Vorlauf nachhydriert und ebenfalls destilliert, wobei ein Endvorlauf von 1380 kg aus 153 108 kg Rohbutandiol erhalten wurde (= 0,9 %).

Die Nachläufe waren sehr gering und wurden jeweils zum Vorlauf gegeben.

Die Destillation wurde bei einer Carbonylzahl von etwa 5,0 auf Hauptlauf umgestellt, so dass ein Reinbutandiol mit einer Carbonylzahl von 2 - 4 erhalten wurde.

An Reinbutandiol wurden 148 175 kg erhalten.
Destillationsverlust: 2,3 % (3553 kg).
137 809 kg wurden davon an andere Betriebe abgegeben, 9660 kg zwecks Nachhydrierung zurückgenommen, 2086 kg Vorrat.

Ju

1872-20M-440

Durchschlag

Destillationsmaschine in Lo [illegible] — Juni – Oktober 194[illegible]

Datum	Partie Nr.	Abgabe kg Lösung	Abgabe % Gehalt	Destillatfreiklärung kg reinkg	Destillatfreiklärung kg Rückstand und Rücklauf	Destillatfreiklärung Rückstand Destillat	Einsatz Destillatort	High	Verlauf	Destillat rein	Rückl.	Rückstand	Summ	Bemerkungen
9.6.	6	[illegible]	[illegible]	7537	601	340	[illegible]	345	[illegible]	[illegible]	-	640	[illegible]	Abgabe: [illegible] rein
11.6.	7	[illegible]	31,05	[illegible]	530	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-	347	[illegible]	Destillation: 27700
18.6.	8	[illegible]	32,1	8138	467	220	[illegible]	100	[illegible]	[illegible]	-	[illegible]	7580	Differenz: - 2984
				23984	1598	780			780	[illegible]		1487		
17.7.	9	30500	32,75	6213	575	200	3000	300	[illegible]	[illegible]		350	8040	Abgabe: 30420 rein
21.7.	10	[illegible]	33	[illegible]	503	250	5000	250	[illegible]	7050		450	9100	Destillation: 30500
24.7.	11	[illegible]	31,75	6017	442	250	9000	200	1300	6510		315	6025	Differenz: + 80
28.7.	12	[illegible]	29,55	7401	492	250	1) 9100	240	2100	[illegible]		402	8253	
				29420	2216	950			2100	29420		1609		
7.8.	13	25250	31	7027	505	275	8500	290	650	7250		400	[illegible]	
9.8.	14	20800	34,05	7039	434	220	[illegible]	290	400	7750		330	[illegible]	Abgabe: 57615 rein
10.8.	15	11100	45,05	5052	295	120	2) 6000	700	700	4500		255	[illegible]	Destillation: 54700
18.8.	16	[illegible]	32,15	8118	544	275	6500	180	800	5100		370	6450	Differenz: - 2835
21.8.	17	[illegible]	31,05	8007	467	275	8700	530	700	7100	100	285	8415	
23.8.	18	[illegible]	31,15	7855	501	275	9000	940	2000	5100	100	652	8072	
27.8.	19	[illegible]	30	7575	543	275	3) 8000	910	1100	5750		515	9070	
30.8.	20	[illegible]	31,05	6212	404	250	9000	1040	450	6800	100	563	8853	
				57615	3945	1920			3750	56330	100	3945		
3.9.	21	[illegible]	30,5	5797	455	220	8500	950	930	6100	100	440	8435	Abgabe: 27271 rein
6.9.	22	[illegible]	29,1	7340	530	275	8800	800	1000	6800	120	414	8614	Destillation: 27145
11.9.	23	[illegible]	30,5	7701	457	275	8500	940	1020	6000		[illegible]	[illegible]	Differenz: + 874
25.9.	24	[illegible]	30	[illegible]	505	300	6800	300	1110	5800		580	7012	
				27271	1947	1070			4320	25340	220		1802	
1.10.	25	[illegible]	28,2	6615	505	300	7400	310	730	[illegible]		540	7460	
4.10.	26	27270	26,8	7298	517	350	8000	440	800	6400		470	8119	
							4) 8500	1060	1380	2780		510	6000	
				13913	1022	650			1380	13080		1220		Abgabe: 13913 rein Destillation: 16410 Differenz: + 2497

Gesamtabrechnung: Abgabe: 153168

Destilliert: 148175 rein
1380 Verlauf
149555

Differenz: 3613

1) 2780 Verlauf
2) 1300 "
3) [illegible] "
4) 2780 "

11. Oktober 1940 Dr.Dau/E.

Erstellung einer Anlage von 24 000 Jato Butadien nach dem REPPE-Verfahren.

(Besprechung bei Herrn Dr. LORENZ, TA, Lu. am 10. Oktober 1940)

Anwesend: Herr Dr. LORENZ
" Dr. STEINHOFER
" Dr. DAUMILLER —
" Dr. NIEMANN (später).

Es wurde die Destillation des aus dem Reaktionsofen anfallenden Gemisches von Tetrahydrofuran, Butadien, Wasser, Ölen und Butyraldehyd besprochen. Der Besprechung lag das beiliegende Schema zu Grunde.

Kolonne I.

Kolonne I dient zur Abtrennung (über Kopf) eines Gemisches von etwa 80 Gew.-Teilen Butadien und 20 Gew.-Teilen Tetrahydrofuran vom Wasser und Öl (Sumpf) und dem butadienfreien, butyraldehydhaltigen Tetrahydrofuran-Wasser-Azeotrop des Kreislaufs (oberes Ende der Kolonne). Möglicherweise kann auch aus Kolonne I ein an Butyraldehyd angereichertes Tetrahydofuran zur Butyraldehyd-Reindestillation abgezweigt werden.

Es empfiehlt sich, im unteren Teil der Kolonnen eine RASCHIG-Säule, im oberen Teil Böden zu verwenden.

Im unteren Teil würden Böden durch das mitgeführte Öl verharzt. Wie weit eine Anreicherung von Butyraldehyd in den Kolonnen erfolgt, soll noch berechnet werden.

Das über Kopf gehende Gemisch von 80 Teilen Butadien und 20 Teilen Tetrahydrofuran enthält ausserdem noch 0,15% H_2O und etwas mehr Butyraldehyd als dem Aldehydgehalt des Kreislaufes entspricht.

Die Heizung der Blase I erfolgt durch Wühldampf (G.S.T.-Regler).

-/-

Die Scheidung der Öle vom Wasser erfolgt in den üblichen Scheidekästen oder Florentiner-Flaschen.

Unterhalb des Dephlegmators wird das Kreislauf-Tetrahydrofuran abgezweigt und über einen heizbaren Zwischenbehälter, Puffer, T.-Verdampfer, Wärmeaustauscher wieder über den Kontakt geleitet. Vom Zwischenbehälter wird ein Teilstrom als Rücklauf zur Kolonne I (0,2 - 0,5-fach) abgezweigt.

Butyraldehyddestillation.

Der Aldehydgehalt des Kreislaufs soll 5 - 6% nicht übersteigen. Zur Abtrennung des Aldehyds dienen zwei Kolonnen. In der ersten Kolonne mit grossem Rücklauf geht Tetrahydrofuran über Kopf und kann evtl. direkt gasförmig dem T-Verdampfer zugeführt werden. Aus dem Sumpf (kleine Blase) wird Butyraldehyd abgezogen und in der 2. Kolonne reindestilliert. Trennt man 10% des Kreislaufs zur Destillation ab und erreicht man eine Reinigung (vom Butyraldehyd) von Carbonylzahl 40 auf Carbonylzahl 20 (von 5,1 — 2,6%), so sinkt der Aldehydgehalt des Gesamtkreislaufs um 0,25%. Die Zerstörung des Aldehyds durch KOH von Kolonne II wird auch etwa 0,25% betragen.

Entfernung durch Destillation	$\frac{(10 \cdot 2{,}5\%)}{10}$	=	0,25 %
Zerstörung durch KOH	$\frac{(5 \cdot 5\%)}{10}$	=	0,25 %
		Ges:	0,5% d. Kreislaufs
Durch Reaktion maximal nachgebildet	(2% / 5,32)	=	0,38% d. Kreislaufs

Die zur Entfernung des Butyraldehyds getroffenen Massnahmen würden also vollkommen genügen, um den neu entstehenden Aldehyd wieder zu entfernen. Es würden durch die Destillation etwa 1% der Butadienproduktion, also 20 Moto Butyraldehyd anfallen.

Kompression.

Das den Demphlegmator der Kolonne I verlassende Butadien-Tetra-

-/-

hydrofuran-Gemisch wird von einem Kolbenkompressor auf etwa 3 atü komprimiert. Für die Verwendung eines Atmungsgasometers besteht die Schwierigkeit, dass das Gas ca. 20% Tetrahydrofuran enthält, die sich im Gasometerwasser lösen würden.

Zur Steuerung des Kompressors gibt es verschiedene Möglichkeiten:

1.) Die Tourenzahl des Kompressors wird entsprechend dem gewünschten "Druck nach Kompressor" eingestellt und durch diesen automatisch geregelt. Der Umgang des Kompressors wird durch den "Druck vor Kompressor" gesteuert; er öffnet sich bei Unterdruck und schliesst sich bei Überdruck. Aus Sicherheitsgründen wird ein Gasometer im Nebenschluss vor den Kompressor geschaltet, der erst bei Über- oder Unterschreiten eines gewissen Druckes in Funktion tritt.

2.) Man lässt einen Butadienteilstrom von einem Gasometer aus auf die Saugseite des Kompressors strömen. Bei Unterdruck erhöht sich die Saugleistung, bei Überdruck wird der Zustrom geschlossen. Der "Druck nach Kompressor" wird durch die Tourenzahl geregelt.

<u>Kaliwäsche.</u>

Nach Verlassen des Kompressors wird das Butadien-Tetrahydrofuran-Gemisch durch einen Wasserkühler kondensiert und über ein Beruhigungsgefäss (H_2O-Abscheidung) über einen Waschturm mit KOH 40 - 50% und eine Serie von Türmen mit festem Ätzkali geleitet.

KOH zum Entwässern: $\frac{0,15 \cdot 2500}{100} = 3,75$ Moto H_2O

KOH zur Abbindung des bei der Kondensation von Butyraldehyd freiwerdenden Wassers: $\frac{0,5 \cdot 2500}{500} = 2,5$ Moto H_2O

6,25 Moto H_2O

Der Kaliverbrauch auf 100 kg Butadien ist demnach 0,3 kg. Das feste Ätzkali geht dabei in 50%ige Lauge über.

-/-

Da bei der Bindung des Wassers und der Kondensation des Aldehyds Wärme frei wird, müssen die Kalitürme kühlbar sein.

Butadien-Reindestillation Kolonne II.

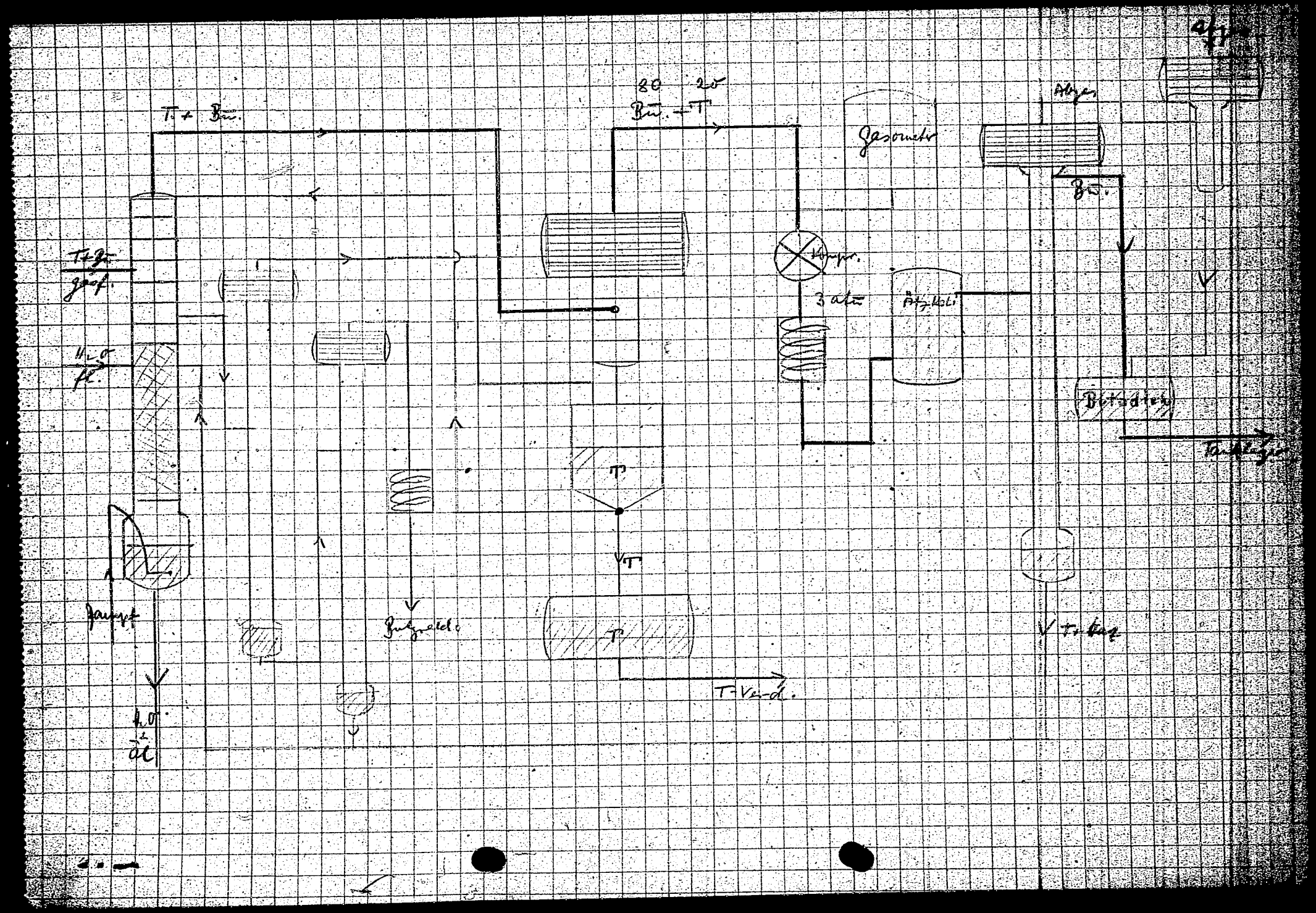
Aus der Kaliwäsche tritt ein flüssiges Gemisch von Butadien, Tetrahydrofuran und Aldehydkondensationsprodukten in die Kolonne II. Hier wird das Butadien reindestilliert, während das Gemisch aus Tetrahydrofuran und Aldehydkondensationsprodukten zur Entfernung letzterer in der Mitte der Kolonne I zurückgeführt wird. Bei Drucken von 3,0 - 4,0 atü besitzen Tetrahydrofuran und Butadien folgende Siedepunkte:

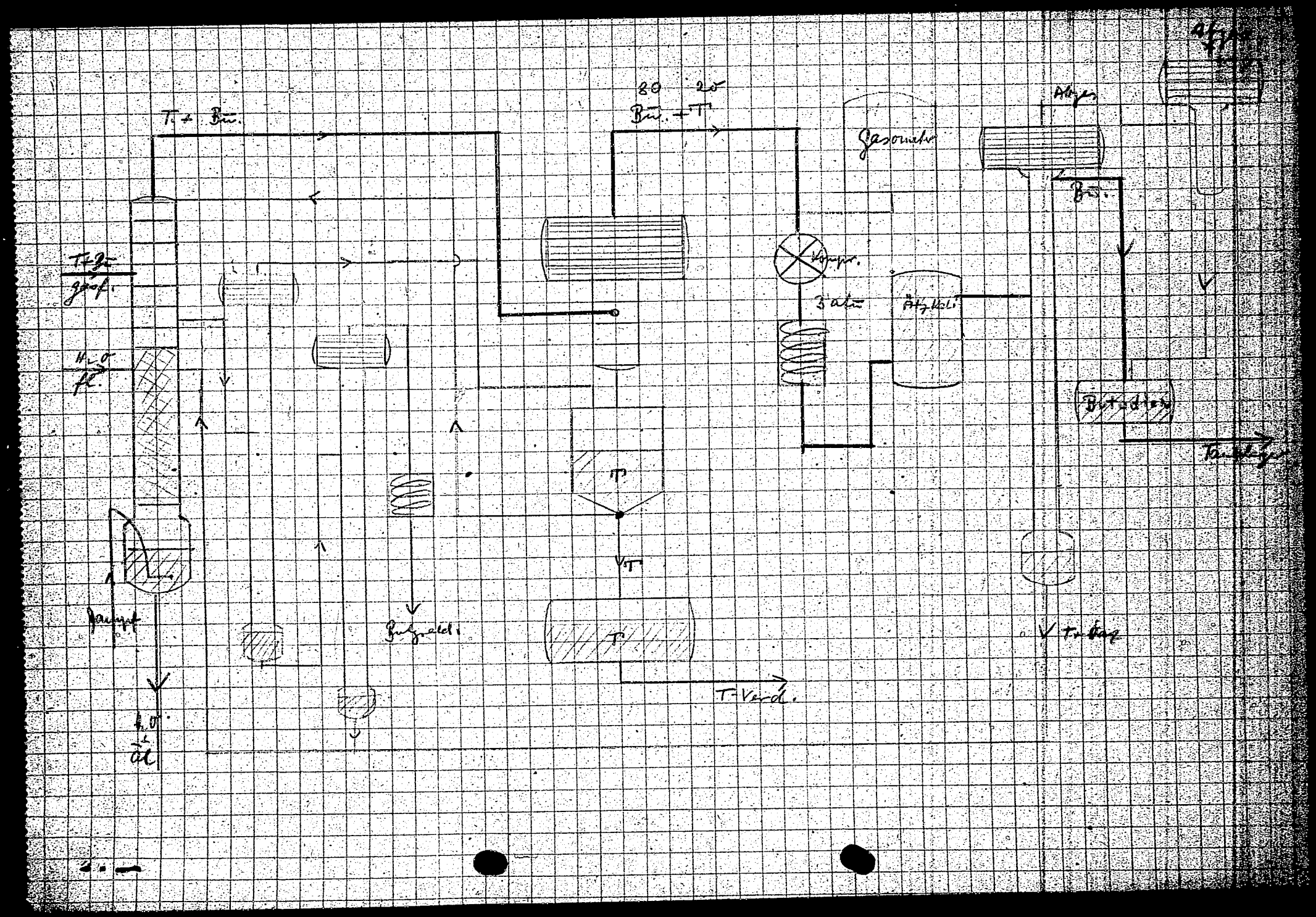
	3,0 atü	3,5 atü	4,0 atü
Butadien °C	34,5	38,0	42,0
Tetrahydrofuran °C	113	118	123

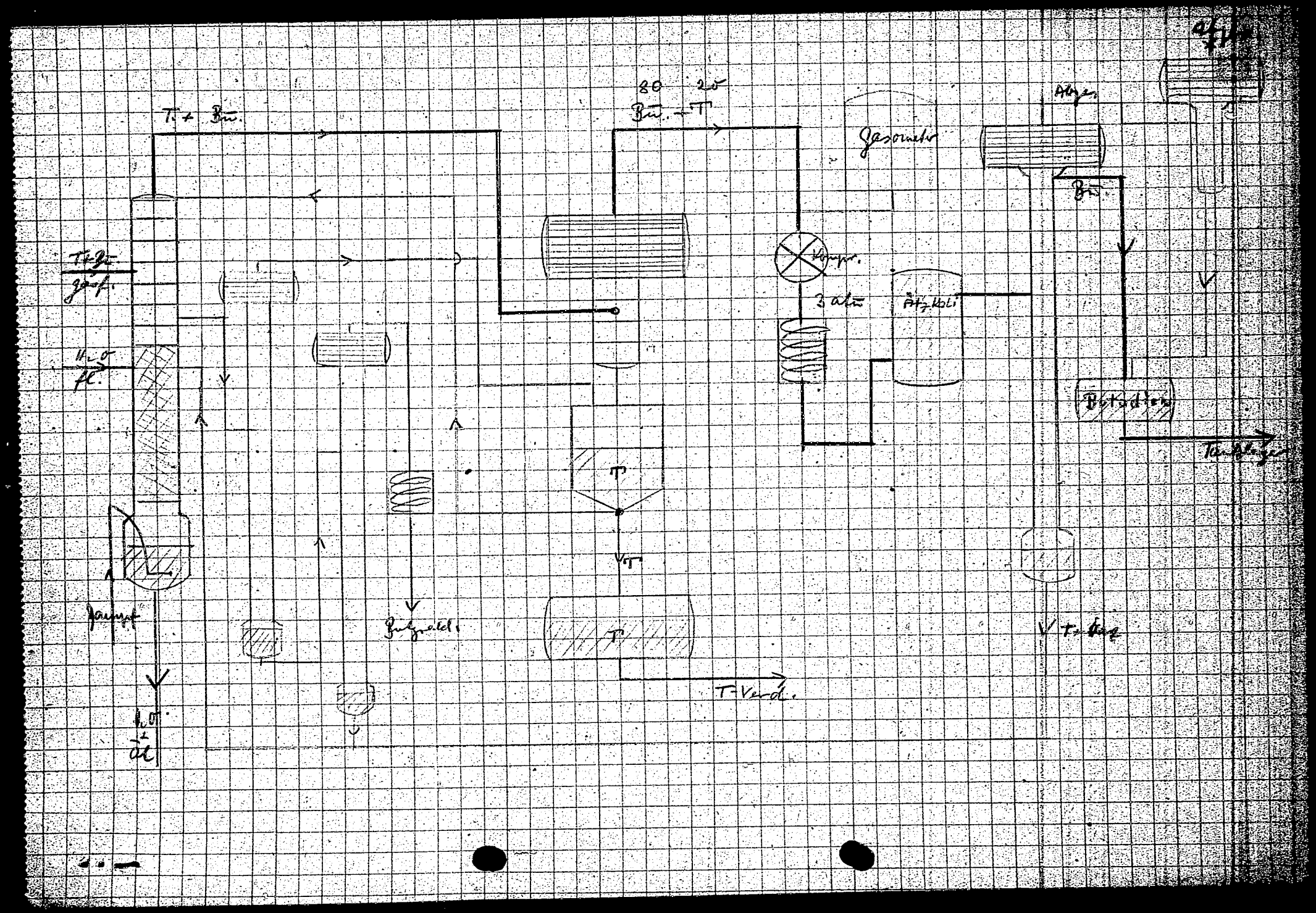
Die Dampfdruckkurven der beiden Komponenten divergieren mit zunehmendem Druck. Gegen die Druckdestillation des Butadiens bei 3 atü ist kaum etwas einzuwenden, da das Butadien ja nicht in die heisse Blase gelangt, sondern sich nur in den kälteren Teilen der Kolonne befindet.

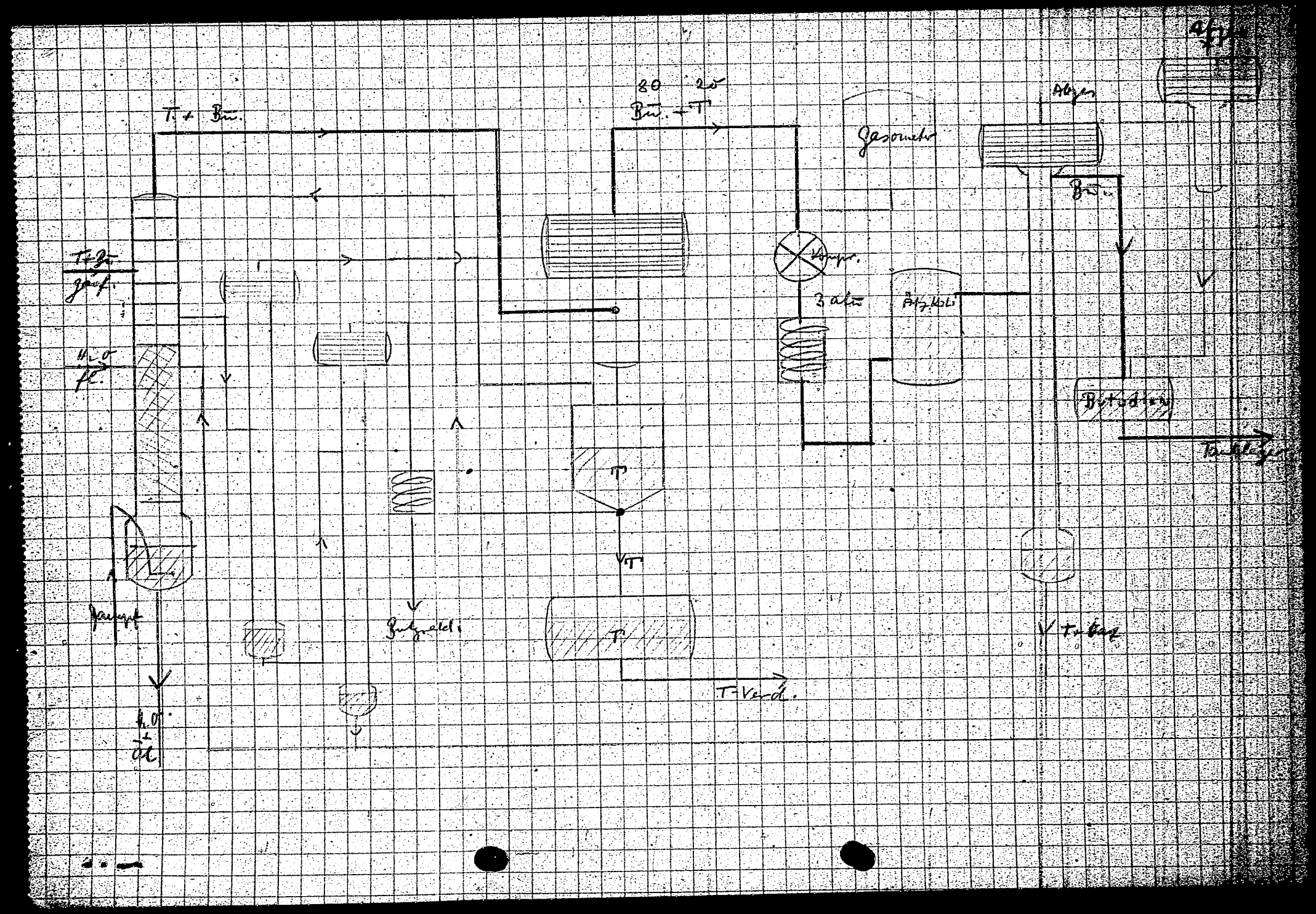
Das Butadien geht über Kopf und kann mit Flusswasser kondensiert werden. Der Kolonne II ist eine kleine Ausgas-kolonne angeschlossen, die die mitgerissenen Butadienmengen vom Abgas trennt. Die Ausgaskolonne wird mit Sole gekühlt.

Der Soleverbrauch der Butadiendestillation ist also sehr gering. Auf eine Tiefkühlung des Butadiens vor Kolonne II kann gleichfalls verzichtet werden, da in Kolonne II keine Vereisungsgefahr besteht. Ebenso ist eine Propylenkolonne überflüssig, da das Butadien propylenfrei ist.


T + Bu.
80 20
Bu. + T
Gasometer
Abgas
Bu.
T+Bu
Hauptr.
3 atü
Akkoli
Bitteldiesel
Tankleitung
T
Hauptt
Gutgeleitet
T
T-Verd.
Tankleitung


80
20
Gasometer
Abgas
Bü.
Abgaskoli
Bütteldorf
T-Verd.


80 20
Gasometer
Abgas
Abgas
Abfallkoli
Bitumen
Bitumen
Gudgrabel
T-Verd.


T + Bu.
80 20
Bu. + T
Gasometer
Alkyl
Bu.
4 T
T + Bu.
gesamt
H2O
Kl.
Verdampf.
3 atü
Alkohol
Butadien
T
T
Gutgemisch
T
T-Verd.
Tankgas
Kompr.
4 at
at

9.10.40

Aktenvermerk

zur Besprechung über die Hexamethylendiamin-Anlage am 7.10.40

Anwesend waren die Herren: Dr.Niemann
Dr.Bauer
Dr.Schmidt
Dr.Wenderlein
Dipl.Ing.Lenhard
Dipl.Ing.John
Dipl.Ing.Weyrich
Dipl.Ing.Bock
Dr.Frank

Das Schema wurde dem Fabrikationsprozeß folgend besprochen:

Im Adipinsäure-Dinitril-Tank muß eine Temperatur des Dinitrils höher als 2,7°C eingehalten werden. Die Leitung vom Kesselwagen zum Tank (App.Nr.305x) ist heizbar auszuführen, ebenso die Leitung von Behälter zur Pumpe heizbar. Örtliche Überhitzung in der Leitung und im Lagerkessel ist zu vermeiden, da die Gefahr einer Dinitril-Zersetzung besteht; die Leitungen müssen daher mit Glykol beheizt werden (Temperatur etwa 60 bis 90°). Die Dinitril-Pumpen(App.Nr.306-307x) sind heizbar. Die Pumpe hat einen Förderdruck von 50 m WS, um der Preßpumpe einen genügend hohen Druck zu gewährleisten. Dinitril fließt von der Pumpe über zwei wechselseitig zu schaltende Scheibler-Filter zu einem hochstehenden Zulaufmeßgefäß und von da der Preßpumpe zu. Sollte dieser Zulaufdruck nicht ausreichen, so ist eine Schaltung ohne Zulaufmeßgefäß zu wählen,und der volle Druck von 50 m der Dinitril-Förderpumpe ist dann an der Preßpumpe vorhanden. Vor der Preßpumpe ist ein Puffergefäß (App.Nr.076) zur Milderung der Pumpenstöße eingeschaltet.

Die Ammoniak-Preßpumpe arbeitet mit einem Vordruck von 16 atü. Nach Angabe von Herrn Dr.Bauer ist dieser Vordruck zu gering. Bei dem derzeitig laufenden Versuch ist ein Vordruck von 50 atü erforderlich. Vermutlich erklärt sich dieser hohe Vordruck aus der zu engen Zulaufleitung. Bei einer weiten Zulaufleitung ist

damit zu rechnen, daß der Vordruck von 16 atü ausreicht. Herr Dr.Bauer wird noch einen entsprechenden Versuch machen. Dinitril und Ammoniak werden hinter der Preßpumpe in einer gemeinsamen heizbaren Leitung zusammengeführt. Ein mit Raschigringen gefülltes Mischrohr soll die Durchmischung von NH_3 und Dinitril bewirken. Bedenken, wegen unvollständiger Durchmischung, sind unbegründet, da aus dem Kreisgaskühler ohnehin kommende große NH_3-Mengen in den Kontaktofen, undurchmischt mit Dinitril, geleitet werden. Der Flüssigkeitsvorwärmer (App.Nr.071) kommt in Wegfall. Die NH_3-Dinitril-Mischung wird mit etwa 30° mit dem 150° warmen Kreisgas gemeinsam durch den Kreisgaskühler geleitet, und erhält seine Aufwärmung durch die Abkühlung des Kreisgases. Der Kreisgaskühler wird Glykol gekühlt, wobei sich dieses von 60° auf etwa 100° erwärmt.

Der Kontaktofen, Ausführung der Kontaktschüttung (Kontakt-Bimsstein von 2 bis 4 mm Ø) Einbauten und Temperaturmessung sollen einer späteren Besprechung vorbehalten werden. Es wurde lediglich festgelegt, daß keinerlei Gaszuführung durch die Wülste (Kaltgas) erfolgen soll, daß die Thermometerrohre von der Seite, nicht von oben, eingeführt werden sollen, insgesamt 8 Meßstellen, mit je einem Thermometerrohr. Temperatursteigerung im Kontaktofen von 90 auf 130°.

Die Fragen der Reduktion, insbesondere des zu deckenden Wärmebedarfs durch elektrischen Spitzenvorwärmer oder Heißdampf bleibt einer besonderen Besprechung vorbehalten.// Vor und nach der Gasumlaufpumpe sind je 1 Pufferflasche von 500 ltr Inhalt vorgesehen. Zusätzlich sollen noch 2 Flaschen von 350 Ø, 3000 mm Länge, als wechselseitig zu schaltender Ölabscheider, in der Kreisgasdruckleitung vorgesehen werden. Die Kreisgasleitung vor der Umlaufpumpe soll heizbar sein. Die Abgasleitung geht von der Pufferflasche auf der Saugseite zu dem Abgaskühlern. Eine Entspannung von 300 atü auf 200 atü vor dem Abgaskühler ist nicht erforderlich. Im ersten Abgaskühler erfolgt eine Herunterkühlung auf etwa 50 bis 60°, in den beiden wechselseitig nachgeschalteten Kühlern eine Kühlung von 25°. Da die Gefahr besteht, daß die beiden letzten Kühler sich zusetzen mit Diaminkristallen, sind

auf der Kühlseite Dampfanschlüsse vorzusehen, die ein Auftauen der festgesetzten Diaminkristallen mit Dampf ermöglichen. Von jedem der Kühler ist daher eine Leitung zur Rohdiaminvorlage zu führen. Leitung heizbar und nach dem Waschturm zu entlüften. Das im Abgaskühler herauskondensierte Ammoniak läuft zum NH_3-Abscheider (App.Nr.037). Das Abgas geht mit etwa 15,6 kg/h NH_3 über ein Entspannungsventil, von 300 atü auf 0 atü zum Waschturm (App.Nr.070). Das aus dem Abgas wiedergewonnene NH_3, etwa 35 kg/h, wird vom NH_3-Abscheider (App.Nr.037) periodisch abgelassen und über ein Entspannungsventil auf 16 atü entspannt und dem NH_3-Sammelbehälter zugeführt. Der zusätzlich nötige Wasserstoff wird über zwei Kompressoren für je 4 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 25°C) und zwei Pufferflaschen à 500 ltr, je eine vor und nach dem Kompressor, in die Druckleitung des Kreisgases gegeben. Dieser Anteil an Frischwasserstoff ist gering, gegenüber der Kreisgasmenge, sodaß eine merkliche Herabsetzung des NH_3-Partialdruckes nicht zu befürchten ist. Vom liegenden Abscheider (App.Nr.024) geht das Rohdiamin zur NH_3-Wiedergewinnung. Dabei soll die Entspannung von 300 atü auf 16 atü unmittelbar hinter dem Abscheider erfolgen; ursprünglich sollte die Entspannung erst unmittelbar vor dem Umlaufverdampfer der NH_3-Wiedergewinnung erfolgen, die Entspannungsdüse sollte in den Umlaufverdampfer hineingezogen werden. Durch Zwangsumlaufpumpen soll eine gute Bespülung der Entspannungsdüse erreicht werden, sodaß keine örtliche Unterkühlung auftreten kann. Nach Ansicht von Herrn Dr.Schmidt besteht die Gefahr des Zugehens der Leitung jedoch nicht, da NH_3 im Diamin gelöst ist. Infolgedessen ist es nicht erforderlich, daß das Entspannungsventil unmittelbar vor dem Verdampfer eingebaut wird; ebenso kann das Entspannungsgefäß (App.Nr.038), in das zunächst auf 60 atü und dann erst auf 16 atü entspannt werden sollte, entfallen. Dagegen soll ein Gasschutzventil in diese Leitung unmittelbar vor das Entspannungsventil von 300 atü auf 16 atü eingebaut werden. Das Ventil müßte mit einer Kugel ausgestattet sein, die, so lange Flüssigkeit kommt, hochgehoben wird, im Augenblick aber, wo Gas kommt, abschließt. Ein derartiger Schutz ist erforderlich, da sonst Hochdruckgas in die Niederdruck-Apparatur gelangen könnte. Auf den Flüssigkeitsstand im Abscheider (App.Nr.024) ist peinlich zu achten (Meßgerät!). Die NH_3-Austreibkolonne ist mit Zwangsumlauf-

verdampfer ausgestattet. Der Verdampfer soll jedoch so ausgeführt werden, daß man auch ohne die Umlaufpumpen fahren kann. Mit dem Diamin von 335 kg/h kommen die gleichen Mengen Ammoniak in die erste Kolonne. 260 kg/h NH_3 gehen in der ersten Kolonne über und werden im Kondensator verflüssigt und möglichst auf Sättigungstemperatur gekühlt. Der Kondensator ist in seiner Bauart gleichzeitig als Flüssigkeitskühler ausgeführt. 80 kg/h bleiben im Diamin gelöst. Die 260 kg/h werden in gekühlter Leitung der NH_3-Vorlage (App.Nr.065) zugeführt. Aus dieser Vorlage fließt NH_3 ebenfalls in gekühlter Leitung der Preßpumpe zu (Vordruck 16 atü).

Fromm

Fortsetzung: Besprechung am 10.10.40

9.10.40/Schn.

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

Dr.v.Su/Ri.

7.10.40

Besprechung über Igelitversuche am 2. Oktober 1940.

Anwesend die Herren

Dr. H. SCHOLZ, NP-Fabrik,
Dr. HIRMANN, Hauptlabor.,
Dr. v.SUSICH, " "

Im Gegensatz zur diskontinuierlichen Herstellung von Vinylchlorid-Mischpolymerisaten treten bei der kontinuierlichen Polymerisation im Betrieb Schwierigkeiten auf, welche sich in Schwefelfiltrierbarkeit und schlechter Auswaschbarkeit des Koagulats äussern. Durch Änderung der Fällungsbedingungen kann man diese Übelstände nur zum Teil beheben. Der Grund dieses Verhaltens ist nicht bekannt; es wird vermutet, dass er kolloidchemischer Natur ist und in der morphologischen Beschaffenheit der Emulsion zu suchen ist. Deshalb sollen im Hauptlaboratorium die Verhältnisse bei Igelit geklärt und versucht werden, durch geeignete Nachbehandlungs- bzw. Fällungsmethoden aus der kontinuierlich hergestellten Emulsion brauchbare Koagulate zu erhalten. Diese Versuche sollen entscheiden, ob es möglich ist, das bisherige kontinuierliche Verfahren weiterzuführen oder ob es notwendig ist, sie - sei es durch Änderungen der Reaktionsbedingungen, sei es durch apparative Massnahmen - abzuändern.

gez. Susich
" R(eppe)

Durchschlag

2186-2000-450

Dr. Siemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

I.G.Farbenindustrie A.G.
Hauptlaboratorium

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a.Rh., den 23. Sept. 1940
Dr.Ht/E.

U.U.

Durchschlag an:
Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. KEYSSNER, Lu 295.

Aktennotiz.

Betr.: K o r e s i n.
Zum Schreiben des Kautschukzentrallaboratoriums Leverkusen vom 11. 9. 1940 Dr.Hg/E.

Der Brief des Herrn Dr. HAGEN an die L.K.-Abteilung hat uns sehr verwundert, denn die Erzeugung einer genügenden Menge Koresin war insbesondere auch in dem Brief des Herrn Dir. Dr. KONRAD, Le, vom 29. 12. 1939 an Herrn Dir. Dr. AMBROS gewünscht worden. Wir haben deswegen Vorsorge getroffen, dass die Produktion an Koresin ab November 1940 etwa 70 bis 75 Moto und ab Mitte nächsten Jahres über 100 Moto beträgt. Wir bitten daher Herrn Dr. KEYSSNER, sobald die Kapazität von 60 Moto Koresin erreicht ist, eine Umfrage der Abteilung K bezüglich des Bedarfs der Gummiindustrie an Koresin durchführen zu lassen.

Wir machen darauf aufmerksam, dass "die neueren Entwicklungsarbeiten" der Conti sich wahrscheinlich auf die in unserem Schreiben vom 19. 9. 1940 skizzierte Propaganda der Fa. BECK, KOLLER & Cie., Wien, mit ihren Beckaseiten zum Klebrigmachen von Kautschuk beziehen, da uns bekannt ist, dass von dieser Firma eine rührige Tätigkeit entfaltet wird.

gez. Hecht.

Die L.K.-Abteilung sollte eine endgültige Stellungnahme bei Dr. KONRAD, Le, einholen. Auf alle Fälle darf eine Rückstellung oder Verkleinerung der für die Koresin-Fabrikation in Bau befindlichen Anlage nicht stattfinden, da die Autoklaven für die Herstellung eines koresinähnlichen Harzes für den Lackfaktor sowie für die Fabrikation höherer Vinylester für Anstrichmittel, ferner allgemein für Druckvinylierungen benötigt werden.

gez. Reppe.

Durchschlag

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr. [illegible]/S

14.9.40. I.

A k t e n n o t i z.

Betreff: Ersatz von Amphoseife durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (II).

Prüfung von Amphoseife 18 aus Sojaöl.

Mit Schreiben vom 30.8.1940 erhielten wir von der T.H.Abteilung unter der Bezeichnung

ZL 1363
ZL 1364
ZL 1365

3 Muster Amphoseife 18, die wir in unserem Standardansatz auf ihre Brauchbarkeit für die Vinylchloridmischpolymerisation untersuchten. Das Ergebnis unserer Versuche ist in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Versuch	Emulgator	Zeit Std.	Koagulat	k-Wert	EP	Cl
B 2252	ZL 1363	4	7 g	79	59	43,9
B 2260	ZL 1364	7,5	5	75	60	45,0
B 2263	ZL 1365	5	1	78	57	42,7
B 1990	Amphoseife 18	14	1	78	59	44,1

Äusserlich unterscheiden sich die drei geprüften Muster von Amphoseife 18 durch ihre helle Farbe und vollständige Klarheit. Die im Versuch erzielten Polymerisationszeiten sind günstig, die Koagulatmengen durchaus normal. Die Polymerisate zeigen gute Farbe und Klarheit.

Die vorliegenden Proben von Amphoseife 18 sind unter sich und gegenüber der alten Amphoseife 18 ziemlich gleichwertig.

Durchschlag an:
T.H.-Abteilung.
I.G.-Abteilung.

Dr. Fr. E. B.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Haupt[illegible] A.G., den 31.August 1940

Hauptlaboratorium

Durchschlag an:

Hauptabteilung

Herren Dr. KEYSSNER
" Dr. FRENTAG
" Dr. HECHT
" Dr. GÄTE
" Dr. BOPPEL

Aktenmeldung.

Betr.: Besprechung über Membranit Blaustreifen.

Der jetzige Membranit Blaustreifen auf Basis Polyacrylsäure-methylester hat nur einen beschränkten Anwendungsbereich. Der Film ist zu weich. Das Hauptlaboratorium hat eine wesentliche Verbesserung dadurch erreicht, dass es eine Emulsion aus 80 Teilen Polyacrylmethylester und 20 Teilen Vinylbenzoat hergestellt hat. Dr. MUNTE, Uerdingen, interessiert sich sehr für das Produkt und will es, nachdem jetzt die Prüfung abgeschlossen ist, ausgeben. Es ist zunächst mit einem Absatz von 10 Kato zu rechnen, später mit einer Weiterentwicklung auf 40 bis 50 Kato. Die Verzweigung für die Steigerung ist zur Zeit nicht gegeben, weil die Emulsionskapazität in La 61% nicht ausreicht.

Mit den Herren Dr. HECHT, Dr. KEYSSNER, Dr. FRENTAG, Dr. GÄTE und Dr. BOPPEL wurde über das neue Produkt gesprochen und besonders die Frage behandelt, ob es möglich ist, Vinylbenzoat in der nötigen Menge herzustellen. Für erste müssen 500 kg Vinylbenzoat pro Monat hergestellt werden.

Es sind zwei Verfahren für die Herstellung der Verbindung ausgearbeitet worden: das diskontinuierliche, wobei mit Toluol als Verdünnungsmittel gearbeitet wird. Die Ausbeute beträgt 85%. Der neue Blaustreifen wurde bisher mit Produkt aus dem diskontinuierlichen Verfahren hergestellt.

Diesem Verfahren verwandelnd ist das kontinuierliche, das Dr. FRENTAG in die Hand genommen hat. Er hat soeben in seiner Versuchsapparatur einen dreistündigen Versuch abgeschlossen und gezeigt, dass das Verfahren geht. Es wird mit einem auf Kieselgel fest angebrachten Kontakt und Acetylen in Kreislauf gearbeitet.

-/-

Durchschlag

Der Durchsatz beträgt das 2,5-fache pro Kontaktvolumen und Tag. Dr. FREITAG ist in der Lage, mit dem jetzigen Ofen 400 bis 500 kg Vinylbenzoat im Monat herzustellen und von Oktober ab mit einem etwas grösseren Ofen, der schon bestellt ist, etwa 2 t. Die Apparatur ist so ausgelegt, dass man auch einen noch grösseren Ofen mit einer Leistung von 7 t einbauen könnte, doch sind wir der Ansicht, davon vorerst abzusehen.

Mit 2 Moto Vinylbenzoat könnte der Bedarf für Membranit Blaustreifen und für Luorylan L 117, das von Dr. HÜLSCHER ausgearbeitet wurde und demnächst zur Ausgabe kommen soll, zunächst ausreichend gedeckt werden.

Dr. FREITAG wird von seinem Vorrat sofort 250 kg Vinylbenzoat an das Hauptlaboratorium (Dr. GÄTH) für die Herstellung einer grösseren Menge des neuen Membranit Blaustreifens liefern.

gez. Niemann

gez. Reppe

Durchschlag

Der Durchsatz beträgt das 2,5-fache pro Kontaktvolumen und Tag. Dr. FREITAG ist in der Lage, mit dem jetzigen Ofen 400 bis 500 kg Vinylbenzoat im Monat herzustellen und von Oktober ab mit einem etwas grösseren Ofen, der schon bestellt ist, etwa 2 t. Die Apparatur ist so ausgelegt, dass man auch einen noch grösseren Ofen mit einer Leistung von 7 t einbauen könnte, doch sind wir der Ansicht, davon vorerst abzusehen.

Mit 2 Moto Vinylbenzoat könnte der Bedarf für Membranit Blaustreifen und für Lucrylan L 117, das von Dr. HÜLSCHER ausgearbeitet wurde und demnächst zur Ausgabe kommen soll, zunächst ausreichend gedeckt werden.

Dr. FREITAG wird von seinem Vorrat sofort 250 kg Vinylbenzoat an das Hauptlaboratorium (Dr. GÄTH) für die Herstellung einer grösseren Menge des neuen Membranit Blaustreifens liefern.

gez. Niemann

gez. Reppe

Durchschlag

Physikalischer Betrieb Lu 241.

30.August 1940/Z.

Herrn Direktor Dr. Reppe

Tetrahydrofuranfabrikation Lu 501.

Besprechung am 25.6.1940 in Lu 10.

Anwesend: Herr Dr.Niemann
" Dr.Trieschmann
" Dr.Kilbracht
" Dr.Lorenz
" Ziegler
" Demmler
" Dr.Möller
" Dr.Sistig.

Konto: 52050/0092
Kennziffer: L/WRoI 801/III 40 IZ
Zeichnung: L 4515-1.

Für die Anlage werden folgende Meßgeräte benötigt:

M 1 Butandioleingang:
2 Ovalradmesser mit Mittelwertschreiber (el.)
für 1000 Ltr/Std. max.
ND 10, B.D.5
für 40%ige Butandiollösung, $P_h = 2$
Gehäuse aus , Räder aus Bronce oder V2A.

M 2 Dazu je 2 Filter mit kompl. Umgangsleitungen, umschaltbar.
Filtertopf aus Chromguß, Chromstahl 16/10, Filter aus V2A.
Rohrleitungen aus Remanit.

M 3 5 Hochdrucksicherheitsmanometer 0 - 200 atü 150 Ø, mit Rückschlagventil, Feder aus Chromstahl, Sockel Chromstahl, Drossel V2A.

M 4 1 registrierendes Manometer 0 - 200 atü (evtl. 50 - 150 atü).
Material Chromstahl u.s.w.

M 5 Genauere Angaben nach Rücksprache mit Herrn Dr.Scharff.
3 Spitzenvorheizer je 55 KVA
Innentemperatur ca 310 °C insgesamt 9 Meßstellen
Außentemperatur ca 370 °C " 30 "

-4. Sep. 1940

dazu

M 6 1 Sechsfarbenschreiber
(je Eingang Vorheizer und Ausgang Vorheizer 3)
und 1 Kleinregler für Alarmsignal (Ausgang Vorheizer 3)

M 7 Genauere Angaben nach Rücksprache mit Herrn Dr.Scharff.

<u>O f e n .</u>

Im ganzen Ofen soll eine Temperatur von 280 - 310 °C gehalten werden.

Dazu

1 Sechsfarbenschreiber,
1 Ablesegerät
1 Drehschalter.

M 8 <u>Destillierkolonne</u> für Furan u. Alkohol.
Temperaturen 50 - 120 °C
1 Sechsfarbenschreiber
1 Ablesegerät
1 Drehumschalter 24 polig.

M 9 Druckmessung am Turm,B.D. Ø
oben, unten, mit Hg-Manometern,
1 drittes als Differenzmanometer.

M 10 Dampfmessung für Blase, Drossel und Manometer.
1.) 5 atü max. 100 kg/Std.
2.) 5 atü " 200 " / " } auswechselbar
Ltg: .....

M 11 1 Reduzierventil von 16 - 2 - 5 atü
bei 300 kg/Std. Belastung

M 12 Kühlwasser für Dephlegmator.
Mengenmessung mit Drossel und Manometer, 2 Drosseln
1.) max. 4 m^3
2.) " 8 m^3 } Ltg: .....

M 13 P_H-Messung der Butandiollösung vor Ovalradmesser in Zweigstrom
P_H 2 - 2,6, Meßbereich 1 - 4 P_H
Temperatur normal 20 °C, mit Temperaturkompensation und Temperaturmessung.

M 14 2 Rotamesser für Phosphorsäure 10 %ig
Meßbereich: 0 - 15 Ltr/h. Chromstahl.

M 15 Wasser in H_3PO_4-Vorlage, Messung mit Ringkolbenwasser-Uhr, Type 3

M 16 1 Ovalradzähler für Furan
Menge max. 5 m^3/h, BD 5 atü, ND 10
Material: Eisen und zinkfreie Bronce.

M 17 vor Nofatierung
1 Ovalradzähler für Butandiollösung
γ = 1,05, Gehäuse aus Eisen, Räderwerk aus zinkfreier Bronce, Menge 1 m^3/h maximal BD = 5, ND = 10.

<u>Energien.</u>
2 Ringwaagen für Stickstoff.

Sitzj

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Herrn Dr. Ulrich Zwischenprodukten-Gruppe T.H.Abteilung
Dr.Scho/sr.5726 17.8.40 1

z. Kn. H. Ambros
" " Reimann
Kaufmann
z. Kr. Hermann

Aktennotiz.

Besprechung unter den Herren
Dr. Ulrich,
Dr. Spaeth,
Dr. Fürhäuser,
Dr. Schowalter
über Auswahl von Waschmitteln für geplante Waschversuche.

Für vorgesehene Waschversuche in grösserem Massstab werden Produkte herangezogen, die den Anforderungen genügen, wie sie an ein Haushaltswaschmittel gestellt werden. Für die Beurteilung sind die Gesamteigenschaften massgebend. So kann wohl einem Produkt mit weniger guten Waschvermögen, das aber hinsichtlich Hygroskopizität und Äusserem einwandfrei beurteilt ist, gegenüber einem Produkt mit besserer Waschwirkung aber weniger günstigen anderen Eigenschaften der Vorzug gegeben werden. Neben Igepon A, Igepon T, Cyclanonen aus Spermöl- Kokosfett- und Palmkernfettalkohol kommen nach vorausgehender Prüfung durch die Color. Abteilung gegebenenfalls noch folgende Produkte in Betracht:

1.) Olefinsulfonat aus Synthesenöl (Dr. Michael).

Für die Herstellung wird ein Synthesenöl vom Siedepunkt Kp 10 mm 149-190° mit einem Molekulargewicht 200-220 angewandt. Zur Kennzeichnung des Ausgangsmaterials sei noch erwähnt, dass das Synthesenöl, wie aus der Differenz von Jodzahlen und Hydrierjodzahlen zu schliessen ist, tertiäre Kohlenstoffatome enthält. Zur Entfernung der unsulfierten Anteile wird eine Vorabscheidung mit Aethanol anschliessend eine Extraktion mit Petrolaether aus wässriger Methanollösung durchgeführt. Das Extraktionsverfahren wird weiter ausgearbeitet. Die gesättigten Kohlenwasserstoffe finden als Dieselöl Verwendung. Ca 20-25 kg Krausepulver werden in dem Krauseturm in Lu 265 aus vorrätiger Paste hergestellt. Auf die Hygroskopizität des Produktes wird grossen Wert gelegt.

Sulfierprodukte gekrackter Öle (Dr.Hartmann) sollen sich in Bezug auf Hygroskopizität ähnlich verhalten wie obige Olefinsulfonate.

Durchschlag

R. 4244

2.) Sulfonate aus Oxo-Alkoholen (Ruhrchemie und Hauptlabor.).
6 Kanister mit je ca 2 kg Oxo-Alkoholen sind im Hauptlaboratorium eingetroffen und zwar handelt es sich um einzelne Fraktionen von Alkoholen der Kettenlänge C_{12}-C_{17}. Je 200 g werden zur Bestimmung der Hydroxylzahl und für Sulfierversuche der T.H.Abteilung zur Verfügung gestellt. Sollten sich einige Fraktionen auf brauchbare Waschmittel verarbeiten lassen, dann ist es vorgesehen, die entsprechenden Fraktionen zu vereinigen, dann zu sulfieren, um für die Prüfung eine grössere Menge Material zur Verfügung zu haben.

Ein Sulfonat aus Oxo-Alkoholen des Hauptlaboratoriums (Dr.Schuster, Dr. Hartmann) soll sich bei der Color. Abteilung in Prüfung befinden.

3.) Sulfonate aus Crotonaldehydkondensationsprodukten.
Die Produkte zeigen gutes Waschvermögen und können jetzt in grösserer Menge hergestellt werden. Die Ausbeute an Alkoholen liegt bei 70-80%.

4.) Kopasin-benzol-sulfosäure Na-salz.

5.) Amphoseife aus Olefin aus Wachsalkohol und aus Synthesöl.

Das Herstellen der Krausepulver, denn diese werden für die geplanten Versuche herangezogen, wird im Krauseturm in Lu 263 vorgenommen.

Von der Ruhrchemie sind Synthesöle aus CO und H noch nicht eingegangen. Kracksolefine sind avisiert und zwar sind diese hergestellt aus hydriertem Synthesöl durch Verkrackung.

gez. Schowalter

gez. Ulrich

15.8.40.

A K T E N N O T I Z

Betr.: Besprechung zwischen Dipl.-Ing. K e i n und Dr. B ü c h e bezüglich des Hochdruckofens 500 mm Ø 18 000 mm Länge für die Herstellung von Acrylester.

Nach dem bisherigen Stand der Versuche in kleinem Maßstab läßt sich noch nicht genau angeben, wie die Großanlage gebaut sein wird. Insbesondere steht noch nicht fest, ob ein Futter aus V4A für den vorliegenden Prozess geeignet ist. Es besteht also die Möglichkeit, daß der bestellte Ofen überhaupt nicht für die Acrylester-Synthese benützt werden kann. Aus diesem Grund wurde beschlossen, ihn so zu bauen, daß er auch für eine gewöhnliche Hydrierung geeignet ist. Zu Grunde gelegt wurde dabei ein Maximal-Durchsatz von 10 kg Produkt je Tag. Bei einem Molekulargewicht von 100 und einer Wärmetönung von 60 kcal/mol ergibt sich damit eine maximale Kreisgasmenge von 220 m^3/Std. bezogen auf 325 at. Dem entsprechend wurden folgende Anschlüsse vorgesehen: Gaseingang am oberen Deckel 90 mm Ø, Flüssigkeitseingang 30 mm Ø, Ausgang am unteren Deckel 120 mm Ø, Kaltgasrückführung an den beiden Zwischenstücken je 70 mm Ø. Der obere Deckel erhält die Möglichkeit zum Einbringen einer Thermohülse, die ihre Führung in einer Mittelöffnung des unteren Deckels besitzt. Die Zwischenstücke werden mit Nut und Feder abgedichtet, als Dichtung selbst soll zunächst Messing verwendet werden. Bei der Konstruktion wird die Möglichkeit offen gelassen, auch die bekannten V2A-Ringe mit Asbesteinlage zu verwenden. Von der Beschaffung irgendwelcher Einbauten und Verteilereinrichtungen für die Flüssigkeit wird vorerst abgesehen. Die Mäntel zur Beheizung mit Dampf von 20 at werden beiderseitig mit Stopfbüchsen aufgebracht, um sie gegebenenfalls bei Verwendung für einen anderen Zweck leicht gegen eine elektrische Heizung austauschen zu können.

Büchy

Durchschlag an:

Herrn Dr. N i e m a n n
Herrn Dr. Karl W o l f
Herrn Dipl.-Ing. K e i n

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a.Rh., den 3.Aug.1940.
Dr.Nie/fr.

A k t e n n o t i z .

Tetrahydrofuran wurde im Juni 1939 an den Technischen Prüfstand Oppau geschickt.

Tetrahydrofuran besitzt keine Antiklopfwirkung, vielmehr soll es das Klopfen noch verstärken.

Tetrahydrofuran wurde auf Grund seiner guten Löseeigenschaften geprüft, ob es Rückstände im Motor während des Betriebs herauslöst. Der Siedepunkt von 65° liegt aber dafür zu niedrig.

Ø an: Herrn Dir.Dr.Ambros

gez. Niemann
gez. Reppe

3051-10M-388

Durchschlag

Dr. Niemann

Dr. Stb/Zi.

27.7.40

Aktennotiz !

Besprechung in Lu 563 über die Hydrieranlagen in Bun 532.

Anwesend: H. Dr. Niemann,
" Dipl.Ing.Heidebrock,
" " " Hein,
" " " Schaefer,
" Dr. Rothaas,
" Dr. Schneider (zeitweise),
" Dr. Steinhofer.

1.) Die Versuche in Lu 606 u. 295 haben erneut bewiesen, dass eine gleichmässige Flüssigkeitsverteilung in Reaktionstürmen mit Einbauten, wie durchgehende Thermorohre und Kaltgasrohre, nicht möglich ist. Es sollte deshalb besprochen werden, wie ein Umbau der Hydrierapparaturen in Lu 532 ohne grosse Verzögerung der Fertigstellung der kleinen Apparatur bzw. Unterbrechung der Butindiolhydrierung möglich gemacht werden könnte.

2.) Ferner war es erforderlich, die kleine Anlage, die zunächst zur Hydrierung der grossen Butindiolvorräte benützt werden soll, für die Erfordernisse der Dekalolfabrikation herzurichten.

3.) Endlich wurde vom Hauptlieber, der Wunsch ausgesprochen, einen bereits vorliegenden Schuss (9,5 m lang, ∅ 200 mm) als Nachkontaktofen in diese Anlage einzubauen.

Zu 1.):
Von der technischen Seite wurde die Meinung vertreten, dass eine einwandfreie Anbohrung der Türme zur seitlichen Anbringung der Kaltgaseinführungen und Thermomessstellen nur in der Hauptwerkstätte möglich sei. In diesem Falle müsste jedoch zum Ein- und

A k t e n v e r m e r k

Besprechung in 562 über die Hydrierpläne in Bun 372.

Anwesend: E. Dr. Nieswandt
" Dipl.-Ing. Heidebrock
" " " Hahn
" " " Schaefer
" Dr. Rathmann
" Dr. Schaefer (entwickelt)
" Dr. Steinhofer

1.) Die Versuche in Im 606 u. 295 haben erneut bestätigt, dass eine gleichmässige Mischgleichverteilung in Reaktionsräumen mit Wärmetönungen, wie durchgehende Thermopole und Haftgeräte, nicht möglich ist. Es sollte deshalb versucht werden, wie ein Ueberlauf der Hydrierapparaturen in Im 372 ohne grosse Veränderung der Fertigstellung der kleinen Apparate bzw. Unterbringung der Reaktionsbrüterung möglich gemacht werden könnte.

2.) Ferner war es erforderlich, die kleine Anlage, die zunächst zur Hydrierung der grossen Reaktionsvorräte benutzt werden soll, für die Erfordernisse der Detailfabrikation herzurichten.

3.) Endlich wurde von Kampffmeyer, der Versuch angesprochen, einen bereits vorliegenden Ofen (3,5 m lang, Ø 300 mm) als Reaktionsofen in diese Anlage einzubauen.

Zu 1.):

Von der technischen Seite wurde die Meinung vertreten, dass eine einwandfreie Ausführung der Pläne nur möglichen Anordnung der Haftgerätehärtungen und Thermopolen nur in der Hauptwerkstätte möglich sei. In diesem Falle müsste jedoch zum Hin- und

A k t e n v e r m e r k :

Besprechung in Ln 557 über die Hydrierofen in Bau 232.

Anwesend: R. Dr. Kiessen,
" Dipl.-Ing. Heidebrock,
" " " Kuhn,
" " " Schaefer,
" Dr. Rothmann,
" Dr. Schaefer (entwickelt),
" Dr. Steinhofer.

1.) Die Vorwände in Ln 506 u. 237 haben erkennen lassen, dass eine gleichmässige Wärmeintensivverteilung in Reaktionsöfen mit Wände, wie durchgehende Thermoröhre und Heizgerohre, nicht möglich ist. Es sollte deshalb versucht werden, wie ein Ofen in Hydrierapparaturen in Bau 232 ohne grosse Veränderung der Fertigstellung der kleinen Apparatur bzw. Unterbrechung der Betriebsfähigkeit hydrierung möglich gemacht werden könnte.

2.) Ferner war es erforderlich, die kleine Anlage, die zunächst zur Hydrierung der grossen Betriebsversuche benutzt werden soll, für die Erfordernisse der Dauerbetriebsfähigkeit herzurichten.

3.) Endlich wurde von Hauptlabor, der Wunsch ausgesprochen, einen bereits vorhandenen Ofen (3,5 m lang, ø 300 mm) als Reaktionsstätte in diese Anlage einzubauen.

Zu 1.):

Von der technischen Seite wurde die Meinung vertreten, dass eine ohnemöglichste Abkühlung der Öfen nur zeitlichen Anfrägung der Heizgasentbrennung und Thermoelementen nur in der Hauptsache möglich sei. In diesem Falle müsste jedoch zum Hin- und

Ausbau, Transport etc. einen Turnus mit einer Zeit von 4-6 Wochen gerechnet werden. Ob die Bohrungen auch am aufgestellten Turm vorgenommen werden können, was schätzungsweise nur 8 Tage in Anspruch nehmen würde, kann nur von der Hauptwerkstätte entschieden werden. Die Herren Heidebrock und Schäfer werden diese Angelegenheit mit den zuständigen Stellen in den nächsten Tagen klären.

Apparatur I (Butindiolhydrierung) soll 10 Thermostellen und 4 - 5 seitliche Kaltgasstellen erhalten. Wenn der Umbau an Ort und Stelle möglich ist, soll er schon beim nächsten Kontaktwechsel vorgenommen werden. Nach Beendigung der Konstruktionsarbeiten durch Herrn Heim (8 Tage) würde in diesem Falle die Betriebsschlosserei alles vorbereiten, sodass der Umbau selbst in kürzester Zeit fertig wäre.

In Apparatur II (Naphtholhydrierung) sollen 8 Thermostellen und 4 Kaltgasstellen eingebaut werden.

Zu 2.)

Die Verzögerung im Aufbau der Apparatur II wurde in den letzten Tagen durch das Fehlen von Hochdruckmaterial hervorgerufen. Der noch fehlende Abscheider ist inzwischen von der Herstellerfirma abgesandt worden. Der Kühler, der von der Hauptwerkstätte gebaut wird, soll in 4 Wochen geliefert werden und ist für die Fertigstellung der Anlage terminbestimmend.

Die unterste Gaseinführung in den Turm soll als Heisgasstelle benutzt werden. Sie ist mit einem Vorwärmer zu versehen, der zu

Ausbau, Transport etc. eines Turmes mit einer Zeit von 4-6 Wochen gerechnet werden. Ob die Änderungen auch am aufgestellten Turm vorgenommen werden können, was schätzungsweise nur 8 Tage in Anspruch nehmen würde, kann nur von der Hauptwerkstätte entschieden werden. Die Herren Heidebrock und Schäfer werden diese Angelegenheit mit den zuständigen Stellen in den nächsten Tagen klären.

Apparatur I (Butindiolhydrierung) soll 10 Thermostellen und 4 - 5 seitliche Kaltgasstellen erhalten. Wenn der Umbau an Ort und Stelle möglich ist, soll er schon beim nächsten Kontaktwechsel vorgenommen werden. Nach Beendigung der Konstruktionsarbeiten durch Herrn Holm (8 Tage) würde in diesem Falle die Betriebsschlosserei alles vorbereiten, sodass der Umbau selbst in kürzester Zeit fertig wäre.

In Apparatur II (Naphtholhydrierung) sollen 8 Thermostellen und 4 Kaltgasstellen eingebaut werden.

Zu 2.):

Die Verzögerung im Aufbau der Apparatur II wurde in den letzten Tagen durch das Fehlen von Hochdruckmaterial hervorgerufen. Der noch fehlende Abscheider ist inzwischen von der Herstellerfirma abgesandt worden. Der Kühler, der von der Hauptwerkstätte gebaut wird, soll in 4 Wochen geliefert werden und ist für die Fertigstellung der Anlage terminbestimmend.

Die unterste Gaseinführung in den Turm soll als Kaltgasstelle benutzt werden. Sie ist mit einem Vorwärmer zu versehen, der so

Ilo 2

Ostsee Flotte, die Kommandantenboot nur noch für Ausbildungszwecke verwendet. Das Boot befindet sich zur Zeit in einer Werft und wird voraussichtlich erst Ende Nov 41 wieder einsatzbereit sein.

Ilo 3

Am 4.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 4

Am 5.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 5

Am 6.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 6

Am 7.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 7

Am 8.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 8

Am 9.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 9

Am 10.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 10

Am 11.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 11

Am 12.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 12

Am 13.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 13

Am 14.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 14

Am 15.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 15

Am 16.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 16

Am 17.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 17

Am 18.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 18

Am 19.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 19

Am 20.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 20

Am 21.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 21

Am 22.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 22

Am 23.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 23

Am 24.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 24

Am 25.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 25

Am 26.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 26

Am 27.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 27

Am 28.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 28

Am 29.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 29

Am 30.11. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 30

Am 1.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 31

Am 2.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 32

Am 3.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 33

Am 4.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 34

Am 5.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 35

Am 6.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 36

Am 7.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 37

Am 8.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 38

Am 9.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 39

Am 10.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 40

Am 11.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 41

Am 12.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 42

Am 13.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 43

Am 14.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 44

Am 15.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 45

Am 16.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 46

Am 17.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 47

Am 18.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 48

Am 19.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 49

Am 20.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 50

Am 21.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 51

Am 22.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 52

Am 23.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 53

Am 24.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 54

Am 25.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 55

Am 26.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 56

Am 27.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 57

Am 28.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 58

Am 29.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 59

Am 30.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ilo 60

Am 31.12. wurde U 111 versenkt. Das Boot befand sich auf der Ausreise aus der Ostsee. Es ist anzunehmen, daß das Boot durch Minen versenkt wurde.

Ausbau, Transport etc. eines Turmes mit einer Zeit von 4-6 Wochen gerechnet werden. Ob die Bohrungen auch am aufgestellten Turm vorgenommen werden können, was schätzungsweise nur 8 Tage in Anspruch nehmen würde, kann nur von der Hauptwerkstätte entschieden werden. Die Herren Heidebroek und Schäfer werden diese Angelegenheit mit den zuständigen Stellen in den nächsten Tagen klären.

Apparatur I (Butindiolhydrierung) soll 10 Thermostellen und 4 - 5 seitliche Kaltgasstellen erhalten. Wenn der Umbau an Ort und Stelle möglich ist, soll er schon beim nächsten Kontaktwechsel vorgenommen werden. Nach Beendigung der Konstruktionsarbeiten durch Herrn Holz (8 Tage) würde in diesem Falle die Betriebsschlosserei alles vorbereiten, sodass der Umbau selbst in kürzester Zeit fertig wäre.

In Apparatur II (Naphtholhydrierung) sollen 8 Thermostellen und 4 Kaltgasstellen eingebaut werden.

Zu 2.):

Die Verzögerung im Aufbau der Apparatur II wurde in den letzten Tagen durch das Fehlen von Hochdruckmaterial hervorgerufen. Der noch fehlende Abscheider ist inzwischen von der Herstellerfirma abgesandt worden. Der Kühler, der von der Hauptwerkstätte gebaut wird, soll in 4 Wochen geliefert werden und ist für die Fertigstellung der Anlage terminbestimmend.

Die unterste Gaseinführung in den Turm soll als Kaltgasstelle benutzt werden. Sie ist mit einem Vorwärmer zu versehen der zu

- 3 -

gross ist, dass damit das gesamte Kreisgas im Turm unten auf 320° aufgewärmt werden kann. Gasdurchgang maximal 8 cbm / Std.. Die Flüssigkeitszuleitung wird in ihrer Länge mit einem Dampfmantel (für 20 Atü Dampf) versehen. Auch das Kreisgas (maximal 20 cbm pro Stunde) soll einen Vorwärmer erhalten, der gross genug ist, um es auf ca. 180° zu bringen. Zur besseren Verteilung der Flüssigkeit wird im Turm oben ein Verteiler angebracht. Von einer Aussenheizung des Turmes, die vom Hauptlabor. gewünscht wurde, soll abgesehen werden, da sie in absehbarer Zeit nicht anzubringen ist.

<u>Zu 3.):</u>

Als Nachkontaktofen wurde schon vor längerer Zeit ein Rohrofen (3,50 m lang, 200 mm Durchmesser) mit Dampfschlangen (für 20 Atü Dampf) hergerichtet und soll nun in die kleinere Hydrieranlage eingebaut werden. Der Nachkontaktofen, in erster Linie für Hydrierungsversuche von Butindiol gedacht, bringt auch für die Dekalolfabrikation eine nicht unerwünschte Vergrösserung des Gesamtkontaktvolumens. Da ein Umbauen des Turmes technisch nicht möglich ist, wurde beschlossen, den Nachkontakt nebenan zu setzen und eine heizbare Verbindung (20 Atü Dampf) mit dem Turmausgang zu schaffen, durch die Flüssigkeit und Gas gleichzeitig in den Nachkontakt gefördert werden.

Die konstruktiven Arbeiten für die besprochenen Änderungen ste. übernimmt Herr Heim La 10.

gez. Steinhofer

gez. Niemann

Dr. Niemann

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

Dr.Ha/Bi.

25.7.40.

Durchschlag an:
I.G.Oppkopan
(H.Dr.KLEIN/H.Dr.JACOBI).
I.G. Bitterfeld
(H.Dr.SCHÜNEMANN/H.Dr.WICK).
I.G.-Abteilung
(H.Dr.HAENSCH/H.Dr.SCHOEN).
Coloristische Abteilung/Kurz.

A k t e n n o t i z !

Betr.: Rotfärbung von Polyvinylchlorid bei der Aufarbeitung.

Bei der Igelit-Besprechung in Lu am 24. April 1940 konnte von den Anwesenden die häufig auftretende Rotfärbung des Polyvinylchlorids bei der Aufarbeitung nicht erklärt werden und auch kein Mittel zur Verhütung dieser Erscheinung angegeben werden.

Wir haben diese Frage weiter zu klären versucht und dabei festgestellt, dass die Rotfärbung beim Aufheizen der Polyvinylchlorid-Fällung nur in Gegenwart von Aluminiumsulfat bei alkalischer Reaktion eintritt. Beim Aufheizen mit Aluminiumsulfat bei saurer Reaktion und beim Aufheizen in alkalischer Reaktion in Abwesenheit von Aluminiumsulfat bleibt die Rotfärbung aus.

Das Emulgiermittel scheint für die Rotfärbung ohne Bedeutung, denn sie wurde bei der Verwendung sowohl von Ampholsäfe 19 als auch von Mesagon als Emulgiermittel beobachtet.

Die Tatsache, dass die Rotfärbung bei alkalischem Aufheizen in Gegenwart von Aluminiumsulfat nur bei einzelnen Partien auftritt, deutet darauf hin, dass sie durch die wechselnde Qualität des Vinylchlorids bedingt ist.

Wir haben in Diphenylthiobarnstoff (Stabilisator C) ein Mittel gefunden, durch dessen Zusatz die Rotfärbung unterbleibt. Dabei genügt ein Zusatz von 0,1 %, bezogen auf die Igelitmilch, der zum Füllbad nach der Zugabe des Alkalis und vor dem Aufheizen in feinverteilter Form am besten in Methanol angeschlämmt zugegeben wird.

Durchschlag

Durch diesen Zusatz des Diphenylthiobarnstoffs, der infolge der Schwerlöslichkeit dieses Produktes sicher zu einem Teil in feinstverteilter Form im Polyvinylchlorid verbleibt, erzielt man eine hervorragende Verbesserung der Eigenfarbe und der Anfangsstabilität des Polymerisates.

Durchschlag

Herrn Dr. Rippel

Besprechung am 20.7.40 in Lu 565.

Anwesend: Dr. Niemann
Dr. Nicolai
Dr. Steinhofer
~~Dr. Baur~~ Dr. Rothaas
~~Dr. Seydel~~ Dr. Schulz
Dr. Jutz
Dr. Hengstenberg.

Der Wiedereinbau des Membranventils in Lu 35 hatte erhebliche Störungen der Abnehmerbetriebe in Lu zur Folge.
Die durch einen hohen Verbrauch in Lu 501 bedingte Schließung des Ventils verursachte einen Druckabfall in dem Netz, der wegen des fortdauernden erheblichen Verbrauchs durch die Butanolfabrik nicht durch den kleinen Umgang des Membranventils ausgeglichen werden konnte. Der Druck im Netz Lu sank vielmehr relativ rasch auf ungefähr 70 Atmosphären, wodurch die Entnahme von Wasserstoff für Lu 529 und Lu 532 unmöglich wurde. Da diese Störungen unbedingt vermieden werden müssen, sind die zur Schließung des Membranventils führenden Verbrauchsspitzen abzuflachen.
Zur Zeit ist eine besonders starke stossweise Entnahme in erster Linie noch im Betrieb von Dr. Nicolai vorhanden, wo nach Abstellen des Elektrolyt-Wasserstoffs der Wasserstoff-Gasometer mit Fullgas relativ rasch aufgefüllt werden muß. Der Einbau eines Membranventils in die Leitung zur Butanolfabrik, der als Abhilfe vom Hauptlabor vorgeschlagen wird, ist aus betrieblichen Gründen für die Butanolfabrik nicht tragbar. Es soll vielmehr sobald als möglich vom Gasometerstand aus die Fullgaszufuhr gesteuert werden, wobei dann bei Absinken des Gasometers sofort die zum Nachfüllen notwendige Fullgasmenge dem Netz kontinuierlich entnommen wird. Nur auf diese Weise sind stossweise Belastungen auf die Dauer vermeidbar. Der Physikalische Betrieb wird diese Arbeit zusammen mit der Betriebs-Schlosserei der LK-Abteilung in Angriff nehmen.

Da im Interesse des Hochdrucks auf das in Lu 35 eingebaute Membranventil zunächst nicht verzichtet werden kann, sollen die Versuche an diesem ebenfalls weitergeführt werden. Um einen allzustarken Druckabfall in Lu am Schließen des Ventils zu vermeiden, wurde die im Umgang befindliche Drossel bereits um 50 % aufgebohrt. Außerdem soll der Steuerdruck der Pufferflasche von 210 auf 205 Atmosphären heruntergesetzt werden. Mit dieser Anordnung werden Anfang

Zu dem Vorgang R. 3582

Herrn Dr. Rippel

Besprechung am 20.7.40 in Lu 565.

Anwesend: Dr. Niemann
Dr. Nicolai
Dr. Steinhofer
~~Dr. Baur~~ Dr. Rothaas
~~Dr. Seydel~~ Dr. Schulz
Dr. Jutz
Dr. Hengstenberg.

Der Wiedereinbau des Membranventils in Lu 35 hatte erhebliche Störungen der Abnehmerbetriebe in Lu zur Folge.
Die durch einen hohen Verbrauch in Lu 501 bedingte Schließung des Ventils verursachte einen Druckabfall in dem Netz, der wegen des fortdauernden erheblichen Verbrauchs durch die Butanolfabrik nicht durch den kleinen Umgang des Membranventils ausgeglichen werden konnte. Der Druck im Netz Lu sank vielmehr relativ rasch auf ungefähr 70 Atmosphären, wodurch die Entnahme von Wasserstoff für Lu 529 und Lu 532 unmöglich wurde. Da diese Störungen unbedingt vermieden werden müssen, sind die zur Schließung des Membranventils führenden Verbrauchsspitzen abzuflachen.
Zur Zeit ist eine besonders starke stossweise Entnahme in erster Linie noch im Betrieb von Dr. Nicolai vorhanden, wo nach Abstellen des Elektrolyt-Wasserstoffs der Wasserstoff-Gasometer mit Nullgas relativ rasch aufgefüllt werden muß. Der Einbau eines Membranventils in die Leitung zur Butanolfabrik, der als Abhilfe vom Hauptlabor vorgeschlagen wird, ist aus betrieblichen Gründen für die Butanolfabrik nicht tragbar. Es soll vielmehr sobald als möglich vom Gasometerstand aus die Nullgaszufuhr gesteuert werden, wobei dann bei Absinken des Gasometers sofort die zum Nachfüllen notwendige Nullgasmenge dem Netz kontinuierlich entnommen wird. Nur auf diese Weise sind stossweise Belastungen auf die Dauer vermeidbar. Der Physikalische Betrieb wird diese Arbeit zusammen mit der Betriebs-Schlosserei der LK-Abteilung in Angriff nehmen.

Da im Interesse des Hochdrucks auf das in Lu 35 eingebaute Membranventil zunächst nicht verzichtet werden kann, sollen die Versuche an diesem ebenfalls weitergeführt werden. Um einen allzustarken Druckabfall in Lu am Schließen des Ventils zu vermeiden, wurde die im Umgang befindliche Drossel bereits um 50 % aufgebohrt. Außerdem soll der Steuerdruck der Pufferflasche von 210 auf 205 Atmosphären heruntergesetzt werden. Mit dieser Anordnung werden Anfang

nächster Woche die Betriebsbedingungen des Ventils nocheinmal durchgeprüft. Betriebsstörungen beim Schließen des Ventils können zu dieser Zeit durch rechtzeitige Benachrichtigung des Hochdrucks unter der Telefonnummer 2720 oder 2110 vermieden werden. Vom Hochdruck aus wird dann der große Umgang zum Membranventil aufgemacht. Ein Ventil, das im Gegensatz zu dem eingebauten Membranventil die Gaszufuhr nach Lu kontinuierlich regelt, ist fertiggestellt und soll nach Durchprüfung im Laboratorium ebenfalls eingebaut werden.

gez. Hengstenberg

Dr. Niemann

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

17.7.40 I
Dr.Ho/E.

Aktennotiz.

Betreff: Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (5).

Durchschlag an:

Prüfung der Produkte: ZSch 1243,
" 1246,
" 1244,
" 1245.

T.H.-Abteilung
(H.Dr.SCHOWALTER)
L.K.-Abteilung
(H.Dr.HAENSCH)

Die Prüfung der neuen Emulgiermittel ergab im Standardansatz folgende Werte:

Versuch	Emulgator	Zeit Stdn.	Koagulat g	k-Wert	LP.	Cl.
B 2139/1	ZSch 1243	7.5	62	77	70,5	45,4
B 2140/2	" 1246	12,5	35	77	75	44,9
B 2141/3	" 1244	13,5	vollkommen koaguliert	76	73	45,2
B 2152/1	" 1244	3,5	45			
B 2142/4	" 1245	15,5	21	75	73	44,5

Bei befriedigender Polymerisationszeit besitzen die neuen Mittel nur ungenügende Emulgierwirkung. Eine ähnliche Beschleunigung der Polymerisation wie bei Verwendung von Mersal ZSch 1145 (Dibutylnaphthalinsulfosäure-Triäthanolammonium-Salz)(unsere Aktennotiz vom 14.5.1940) konnte nicht beobachtet werden, was unsere Annahme bestätigt, dass diese Wirkung auf eine bisher unbekannte Verunreinigung des Emulgators zurückzuführen ist.

Die Polymerisate sind durch die im Emulgator enthaltenen und aus dem Polymerisat schlecht zu entfernenden Amine stark gelb gefärbt und kleben beim Vorpressen an den Pressplatten.

Für die Polymerisation von Vinylchlorid kommen die neuen Emulgatoren deshalb nicht in Frage.

gez. Herrle
" Fikentscher
" R (eppe)

1672-20M-440

Durchschlag

Dr. Niemann

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

17.7.40 I
Dr.He/E.

Aktennotiz.

Betreff: Ersatz von Ammoniaksaife 18 durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (E).

Durchschlag an:

Prüfung der Produkte: ZSch 1243,
" 1246,
" 1244,
" 1245.

T.H.-Abteilung
(H.Dr.SCHOWALTER)
L.K.-Abteilung
(H.Dr.HAMPSCH)

Die Prüfung der neuen Emulgiermittel ergab in Standardansatz folgende Werte:

Versuch	Emulgator	Zeit Stdn.	Koagulat g	k-Wert	EP.	Cl.
B 2139/1	ZSch 1243	7,5	62	77	70,5	45,4
B 2140/2	" 1246	12,5	35	77	73	44,9
B 2141/3	" 1244	13,5	vollkommen koaguliert	76	73	45,2
B 2152/1	" 1244	3,5	45			
B 2142/4	" 1245	15,5	21	75	73	44,5

Bei befriedigender Polymerisationszeit besitzen die neuen Mittel nur ungenügende Emulgierwirkung. Eine ähnliche Beschleunigung der Polymerisation wie bei Verwendung von Mekal ZSch 1145 (Dibutylnaphthalinsulfosäure-Triäthanolammonium-Salz)(unsere Aktennotiz vom 14.5.1940) konnte nicht beobachtet werden, was unsere Annahme bestätigt, dass diese Wirkung auf eine bisher unbekannte Verunreinigung des Emulgators zurückzuführen ist.

Die Polymerisate sind durch die im Emulgator enthaltenen und aus dem Polymerisat schlecht zu entfernenden Amine stark gelb gefärbt und kleben beim Verpressen an den Pressplatten.

Für die Polymerisation von Vinylchlorid kommen die neuen Emulgatoren deshalb nicht in Frage.

ges. Herrle
" Fikentscher
" R (eppe)

1872-20M-440

Durchschlag

I. G. Ludwigshafen
Hauptlaboratorium

Dr. Niemann

Tag 17.7.40 Blatt I
Dr. He/E.

Durchschlag an:
Herrn Dir. Dr. AMBROS
E.K.-Abteilung
(Herrn Dr. SCHOLZ)
T.H.-Abteilung
(Herrn Dr. BÄUMLER)
Herrn Dr. KRZIKALLA

19. JUL. 1940

Aktennotiz.

Betr.: Ersatz von Amphoseife durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (7).
Prüfung von Phenylmepasinsulfonat.

Die uns mit Schreiben vom 29. Juni 1940 (Dr. Wngr/E.) vom Hauptlaboratorium (Dr. KIRSCH) übersandten 5 Proben Phenylmepasinsulfonat haben wir in unserem Standardansatz auf ihre Brauchbarkeit für die Vinylchloridmischpolymerisation geprüft und dabei folgende Ergebnisse erhalten:

Versuch	Emulgator	Zeit Stdn.	Koagulat g	k-Wert	EP °C	Cl %
B 2144/1	IV,169,2 B	6,5	11	83	60	43,1
B 2145/2	IV,169,3 B	7,5	9	82	60	43,6
B 2146/1	IV,169,4 B	14,5	6	86	58,5	40,7
B 2147/2	IV/169,5 B	9,5	7	82	57	43,9
B 2148/3	IV/169,6 B	8,5	11	80	60	45,4

Alle 5 Präparate sind hinsichtlich Emulgierwirkung und Polymerisationszeit ziemlich gleichwertig und bieten in dieser Hinsicht keine Vorteile gegenüber einem früher untersuchten, salzhaltigen Produkt (unsere Aktennotiz vom 19. 6. 1940). Die Unterschiede in der Polymerisationszeit sind wahrscheinlich auf verschiedene Mengen an Verunreinigungen zurückzuführen.

Klarheit, Farbe und Hitzebeständigkeit der Polymerisate sind besonders bei den Präparaten IV,169,2 B, 4B und 5 B gegenüber dem alten Produkt verbessert und einem mit Amphoseife 18 hergestellten Polymerisat ziemlich gleichwertig.

F

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.Tr/b

15.7.40. I.

Aktennotiz.

Betreff: Versuche über Verteilung in Rieselöfen am 11. Juli 1940.

Herren: Obering.Dr.Büche
Dr. Niemann
Dr. Steinhofer
Dr. Trieschmann.

Es wird folgendes abgesprochen:

1.) Das Hauptlaboratorium besorgt 10 cbm nicht imprägnierte Stränge.

2.) Das Hauptlaboratorium stellt eine Schicht zum durchgehenden Betrieb des 1 m - Ofens.

3.) Ausser dem vorhandenen Auffangboden soll ein neuer angefertigt werden, sodass 13 Messungen im Durchmesser vorgenommen werden können.

4.) Es sollen vorerst 3 Schüttungen: regellos, nach CURTIUS und die Spiralschüttung ausprobiert werden. Die Messung soll in Höhen von 2, 4, 6, 8 und 10 m erfolgen. Die Belastung soll 9 - 13,5 - 18 Liter je qdm betragen. Die zugehörigen Gasmengen betragen 175, 250 und 325 cbm.

5.) Als Verteiler soll ein Lochboden mit mindestens 80 Löchern genommen werden, am besten je qdm ein Auslauf.

6.) Die Versuche sollen vordringlich seitens der Schlosserei behandelt werden, da der Ausfall der Versuche von zentraler Bedeutung für die Schkopauer und die künftige Grossanlage des REPPE-Verfahrens ist.

gez. Trieschmann
" R (eppe)

1872-20M-440

Durchschlag

Durchschlag an:
H.Dir. G.FARBEN,
L.K.-Abtlg./H.Dr.SCHOLZ,
H.Dr. BAUMER,
H.Dr. KRZIKALLA.

Dr. Niemann

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium
Dr.Fi/Ri.

11.7.40

A k t e n n o t i s !

Betr.: Ersatz von Amphoseife 18 durch Mesapon für Vinylchlorid-Mischpolymerisat (5).
Notiz des Herrn Dir.Dr.AMBROS vom 1.VII.1940.

Schon bei der Prüfung der ersten Proben von Mesapon (Mepasinsulfonat) für die Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid ergab sich eine gute Emulgierwirkung und eine polymerisationsbeschleunigende Wirkung des Produktes. Die Hitzebeständigkeit der Vinylchlorid-polymerisate war dagegen nicht befriedigend. Wir haben daher Mesapon bisher nur für vinylchloridfreie Polymerisate bzw. Mischpolymerisate eingeführt (Polystyrol EH und Collacral H).

Da sich die Qualität des Mesapons inzwischen wesentlich verbessert hat, haben wir das jetzt vorliegende Produkt als Emulgiermittel in unserem Standardansatz noch einmal geprüft. Dabei zeigte sich wieder die sehr gute Emulgierwirkung (nur 3 g Koagulat) und die starke Polymerisationsbeschleunigung gegenüber Amphoseife 18 (3 Std. Polymerisationszeit). Die Farbe und Hitzebeständigkeit sind gegenüber früher wesentlich verbessert und stehen den Produkten mit Amphoseife 18 kaum mehr nach.

In der folgenden Tabelle sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt und die Versuche mit Amphoseife 18 und Phenylmepasinsulfonat zum Vergleich beigefügt.

Versuch:	Emulgator:	Zeit:	Koagulat:	k-Wert:	E.P.:	Cl:
B 2149	Mesapon	3 Std.	3 g	80	69°	44,0
B 1990	Amphoseife 18	14 "	1 g	78	59	44,1
B 2055	Phenylmepasinsulfonat	10 "	2 g	84	64	44,5

Bei diesem günstigen Ergebnis haben wir sofort einen kontinuierlichen Versuch zur Polymerisation von reinem Vinylchlorid mit Mesapon als Emulgiermittel angesetzt, der seit 24 Std. läuft und sehr rasch angesprungen ist.

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

1873-2000-440

Durchschlag

Dr. Niemann

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

I
4.7.40 Dr.Ni

Aktennotiz.

Betr.: Ersatz von Arphoseife 18 durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid (5).

Prüfung von Nekal BXG neu für die Mischpolymerisation von Vinylchlorid im kontinuierlichen Versuch.

In unserer Aktennotiz (3) vom 14. 5. 1940 berichteten wir über das Ergebnis der vorläufigen Prüfung einer Reihe von Nekalen. Das beste Emulgiermittel in dieser Reihe war Nekal BXG neu, über das wir eine genauere Untersuchung in Aussicht stellten. Über das Ergebnis unserer diesbezüglichen Versuche mit einem Ersatzmaterial soll im folgenden kurz berichtet werden.

Die Versuche wurden in unserer in Lu 26 aufgestellten kontinuierlichen Apparatur (K-Apparatur) ausgeführt. Der Nutzinhalt der Apparatur beträgt 80 Ltr.

Polymerisationsbedingungen:

Verhältnis der Monomeren:

84 % Vinylchlorid
8 % Maleinsäuredimethylester
8 % Acrylsäuremethylester

Emulgatormenge: 1 %

Flottenverhältnis:

Wasser: organ. Phase = 3 : 1

Anfangs p_H: 6,5

Temperatur:

K I 40°
K II 50°
K III 50°

Tourenzahl des Rührers:

K I 84 Umdrehungen
K II 84 "
K III 42 "

Während des Versuches wurden geändert:

Durchsatz
p_H (durch Zusatz von Na-Acetat)
Na-Persulfatmenge
Emulgator Nekal BXG neu (salzfrei u. salzhaltig)

-/-

1872-2M-450

Durchschlag

II
4.7.40 Dr.Ha/B.

Eine Übersicht über die Versuchsbedingungen im einzelnen gibt die folgende Tabelle.

Tabelle 1.

Versuch	Emulgator	Kaliumpersulfat %	Soda-lösung (Mol/Lit.)	Durchsatz kg/kg-Emulsion/Std.	Endgehalt	EndpH	Salzsäure	C.P. %	Cl
K 30/523	22% Na-Palmitat	0,1	-	2	1,061	5,0	70	73	46,5
524	"	0,1	0,4	1,33	1,055	5,0	70	71	46,0
525	"	0,2	0,4	1,33	1,068	4,5	70	71	47,3
527	"	0,2	0,4	2	1,057	5,0	70	70	46,4
K 31	DKS neu, salzfrei	0,3	0,4	2	1,070	5,0	69	74	47,3
K 32/110*)	Aspacoseife 18	0,03	-	2	1,058	-	68	72	46,5

*) Die Temperatur bei diesem Versuch waren K I 45°, K II 55°, K III 65°

Besprechung der einzelnen Versuche.

Versuch K 30.

Als Emulgiermittel wurde die Partie 23ch. 1143 benützt. Sie enthielt ausser 78% wirksamer Substanz 11,4% Na_2SO_4 und 5,5% NaCl.

Der Versuch wurde angefahren mit 0,1% Na-Persulfat und bei einem Durchsatz von 2 kg/organische Phase pro Stunde (Versuchsperiode 523). Während des Versuchs sank das p_H der Emulsion von 6,5 auf 5,0. Das ist aus zwei Gründen unerwünscht:

1.) ist dadurch die Möglichkeit der Verseifung von Ester gegeben,
2.) besteht bei der sauren Reaktion für die Milch die Gefahr der Koagulation. Die Dichte der Milch betrug 1,061.

In der Folge wurde deshalb das Emulgierwasser mit 0,4% Natriumacetat abgepuffert, wodurch ein End-p_H von 5,0 erreicht wurde. Die Pufferung wirkte sich ungünstig auf die Polymerisationsgeschwindigkeit aus. Trotz Verringerung des Durchsatzes von 2 kg auf 1,33 kg/Std. sank während der Periode 524 die Dichte der Emulsion von 1,061 auf 1,055. Die Katalysatormenge wurde deshalb auf 0,2% erhöht (Versuchsperiode 525), wodurch die Dichte auf 1,068 anstieg. Eine Erhöhung des Durchsatzes auf 2 kg (Versuchsperiode 527) brachte ein erneutes Abgleiten der Dichte auf

-/-

1,059 mit sich. Der Versuch musste nach 133 Stdn. abgebrochen werden, da der Entnahmehahn von K III verstopft war. Wie sich beim Öffnen der Bombe herausstellte, hatte sich während des Versuches ziemlich viel Koagulat gebildet.

Versuch K 31.

Die starke Koagulatbildung bei Versuch K 30 führten wir auf den hohen Sulfat- und Chlorid-Gehalt des Emulgiermittels zurück. Die T.H.-Abteilung (Dr. SCHOWALTER) stellte uns deshalb durch Extraktion von Mokal BAG neu mit Alkohol ein praktisch sulfatfreies Produkt her (ZSch 1227), das wir für den folgenden Versuch benutzten.

Im Übrigen waren die Versuchsbedingungen die gleichen wie bei Versuch K 30 und wurden während des Versuches unverändert beibehalten. Lediglich die Persulfatmenge wurde nochmals auf 0,3% erhöht.

Der Versuch lief vollkommen gleichmässig. Die Dichte lag ziemlich konstant bei 1,070, was einer Ausbeute von 90% entspricht. Nach 166 Stunden (7 Tage) musste der Versuch abgebrochen werden, da die zur Verfügung stehende Emulgiermittelmenge verbraucht war. Die Koagulatbildung im Innern der Bombe war sehr gering, so dass die Laufzeit noch bedeutend hätte verlängert werden können.

Während der Versuche K 30 und K 31 wurden laufend Proben aufgearbeitet, von denen die wichtigsten Kennzahlen gemessen wurden. Der E.P. des Polymerisats lag dauernd über 70°. Bezüglich Farbe, Klarheit und Hitzebeständigkeit bestand gegenüber einem unter Verwendung von Amphoseife 18 hergestellten Produkt (Versuch K 19/116) volle Gleichwertigkeit. Auffallend ist der hohe K-Wert, der trotz erhöhter Katalysatormenge dauernd bei 70 lag, gegenüber einem um 12 Einheiten niedrigeren Wert beim Vergleichsversuch mit Amphoseife 18 (Temperatur 55°!). Die Raumzeitausbeute lag bei dem Versuch K 31 bei 15 (16 beim Vergleichsver-

-/-

such). Eine weitere Steigerung auf Kosten des an sich hohen k-Wertes ist durch Erhöhen der Temperatur oder der Persulfatmenge durchaus möglich.

Zusammenfassung:

Mekal BKG neu wurde auf seine Eignung als Austauschstoff für die kontinuierliche Mischpolymerisation von Vinylchlorid geprüft. Das sulfat- und chloridhaltige Produkt (ZSch 1143) erwies sich als ungeeignet, da es infolge starker Koagulatbildung zu Betriebsstörungen führt.

Das sulfatarme Produkt (ZSch 1227) besitzt im kontinuierlichen Versuch bei Pufferung mit Natriumacetat sehr gute Emulgierwirkung bei günstiger Polymerisationsgeschwindigkeit. Das Polymerisat ist einem mit Amphoseife 18 hergestellten Vergleichsprodukt in seinen Eigenschaften gleichwertig. Besonders hervorzuheben ist der günstige k-Wert. Bei der kontinuierlichen Emulsionsmischpolymerisation von Vinylchlorid bietet es nach den bisher durchgeführten Versuchen einen ziemlich gleichwertigen Ersatz für Amphoseife 18.

gez. Franke

Durchschlag an:
L.K.-Abteilung — f.
T.H.-Abtlg. — R.

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

27.6.40 I
Dr.Ht/E.

Durchschlag an:

~~T.K.-Abteilung~~
~~(Herrn Dr. GHRICH)~~
Herrn Dr. HAUSSMANN

Aktennotiz.

Über Versuche zur Herstellung von harz- bzw. wachsartigen Kondensationsprodukten aus Glykolen und Dikarbonsäuren.

Folgende Versuche zur Herstellung von Harzen aus Glykolen und Dikarbonsäuren wurden in den Jahren 1937 und 1938 durchgeführt:

1.) Kondenzation von Butandiol-1.4 mit Phthalsäureanhydrid
Versuch 1211 bis 1213, Heft 10. Seite 35 bis 37. Das Harz 1213 aus Butandiol-1.4 und Phthalsäureanhydrid wurde am 25.11.1937 dem Papiertechn.Labor. der Coloristischen Abteilung Lu zur Prüfung übergeben.
Versuch 1211 wurde am 24.11.1937, die beiden anderen Versuche am 25. 11. 1937 ausgeführt.

2.) Umsetzung von Butandiol-1.4 mit Maleinsäureanhydrid.
Versuch 1215, Heft 10, Seite 39 vom 25.11.1937.

3.) In weiteren Versuchen wurde die Umsetzung von 1.4-Butandiol und Phthalsäureanhydrid untersucht, Versuch 1212 W, Heft 10, Seite 46 vom 30.11.1937, Versuch 1325, Heft 10, Seite 131 vom 10.1.1938, Versuch 1326, Heft 10, Seite 133 von 14.1.38.

4.) Um diese Zeit wurde auch der katalytische Einfluss kleiner Mengen von Oxykarbonsäuren auf die Reaktion untersucht,
z.B. Versuch 1338, Heft 10, Seite 142 von 18.1.1938
" 1339, " 10, " 143 von 18.1.1938.
Hier wurde der Einfluss geringer Mengen Milchsäure zum Butandiol-1.4-Phthalsäureanhydrid-Gemisch untersucht.

5.) Dass man aus zweiwertigen Alkoholen und aliphatischen Karbonsäuren zu wachsartigen Stoffen gelangt, auch wenn aromatische Karbonsäuren zugegen sind, konnte durch die Versuche 1369 und 1375, Heft 10, Seite 184 bzw. Seite 188 vom 10.2. bzw. 14.2.1938 bewiesen werden. Hier wurden wachsartige

-/-

1872-2M-450

Durchschlag

27.6.40 II
Dr.Ht/E.

Produkte aus Butandiol, Phthalsäureanhydrid und Paraffinfettsäuren hergestellt.
Dies konnte ferner durch Versuch 1379, Heft 11, Seite 12 vom 21.2.1938 gesichert werden. Auch hier wurde aus Butandiol-1.4, Phthalsäureanhydrid und Paraffinoxydationsfettsäure ein wachsartiger Körper erhalten.

6.) Weitere Versuche beschäftigten sich unter verschiedenen Bedingungen mit der Umsetzung von Butandiol-1.4 mit Phthalsäureanhydrid. Vgl.Versuch 1326 W, Heft 11, Seite 3 vom 15.2.1938, desgl. die Versuche 1326 W II bis W VI, Seite 114, 115, 126 und 127 vom 31.3.1938 und 13. bzw. 21.4.1938.

Schliesslich sei noch erwähnt, dass auch die Umsetzung des Butandiol-1.4 mit höheren Fettsäuren zu Weichmachern vom Hauptlaboratorium Lu bereits im Mai 1938 untersucht wurde. Dies konnte durch die Umsetzung von Butandiol-1.4 mit Paraffinfettsäure in den Versuchen 1488 und 1501, Heft 11, Seite 146 bzw. Seite 162 (Versuche vom 5. bzw. 13.5.1938) nachgewiesen werden.

Im Jahre 1938 wurden keine weiteren Versuche auf diesem Gebiet ausgeführt, vielmehr wurde die Bearbeitung des Gebietes erst im Herbst 1939 - ohne Kenntnis der sonst in der I.G. Lu und Le ausgeführten Arbeiten - wieder aufgenommen.

Es sind hier zu nennen:
V. 2041, H. 16 (= J.1784), S. 96 vom 14.11.1939, Kondensation von Butandiol-1.4 mit Adipinsäure.
V. 2042, H.16, S. 97 vom 14.11.1939, Kondensation von Butandiol-1.3 mit Adipinsäure.
V. 2044, H. 16, S. 101, vom 17.11.39, Kondensation von Butandiol-1.3 mit Bernsteinsäure.

gez. Hecht
R

1872-2M-450

Durchschlag

Dr. Niemann

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

20.6.40
Dr.K.We/Hl.

A k t e n n o t i z !

Über den Besuch der Herren
Dr. Klaus und
Dr. Verleger
von Oberkommando der Kriegsmarine, Abteilung F, Berlin
am 20. Juni 1940.

Der Zweck des Besuches war Information über angebliche Arbeiten, die in Lu.u. Op. im Gange sein sollten, über Verminderung der Reflexion bzw. Erhöhung der Durchlässigkeit optischer Gläser durch aufgebrachte dünne Schichten. Auskunft über das Vorhandensein solcher Versuche stammt von Herrn Dr. RATH, I.G. Berlin.

Wir teilten mit, dass solche Versuche hier nicht bekannt sind, dass aber einige hiesige Herren an dieser Frage interessiert sind. Es sind dies Dr. BRILL und Dr. TIRM, die der Besprechung beiwohnten. Es wurde festgestellt, dass die den Anwesenden bekannten Substanzen, die diesen Effekt geben (Stearate, Fluoride), gegen Feuchtigkeitseinwirkung empfindlich sind, und es besteht der Wunsch, beständigere oder [redacted] Substanzen zu finden, die diesen Effekt zeigen.

Dr. TIRM ist daran interessiert, solche Versuche anzustellen. Es wurde unsererseits angeregt, dünne Kunststoffschichten auszuprobieren, die entweder in Lösung oder durch Aufdampfen oder durch Aufbringen dünnster Folien in der Wärme hergestellt werden sollen.

Wir sagten weiter zu, bei den übrigen I.G. Werken nachzufragen (Leverkusen u.Griesheim), ob dort weitere Erfahrungen vorliegen. In der Unterhaltung tauchte weiterhin der Gedanke auf, durch

Durchschlag

1372-2M-450

Alterung von Gläsern oder durch Herauslösen von Bestandteilen aus der Oberfläche die Eigenschaften der Glasoberfläche in diesem Sinne zu verändern. Zur Diskussion dieser Frage wurde Herr Dr. DRESZLER, der in Oppau die Glas- und Titanglasarbeiten durchführt, gebeten. Auch hier liegen keine Versuche vor.

Weiterhin interessierten sich die Herren für die Frage von leistungsfähigen Ultrarotsendern bzw. empfindlichen Empfängern. Wir verwiesen sie auf die Arbeiten von Dr. LEMME und LUFT. Herr Dr. LUFT war bei der Besprechung dieser Frage zugegen. Es wurde festgestellt, dass die bei der Betriebskontrolle verwendete Messanordnung wohl den Empfindlichkeitsansprüchen genügen würde, aber wegen ihrer grossen Erschütterungsempfindlichkeit nur im Laboratorium verwendet werden kann.

Es wurde weiterhin kurz die Frage von ultrarotempfindlichen fluoreszierenden Substanzen gestreift. Eine Befragung von Dr.ROBL ergab jedoch, dass auch hier bei uns keine Erfahrungen vorliegen.

Durchschlag an:

H.Dr.Brill
H.Dr.Dreszler
H.Dr.Tiam
H.Dr.Luft
} Oppau

Rechtsabteilung Ludw.
(H.Justizrat Wagner)

gez. K. Wolf
R.

1872-2M-450

Durchschlag

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

24.9.40 I
Dr.Rie/E.

Durchschlag an:
Herrn Dir. Dr. ANDROS
" " Dr. BAUMANN
" Dr. BÜLOW
" Dr. SEYDEL
" Dr. MANCHEN

Aktennotiz.

Vorlauffettsäuren.

Seit einem halben Jahr wird im Hauptlaboratorium die Hydrierung von Fettsäuren zu den Alkoholen bearbeitet. Es hat sich gezeigt, dass man aus den Vorlauffettsäuren in ausgezeichneter Ausbeute die entsprechenden Alkohole herstellen kann. Gegenüber dem Oppauer Verfahren arbeitet das neue in einer Stufe; während also Oppau über den Ester der Fettsäure geht, fällt hier der Veresterungsprozess weg. Im Hauptlaboratorium sind zwei kleinere Hochdrucktürme in Betrieb (Temperatur 250°, Druck 200 atm.). Der Durchsatz pro Liter und Tag ist das dreifache des Kontaktvolumens. Die Ausbeute beträgt 95%. Als Kontakt dient Kupfer. Die Lebensdauer des Kontaktes beträgt heute 5 bis 6 Wochen.

In einer Besprechung am 1. 3. 1940 war vereinbart worden, dass das Hauptlaboratorium 15 t der WITTENER-Vorlauffettsäure in einer Hochdruckapparatur bei Herrn Dr. SEIDEL hydrieren solle. Die Apparatur bei Herrn Dr. SEIDEL wurde zu diesem Zweck vom Hauptlaboratorium mit Kupferauleitungen ausgestattet, die 15 t Fettsäure in einem Kesselwagen seither gelagert. Da die Hydrierkapazität in Lu 529 nicht ausreicht, um die heute verlangten Mengen an Dekalol und Kokosfettalkoholen zu bewältigen, ist es notwendig geworden, die Hydrierung der Vorlauffettsäure zurückzustellen. Möglicherweise gibt sich jedoch Gelegenheit dazu in dem Augenblick, in dem die Hydrierungsapparatur in Lu 532, die ursprünglich zur Herstellung von Aminen gedacht war, vervollständigt und zur Hydrierung von Naphthol eingerichtet ist. Es wird dies voraussichtlich in etwa zwei Monaten der Fall sein.

Wir sind zur Zeit auf der Suche nach einer Lagermöglichkeit für

-/-

Durchschlag

2976-20M-379

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

24.5.40 II
Dr.Nie/K.

die einstweilen in dem Kesselwagen befindlichen 15 t Vorlauffettsäure. Eine Anfrage in Oppau ergab, dass die dortigen Läger mit Vorlauffettsäure überfüllt sind, da die Produktion Oppau bei weitem nicht nachgekommen ist. Auch aus diesem Grunde wäre es wünschenswert, dass bei Gelegenheit die 15 t Fettsäure nach dem Verfahren des Hauptlaboratoriums hydriert werden könnten.

gez. Niemann

gez. Reppe

Durchschlag

2076-20M-379

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Zwischenprodukten-Gruppe

Vertraulich

L.K.-Abt.
Dr.B/Kr.

22.5.39 1

Aktennotiz

(Besprechung: Dr.Ambros, Dr. Niemann, Dr. Roell, Dr. Bülow)

Dr.Ambros berichtet über den Besuch bei Wacker und das Butadienverfahren (über 1.3.Butoldiacetat). Das Diacetat muß sehr rein und frei von OH-Gruppen sein.

Es wird abgesprochen:

1.) Hambsch/Holsten liefern das Diacetat aus dem Laborversuch in möglichst reiner Form an Dr.Niemann.

2.) Hambsch/Holsten machen einen Großansatz in der Palatinol-fabrik (bereits in Angriff genommen).

3.) Dr.Niemann läßt im Hauptlabor möglichst schnell einen kleinen Ofen für die Butadien-Versuche nach Wacker herrichten.

4.) Dr.Roell prüft mit Dr. Rohde die Möglichkeit der Verwendung der für die Butan-Dehydrierung bestellten Apparatur für die Butadien-Versuche/Wacker im größeren Maßstab.

5.) Dr.Roell prüft die Zweckmäßigkeit der Aufstellung dieser Apparatur (Punkt 4) in Lu 614 unter Erweiterung des Baues um 1 Bundfeld nach Norden.

6.) Finanzierung der Versuchsanlage kann voraussichtlich aus den noch zur Verfügung stehenden Mitteln des spez.Versuchs "Butan-Dehydrierung" erfolgen.

7.) Am Dienstag, den 23.5., nach Rückkehr von Herrn Dr.Reppe, soll die ganze Frage nochmals mit Dr.Reppe besprochen werden.

Verteiler:
Herrn Dir.Dr.Ambros
Herrn Dr.Steinnig
Herrn Dr.Reppe/Dr.Niemann
Herrn Dr.Roell
Herrn Dr.Hambsch

Durchschlag

gez. Bülow

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

Nr. Dr. Niemann z. Verb.

16.5.40
Ing.Ben/Ri.

Herrn Direktor Dr. REPPE !

A k t e n n o t i z !

Betrifft: Kabeltränkmasse O.Z. 9607.
Zahlung der Jahresgebühr.

Am 5. August 1939 schrieben wir an die Kuro, dass die Arbeiten abgeschlossen sind und baten an die verschiedenen Kabelfirmen heranzutreten. Diese Aufforderung wurde mit Schreiben der Kuro vom 8.September 1939 an Frankfurt weitergeleitet. Im November u. Dezember 1939 bestellte die Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, bereits 3 Tonnen und dann laufend bis Mai 5,017 Tonnen und 2 Tonnen sind noch nicht ausgeliefert, so dass aus dieser Lieferung auf ein laufendes Geschäft geschlossen werden kann. Nach Ansicht von Herrn Dr. HÜLSCHER ist die [redacted] jetzt fällige Gebühr zu zahlen.

gez. Zeuschke

Selbstverständlich halten
gez. Reppe)

Durchschlag

2975-20M-379

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RHEIN

Hauptlaboratorium

Dr.He/b

14.5.40. I.

Aktennotiz.

Betreff: Ersatz von Amphoseife 18 durch neue Emulgiermittel für die Polymerisation und Mischpolymerisation von Vinylchlorid. (3).

Mit Schreiben vom 13.April 1940, Dr.Scho/sr.5297, erhielten wir von der T.H.Abteilung 9 verschiedene Emulgiermittel unter der Bezeichnung

ZSch 1137 - 1145.

Es war zu prüfen, in welchem Masse sich die Emulgiermittel im Vergleich zu Amphoseife 18 für die Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid, bzw. für die Vinylchlorid-Mischpolymerisation eignen.

Die Prüfung wurde in unseren 6-Liter Schüttelbomben (B-Bomben) mit folgendem Standardansatz durchgeführt:

200 g Acrylsäuremethylester
800 g Vinylchlorid
3 Ltr. Wasser
20 g Emulgator (aktive Substanz)
10 g K-persulfat

Polymerisationsbedingungen: Temp.: 45°
Anfangs-p_H: 7 - 7,5
Enddruck: 2 atü.

Aufarbeitung: 200 g Wasser + 2 g Al-Sulfat werden langsam mit 200 g Emulsion versetzt. Nach kurzem Rühren p_H auf 12 einstellen. Anheizen auf 90°. Nach dem Abkühlen absaugen, waschen mit 3 Liter Wasser, stabilisieren mit 0,2 %iger Sodalösung.

Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über diese Versuche. Ein Vergleichsversuch mit Amphoseife 18 ist vorangestellt.

Durchschlag

2976-20M-379

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Dr. Hauptlaboratorium

14.5.40. II.

Versuch:	Emulgator:	Zeit:	Koagulat:	Teilchengrösse:	k-Wert:	E.P.:	Cl:
B 1990/1	Amphos.18	14 Std.	1 g	0,17	78	59°	44,1 %
B 1991/2	ZSch 1137	21 "	5 "	0,18 "	78	60°	45,9 %
B 1992/3	ZSch 1138	17 "	3 "	0,18 "	83	63°	44,8 %
B 1993/4	ZSch 1139	33 "	170 "	0,14 "	79	59°	43,1 %
B 1994/5	ZSch 1140	17 "	40 "	0,16 "	78	60°	45,1 %
B 2000/1	ZSch 1141	15 "	67 "	0,11 "	79	71°	48,4 %
B 2001/2	ZSch 1142	9 "	39 "	0,17 "	82	59°	44,6 %
B 2002/3	ZSch 1143	7 "	12 "	0,12 "	72	68°	47,5 %
B2009/5	ZSch 1144	21 "	200 "	0,10 "	82	68°	44,3 %
B 2004/5	ZSch 1145	0,1 "	vollkommen koaguliert				
B 2007/3	ZSch 1145	1,5 "	1 g	0,32	78	70°	50,8 %

Die Nekale ergaben, wie aus der Tabelle ersichtlich, erheblich mehr Koagulat als der Vergleichsversuch B 1990/1 mit Amphoseife 18. Das Koagulat fiel in grossen kugelförmigen Brocken an. Das beste Emulgiermittel in der Reihe der Nekale ist ZSch 1143, das im kontinuierlichen Versuch nochmals geprüft werden soll. Polymerisiert man damit, abweichend vom Standardansatz, bei p_H = 5-6, so erhält man erheblich weniger Koagulat. In dieser Richtung werden die Arbeiten fortgesetzt.

Das Emulgiermittel ZSch 1145 fällt aus der Reihe der Nekale heraus. Es beschleunigt die Polymerisation ganz ausserordentlich. Ob dieser Effekt auf das Emulgiermittel selbst oder, was wahrscheinlicher ist, auf Verunreinigung zurückzuführen ist, wird noch geprüft. Das mit ZSch 1145 hergestellte Polymerisat ist auffallend schlecht hitzebeständig, was auf das bei der Aufarbeitung im Produkt verbleibende Triäthanolamin zurückzuführen ist.

Besonders günstig bei allen Nekalen ist die gute Klarheit der mit ihnen erhaltenen Polymerisate, so dass ein genaueres Studium dieser Substanzen besonders im Hinblick auf Astralon von Interesse ist-.

-/-

Durchschlag

2976-2096-379

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Dr.He/b

14.5.40. III.

Amphoseife 18 (M) aus Syntheseöl Michael (ZSch 1137) zeigt gute Emulgierwirkung. Die Polymerisationszeit ist etwas länger als bei Amphoseife 18. Das Polymerisationsprodukt ist durch bereits im Emulgator enthaltene Verunreinigungen leicht gelb gefärbt. Der Emulgator kann, vorausgesetzt, dass er in grösserer Reinheit hergestellt werden kann, als Austauschprodukt für Amphoseife 18 verwendet werden.

Das Ketosulfonat (ZSch 1138) entspricht in Emulgierwirkung, Polymerisationszeit und Qualität des Polymerisats weitgehend der Amphoseife 18 und bietet für diese nach den vorliegenden Versuchen einen vollwertigen Ersatz. Die beiden zuletzt genannten Emulgiermittel, sowie Mekal BXG neu (ZSch 1143) werden in kontinuierlichem Versuch nochmals eingehend geprüft.

gez: Herrle
gez. Fikentscher
gez. Reppe

Durchschlag an:

T.H.-Abteilung (Herrn Dr.SCHOWALTER).
L.K.-Abteilung (Herrn Dr.HAMBSCH).

Durchschlag

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

Dr. Wiemann

11.5.40
Dr.Fi/Hi.

A k t e n n o t i z !

Besuch in U e r d i n g e n am 29/30. April 1940.

betr.: Anstrich-Emulsionen.

Wir hatten in den Monaten Juli, August, September, Oktober und November 1939 an die Emulsions-Abteilung in Erdingen eine Reihe von Emulsionen in grösseren Mengen geliefert mit der Bitte, diese im Anstrich vergleichsweise zu prüfen.

Nachdem die Anstriche den Winter über den Witterungseinflüssen ausgesetzt waren, haben wir auf Wunsch von Herrn Dr.BURTH mit ihm gemeinsam die Anstriche besichtigt.

1.) Membranit Blaustreifen.

Die am 25. Oktober 1939 übersandten 300 kg Membranit Blaustreifen 162 ("Blaustreifen gehärtet") wurden vergleichsweise mit dem Membranit Blaustreifen Typ zum Überstreichen einer mit Membranit Rotstreifen gestrichenen Häuserfront verwendet.

Befund:

Die mit Versuch 162 überstrichene Fläche ist im Gegensatz zu der mit Membranit Blaustreifen Typ gestrichenen Fläche kaum verrußt und daher wesentlich heller und fleckenfreier.

Da der mit Membranit Blaustreifen 162 neben der größeren Härte und größeren Glanz (10 % Vinylbenzol) auch den Vorzug besserer Pigmentverträglichkeit und Frostbeständigkeit besitzt, hat Herr Dr. BURTH zu weiteren Versuchszwecken diesen Produkten.

Der Film aus dem zuletzt von dem Betrieb gelieferten Membranit Blauetreifen zeigt im Gegensatz zu dem früheren Typ keinen Glanz mehr und sehr starke Benetzung durch Wasser. Unsere Vermutung, dass bei diesem Blauetreifen Amphoseife anstelle von Türkischrotöl von unserem Betrieb verwendet worden ist, wurde inzwischen von unserem Betrieb bestätigt. Die Untersuchung der beiden Proben ergab bei gleichem Prozentgehalt und p_H-Wert der Emulsion einen k-Wert von 95 bei der guten Ware und schlechte Löslichkeit bzw. Quellkörper bei der schlechten Ware.

Es ergibt sich daraus die dringende Notwendigkeit, von Türkischrotöl als Emulgiermittel in Zukunft nicht abzugehen.

II.) Membranit Rotetreifen (Lutonal Typ).

Der Membranit Rotetreifen auf Lutonal Basis zeigte an allen Fronten nach 2-3 Jahren ein starkes Abkreiden. Das Aussehen der Anstriche ist trotzdem, auch nach Ansicht von Herrn Dr. MUNTZ, immernoch recht gut.

An einer, durch einen teilweise mit Schlitzen versehenen Laden abgedeckten Stelle war einwandfrei festzustellen, dass die Zerstörung des Films, die zum Abkreiden führt, auf Lichteinfluss zurückzuführen ist. An dem gleichen Objekt konnte weiter festgestellt werden, dass das Abkreiden sehr stark abhängig ist vom Pigment. Eisenoxydrot-Anstrich an derselben Hausfront machte nach 3 Jahren einen ausgezeichneten Eindruck und kreidet kaum ab.

Auffallend ist an mehreren Häuserfronten die Rissbildung, wenn Membranit Schwarzstreifen auf einen frischen Membranit Rotstreifen-Anstrich gemacht wurde. An einer Hauswand wurde festgestellt, dass auch Membranit Schwarzstreifen, allerdings in der Bindung 1:4, nach 3 Jahren ebenso abkreidet, wie ein Rotstreifen-Anstrich in der Bindung 1:2.

Im Gegensatz zu Membranit Rotstreifen neigt der Membranit Schwarzstreifen nach längerer Zeit (3 Jahren) zur Bildung kleiner Risse.

III.) Neue Anstrich-Emulsionen.

1.) Ein Anstrich mit Emulsion LF 550 zeigte nach 1/2 Jahren eine rissige Struktur.

2.) Die Emulsion LF 530 TUK ist nach einem 1/2 Jahr auffallend nachgedunkelt.

3.) Unsere als Styrol Typ bezeichnete Emulsion weist nach derselben Zeit kleine Risse auf, während

4.) ein Anstrich mit Emulsion LF 200 E keine genügende Wasserechtheit aufweist.

Alle diese Anstriche wurden in der Bindung 1:1 ausgeführt und zeigten ein mageres Aussehen, was auf die zu geringe Viskosität der Emulsionen zurückgeführt werden kann.

Leider wurde keine dieser Emulsionen in magerer Einstellung in Innenanstrich geprüft, sondern sie alle gerade in Hinblick auf die Wasch- und Wischfestigkeit der mageren Einstellung (1:3 bis 1:8) entschieden werden müssen.

Durchschlag

IV.1 KVW- und KVI-Emulsionen.

Demgegenüber wurden die an sich sehr hochkonzentrierten, 50 - 57 %igen Emulsionen KVW und KVI in Mischung miteinander in der Bindung 1:1 und 2:1 gestrichen. Diese fetten Einstellungen sind ermöglicht durch die grössere Härte ihrer Filme. Die Anstriche zeigten daher schönen Glanz und gute Klebfestigkeit. Demgegenüber wird an den Emulsionen noch die ganze Einstellung, die die Verpastung und den Verpand der Emulsionen erschwert und bei einzelnen Anstrichen auch die Verfärbung.

Zusammenfassend ergab sich für diese Emulsionen für den Aussenanstrich folgendes Bild:

Bezeichnung:	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

Es ist offensichtlich unsere Aufgabe, unsere Emulsionen höherviskos zu machen und in Filmaufbau, unter Verzicht auf eine gute Gasab- und Klebfestigkeit, bei mageren Anstrichen härter einzustellen.

Zur Vermeidung der Filmrisse beim Hochzeit Setzetreifen in Licht ist der Zusatz von Dube als Stabilisator und das Fortlassen von Siccativen aus dem Konzept, das [illegible] wie beim Schmelzzeitpunkt angestrebt wird, von Ursingen zu verlangen.

11.5.40 5
Dr.Pl/Kl.

Nach unserem Eindruck beabsichtigt Herr Dr. RUNIE für den Innen-Anstrich Membranit Rotstreifen zu benützen (90 % der Gesamtmenge) für den Aussenanstrich dagegen sucht er eine klebfreie Einstellung oder Mischung und neigt z.Z. offensichtlich zu Anstrichen mit Mesilith-Emulsionen.

Die von Dr.Dingen ausgearbeitete kaseinfreie Kombination von unserer Emulsion NB 640 mit Alkydal T befriedigte im Laboratorium sehr, scheiterte aber bisher daran, dass der Betrieb bei seinem ersten Grossansatz keine glatte Emulsion herstellen konnte.

Bei unseren Versuchen im Ue-Laboratorium konnten wir sehr feine Emulsionen aus folgenden Kombinationen herstellen:

Alkydal T niedrigviskos	+	Collacral B,
" T "	+	Emulsion NB 640,
Lutonal JW	+	Collacral B,
" JW	+	Emulsion NB 640.

Zur Durchführung von Anstrichen reichte leider die Zeit nicht mehr aus, doch hat uns Dr.Dingen eine Mitteilung über die Anstriche mit diesen Emulsionen und die Übersendung kleiner Muster zugesagt.

Wir beabsichtigen nunmehr, auch bei uns die Kombinationen eines Filmbildners mit einem Klebemittel im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften zu prüfen. Dabei denken wir an folgende Möglichkeiten:

Durchschlag

1.) Das filmbildende Bindemittel ist verträglich mit dem Lösemittel.

2.) Das filmbildende Bindemittel ist nicht verträglich mit dem Lösemittel.

3.) Das Verflüssigungsmittel zeigt Löslichkeit im Filmbildnermittel.

4.) Das Verflüssigungsmittel zeigt keine Löslichkeit im Filmbildnermittel.

5.) Das filmbildende Bindemittel zeigt hydrophilen Charakter.

6.) Das Filmbildnermittel zeigt hydrophilen Charakter.

<u>II.) Ergebnisse.</u>

Endlich bringt Versuch Interesse für unsere Kreidenpulver, die mit wenig Weichmachungsmittel für Ausschmelzteile, mit mehr Weichmachungsmittel für die unter eingestellten Temperaturen in Betracht kommen könnten mittels an Überzeugung gelesener Ma-
ter.

gez. Fikentscher
gez. Reppe

<u>Durchschlag an:</u>
L.K.-Abtlg./H.Dr.Hombach,
Color.Abtlg./Lero.

3071-20M3109

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hauptlaboratorium Hauptlaboratorium Ludwigshafen a.Rh., den 27.April 1940

Dr. Niemelen

Aktennotiz

Über das Ferngespräch mit Herrn Dr. SCHÄFER, Kautschukzentrallaboratorium Leverkusen am 26. 4. 40.

Wir baten Herrn Dr. SCHÄFER um Auskunft, ob die verschiedenen von uns im Februar, März und April 1940 übersandten Koresinsorten, mit verschiedenen Xylenolmengen hergestellt, brauchbar sind. Herr Dr. SCHÄFER bemerkte, dass die Prüfung stark witterungsabhängig wäre und auch die früheren Versuche bei der derzeitigen Luftfeuchtigkeit und Temperatur nicht reproduzierbar seien. Man hat sich daher in Leverkusen entschlossen, die Prüfung des Koresins in einem besonderen Raum, der die erzielte Reproduzierbarkeit gewährleisten soll, durchzuführen. Herr Dr. SCHÄFER will uns in der nächsten Woche einen abschliessenden Bericht zur Verfügung stellen, glaubt jedoch, heute schon sagen zu können, dass der Zusatz von 20% Xylenol unbedenklich sei und die Harze eher noch etwas besser als die ohne Xylenol hergestellten Produkte sind.

Herr Dr. SCHÄFER teilte ferner mit, dass neuerdings bei ihnen Versuche laufen, durch Zusätze von 10 bis 15% Koresin eine Verbesserung der Klebrigkeit des Buna in Mischung zu erzielen. Die bisherigen Resultate ergaben, dass fast die gleiche Klebrigkeit wie beim Naturkautschuk erzielt wird.

Der Unterzeichnete teilte mit, dass ab nächsten Monat die Koresinproduktion erhöht werden kann, da dann mehr Butylphenol (durch Inbetriebnahme von Lu 114 sowie durch Aufstellung eines neuen Autoklaven) zur Verfügung steht.

Herr Dr. SCHÄFER fragte nach der Konstitution der Polyaldene, worauf von dem Unterzeichneten angegeben wurde, dass es sich um die von Prof. ALBERS hergestellten Kondensationsprodukte aus Crotonaldehyd und Acetaldehyd handele. Es wurde darauf verwiesen, dass wir schon im Juni 1937 Herrn Dr. EBERT, Buna-

-/-

Durchschlag

2976-22M-379

I.G. Farbenindustrie AG.
Hauptlaboratorium

INDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RHEIN
Hauptlaboratorium
Leverkusen K.Anl., den 27.April 1940

Dr. Niemann

Aktennotiz

Über das Ferngespräch mit Herrn Dr. SCHÄFER, Kautschukzentrallaboratorium Leverkusen am 26. 4. 40.

Wir baten Herrn Dr. SCHÄFER um Auskunft, ob die verschiedenen von uns im Februar, März und April 1940 übersandten Koresinsorten, mit verschiedenen Xylenolmengen hergestellt, brauchbar sind. Herr Dr. SCHÄFER bemerkte, dass die Prüfung stark witterungsabhängig wäre und auch die früheren Versuche bei der derzeitigen Luftfeuchtigkeit und Temperatur nicht reproduzierbar seien. Man hat sich daher in Leverkusen entschlossen, die Prüfung des Koresins in einem besonderen Raum, der die erzielte Reproduzierbarkeit gewährleisten soll, durchzuführen. Herr Dr. SCHÄFER will uns in der nächsten Woche einen abschliessenden Bericht zur Verfügung stellen, glaubt jedoch, heute schon sagen zu können, dass der Zusatz von 20% Xylenol unbedenklich sei und die Harze eher noch etwas besser als die ohne Xylenol hergestellten Produkte sind.

Herr Dr. SCHÄFER teilte ferner mit, dass neuerdings bei ihnen Versuche laufen, durch Zusätze von 10 bis 15% Koresin eine Verbesserung der Klebrigkeit des Buna in Mischung zu erzielen. Die bisherigen Resultate ergaben, dass fast die gleiche Klebrigkeit wie beim Naturkautschuk erzielt wird.

Der Unterzeichnete teilte mit, dass ab nächsten Monat die Koresinproduktion erhöht werden kann, da dann mehr Butylphenol (durch Inbetriebnahme von Lu 114 sowie durch Aufstellung eines neuen Autoklaven) zur Verfügung steht.

Herr Dr. SCHÄFER fragte nach der Konstitution der Polyaldene, worauf von dem Unterzeichneten angegeben wurde, dass es sich um die von Prof. ALBERS hergestellten Kondensationsprodukte aus Crotonaldehyd und Acetaldehyd handele. Es wurde darauf verwiesen, dass wir schon im Juni 1937 Herrn Dr. EBERT, Buna-

-/-

Durchschlag

2970-20M-379

Fabrik Lu, solche Produkte zur Prüfung übergeben hatten, der sie als Weichmacher für gut befunden hatte, dass jedoch damals die Produkte wegen zu hohen Einstandspreises im Vergleich zu Kautschol abgelehnt wurden. Herr Dr. SCHÄFER bat um Überlassung solcher Kunstöle, was zugesagt wurde.

Die von Herrn Dr. MERKEL hergestellten Thioacrylverbindungen befinden sich zur Zeit im Kautschukzentrallaboratorium Le in Prüfung. Endgültiges kann von Herrn Dr. SCHÄFER noch nicht mitgeteilt werden. Nach den bisherigen Versuchen scheinen die Produkte sich ähnlich wie Weichmacher 77 zu verhalten. Die physiologischen Eigenschaften müssen durch das Gewerbehygienische I.G.Labor. Elberfeld noch geprüft werden.

Von dem neuen Koresin-Merkblatt sollen uns einige Exemplare zugesandt werden.

gez. Hecht

gez. Reppe

Durchschlag an:
Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. KEYSSNER
Lu 295 a
} U.U.

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Dr. Laboratorium

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Ob.Ing.MÜNZ
" Ob.Ing.SCHMIDT,Hauptwerkstätte
" Ob.Ing.Dr.BUCHE
" Ing. FRIEDMANN
Werk.Gen.Eft.Abt.K,
Colar.-Abtlg. Kuro

Aktennotiz.

Betr.: Luvitherm-Versuchsanlage.
In 512 b.

Herr Dr. DÖHRING vom Amt für Wirtschaftsausbau Berlin rief heute telefonisch an und erkundigte sich wieder nach dem Stand der Luvitherm-Versuchsanlage. Ich nannte ihm einen voraussichtlichen Termin von 14 Tagen bis 3 Wochen für größere Versuchsmengen. Er forderte für dringende Versuche für das Heereswaffenamt an:
50 kg Luvithermfolien Stärke 0,6 mm, Breite 5 mm,
für DKW, Berlin, und wenn herstellbar,
15 kg. Luvithermfolie Stärke 0,35 bis 0,4 mm, Breite, 15 mm
für Kabelwerke Zetschendorf
und bat um telefonische Benachrichtung (120 048) hinsichtlich des Zeitpunkts der Lieferung und der Möglichkeit der Herstellung in dünner Stärke.

Er erkundigte sich, ob wir das durch ihn vermittelte Eisen erhalten hätten (4,8 t), was ich dankbar bejahte. Auf seine Frage, ob für die Anlage noch Material fehle, teilte ich mit, dass wir für die elektrische Installation des Baues keine Leitungen zur Verfügung hätten. Er empfahl, auf unsere Wbo-I-Nr. auf einen Metallanforderungsschein die nötige Menge Aluminium für Draht anzufordern.

Wir bitten die technischen Stellen, mit Einsatz von mehr Arbeitskräften die Anlage, die im Januar 1940 anlaufen sollte, nunmehr jedoch betriebsfertig zu stellen.

In 115 durch nicht in Mitleidenschaft gezogen werden.
gez.R(oppe)

Es handelt sich zweifellos um ein wehrwirtschaftlich wichtiges Produkt. Unsere Versuchsanlage muss befriedigend laufen damit anschliessend eine Fabrikationsanlage geplant werden kann.

-/-

Durchschlag

Dr. Niemann

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Dr. Laboratorium

Ludwigshafen a.Rh., den 25. 4. 1940

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Ob.Ing.MÜNZ
" Ob.Ing.SCHMIDT, Hauptwerkstätte
" Ob.Ing.Dr.BÜCHE
" Ing. FRIEDMANN
Werk.Gem.Fkt.Abt.K,
Colex-tätig. Kuro

Aktennotiz.

Betr.: Luvithermversuchsanlage.

In 510 b.

Herr Dr. DÖHRING vom Amt für Wirtschaftsausbau Berlin rief heute telefonisch an und erkundigte sich wieder nach dem Stand der Luvithermversuchsanlage. Ich nannte ihm einen voraussichtlichen Termin von 14 Tagen bis 3 Wochen für größere Versuchsmengen. Er forderte für dringende Versuche für das Heeresmuseum an: 50 kg Luvithermfolien Stärke 0,6 mm, Breite 5 mm, für DTV, Berlin, und wenn herstellbar, 15 kg. Luvithermfolie Stärke 0,05 bis 0,4 mm, Breite, 15 mm für Kabelwerke Rothehaudorf und bat um telefonische Benachrichtung (120 048) hinsichtlich des Zeitpunkts der Lieferung und der Möglichkeit der Herstellung in dünner Stärke.

Er erkundigte sich, ob wir das durch ihn vermittelte Zinn erhalten hätten (4,8 t), was ich dankbar bejahte. Auf seine Frage, ob für die Anlage noch Material fehle, teilte ich mit, dass wir für die elektrische Installation des Ofens keine Leitungen zur Verfügung hätten. Er empfahl, auf unsere Wbo-I-Nr. auf einem Metallanforderungsschein die nötige Menge Aluminium für Draht anzufordern.

Wir bitten die technischen Stellen, mit Einsatz von mehr Arbeitskräften die Anlage, die im Januar 1940 anlaufen sollte, nunmehr betriebsfertig zu stellen.

In 115 darf jedoch diese durch nicht in Mitleidenschaft gezogen werden.

Es handelt sich zweifellos um ein wehrwirtschaftlich wichtiges Produkt. Unsere Versuchsanlage muss befriedigend laufen damit anschliessend eine Fabrikationsanlage geplant werden kann.

gez.Kuro(eppe)

-/-

Durchschlag

2916-GIM-370

Es fehlen insbesondere:

1.) die elektrische Installation,
2.) die Installation für Licht und Ventilatoren,
3.) die Aufwickelvorrichtung,
4.) der Umbau der improvisierten Streckmaschine,
5.) der Anschluss und die Sicherung des Verwalterkes und
6.) der Bau der vorgesehenen Streckmaschine.

gez. Fikentscher
" R(eppe).

Durchschlag

Dr. Niemann

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

I

1.4.40 Dr.Nie

Aktennotiz

Olefine für die Fettsynthese.

Herr Dr. LIMBACHER, T.H.Abteilung, sagte uns zu, dass er in etwa 8 Tagen 500 kg Oktadecylen an uns liefern könne. Dies wurde zwischen Herrn Dir. Dr. REPPE und Herrn Dr. BAUMANN verabredet. Das Produkt wird aus Oktodecylalkohol, der vom Phenaminbetrieb aus Spermöl durch Hydrierung gewonnen und destilliert wurde, hergestellt. Das Oktadecylen wird von Herrn Dr. SCHULZE ebenfalls noch einer Destillation unterworfen, sodass anzunehmen ist, dass nur wenig C_{16}- und C_{20}-Olefin in dem Produkt enthalten ist.

Es wurde ferner die Frage erörtert, ob die Möglichkeit besteht, zu reinerem Oktadecylen zu kommen, indem Olein zum Oleylalkohol hydriert bzw. Olein nach der Oppauer Methode zunächst vereretert und dann hydriert würde. Versuche hierzu, insbesondere das Olein direkt zu hydrieren (Dr. MANCHEN) sollen ausgeführt werden. Dr. ULRICH lehnt es aber ab, zur Zeit grössere Mengen Olein zur Verfügung zu stellen.

Mit Herrn Dr. MICHAEL wurde über die Möglichkeit gesprochen, nach seinem Verfahren Olefin in grösseren Mengen zu erhalten. Er ist heute in der Lage, durch Abänderung seines Eisenkontaktes aus Kohlenoxyd und Wasserstoff bei etwa 300° etwa 75% Olefin nebst 15% Sauerstoff haltigen Verbindungen und 10% Paraffinen zu gewinnen. Die Olefinfraktion besteht wiederum zu etwa 40% aus höheren Olefinen über C_{15}, die sich zur Fettsäureherstellung eignen. Dr. MICHAEL will uns in den nächsten Tagen einige Kilo Olefinfraktion übersenden.

Er ist in der Lage, uns in seinem kleinen Versuchsaggregat etwa 100 kg Olefin pro Tag zu erzeugen.

gez. Niemann
Pr.

3977-20M3109

Durchschlag

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

20.3.40
Dr.K.Wo/Bi.

Aktennotiz

Über eine Besprechung mit der Firma HARTMANN, Maschinenfabrik, in Offenbach am 18. März 1940.

Betreff: Lizenz-Vertrag Windsichter.

Anwesend die Herren:

Direktor Fritz HARTMANN
Dipl.Ing. NAGEL) Fa.HARTMANN, Offenbach.

Dr. Karl WOLF
Dr. RUMPF) I.G. Ludwigshafen a/Rh.

Nachdem die Firma HARTMANN ~~sich~~ zunächst an unserem Sichtverfahren stark interessiert ~~gezeigt~~ war hatte und es den Anschein erweckte, dass dort die praktischen Arbeiten zur weiteren technischen Ausgestaltung des Verfahrens sofort in Angriff genommen würden, ~~wandte der Krieg~~ brachte jedoch eine wesentliche Änderung der Situation. Die Firma HARTMANN konnte trotz unseres energischen Drängens keine geeignete Kraft für die Sichterarbeiten freimachen. Wir selbst stehen auf dem Standpunkt, dass der Abschluss des bereits in allen Einzelheiten festliegenden Vertrages erst dann in Frage kommt, wenn die praktische Inangriffnahme der Arbeiten tatsächlich unmittelbar anschliessend erfolgt.

In der Zwischenzeit hat sich nun die Firma SCHILDE, Hersfeld, um eine Lizenz auf unsere Sichter beworben und wir haben den Eindruck, dass bei dieser Firma einer sofortigen Inangriffnahme der Arbeiten nichts im Wege steht.

Gegenstand unseres Besuches bei der Firma HARTMANN war, die Voraussetzungen zu Verhandlungen mit der Firma SCHILDE zu klären.

3077/BM 31/39.100

Durchschlag

Auf unsere entsprechende Anfrage, teilte uns Herr Direktor HARTMANN mit, dass infolge der umfangreichen Wehrmachtsaufträge und der Knappheit an Arbeitskräften es bis auf weiteres auch jetzt der Firma HARTMANN nicht möglich ist, die Arbeiten über die Entwicklung des Lichters in Angriff zu nehmen. Unter diesen Umständen erklärt sich Herr Dir. HARTMANN damit einverstanden, dass wir mit der 3. Firma in Verhandlungen eintreten und dass diese Firma späterhin neben der Fa. HARTMANN das Lichtergebiet bearbeiten wird. Eine Abgrenzung der Arbeitsgebiete hält die Firma HARTMANN zunächst nicht für angebracht. Sollte sie sich späterhin als notwendig erweisen, so sollen sich hierüber die Partner direkt einigen, wie dies bereits zwischen Alpine und Hartmann vorgesehen war. Sollte eine Einigung nicht zustande kommen, so entscheidet die I.G.

Die Unterredung verlief in sehr freundschaftlichen Worten. Wir hatten Gelegenheit den gesamten Betrieb zu besichtigen. Der Betrieb wird aus einem innerhalb der Stadt gelegenen Komplex ohne Ausdehnungsmöglichkeiten z. Z. auf ein ausserhalb der Stadt gelegenes grosses Grundstück verlegt, auf dem alle Vorbedingungen für einen modernen grosszügigen Betrieb bestehen. Einige Fabrikationshallen sind auf diesem Gelände bereits in Betrieb, einige befinden sich im Bau, einige sind erst projektiert. Die Konstruktions- und Verwaltungsräume befinden sich noch auf dem alten Grundstück, sollen jedoch späterhin ebenfalls verlegt werden. Für Versuchs- und Entwicklungsarbeiten ist im alten Werk nur sehr wenig Platz vorhanden. Auf dem neuen Fabrikgelände befinden sich ebenfalls noch keine

diesbezüglichen Räumlichkeiten. Man hat den Eindruck, ~~einer Be-~~ dass das Unternehmen ~~triebes, der~~ sich z. Z. in ausserordentlich rascher Entwicklung und Vergrösserung befindet.

gez. K. Wolf.

Durchschlag an:

Techn.Abteilung,
Patent-Abteilung.

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

26.3.40 I Dr.K.Wo/Z.

Durchschlag an:
Patent-Abteilung
Techn.-Abtlg.

Aktennotiz

Über ein Telefongespräch mit Dir. FRÄNKL, Alpine Aktiengesellschaft Augsburg, am Dienstag, den 19. März 1940.

Dr. K. WOLF rief Herrn Dir. FRÄNKL an, bestätigte den Eingang des Schreibens vom 12. März 1940 und teilte ihm mit, dass wir bereit sind, den Vertrag sofort abzuschliessen, falls seitens der Alpine die technischen Vorarbeiten unmittelbar anschliessend aufgenommen werden. FRÄNKL antwortete, dass seitens der Alpine keine personellen oder betrieblichen Hinderungen hierzu vorliegen, sondern dass höchstens die bestehende Eisenknappheit eine rasche Weitertreibung der Vorarbeiten hindern könnte. Er bittet, ihm die schriftlichen und konstruktiven Unterlagen zu unserem Verfahren zum Studium zu übersenden und stellt dann innerhalb etwa 14 Tagen einen Besuch seines technischen Sachbearbeiters zur weiteren Behandlung der Frage in Lu in Aussicht.

Der Unterzeichnete teilte weiterhin mit, dass sich in der Zwischenzeit bei HARTMANN Schwierigkeiten wegen der sofortigen Inangriffnahme der Arbeiten ergeben hätten und dass sich eine weitere nicht mühlenbauende Firma um eine Lizenz auf das Verfahren beworben hat. HARTMANN ist damit einverstanden, dass wir mit dieser Firma in Lizenzverhandlungen eintreten. Der Unterzeichnete fragte an, ob auch die Alpine mit solchen Verhandlungen einverstanden ist, unter der Voraussetzung, dass sich der neue Lizenznehmer nicht mit der Herstellung von mit Mühlen kombinierten Sichtern beschäftigt. FRÄNKL teilte mit, dass er mit der Hinzunahme eines dritten Lizenznehmers unter dieser Voraussetzung einverstanden ist.

Durchschlag

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

I

9.3.40 Dr.Dw/Z.

Besprechung

Über eine Verbesserung der Wasser-Tetrahydrofuran-Butadien-Destillation am 7. 3. 1940 in Lu 10.

Anwesend: Herr Dr. LORENZ T.A.
" Dr. WIEMANN
" Dr. STEINHOFER
" Dr. v. KUTEPOW
" Dr. DAUMILLER
} Hauptlaboratorium

Zur Abänderung der in Lu 392 geplanten Destillation der Reaktionsprodukte der Wasserabspaltung aus 1.4-Butylenglykol zum Butadien [Schemazeichnung L 4221-/1] standen folgende Vorschläge zur Diskussion:

1.) Um Kälte zu sparen, schlägt Dr. LORENZ vor [Schemazeichnung L 2473-16 Abb.2], die Abtrennung des Tetrahydrofurans vom Wasser in zwei Kolonnen vorzunehmen. In Kolonne I wird bei einer Dephlegmationstemperatur von 10 - 30° Butadien mit wenig Tetrahydrofuran abgetrieben, daraufhin komprimiert und bei 0,5 - 1,0 atü in Kolonne II reindestilliert. Danach wird das Butadien der Alkaliwäsche unterworfen und kondensiert. Aus dem Sumpf der Kolonne I wird ein Gemisch von Wasser mit viel Tetrahydrofuran abgezogen, aus welchem in Kolonne III das Tetrahydrofuran abgetrennt wird. Auf diese Weise gelangt ein Butadien in die Butadiendestillation, das nur wenig Tetrahydrofuran enthält und daher mit geringerem Kälteverbrauch rektifiziert werden kann.

2.) Vorschlag 1 wurde dahingehend abgeändert (Dr.LORENZ, L 2473-16 Abb.3), dass das nach Verlassen der Kolonne I komprimierte Butadien- Tetrahydrofuran-Gemisch der üblichen Alkaliwäsche unterworfen und dann erst in Kolonne II (0,5 - 1,0 atü) fein destilliert wird.

3.) Die Abtrennung des Wassers vom Tetrahydrofuran und Butadien

-/-

Durchschlag

3977-20M3109

soll (Dr. DAUMILLER), wie bisher, in der Kolonne I vorgenommen werden. In der Kolonne II wird bei einer Dephlegmationstemperatur von 10 - 30° Butadien mit wenig Tetrahydrofuran abgetrieben, während im Sumpf die Hauptmenge Tetrahydrofuran abgenommen wird. Das aus Butadien und wenig Tetrahydrofuran bestehende Gasgemisch wird dann drucklos gewaschen, getrocknet und in Kolonne III destilliert. Sollte diese Kolonne vereisen, so kann die Vereisung durch Berieseln mit Methanol aufgehoben werden. - Da auch ein Teil des Tetrahydrofurans durch die Alkaliwäsche geht, erübrigt sich möglicherweise dessen Reinigung in einem eigenen Waschturm.

Es muss nun zunächst berechnet werden, wie hoch der Kälteverbrauch bei der Destillation eines sehr butadienreichen Gasgemisches ist im Vergleich zu dem des bisherigen Butadiengemisches, und ob dadurch die Aufstellung einer dritten Kolonne lohnend ist. Zur sofortigen Klärung dieser Frage wird Dr. v. KUTEPOW die Zusammensetzung der Kondensate des Butadien-Tetrahydrofuran-Wassergemisches bei 10°, 20°, 30°, 40°C bestimmen und Dr. LORENZ zur Berechnung mitteilen.

Um beurteilen zu können, unter welchen Bedingungen man eine Kolonnenvereisung bei der Destillation getrockneter, butadienreicher Butadien-Tetrahydrofuran-Gemische vermindern kann, muss die Mischungslücke im System Butadien-Tetrahydrofuran-Wasser bestimmt werden, da hier bisher nur orientierende Messungen von Dr. STEINHOFER vorliegen. Da die Festlegung des gesamten Diagramms zu zeitraubend wäre, wird Dr. v. KUTEPOW nur einige Punkte im Gebiet der in Frage kommenden Konzentrationen untersuchen.

Auf Grund all dieser Messungen wird es möglich sein, die Verhältnisse in den einzelnen Kolonnen genauer zu berechnen und ein Urteil über die Zweckmässigkeit der verschiedenen Vorschläge zu fällen.

gez. Daumiller

Durchschlag an:

" R.

" R.

3977-20M3109

Durchschlag

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

I
8.3.40 Dr.Nt/E.

Aktennotiz
über die Besprechung betr. Luphen AT in der Zw.-Abteilung am 7. 3. 1940.

Dr. Niemann

Anwesend:	Herr	Dr. ZOHNER,	Color.-Abtlg.Laro
	"	Dr. GÖTZ	Zw.-Abteilung
	"	Dr. WEISS	Zw.-Abteilung
	"	Dr. HECHT	Hauptlaboratorium

Herr Dr. GÖTZ erwähnte eingangs, dass die dunkle Farbe des Luphen AT zu Reklamationen vor allem seitens der Konservenindustrie geführt hätte. Von dem Unterzeichneten wurde darauf hingewiesen, dass die Ausgabemuster und sowie etwa 20 kg Weichharz AT im November 1939 zur ersten Bemusterung von Luphen AT für die Kundschaft aus reinster Adipinsäure hergestellt wurden und entsprechend helle Produkte gaben. Da nach den damaligen Versuchen der Coloristischen Abteilung, Laro (Herrn Dr. ZOHNER) zwischen dem aus roher und aus reiner Adipinsäure hergestellten Weichharz AT bezüglich der sonstigen Eigenschaften des Lackfilms keine Unterschiede auftraten, entschlossen wir uns damals, das Weichharz AT zwecks Verbilligung aus roher Adipinsäure herzustellen. Inzwischen sind wir wieder zu reiner Adipinsäure übergegangen und von Herrn Dr. KIRCHNER (ALIZ.-ABT.) wurde am gleichen Tage in Bau Lu 28 eine Partie Weichharz AT aus reiner Adipinsäure hergestellt, die in der Helligkeit dem für die Herstellung von Plastopal AT benutzten Weichharz AT, das in Butanollösung dargestellt wird, entspricht.

In diesem Zusammenhang wurde von Herrn Dr. Götz darauf hingewiesen, dass das zur Zeit hergestellte Phenolharz öfters trüb ist und nach längerem Stehen einen Bodensatz zeigt, der aus Kaliumoxalat besteht, das sich bei der Fabrikation bildet. Man hatte daher in der Zw.-Abteilung geprüft, ob man statt Kaliumkarbonat nicht Natriumkarbonat verwenden konnte. Es hatte sich bei Versu-

-/-

3077-20M5109

Durchschlag

eben gezeigt, dass dann diese unerwünschten Salzabscheidungen nicht auftraten. Der Unterzeichnete erklärte, dass dies selbstverständlich möglich ist und dass das zur Zeit hergestellte Phenolharz seinerseit zur Herstellung eines nach Zusatz eines sauren Härtungsstoffes rasch härtendenden Harzes dienen sollte. Es wurde seinerzeit bekanntlich als erstes Produkt unserer Luphen-Marken, das heutige Luphen H, das auf Festharz berechnet aus einem Gemisch von 90 Teilen Phenol und 10 Teilen Dimethylolharnstoff-Acetylen-Kondensationsprodukt besteht, ausgegeben. Damit dieses Produkt nach Zusatz des Härters rasch auskondensierte, war es erforderlich, dass neben dem Zusatz der sehr rasch aushärtbaren Dimethylolharnstoff-Acetylen-Verbindung auch ein möglichst weit vorkondensiertes Phenol-Formaldehyd-Harz zur Anwendung gelangt. Dementsprechend wurde dieses Harz einseitig nach der Richtung schneller Härtbarkeit in Übereinstimmung mit den Sachbearbeitern der Coloristischen Abteilung (Herrn Dr. DISSELHOF und Herrn Dr. OSCHATZ) gezüchtet. Es hatte sich damals für eine schnelle Härtung als wichtig gezeigt, dass das mit Kaliumkarbonat kondensierte Produkt mit Oxalsäure als besonders reaktionsfähige Dikarbonsäure nachbehandelt wurde (vgl. z.B. DRP.599 990 und Zusätze). Es wurde, bevor dieses Produkt der Fabrikation übergeben wurde, in ausführlichen Versuchsreihen festgestellt, dass ~~bezüglich der Härtungsgeschwindigkeit~~ das Harz, das mit Hilfe der genannten Komponenten hergestellt war, sich als optimal bezüglich seiner Härtungsgeschwindigkeit erwies.

Es konnte zunächst gezeigt werden, dass Kaliumhydroxyd und Natriumhydroxyd für die Kondensation durchaus ungeeignet sind, dass die Reaktion mit Phenol zu heftig verläuft und dass daher nur Alkalikarbonate hierfür in Frage kommen. Ferner wurde die Neutralisation bzw. Ansäuerung des primär entstandenen Kondensationsproduktes zunächst mit Mineralsäuremale billigsten Stoffen ausgeführt. Die nach dieser Arbeitsweise hergestellten Harze waren jedoch nicht lagerbeständig und schieden somit für die Herstellung eines kalt härtenden Lackrohstoffes aus. Es wurden daher weiterhin organische Säuren und zwar Mono- und Dikarbon-

-/-

säure genauestens durchgeprüft. Hierfür wurden Ameisensäure, Essigsäure, Monochloressigsäure, Maleinsäure, Oxalsäure und Phthalsäure benutzt. Generell zeigte sich, dass zur Herstellung eines schnell härtenden Harzes der Säureüberschuss 200 Val.% über die zur Neutralisation des angewandten Kondensationsmittels erforderliche Menge betragen musste. Die Phthalsäure schied aus, da ihr Molekulargewicht zu gross und gleichzeitig die Säurestärke verhältnismässig gering war. Die Monochloressigsäure gab zwar schnell härtende Produkte, führte jedoch zu einer bläulich roten Färbung der erhaltenen Lösung. Die mit der Ameisensäure erhaltenen Resultate waren nicht gleichmässig reproduzierbar, sodass auch von der Verwendung dieser Säure Abstand genommen wurde. Als gleich gut erwiesen sich bezüglich der Herstellung eines brauchbaren Harzes Essigsäure, Maleinsäure und Oxalsäure. Da, wie gesagt, grösste Härtungsgeschwindigkeit angestrebt wurde, zeigte sich bei den weiterhin durchgeführten Proben, dass nur ein mit Oxalsäure hergestelltes Produkt für das Luphen H in Frage kam. Da die Lichtechtheit des aus einem in der geschilderten Weise hergestellten Phenolharz- und Dimethylolharnstoffacetylen-Kondensationsproduktes noch zu wünschen übrig liess, wurde die Lichtechtheit des Phenolharzes und damit des Luphen H überhaupt noch dadurch erhöht, dass vor dem Eindampfprozess eine Waschung mit einem Phosphatpuffergemisch aus primärem Kaliumphosphat und sekundärem Natriumphosphat, das auf ein p_H von 7,5 eingestellt war, vorgenommen wurde. Diese Waschung erhöhte das p_H des Harzanteils von etwa 3,0 - 4,0 (nach zweimaligem Waschen) auf 6,5 bis 7,5. Derart hergestellte Harzlösungen zeigten, wie durch Vergleichsversuche der Coloristischen Abteilung festgestellt wurde, eine wesentlich bessere Lichtechtheit.

Die Vorschrift zur Herstellung des Harzes wurde mit Ausnahme der Waschung mit dem Phosphatpuffer zur Herstellung des Luphen AT übernommen, da gleichfalls nach den Prüfungsergebnissen der Coloristischen Abteilung mit diesem Harz sehr gute Resultate erzielt wurden.

/-

Bezüglich des Lösungsmittels, in dem die Phenolharzkomponente gelöst wurde, waren im Frühjahr und Sommer 1938 ebenfalls von uns sehr eingehende Versuche angestellt worden. Es zeigte sich, dass Methanol als Lösungsmittel für das Phenolharz völlig ungeeignet ist. Ebenso schieden Kohlenwasserstoffe wegen mangelnder Löslichkeit völlig aus. Es wurde weiterhin probiert, das entstandene primäre Produkt durch Zugabe verschiedener Lösungsmittel, die gleichzeitig nachher als Lösung für den fertigen Lackrohstoff dienen sollten, azeotrop zu entwässern. Es wurden Versuche mit Äthylalkohol, Äthylglykol, Äthylalkohol-Äthylglykol-Gemisch (1:1), n-Propylalkohol, Isopropylalkohol und n-Butanol ausgeführt. Nach den Prüfungen der Coloristischen Abteilung ergaben sich, dass das geeignetste Lösungsmittel ein Äthylalkohol-Äthylglykol-Gemisch war, sowohl was die schnelle Verdunstungsfähigkeit als auch die gute Lagerbeständigkeit anlangte. Das Luphen H (damals Kunstharzlösung 1613 genannt) wurde deshalb in 50%iger Sprit-Äthylglykol-Lösung ausgegeben. Bei Auslandslieferungen zeigte sich, dass aus zolltechnischen Gründen der Äthylalkoholanteil eine Belastung des Produktes darstellte. Auf Vorschlag von Herrn Dr. JORDAN wurde deshalb neben Butanol auch das in Leuna billig anfallende n-Propanol, das damals gerade in praktisch beliebigen Mengen zur Verfügung stand, in die Untersuchung einbezogen. Wie zu erwarten war, war die Härtungszeit für den kalt härtenden Lack naturgemäss etwas vergrössert, jedoch der Alkoholzoll für die zu exportierenden Mengen auf diese Weise umgangen. Isopropylalkohol, der an sich wegen seines tieferen Siedepunktes (+ 82°) viel geeigneter gewesen wäre, schied für die technische Herstellung der Luphene aus, da er wesentlich teurer als der bei 97° siedende n-Propylalkohol war.

Wie Herr Dr. GÖTZ auseinandersetzte, soll nunmehr die Fabrikation des Luphen AT zusammen mit der des Plastopal AT auf eine möglichst einheitliche Grundlage gebracht werden, weshalb beschlossen wurde, nunmehr für den Export das Phenolharz wieder in n-Butanol herzustellen, vorausgesetzt, dass die neu von Herrn Dr. ZOHNER

-/-

durchgeführten Untersuchungen die volle Äquivalenz des in Sprit-Äthylglykol bzw. Propanol hergestellten Produktes mit dem in n-Butanol hergestellten Luphen erbrachten . Da beim Luphen AT auf eine zu grosse Härtungsgeschwindigkeit keinen Wert gelegt wird, da die Produkte doch in der Hitze eingebrannt werden, soll das für die Herstellung von Luphen AT benutzte Phenolharz mit Natriumkarbonat kondensiert und mit Essigsäure angesäuert werden. Auf diese Weise würde sich die mitunter auftretende Salzabscheidung in der fertigen Phenolharzlösung vermeiden lassen. Ausserdem ist nach Angabe ~~von Herrn Dr. MÜLLER~~ der Zw.-Abteilung, das für die azeotrope Entwässerung benützte Propanol schwerer wieder wasserfrei zu gewinnen als n-Butanol. Ausserdem glaubte Herr Dr. GÖTZ, dass man durch Auflösen des primär erhaltenen Phenolharzes in Butanol und azeotrope Wasserentfernung durch Destillation mit Butanol zu einem wasserfreieren Harz gelangen würde, als bei Verwendung von Sprit-Äthylglykol. Herr Dr. ZOHNER glaubt, dass auf diese Weise eine noch grössere Resistenz der Produkte erzielt werden könne, was aber erst durch Vergleichsversuche nachgewiesen werden muss. Herr Dr. ZOHNER schlug fernerhin vor, eine Wasserbestimmung in den Phenolharzlösungen vorzunehmen. Es scheint am zweckmässigsten, die Harzlösung mit der dreifachen Menge Xylol zu versetzen, wobei eine teilweise Ausfällung des Harzes eintritt. Dann wird das Lösungsmittel abdestilliert, wobei etwa vorhandenes Wasser übergehen müsste, das nach Schichtentrennung in einem Messzylinder aufgefangen werden könnte. Um ein Zusammenbacken des etwa ausgefallenen Harzes am Boden des Kolbens zu vermeiden, wurde von dem Unterzeichneten vorgeschlagen, etwa die gleiche Gewichtsmenge Sand vor Zugabe des Xylols hinzuzufügen. Diese Versuche werden von Herrn Dr. GÖTZ und Herrn Dr. WEISS durchgeführt werden.

Für die Herstellung des Plastopal AT wird das Weichharz AT in Butanol verwendet. Von Dr. GÖTZ wurde die Frage aufgeworfen, ob man nicht generell das Weichharz AT in Butanol herstellen sollte. Die früher von Herrn Dr. ZOHNER durchgeführten Vergleichs-

-/-

VI
8.3.40 Dr.Ht/E.

Versuche hatten ergeben, dass für das Luphen AT ein in Äthylglykol hergestelltes Weichharz AT besser geeignet ist. Von dem Unterzeichneten wurde darauf hingewiesen, dass es wichtig ist, in irgendeiner Form Äthylglykol in das Luphen AT hineinzubringen, wenn man schon bei der Kondensation des Phenolharzes auf die Herstellung der Sprit-Äthylglykol-Lösung aus den oben angeführten Gründen zu Gunsten von Butanol verzichtet wurde. Es sollte wenigstens der besseren Verträglichkeit der Alkydharze und Phenolharzkomponente wegen, das Weichharz mit Äthylglykol hergestellt werden. Es wurde von dem Unterzeichneten in diesem Zusammenhang noch darauf hingewiesen, dass es ~~wahrscheinlich~~ möglicherweise sogar einen Vorteil bringen dürfte, das Plastopal AT mit einem Weichharz zu versetzen, das statt in Butanol in Äthylglykol hergestellt wurde. Auch diese Frage soll durch Vergleichsversuche nocheinmal eingehend geprüft werden.

gez. Hecht

gez. Reppe

Durchschlag an:

Sw.-Abteilung
(Herrn Dr. GÖTZ,
" Dr. WEISS)

Color.-Abtlg.(Laro)
(Herrn Dr. ZOHNER).

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

4.3.40
Dr.Tr/Ri.

Aktennotiz !

Entwicklung des Butindiol-Kontaktes in Lu 606.

Für die Entwicklung der II. Kontaktfüllung in Lu 606 b ist folgendes Vorgehen vorgesehen:

1.) Der Kontakt wird trocken eingefüllt und nach Curtius geschüttet. Dabei werden nach je 80 cm Kieselsträngo 20 cm Kieselgel eingeschüttet.

2.) Nach Einfüllen des Kontakts und Schliessen des Turms wird 5 x auf 5 Atü N_2 aufgepresst und langsam entspannt. Dann werden stündlich 320 Ltr. 15 % CH_2O eingepumpt und stündlich 150 cbm N_2 als Kreisgas gegeben. Abgas 2 cbm stündlich. Der Formaldehyd wird auf 65° C vorgeheizt, der obere Schuss aussen auf 100 - 105°. Nach 8 Stunden werden Kreisgas, Formaldehyd Zulauf und Heizungen abgestellt und der Turm bleibt mindestens 12 Stunden stehen. Während dieser Zeit muss der Druck konstant bleiben.

3.) Anschliessend wird erneut 5 x mit N_2 auf 5 Atü aufgepresst und langsam entspannt. Der Turm ist nunmehr zum Anfahren und Entwickeln vorbereitet.

4.) Kompressor anlaufen lassen (5 Atü) mit Gasometerstickstoff
150 cbm Kreisgas, 2 cbm Abgas
Zulauf 320 Ltr./Std. 15 % CH_2O
CH_2O-Vorwärmer 50° C
C_2H_2- " 50° C
oben aussen 105° C.

Wenn diese Bedingungen eine Stunde lang konstant sind, wird auf den C_2H_2-Gasometer umgestellt und solange noch Abgas gegeben (2 cbm/Std.) bis die C_2H_2-Konzentration im Turm etwa 40 % beträgt. Dann wird das Abgas abgestellt und die Temperatur des CH_2O-Vorwärmers auf 60°, des C_2H_2 Vorwärmens auf 75°, des oberen Schuss auf 110° gestellt.

5.) Am C_2H_2-Verbrauch kann die fortschreitende Entwicklung verfolgt werden. Sobald die Messtelle zwischen dem 1. u. 2.Schuss über 65° C steigt ist die Reaktion im oberen Schuss bereits sicher im Gang. Die endgültige Festlegung der Temperatur des CH_2O-Vorwärmers (zwischen 60 und 80° C) richtet sich nach dem weiteren Entwicklungsverlauf.

6.) Jetzt wird auf den mittleren und unteren Schuss Dampf gestellt, sodass die Aussentemperaturen 105° C betragen. Gleichzeitig kann man mit der C_2H_2-Konzentration langsam im Verlauf einer Stunde auf 60 % gehen.

7.) Wenn die Temperatur zwischen dem 2. und 3. Schuss auf über 80° C gestiegen ist, kann der CH_2O auf 20 % gestellt werden und nach weiteren 2 Stunden die C_2H_2-Konzentration auf über 90 %.

Dr. Tuischmann

5.) Am C_2H_2-Verbrauch kann die fortschreitende Entwicklung verfolgt werden. Sobald die Messtelle zwischen dem 1. u. 2.Schuss über 65° C steigt ist die Reaktion im oberen Schuss bereits sicher im Gang. Die endgültige Festlegung der Temperatur des CH_2O-Vorwärmers (zwischen 60 und 80° C) richtet sich nach dem weiteren Entwicklungsverlauf.

6.) Jetzt wird auf den mittleren und unteren Schuss Dampf gestellt, sodass die Aussentemperaturen 105° C betragen. Gleichzeitig kann man mit der C_2H_2-Konzentration langsam im Verlauf einer Stunde auf 60 % gehen.

7.) Wenn die Temperatur zwischen dem 2. und 3. Schuss auf über 80° C gestiegen ist, kann der CH_2O auf 20 % gestellt werden und nach weiteren 2 Stunden die C_2H_2-Konzentration auf über 90 %.

gez. Fuischmann

Ludwigshafen a.Rh., den 16.2.40/Ho

Aktennotiz.

Betr.: Ausführung des Hydrierofens für Hexamethylendiamin Schko B 31.

Für die Erzeugung von 150 Moto Superpolyamid sind ~100 Moto Diamin erforderlich.

Mit Rücksicht auf eine gute Durchhydrierung soll die Rieselhöhe möglichst groß gewählt werden. In Anlehnung an die In Schkopau B 31 vorhandenen Öfen wurde die Höhe mit 18 m angenommen. Da der Ofen Einbauten erhalten soll, muß er mit Rücksicht auf die im Inneren durchzuführenden Arbeiten mindestens 500 mm l Ø erhalten.

Danach Abmessungen

500 mm l Ø, 1800 cm hoch
Gesamtinhalt = 3,5 cbm
Kontaktraum = ~3,2 cbm

Bei einer Raumzeitausbeute von 2kg Diamin/Liter Kontakt und Tag und 23 Arbeitstagen (7 Tage für Kontaktwechsel und Kontaktreduktion) beträgt die Leistung des Ofens 150 Moto.

Die gesamte Reaktionswärme muß durch das Kreisgas abgeführt werden. Bei einer zulässigen Temperaturerhöhung des Kreisgases um 20° C beträgt die Kreisgasmenge

~ 100 cbm/h, bezogen auf 300 atü u. 110° C.

Die bestellte Gasumlaufpumpe leistet

150 cbm/h.

Ein Vergleich zwischen diesem Ofen und dem bisher im Hauptlaboratorium laufenden Versuchsofen ergibt folgendes:

	Laborofen	Ofen Schkopau
Durchmesser in mm	45	500
Höhe in m	6	18
Querschnitt in cm^2	15,9	1963
Kontaktinhalt in Ltr.	7,5	3200
Dinitril in gr/h	500	273000
Belastung gr Dinitril/Liter Konakt u. h	67	86
Belastung gr Dinitril/cm^2 u. h	31,5	139
Kreisgas in Ltr.	25 bei 200 atü	100000 bei 300 atü
	Wärme wird durch Kreisgas u. dir. Ofenkühlung abgef.	Wärme wird nur durch Kreisgas abgeführt.

Aktennotiz.

	Laborofen	Ofen Schkopau
Belastung Kreisgas Ltr./cm^2/h	1,57	51

Für den Schkopauer Ofen ist :

Die Flüssigkeitsbelastung $\frac{139}{31,5} = 4,4$

und die Gasbelastung $\frac{51}{1,57} = 32,5$ mal so groß

wie für den Versuchsofen.

Ein Ofen, der dieselbe Flüssigkeitsbelastung wie der Laborofen hätte, bekäme einen Querschnitt von

$$\frac{273000}{67} = 4100 \text{ cm}^2$$

entsprechend 725 m Ø.

Nach den vorliegenden technischen Ausführungen müßte der Ofen 800 mm Durchmesser erhalten und mit Rücksicht auf gute Durchhydrierung 18 m hoch werden.

Das ergäbe bei der Leistung von 150 Moto eine Raumzeitausbeute von 0,8 kg Diamin/Ltr. und Tag, oder bei 2kg Diamin /Ltr. und Tag

$$\frac{150 \times 2}{0,8} = 375 \text{ Moto}$$

Der Ofen ist in dieser Ausführung auf der einen Seite wegen seiner schlechten Kontaktausbeute und auf der anderen Seite bei der vorgesehenen Ausbeute von 2 kg Diamin wegen der zu hohen, nicht benötigten Leistung für die vorliegenden Verhältnisse nicht geeignet.

Er hätte allerdings, wie die nachfolgenden Ausführungen ergeben, den Vorteil eines sehr geringen Druckabfalls des umlaufenden Kreisgases.

Veranlaßt durch die hohe Gasbelastung des vorgesehenen Ofens 500 mm Durchmesser hat Schkopau folgende Versuche gefahren.

Durchmesser des Versuchsofens: 500 Ø, 18000 mm hoch.

Versuch I. Füllung: regenerierter Kontakt
Kontaktdurchmesser: 4 - 3 mm 1,5%
3 - 2 " 26,0%
2 - 1,5 mm 19,5%
1,5 - 0,75 mm 52,5%
20,75 mm 0,5%
Gas: Wasserstoff: 300 atü (ca 90%ig)

16.2.40/Ho

Aktennotiz.

Leistung der Umlaufpumpe	Druckabfall	Umgang
110 m^3	15,5 atü	geschlossen
145 m^3	bei 26 "	noch 1/4 offen
	Versuch abgebrochen.	

Versuch II. Füllung: frischer Kontakt

Kontaktdurchmesser:

4	- 3	mm	0,5%
3	- 2	"	10,0%
2	- 1,5	"	10,0%
1,5	- 0,75	"	79,5%

Gas: Wasserstoff + NH_3 bei 300 atü, γ = 0,32 kg/Ncbm.

Leistung der Umlaufpumpe	Druckabfall	Umgang
110 m^3	bei 30 atü wurde Versuch abgebrochen	noch offen

Versuch III. für Reduktionsperiode

Ofenfüllung wie unter II.

Gas: Stickstoff 50 atü

Leistung der Umlaufpumpe	Druckabfall	Umgang
110 m^3	18 atü	geschlossen
145 m^3	22 "	geschlossen.

Alle Versuche wurden ohne Flüssigkeitsbelastung gefahren. Durch Flüssigkeitsbelastung wird sich der Druckabfall noch erhöhen, doch ist das spezifische Gewicht unseres Kreisgases (NH_3 + H_2) mit etwa 0,2 kg/Ncbm kleiner und die Körnung des Kontaktes, in der Hauptsache 2 - 4 mm Ø, größer, sodaß anzunehmen ist, daß die erforderlichen 100 cbm Gas bei etwa 20 Atü Druckabfall durch den Ofen gefahren werden können.

Dabei haben wir noch die Reserve, daß wir bei Verminderung des Kreisgases von 100 auf 65 cbm/h immer noch die erforderliche Mindestleistung von 100 Moto Diamin erzeugen können, und die Hoffnung, die zulässige Temperaturerhöhung von 20 auf 30° C vergrößern und damit das Kreisgas um 43 verringern zu können, sodaß die Betriebssicherheit bei Wahl des Ofens 500 Ø, 1800 mm hoch, gewährleistet ist.

Die vorliegende Aktennotiz wurde auf Grund von Besprechungen mit den Herren Dr. Niemann, Dr. Breuers, Dr. Bauer, Dr. Ufer, u. Dr. Büche verfaßt.

Ø Herrn Dir. Dr. Ambros
" " Dr. Reppe
" Dr. Baumann
" Dr. Hopf
" Dr. Niemann
" Dr. Ufer
" Dr. Bauer

Herrn Dir. Dr. Zulff
" Dr. Breuers
" Obering. Biedenkopf
" Dr. Ammann
" Dr. Büche

Ludwigshafen a.Rh., 16.2.40/Ho

Aktennotiz.

Betrifft: Material für Diaminhydrierung.

Auf Grund des Materialprüfungsberichtes vom 1.2.40. Über die Beständigkeit von Adipinsäuredinitril, Hexamethylendiamin roh und Hexamethylendiamin in Gegenwart von flüssigem NH_3 bei 110° C und 200 atü Druck nach dem die folgenden Materialien Eisen, V1M, V3M, V5M, N5, und N8 praktisch beständig sind, wurde folgendes festgelegt:

1. Ofen:

Dä der Ofen , um ihn bis Ende des Jahres zu bekommen, aus 2 Stücken geschmiedet und zusammengeschweißt werden muß, kann, um die Schweißbarkeit zu gewährleisten, nur ein Stahl mit keinem zu hohen Chromgehalt gewählt werden.

Vorgesehen ist ein Stahl mit 0,2° C und 1,5 - 1,8% Cr unter Umständen mit Rücksicht aufdie Schweißbarkeit mit noch etwa 0,25% Mo

Der Ofen wird aus diesem Material bestellt und so vorgesehen, daß, falls die unten angegebenen Versuche negativ verlaufen, noch ein Futterrohr eingezogen werden kann.

Herr Dr. Class wird so schnell wie möglich ein Probestück dieses STahles beschaffen, mit welchem sowohl die chemische Beständigkeitals auch das katalytische Verhalten geprüft werden.

2. Hauptabscheider.

Bisher war eine V2A-Auskleidung vorgesehen. Diese entfällt. Der Abscheider wird aus SM Stahl vorgesehen.

3. Regenerator.

wird aus demselben Material wie der Ofen hergestellt.

4. Übrige Apparate und Rohrleitungen.

aus SM Stahl.

Diese Aktennotiz wurde auf Grund von Besprechungen mit Herrn Dr.Niemann, Dr.Bauer, Dr.Breuers und Dr.Ufer verfaßt.

Ø Herrn Dr. Niemann
" Dr. Bauer
" Dr.Ufer
" Dr. Breuers, Schko

Herrn Dr. Büche, Hauptlabor
" Dr. Class, Lu 10
" Dipl.Ing. Bürger, Lu 10
" Dr. Ammann, Schko

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

16.2.40.
Dr.Tr/Ri.

Aktennotiz!

Dr. Niemann

Betr.: Besprechung am 15. II. 1940.

Anwesend die Herren:

Dr. Niemann, Dr. Miche, Dr. Steinhofer, Dr. Triebschmann } Hauptlabor.
Dr. WIEGER, Dr. LINDEMANN) Kontaktfabrik

Vom Hauptlaboratorium wird mitgeteilt, dass der erste Versuch in Lu 606 nicht den erwarteten günstigen Verlauf genommen hat. Zwar ist es möglich, alle unseren Versuchsbedingungen hinreichend genau einzuhalten - der Umsatz ist aber unzureichend. Nachdem durch Variation von Temperatur und Kreisgas keine, durch Variation des Zulaufs nur geringe Änderungen erzielt werden konnten, kann z. Z. als Grund für den augenblicklich unbefriedigenden Versuchsverlauf nur angesehen werden:

1.) ungenügende Flüssigkeitsverteilung im Kontakt,

2.) evtl. nicht ausreichende Kontaktaktivität.

Zu 1:
Es ist höchstwahrscheinlich, dass durch die Form der Kieselsträng die beim Kontakt 526/1 im Mittel etwa 10-11 mm lang sind, eine so schlechte Flüssigkeitsverteilung hervorgerufen wird, dass die Flüssigkeit praktisch nur in wenigen Kanälen durch den Kontakt läuft. Das Hauptlabor. ist der Ansicht, dass zur Erzielung einer guten Flüssigkeitsverteilung es unbedingt erforderlich ist, Stränge von gleicher Höhe und Durchmesser herzustellen. Herr Dr. WIEGER sagt zu, sich um die Herstellung solcher Stränge zu bemühen, kann

Durchschlag

aber Zusagen über die Möglichkeit der Herstellung oder über Termine nicht machen. Herr Dr. WIMMER sagt zu, den bestellten Kontakt 526/II aber mit wesentlich kürzeren Strängen herstellen zu wollen. Nach Wunsch des Hauptlabors soll die Stranglänge gleich dem Durchmesser sein, höchstens aber im Mittel 5-6 mm. Herr Dr. WIMMER will versuchen, diese mittlere Länge zu erreichen:

a) durch Anwendung von Strängen geringerer Härte,

b) durch Verwendung einer engeren Aufbringerschnecke.

Zu E:

Der Kontakt 526/I hat nach Ansicht des Hauptlabors bei den Versuchen in Lu 295 eine zwar nicht besonders gute - aber durchaus ausreichende Aktivität gezeigt. Da sich aber zeigt, dass mit zunehmender Härte der Stränge eine Abnahme der Aktivität erfolgt, andererseits eine zu geringe Härte der Lebensdauer des Kontaktes abträglich ist, soll der Kontakt 526/II von mittlerer Härte etwa 1,3 hergestellt werden.

Herr Dr. WIMMER sagt zu, den Kontakt 526/II, dessen Form und Härte durch obige Daten festgelegt sind, auf Grund der ihm übersandten Herstellungsvorschrift bis zum 1. März 1940 nach Lu 606 b zum Versand zu bringen.

gez. Niemann

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

14.240
Dr.Ke/Hl.

Aktennotiz.

Betr.: Acrylsäureäthylester aus $Ni(CO)_4$, Acetylen und Alkohol.

Bericht über eine Besprechung vom 9. Februar 1940.

Anwesend waren:

von der Nickelfabrik Op.	die Herren	Dr.Schlecht, Dr.Klippel, Dr.Ballenberg u. Dr.Stenger,
von der Acrylesterfabrik Mor		Dr.Hagen,
von Konstruktionsbüro	die Herren	Dipl.Ing.Lenhard, Dipl.Ing.Jacko,
von Hauptlaboratorium	die Herren	Dr.Niemann, Dr.Schuster, Dr.Keller.

Folgende Punkte waren zu besprechen:

1.) Beschaffung des Nickels,
2.) Transportgefäße und Transport des Nickelcarbonyls,
3.) Kalkulation der Nickelregenerierung.

Die Nickelvorräte sind nach Ansicht des Herrn Dr. SCHLECHT noch gross genug, sodass die Beschaffung einer grösseren Menge Nickel als die genehmigten 3 to für die Acrylsäureesterversuche als möglich erscheint. Die genehmigten 3 to Nickel sind sofort lieferbar. Die möglichst umgehende Übermittlung der schriftlichen Bestätigung der Zuteilung des Nickels von Seiten der Berliner Reichsstelle ist sehr erwünscht.

Als Transportgefäße wurden die von der Zeppelinwerft angebotenen Heliumbehälter vorgeschlagen. Diese Druckgefäße können wegen

Durchschlag

ihres viel zu hohen Gewichtes nicht in Frage, da dadurch der Transport zu sehr belastet würde.

Die in der Butalienfabrik und in der Vinylithorfabrik benutzten Behälter für Vinylchlorid sind am besten geeignet. Diese Druckbrezeln von 250 - 300 Ltr. Inhalt sollen zunächst auch den vorgesehenen Tank in Bau 600 ersetzen, solange nicht noch grössere Mengen $Ni(CO)_4$ in Frage kommen, und direkt an die Apparatur angeschlossen werden. Es sind 3 solcher Behälter nötig.

Auch für die Versuchsapparatur in Bau 26 wird ein geeignetes druckfestes Transportgefäss beschafft, das gleichzeitig als Auflaufgefäss dient, sodass ein Umfüllen des $Ni(CO)_4$ vermieden wird.

Der Transport dieser Druckbehälter muss durch Kesselwagen erfolgen.

Hinsichtlich der Regenerierung besteht die Möglichkeit einer Verbilligung, wie Herr Dr.SCHLECHT darlegte, noch beim Fällen des Nickelhydroxyds für die Hochdruckkammern.

Der Transport der anfallenden Nickelchloridlösung verteuert den Regenerierungspreis, sodass das Ausfällen des $Ni(OH)_2$ am günstigsten in Bau 600 vorgenommen wird. Da in der Nickelfabrik z. Z. zwecks eine entsprechende Anlage für die Regenerierung von Kontakten zusammengestellt wird, soll die Fällung des $Ni(OH)_2$ zunächst von Oppau übernommen werden.

- 3 -

14.2.40 5
Dr.Ke/Hi.

Hinsichtlich der Aufarbeitung der $FiCl_2$-Lösung mit Ammoniak und CO nach dem Vorschlag des Herrn Direktor Dr. KEPPE, glauben die Oppauer Herren, dass dieses Verfahren auf jeden Fall teurer arbeiten würde als das alte Hochdruckverfahren wegen der Notwendigkeit grosser Apparateeinheiten und wegen der Notwendigkeit eine Ammoniakregeneration anzuschliessen.

Herr Dr. HIRMASE schlug vor, ein internes Programm einzureichen, womit auch die Oppauer Versuchskosten gedeckt werden sollen.

Es wurde nochmals die Möglichkeit besprochen, mit anderen Carbonylen zu arbeiten. Es kommt nur Eisencarbonyl in Betracht. Herr Dr. SCHLEKONT erwähnte ein Eisentetracarbonyl, das aus Eisennonacarbonyl durch Umkristallisieren in Benzol gewonnen werden kann. Herr Dr. STARKER erwähnte die Eisencarbonylwasserstoffsäuren, die sehr reaktionsfähig seien.

gez. Schuster

Durchschlag an:
Nickelfabrik Op.,
Acrylesterfabrik,
Konstruktionsbüro,
H.Dr.Hiemann,
H.Dr.Schuster.

14.2.40 3
Dr.Ke/Hi.

Hinsichtlich der Aufarbeitung der $NiCl_2$-Lösung mit Ammoniak und CO nach dem Vorschlag des Herrn Direktor Dr. HEPPE, glauben die Oppauer Herren, dass dieses Verfahren auf jeden Fall teurer arbeiten würde als das alte Hochdruckverfahren wegen der Notwendigkeit grosser Apparateeinheiten und wegen der Notwendigkeit eine Ammoniakregeneration anzuschliessen.

Herr Dr. HIRMAN schlug vor, ein internes Programm einzureichen, womit auch die Oppauer Versuchskosten gedeckt werden sollen.

Es wurde nochmals die Möglichkeit besprochen, mit anderen Carbonylen zu arbeiten. Es kommt nur Eisencarbonyl in Betracht. Herr Dr. SCHLECHT erwähnte ein Eisentetracarbonyl, das aus Eisenmoncarbonyl durch Umkristallisieren in Benzol gewonnen werden kann. Herr Dr. STANGER erwähnte die Eisencarbonylwasserstoffsäuren, die sehr reaktionsfähig seien.

gez. Schuster

Durchschlag an:
Nickelfabrik Op.,
Acrylesterfabrik,
Konstruktionsbüro,
H.Dr.Biesem,
H.Dr.Schuster.

Durchschlag

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

5.2.40.
Dr.Ke/Ri.

Betr.: Acrylsäureäthylester aus Ni (CO)$_4$, Acetylen und Alkohol.

Bericht über die Besprechung vom 1. II. 1940.

Anwesend waren:

1.) von der Acrylsäureesterfabrik: Lu 600
Herr Dr. Eisfeld,
Herr Dr. Hagen,

2.) vom Konstruktionsbüro:
Herr Dipl.Ing. Lenhard,
Herr Dipl.Ing. Jenke,

3.) vom Hauptlaboratorium:
Herr Dr. Niemann,
Herr Dr. Schuster,
Herr Dr. Keller.

Herr Dr. Niemann berichtete zunächst über den Stand der Laboratoriumsversuche und erwähnte dabei auch das katalytische Verfahren, das die Zukunftslösung werden soll. Das Darstellungsverfahren der Acrylsäureester mit Nickelcarbonyl ist jedoch zunächst das technisch Ausführbare und ist im halbtechnischen Masse zu studieren. Herr Dr. Eisfeld wies an Hand einer Kalkulation darauf hin, dass das Nickelcarbonylverfahren für Ludwigshafener Verhältnisse Interesse bieten wird, auch wenn das alte Cyanhydrinverfahren durch Steigerung der Ausbeute auf 80 % und Verbilligung des Äthylenoxyds sich preislich noch günstiger als jetzt gestalten sollte. Für die geplante Kesanlage in Breslau wird das Nickelcarbonylverfahren auf Grund der bisherigen Laboratoriumsversuche auf jeden Fall Interesse bieten, zumal noch mit einer Steigerung der Ausbeute zu rechnen ist, und der dortige Äthylenoxydpreis höher als der Ludwigshafener liegen wird.

- 2 -

Durchschlag

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

5.2.40.
Dr.He/Ri.

Betr.: Acrylsäureäthylester aus $Ni(CO)_4$, Acetylen und Alkohol.

Bericht über die Besprechung vom 1. II. 1940.

Anwesend waren:

1.) von der Acrylsäureesterfabrik: Lu 600
Herr Dr. Eisfeld,
Herr Dr. Hagen,

2.) vom Konstruktionsbüro:
Herr Dipl.Ing. Lenhard,
Herr Dipl.Ing. Janke,

3.) vom Hauptlaboratorium:
Herr Dr. Niemann,
Herr Dr. Schuster,
Herr Dr. Keller.

Herr Dr. Niemann berichtete zunächst über den Stand der Laboratoriumsversuche und erwähnte dabei auch das katalytische Verfahren, das die Zukunftslösung werden soll. Das Darstellungsverfahren der Acrylsäureester mit Nickelcarbonyl ist jedoch zunächst das technisch Ausführbare und ist im halbtechnischen Masse zu studieren. Herr Dr. Eisfeld wies an Hand einer Kalkulation darauf hin, dass das Nickelcarbonylverfahren für Ludwigshafener Verhältnisse Interesse bieten wird, auch wenn das alte Cyanhydrinverfahren durch Steigerung der Ausbeute auf 80 % und Verbilligung des Äthylenoxyds sich preislich noch günstiger als jetzt gestalten sollte. Für die geplante Neuanlage in Breslau wird das Nickelcarbonylverfahren auf Grund der bisherigen Laboratoriumsversuche auf jeden Fall Interesse bieten, zumal noch mit einer Steigerung der Ausbeute zu rechnen ist, und der dortige Äthylenoxydpreis höher als der Ludwigshafener liegen wird.

Durchschlag

Herr Dr. Schuster kam in diesem Zusammenhang auf den von Oppau mitgeteilten Preis für die Regenerierung zu sprechen, der als über zwarten hoch betrachtet wird. Hiernach würde das regenerierte Nickelcarbonyl nicht billiger kommen als neues Ni $(CO)_4$. Diese Frage soll in der nächsten Woche mit den Herren der Nickelfabrik Oppau besprochen werden.

Anschliessend wurde die Frage der Aufarbeitung der Rohlösung besprochen. In den Laboratoriumsberichten B 176 vom 13.XII.39 und B 175 vom 31.I.40 sind die einzelnen Fragen genauer dargestellt. Herr Dr. Keller wies darauf hin, dass zwei Aufarbeitungsverfahren in Frage kommen:

1.) die Vacuumdestillation,

2.) die Wasserdampfkolonnendestillation.

Herr Dr. Eisfeld und Herr Dr. Hagen legten die betriebstechnischen Gründe dar, die der Wasserdampfkolonnendestillation den Vorzug geben lassen.

Am Hand des vom Konstruktionsbüro vorgelegten Planes erläuterten die Herren Dipl. Ing. Lenhard und Dipl.Ing. Janke die Aufstellung der Apparatur. Ein 1 cbm Reaktionskessel und eine Waschkolonne sind vorhanden. Die anderen benötigten Apparate, für die bis zum 5. II. Handskizzen angefertigt werden sollen, werden nach Möglichkeit aus vorhandenen Beständen entnommen. Die für die einzelnen Apparate benötigten Materialarten wurden festgelegt. Es wurde vereinbart, dass der Aufbau der Anlage so schnell als möglich in Angriff genommen wird, und die fehlenden Apparate umgehend besorgt

werden. Herr Dipl. Ing. Lenhard schätzte die für die Fertigstellung der Anlage benötigte Zeit auf 3 - 4 Monate.

Die Transportfrage des Nickelcarbonyls muss mit den Herren der Nickelfabrik Oppau noch besprochen werden, insbesondere um den weiter unten eingesetzten 3 % Nickelverlust beim Transport noch herabzudrücken.

Da auf Grund der letzten Laboratoriumsversuche des Herrn Dr. Keller bei der Ausführung der Reaktion und der Aufarbeitung kein Nickelverlust eintritt, die Nickelfabrik Oppau ihren Regenerierungsverlust mit ca. 3 % angibt, wäre mit 6 % Nickelverlust zu rechnen, bei Einsatz von 2 % Transport- und Verdampfungsverlust. Das würde nach den jetzigen Unterlagen bei 2 Ansätzen pro Tag in einem 1 cbm Kessel einen monatlichen Verlust von 100 kg Nickel ergeben, sodass mit den von der Reichsstelle genehmigten 3 to Nickel die geplante 1 cbm Versuchsapparatur lange genug betrieben werden kann, um ausreichende Unterlagen für eine grössere Anlage zu erhalten.

Bei 2 Ansätzen pro Tag ist auf Grund der bisherigen Laboratoriumsversuche mit einer Produktion von 10 Kato zu rechnen.

Weitere Unterlagen für die Anlage im Bau 600 sollen umgehend mit der im Hauptlaboratorium aufgestellten 50 Ltr.-Technikumsapparatur beschafft werden.

Nach einer überschlägigen Kalkulation würde sich der Acrylsäure-Äthylester, auch bei einem Regenerierungspreis von RM. 0,59 für das kg Nickelcarbonyl, auf RM. 1,30 das kg stellen, also ca. RM. 0,40 - 0,50 billiger als der Ester nach dem jetzigen Verfahren. Hierbei ist ein Alkoholverbrauch von 1,5 Mol pro 1 Mol Ester eingesetzt.

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

I.G.FARBENINDUSTRIE AKT.GES.
HAUPTLABORATORIUM.

Ludwigshafen a/Rh., den 16.Jan.1940.
Dr.Nie/b.

A k t e n n o t i z .

Betreff: Besuch des Herrn K r e u ß z , Leverkusen.

Herr K r e u ß z vom Werkschutz Leverkusen legte dem Unterzeichneten Vorschriften zur Darstellung von Cyclohexanol aus Phenol sowie von Adipinsäure aus Cyclohexanol vor. Es sollte geprüft werden, ob diese Vorschriften mit der I.G. etwas zu tun haben, bzw. ob sie mit unseren Verfahrensvorschriften identisch sind.

Die Texte sind zum Teil mit Maschinenschrift, zum anderen mit der Hand geschrieben. Die handschriftlichen Aufzeichnungen sind bezüglich der Arbeitsweise identisch mit den mit der Maschine geschriebenen, jedoch ergänzt durch Kalkulationen und thermische Berechnungen. Ob der mit der Hand geschriebene von dem mit der Maschine geschriebenen Text abgeschrieben ist, oder umgekehrt, liess sich nicht feststellen. Datum fehlt. Man hat den Eindruck, und die Angaben in den Vorschriften sind so gehalten, dass es sich wohl um Betriebsvorschriften handelt. Die Herstellung des Cyclohexanols weicht von der Ludwigshafener Arbeitsweise im Betrieb, z.B. bezüglich des Katalysators, der Apparatur, so wesentlich ab, dass die Angaben mit aller Wahrscheinlichkeit nicht von der I.G. Ludwigshafen stammen. Die Darstellung der Adipinsäure ist ebenfalls anders als sie in Oppau durchgeführt wird. Das behandelte Arbeitsgebiet "Herstellung von Adipinsäure" ist zur Zeit sehr aktuell im Hinblick auf die Superpolyamide.

Die ausserdem zur Prüfung vorgelegten Vorschriften "Darstellung von Hexadekandikarbonsäure von Acelainsäure, Korksäure" betreffen das gleiche Arbeitsgebiet. Soviel mir bekannt ist, wurden in Ludwigshafen keine derartigen Vorschriften entwickelt.

Herr K r e u ß z wurde an Herrn Dr. B a l z bzw. Herrn Dr. S ö n k s e n , Oppau, verwiesen, um dort weitere Anhaltspunkte für seine Ermittlungen zu gewinnen.

3977-20M3109

Durchschlag

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

I.G.FARBENINDUSTRIE AKT.GES.
HAUPTLABORATORIUM.

Ludwigshafen a/Rh., den 16.Jan.1940.
Dr.Nie/b.

A k t e n n o t i z .

Betreff: Besuch des Herrn K r e u ß , Leverkusen.

Herr K r e u ß vom Werkschutz Leverkusen legte dem Unterzeichneten Vorschriften zur Darstellung von Cyclohexanol aus Phenol sowie von Adipinsäure aus Cyclohexanol vor. Es sollte geprüft werden, ob diese Vorschriften mit der I.G. etwas zu tun haben, bzw. ob sie mit unseren Verfahrensvorschriften identisch sind.

Die Texte sind zum Teil mit Maschinenschrift, zum anderen mit der Hand geschrieben. Die handschriftlichen Aufzeichnungen sind bezüglich der Arbeitsweise identisch mit den mit der Maschine geschriebenen, jedoch ergänzt durch Kalkulationen und thermische Berechnungen. Ob der mit der Hand geschriebene von dem mit der Maschine geschriebenen Text abgeschrieben ist, oder umgekehrt, liess sich nicht feststellen. Datum fehlt. Man hat den Eindruck, und die Angaben in den Vorschriften sind so gehalten, dass es sich wohl um Betriebsvorschriften handelt. Die Herstellung des Cyclohexanols weicht von der Ludwigshafener Arbeitsweise im Betrieb, z.B. bezüglich des Katalysators, der Apparatur, so wesentlich ab, dass die Angaben mit aller Wahrscheinlichkeit nicht von der I.G. Ludwigshafen stammen. Die Darstellung der Adipinsäure ist ebenfalls anders als sie in Oppau durchgeführt wird. Das behandelte Arbeitsgebiet "Herstellung von Adipinsäure" ist zur Zeit sehr aktuell im Hinblick auf die Superpolyamide.

Die ausserdem zur Prüfung vorgelegten Vorschriften "Darstellung von Hexadekandikarbonsäure von Acelainsäure, Korksäure" betreffen das gleiche Arbeitsgebiet. Soviel mir bekannt ist, wurden in Ludwigshafen keine derartigen Vorschriften entwickelt.

Herr K r e u ß wurde an Herrn Dr. B a l z bzw. Herrn Dr. S ö n k s e n , Oppau, verwiesen, um dort weitere Anhaltspunkte für seine Ermittlungen zu gewinnen.

9077-20M3109

Durchschlag

A k t e n n o t i z. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol ~~aufhydriert~~.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

A k t e n n o t i z. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol aufhydriert.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 60 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

Aktennotiz. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butendiol aufhydriert.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

A k t e n n o t i z. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Ln 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol ~~aufhydriert~~.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.Ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.Ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 6 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

A k t e n n o t i z. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol ~~aufhydriert~~.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

Aktennotiz. 29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol aufhydriert.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.

Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Warmgasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr.Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

Betriebstemperatur

Hydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 30° C
H_2 30° C

Nachhydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 80 - 100° C
H_2 80 - 100° C

Reduzieren: Eingang in Ofen, H_2 / N_2 300 - 330° C.

Wärmetechnische Berechnung der Apparatur.

1. Hydrieren:

Infolge der geringen Eingangstemperatur von Vorprodukt und Kreisgas werden die Vorheizer nur gering belastet.
Die Reaktionswärme beträgt etwa 55 ~~kg~~ Kal/Mol Ausgangsprodukt, also insgesamt etwa 180 000 ~~kg~~ Kal/h.
Daraus ergibt sich bei 60 m^3 Gasumlauf eine Temperaturerhöhung von etwa 50° im Ofen. Der Kühler hat die Reaktionswärme abzuführen. Die Wärmedurchgangszahl beträgt etwa 330 bei einer Kühlfläche von 25 m^2 bezw. 225 bei einer Kühlfläche von 37 m^2. Die Gasendtemperatur ist 30°, der Kühlwasserverbrauch etwa 10 - 20 m^3/h-.
Der Regenerator und der elektr. Vorheizer sind nicht in den Kreislauf eingeschaltet.

2. Nachhydrieren:

a) Aufheizen des Vorproduktes:

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 1,25 m^2, Wärmedurchgangszahl etwa 300, Dampfverbrauch etwa 100 kg/h. Dampfleitung wird mit 20 mm l.ø/ verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 18 m/sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 32.

b) Aufheizen des Kreisgases:

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 10,8 m^2, Wärmedurchgangszahl etwa 100, Dampfverbrauch etwa 220 kg/h. Dampfleitung wird mit 50 mm l.ø verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 7 m /sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 50. Hierbei wurde mit einer zufzuheizenden Gasmenge von 30 m^3/h gerechnet. Der Dampfvorwärmer ist sehr niedrig belastet. Es kann also das gesamte Kreisgas auf die Betriebstemperatur aufgeheizt werden.

c) Warmgasstelle im Ofen:

Wir rechnen mit einer maximalen Gasmenge von 15 m^3/h.

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 3,75 m^2, Wärmedurchgangszahl etwa 320 bei einer Gasendtemperatur von 130° C, Dampfverbrauch etwa 200 kg/h. Die Dampfleitung ist mit 32 mm l.ø zu verlegen, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 14 m/sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 32.

d) Kühler:

Unter der Annahme, dass die Gastemperatur hinter dem Ofen 120° C beträgt ergibt sich für F = 25 m^2 ein K = 390 und für F = 37 m^2 ein K = 260. Endtemperatur des Kreisgases hierbei 30°C, Kühlwasserverbrauch 15 - 30 m^3/h. Die Rohrleitung wird zweckmässig mit 80 mm l.ø verlegt, entsprechend einer Wassergeschwindigkeit von 1,6 m/sec.

3. Reduzieren:

Bei der Reduktion des Kontakts wird mit Rücksicht auf die höhere Temperatur mit dem Regenerator und dem elektr. Vorheizer gefahren. Die Gasumlaufmenge ist wegen der engen Querschnitte des Regenerators auf 40 m^3/h zu beschränken. Der Druck wird auf 60 atü festgelegt. Temperaturverlauf in der Anlage:

a) Ofen:

Der Wärmeverlust nach aussen errechnet sich etwa auf 21 000 Kal, wobei angenommen ist, dass das zyl. Hochdruckrohr etwa 50 mm stark wärmeisoliert wird, die beiden Deckel jedoch frei bleiben. Der Temperaturabfall im Ofen beträgt hierbei etwa 30° C.

Temperatur	Ofen Eingang	330°
	Ofen Ausgang	300°

Hierbei ist angenommen, dass die Reaktion weder exotherm noch endotherm ist.

b) Rohrleitung Ofen - Regenerator

Temperaturabfall etwa 5° C

c) Regenerator:

Der Wärmeverlust ist gering. Er wird in jedem Gasweg etwa 5° C betragen. Die Wärmedurchgangszahl kann trotz des geringen Druckes mit K = 300 angenommen werden.

Temperaturen:	Gasweg durch die Rohre	Eingang 295°
		Ausgang 55°
	Gasweg um die Rohre	Eingang etwa 20°
		Ausgang etwa 260°

d) Kühler:

Infolge der guten Wärmeregeneration ist der Kühler nur schwach belastet, der Wärmedurchgang errechnet sich zu etwa K = 50. Der Kühlwasserbedarf ist 1 - 2 m^3/h.

e) Elektr. Vorheizer:

Temperatur Gaseingang 255°
Gasausgang 340°

Der Wärmeübergang errechnet sich zu α_i = 1140
Wir rechnen mit α_i = 400. Hierbei ist der Temperatursprung Gas - Heizrohr etwa 20° C. Das Material wird also eine Temperatur von 400° nicht erreichen.
Elektrische Belastung des Trafos einschl. der Verluste etwa 120 KVA. Es steht also genügend Reserve zum Hochheizen bezw. zum Erreichen höherer Temperaturen zur Verfügung.

Die theoretisch kürzeste Aufheizzeit der Anlage auf den Betriebszustand bei Reduktion errechnet sich zu 7 Stunden. Wir empfehlen die Aufheizzeit auf 12 Stunden auszudehnen und hierbei die Anlage pro Stunde um etwa 30° C hochzufahren.

Hein
ke

Verteiler:

Herrn Dr. Miemann
Herrn Dr. Maur
Herrn Dr. Steinhofer
Herrn Dr. Lorenz
Herrn Dr. Mehl
Herrn Dipl.Ing. Hein

A k t e n n o t i z.

29.12.39/Sch.

Betreff: Hochdruckanlage Lu 532 / Reppe-Verfahren.

In der Anlage wird Butindiol zu Butandiol aufhydriert.
Vorprodukt ist wässriges Butindiol und zwar etwa 280 kg Butindiol und 520 kg Wasser. Gesamtmenge 800 kg. Zum Einbringen in die Anlage steht eine 3-Plungerpumpe mit einer Leistung von 1000 l/h gegen 350 atü zur Verfügung.
Für den Wasserstoff-Kreislauf ist eine Umlaufpumpe mit einer Leistung von 60 m^3/h ($p_s t_s$) vorgesehen.
Frischwasserstoffverbrauch für den chemischen Prozess etwa 0,75 m^3/h (bezogen auf 200 atü und 20° C).

A p p a r a t e:

Hochdruckofen, 350 mm l.Ø, 12 m lang aus N 1, Zeichnung N 2774-1

Regenerator, 200 mm l.Ø, 12 m lang, Wärmeaustauschfläche 16,5 m^2 aus N 8 / N 5, Zeichnung N 1883-1.

Hochdruckkühler, NW 70, Kühlfläche 37 m^2 aus Flußstahl Zeichnung N 2841-1.
Da dieser Kühler vorläufig noch nicht zur Verfügung steht, wird der bereits angelieferte Kühler NW 45 nach Zeichnung N 2085-1 mit einer Kühlfläche von 25 m^2 eingesetzt.

Dampfvorheizer für Vorprodukt NW 24, Heizfläche 1,25 m^2, Zeichnung N 5582-4

Dampfvorheizer für Kreislaufgas NW 45, Heizfläche 10,8 m^2, Zeichnung N 7409-2

Dampfvorheizer für Vergasstelle im Ofen NW 24, Heizfläche 3,75 m^2, Zeichnung N 7445-2
Sämtliche Vorheizer aus Flußstahl.

elektr. Vorheizer für Kreisgas NW 45, aus N 8, Heizfläche 7,4 m^2, Zeichnung N 1947a-1

Schub-Transformator, 0 - 80 Volt, 200 KVA.

Ferner verschiedene kleinere Behälter und Apparate, sowie eine Vorreinigungsanlage für den Frischwasserstoff.

Betriebstemperatur

Hydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 30° C
H_2 30° C

Nachhydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 80 - 100° C
H_2 80 - 100° C

Reduzieren: Eingang in Ofen, H_2 / N_2 300 - 330° C.

Wärmetechnische Berechnung der Apparatur.

1. Hydrieren:

Infolge der geringen Eingangstemperatur von Vorprodukt und Kreisgas werden die Vorheizer nur gering belastet.
Die Reaktionswärme beträgt etwa 55 Kal/Mol Ausgangsprodukt, also insgesamt etwa 180 000 Kal/h.
Daraus ergibt sich bei 60 m³ Gasumlauf eine Temperaturerhöhung von etwa 50° im Ofen. Der Kühler hat die Reaktionswärme abzuführen. Die Wärmedurchgangszahl beträgt etwa 330 bei einer Kühlfläche von 25 m² bezw. 225 bei einer Kühlfläche von 37 m². Die Gasendtemperatur ist 30°, der Kühlwasserverbrauch etwa 10 - 20 m³/h.
Der Regenerator und der elektr. Vorheizer sind nicht in den Kreislauf eingeschaltet.

2. Nachhydrieren:

a) Aufheizen des Vorproduktes:

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 1,25 m², Wärmedurchgangszahl etwa 300, Dampfverbrauch etwa 100 kg/h. Dampfleitung wird mit 20 mm l.Ø/ verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 18 m/sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 32.

b) Aufheizen des Kreisgases:

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 10,8 m², Wärmedurchgangszahl etwa 100, Dampfverbrauch etwa 220 kg/h. Dampfleitung wird mit 50 mm l.Ø verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 7 m /sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 50.
Hierbei wurde mit einer aufzuheizenden Gasmenge von 30 m³/h gerechnet. Der Dampfvorwärmer ist sehr niedrig belastet. Es kann also das gesamte Kreisgas auf die Betriebstemperatur aufgeheizt werden.

c) Warmgasstelle im Ofen:

Wir rechnen mit einer maximalen Gasmenge von 15 m³/h.

Betriebstemperatur

Hydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 30° C
H_2 30° C

Nachhydrieren: Eingang in Ofen, Vorprodukt 80 - 100° C
H_2 80 - 100° C

Reduzieren: Eingang in Ofen, H_2 / N_2 300 - 330° C.

Wärmetechnische Berechnung der Apparatur.

1. Hydrieren:

Infolge der geringen Eingangstemperatur von Vorprodukt und Kreisgas werden die Vorheizer nur gering belastet.
Die Reaktionswärme beträgt etwa 55 Kal/Mol Ausgangsprodukt, also insgesamt etwa 180 000 Kal/h.
Daraus ergibt sich bei 60 m³ Gasumlauf eine Temperaturerhöhung von etwa 50° im Ofen. Der Kühler hat die Reaktionswärme abzuführen. Die Wärmedurchgangszahl beträgt etwa 330 bei einer Kühlfläche von 25 m² bezw. 225 bei einer Kühlfläche von 37 m². Die Gasendtemperatur ist 30°, der Kühlwasserverbrauch etwa 10 - 20 m³/h.
Der Regenerator und der elektr. Vorheizer sind nicht in den Kreislauf eingeschaltet.

2. Nachhydrieren:

a) Aufheizen des Vorproduktes:
Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 1,25 m², Wärmedurchgangszahl etwa 300, Dampfverbrauch etwa 100 kg/h. Dampfleitung wird mit 20 mm l.Ø/ verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 18 m/sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 32.

b) Aufheizen des Kreisgases:
Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 10,8 m², Wärmedurchgangszahl etwa 100, Dampfverbrauch etwa 220 kg/h. Dampfleitung wird mit 50 mm l.Ø verlegt, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 7 m /sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 50.
Hierbei wurde mit einer aufzuheizenden Gasmenge von 30 m³/h gerechnet. Der Dampfvorwärmer ist sehr niedrig belastet. Es kann also das gesamte Kreisgas auf die Betriebstemperatur aufgeheizt werden.

c) Warmgasstelle im Ofen:
Wir rechnen mit einer maximalen Gasmenge von 15 m³/h.

Zur Verfügung steht Dampf von 8 atü, Heizfläche 3,75 m^2, Wärmedurchgangszahl etwa 320 bei einer Gasendtemperatur von 130° C, Dampfverbrauch etwa 200 kg/h. Die Dampfleitung ist mit 32 mm l.Ø zu verlegen, entsprechend einer Dampfgeschwindigkeit von 14 m/sec. Die Anschlüsse am Vorheizer sind NW 32.

d) Kühler:

Unter der Annahme, dass die Gastemperatur hinter Ofen 120° C beträgt ergibt sich für F = 25 m^2 ein K = 390 und für F = 37 m^2 ein K = 260. Endtemperatur des Kreisgases hierbei 30°C, Kühlwasserverbrauch 15 - 30 m^3/h. Die Rohrleitung wird zweckmässig mit 80 mm l.Ø verlegt, entsprechend einer Wassergeschwindigkeit von 1,6 m/sec.

3. Reduzieren:

Bei der Reduktion der Kontakte wird mit Rücksicht auf die höhere Temperatur mit dem Regenerator und dem elektr. Vorheizer gefahren. Die Gasumlaufmenge ist wegen der engen Querschnitte des Regenerators auf 40 m^3/h zu beschränken. Der Druck wird auf 60 atü festgelegt. Temperaturverlauf in der Anlage:

a) Ofen:

Der Wärmeverlust nach aussen errechnet sich etwa auf 21 000 Kal/h, wobei angenommen ist, dass das zyl. Hochdruckrohr etwa 50 mm stark wärmeisoliert wird, die beiden Deckel jedoch frei bleiben. Der Temperaturabfall im Ofen beträgt hierbei etwa 30° C.

Temperatur: Ofen Eingang 330°
Ofen Ausgang 300°

Hierbei ist angenommen, dass die Reaktion weder exotherm noch endotherm ist.

b) Rohrleitung Ofen - Regenerator:
Temperaturabfall etwa 5° C

c) Regenerator:

Der Wärmeverlust ist gering. Er wird in jedem Gasweg etwa 5° C betragen. Die Wärmedurchgangszahl kann trotz des geringen Druckes mit K = 300 angenommen werden.

Temperaturen: Gasweg durch die Rohre Eingang 295°
Ausgang 55°
Gasweg um die Rohre Eingang etwa 20°
Ausgang etwa 260°

d) Kühler:

Infolge der guten Wärmeregeneration ist der Kühler nur schwach belastet, der Wärmedurchgang errechnet sich zu etwa K = 50. Der Kühlwasserbedarf ist 1 - 2 m^3/h.

e) Elektr. Vorheizer:

Temperatur Gaseingang 255°
Gasausgang 340°

Der Wärmeübergang errechnet sich zu α_i = 1140
Wir rechnen mit α_i = 400. Hierbei ist der Temperatursprung Gas - Heizrohr etwa 20° C. Das Material wird also eine Temperatur von 400° nicht erreichen.
Elektrische Belastung des Trafos einschl. der Verluste etwa 120 KVA. Es steht also genügend Reserve zum Hochheizen bezw. zum Erreichen höherer Temperaturen zur Verfügung.

Die theoretisch kürzeste Aufheizzeit der Anlage auf den Betriebszustand bei Reduktion errechnet sich zu 7 Stunden. Wir empfehlen die Aufheizzeit auf 12 Stunden auszudehnen und hierbei die Anlage pro Stunde um etwa 50° C hochzufahren.

Hein

Verteiler:

Herrn Dr. Niemann
Herrn Dr. Baur
Herrn Dr. Steinhofer
Herrn Dr. Lorenz
Herrn Dr. Mehl
Herrn Dipl.Ing. Hein

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

I.G.Farbenindustrie A.G.
Hauptlaboratorium

Hauptlaboratorium Ludwigshafen a.Rh., den 23. Dez. 1939

Besprechung über die kontinuierliche Hydrierung von Adipinsäure-dinitril zu Hexamethylendiamin.

Anwesend: Dr. NIEMANN,
Dr. UFER,
Dr. BAUER,
Dr. BÜCHE,
Dr. KUMPF,
Dipl.Ing. JOHN.

1.) Es wird die Frage erörtert, wie gross die Kreisgaspumpe für die Hydrieranlage in Schkopau bestellt werden muss. Hierzu dienen zum Vergleich zunächst die Verhältnisse in der jetzigen Versuchsapparatur. Kontaktraum 1,5 Ltr., Zeitraumausbeute 1,5 kg Diamin pro Liter und Tag; Wasserstoff im Kreislauf das 25- bis 50-fache der Theorie. Der Wasserstoffüberschuss ist notwendig, um die Reaktionswärme abzuführen, die pro Mol ca. 90 kcal beträgt. Die Temperatur differiert im Ofen um 20°.

Diese Temperaturdifferenz wird auch für die Grossanlage in Schkopau zugrunde gelegt. Der Kontaktraum des Ofens ist dort 3 200 Ltr. Als Zeitraumausbeute werden 2 kg Diamin pro Liter und Tag angenommen, das sind 265 kg pro Stunde = 6,4 Tato oder 150 Moto.

Die Kreisgasmenge ist abhängig von dem Ammoniakgehalt der den Ofen verlassenden Hexamethylendiaminlösung:

a) Bei einem Verhältnis von 50% Diamin und 50% Ammoniak berechnet sich eine Kreisgasmenge von 103 cbm pro Stunde bei 300 atü und 110°C. Bei dieser Konzentration wird im Ofen die Wärme durch das verdampfende Ammoniak abgeführt.

-/-

3977-20M3109

Durchschlag

b) Für den Fall, dass das in den Ofen eintretende Kreisgas gesättigt ist und im Ofen kein Ammoniak mehr verdampft, beträgt die Kreisgasmenge 162,5 m^3 bei 300 atü und 110°C.

c) Für den Fall, dass das Kreisgas kein Ammoniak, sondern nur Wasserstoff enthielte, beträgt die Kreisgasmenge 186 m^3 bei 300 atü und 110°C.

Die Kreisgasmenge kann also je nach der Betriebsweise zwischen etwa 100 und 190 m^3 pro Stunde liegen. Mit Rücksicht darauf, dass die Temperaturerhöhung von 20° sehr gering und ausserdem für die Berechnung aller Wahrscheinlichkeit nach eine zu hohe Reaktionswärme angenommen wurde, ist genügend Sicherheit vorhanden, wenn für Sehkopau eine Gasumlaufpumpe von 150 m^3 pro Stunde und 300 atü Betriebsdruck bestellt wird.

2.) Die Grösse der erforderlichen Destillierapparatur wird bedingt durch den Ammoniakgehalt des ablaufenden Hexamethylendiamins und der Nebenprodukte. Der Rechnung wurde eine Konzentration von 50% Ammoniak im Gemisch zugrunde gelegt. Für die Berechnung der Destillation müssen noch die folgenden Werte ermittelt werden:

a) Der Ammoniakgehalt der aus der Druckdestillation unten ablaufenden Lösung bei 16 atü Druck und 150 bzw. 170°C.

b) Der Ammoniakgehalt der aus der drucklosen Destillation ablaufenden Lösung bei etwa 0,1 atü und 150 bzw. 170°C.

Hy. Fehn

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium
Ludwigshafen a/Rh., den 12.Dezember 1939.
Dr.Nie/b.

Aktennotiz.

Betreff: Hydrierung der Vorlauffettsäuren.

Das Hauptlaboratorium ist in der Lage, die Vorlauffettsäuren (C_5 - C_{11}) zu den entsprechenden Alkoholen zu hydrieren. Gegenüber dem Oppauer Verfahren, bei dem die Fettsäuren zunächst mit den Alkoholen gleicher Atomzahl verestert und dann hydriert werden, handelt es sich bei unserem Verfahren um die Reduktion der freien Fettsäure in einer Stufe. Das Verfahren besteht darin, dass die Fettsäuren mit Wasserstoff über einen fest angeordneten Kontakt bei Temperaturen über 200° geleitet werden. Für das Gelingen der Hydrierung ist ausschlaggebend, dass eisenfrei gearbeitet wird, also auch bei allen Apparaturteilen, die heiss mit der Fettsäure in Berührung kommen können, Eisen ausgeschlossen wird.

Es besteht die Möglichkeit, die Hydrierung in dem Phenamin-Betrieb in einem Hochdruckturm von 360 Liter Inhalt durchzuführen. Der Reaktionsturm, die Abscheider und der Regenerator sind mit Kupfer ausgeschlagen, lediglich die Zuleitung von der Pumpe zum Ofen müsste in Kupfer oder Kupfermangan neu verlegt werden. Die Pumpe selbst besteht aus NS-Material, sodass eine Auswechselung des vorhandenen Ventilkörpers gegen einen solchen aus V2A nötig ist. Die Möglichkeit einer Änderung der Apparatur in diesem Sinne wird vom Ingenieurbüro Hauptlaboratorium alsbald geprüft.

Die Leistung der Apparatur würde entsprechend den Durchsätzen in der Technikumsapparatur monatlich 25 Moto Alkohole betragen. Hierzu wären ca. 30 t Vorlauffettsäure erforderlich. Eine Anfrage in Oppau bei Herrn Dr. W i e t z e l ergab, dass zur Zeit eine derartige Menge Vorlauffettsäure dort nicht zur Verfügung steht. Oppau selbst hydriert monatlich nur etwa 5 t der Säure. Die

-/-

5977-20M5109

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a/Rh., den 12.Dezember 1939.
Dr.Hie/b.

A k t e n n o t i z .

Betreff: Hydrierung der Vorlauffettsäuren.

Das Hauptlaboratorium ist in der Lage, die Vorlauffettsäuren (C_5 - C_{11}) zu den entsprechenden Alkoholen zu hydrieren. Gegenüber dem Oppauer Verfahren, bei dem die Fettsäuren zunächst mit den Alkoholen gleicher Atomzahl verestert und dann hydriert werden, handelt es sich bei unserem Verfahren um die Reduktion der freien Fettsäure in einer Stufe. Das Verfahren besteht darin, dass die Fettsäuren mit Wasserstoff über einen fest angeordneten Kontakt bei Temperaturen über 200° geleitet werden. Für das Gelingen der Hydrierung ist ausschlaggebend, dass eisenfrei gearbeitet wird, also auch bei allen Apparaturteilen, die heiss mit der Fettsäure in Berührung kommen können, Eisen ausgeschlossen wird.

Es besteht die Möglichkeit, die Hydrierung in dem Phenamin-Betrieb in einem Hochdruckturm von 360 Liter Inhalt durchzuführen. Der Reaktionsturm, die Abscheider und der Regenerator sind mit Kupfer ausgeschlagen, lediglich die Zuleitung von der Pumpe zum Ofen müsste in Kupfer oder Kupfermangan neu verlegt werden. Die Pumpe selbst besteht aus N8-Material, sodass eine Auswechslung des vorhandenen Ventilkörpers gegen einen solchen aus V2A nötig ist. Die Möglichkeit einer Änderung der Apparatur in diesem Sinne wird vom Ingenieurbüro Hauptlaboratorium alsbald geprüft.

Die Leistung der Apparatur würde entsprechend den Durchsätzen in der Technikumsapparatur monatlich 25 Moto Alkohole betragen. Hierzu wären ca. 30 t Vorlauffettsäure erforderlich. Eine Anfrage in Oppau bei Herrn Dr. W i e t z e l ergab, dass zur Zeit eine derartige Menge Vorlauffettsäure dort nicht zur Verfügung steht. Oppau selbst hydriert monatlich nur etwa 3 t der Säure. Die

-/-

3077-20M3169

Durchschlag

Fettalkohole werden zur Herstellung der Densodrine als Ersatz für die jetzt nicht greifbaren Kokosfettalkohole gebraucht, ferner zur Herstellung von Palatinol F.

Die Einkaufs-Abteilung wurde gebeten, uns 60 t Vorlauffettsäure entsprechend einer Produktion für 2 Monate zu beschaffen und die Möglichkeit einer Dauerlieferung von 30 Moto zu prüfen.

gez. Kiemann
" Kleppe

Durchschlag an:

Herrn Dir.Dr.AMBROS.
Zw-Abteilung.
Einkaufs-Abteilung.
Ingenieurbüro Hauptlab.

14. Dez. 1939

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

8.12.39 Dr.Kie/E.

Aktennotiz.

Betr.: Bernsteinsäure.

Die Herstellung der Bernsteinsäure geschieht heute im Technikum in folgender Weise:

In einem emaillierten Kessel von 120 Ltr. Inhalt, der von einem Wasserbad umgeben ist, werden
100 kg 65%ige Salpetersäure vorgelegt. Dazu lässt man
14,4 kg Tetrahydrofuran in 4,5 bis 5 Stunden zulaufen. Es wird mit Wasser von aussen gekühlt, sodass die Temperatur zwischen 20 und 25° liegt. Man rührt 5 bis 6 Stunden nach, dann wird die ausgefallene Bernsteinsäure auf einer Nutsche abfiltriert. Der Ablauf enthält noch 21% Salpetersäure. Zur weiteren Reinigung wird der Niederschlag in
35 Ltr. Wasser bei 95 bis 100° gelöst, die Lösung heiss filtriert; man lässt etwa 5 bis 6 Stunden abkühlen, saugt ab und trocknet unter normalem Druck, bei 100°. (Der Saugkuchen enthält vor der Trocknung 7 bis 8% Wasser).

Ausbeute: 23,6 kg Bernsteinsäure.

Für die technische Herstellung ist eine Apparatur in der Selen-Fabrik (Dr. ZIMMERMANN) in Aussicht genommen, wo die Möglichkeit besteht, Stickoxyde zu Salpetersäure zu oxydieren. Der dort befindliche ausgemauerte Kessel hat einen Inhalt von 1,5 cbm. Es muss eine Kühlschlange aus V2A-Stahl eingebaut werden. Der Einsatz für diese Apparatur ist folgender:

220 kg Tetrahydrofuran
1 500 kg Salpetersäure 65%ig
ergeben
300 kg Bernsteinsäure.

-/-

3977-20M3109

Durchschlag

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

Betr.: Bernsteinsäure. 8.12.39 II Dr.Nie/E.

Eine Kalkulation für die Bernsteinsäure, wie sie unter diesen Verhältnissen in Lu 273 gewonnen werden kann, wir mit Herrn Dr. ZIMMERMANN bearbeitet.

Das Tetrahydrofuran soll dabei mit einem Preis von RM. 1,40 pro kg eingesetzt werden.

Für die grosstechnische Herstellung ergibt sich für das Tetrahydrofuran voraussichtlich ein Preis von etwa 0,60 RM.pro kg. Nimmt man als Betriebskosten und als Salpetersäureverlust diejenigen, die heute für die Adipinsäure gelten an – die Herstellungsbedingungen für die Adipinsäure sind unseren Verhältnissen durchaus entsprechend – so lässt sich für die Zukunft ein Preis von RM. 55.- für % kg Bernsteinsäure voraussehen.

Kalkulation:

61 kg Tetrahydrofuran	% kg RM. 60.-	RM. 36.-
64,6 " Salpetersäure 100%	% kg " 11,60	7,50
Energien		2.-
Löhne		2,90
Reparaturen		3.-
Amortisation		3.-
Sonstiges		0,75
100 kg Bernsteinsäure kosten		RM. 55,15.

Durchschlag an:
Herrn Dr. Ebel
" Dr. Pyzik
" Dir. Dr. Ambros

gez. Niemann
gez. Reppe

3977-20M3109

Durchschlag

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

8.12.39 Dr.Mie/E.

Aktennotiz.

Betr.: Versuchskredit für Butadien-Versuche Lu nach REPPE-Verfahren.

Für die Einreichung eines Versuchskredites für das 1.Quartal 1940 wurde mit der L.K.-Abteilung vereinbart, die folgende Produktion zugrunde zu legen:

1.) Butindiol Lu 606 (100 Moto)
2.) Butandiol (100 Moto)
3.) Butadien (~~60~~ 56 Moto).

Im einzelnen ergeben sich danach folgende Material- und Betriebskosten pro Monat:

1.) Butindiol

Material:

220 t	Formaldehyd 30%ig	% RM. 10.-	RM.-	22 000.-
35 t	Acetylen rein	% " 70.-	"	22 400.-
1,3 t	Kontakt	% " 250.-	"	3 300.-
0,5 t	Bikarbonat	% " 10.-	"	500.-
1,5 t	Natronlauge 40%ig	% " 7.-	"	105.-
65 kg	Quecksilber	% " 481.-	"	310.-

Löhne:

9 Mann in Schichtbetrieb		
1 Mann in Tagschicht	"	3 000.-
1 Hilfsmeister	"	400.-
Energien:	"	1 200.-
Reparaturen:	"	10 000.-
Sonstiges	"	2 000.-
	RM.	65 215.-
	~ RM.	65 000.-

Die Gesamtkosten pro Monat betragen RM. 122 000.- bzw. für das Quartal RM. 366 000.-

-/-

3977-20M5109

Durchschlag

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

8.12.39 II Dr.Hie/E.

2.) Butandiol.

Material:

66 000 cbm Wasserstoff	≙ RM. 6.-	RM	3 840.-
0,6 t Kontakt	≙ kg RM. 600.-	"	3 600.-

Löhne:

3 Mann in Schichtbetrieb		
1 Mann in Tagschicht	"	1 200.-
1 Hilfsmeister	"	400.-
Energien:	"	4 400.-
Reparaturen:	"	5 000.-
Sonstiges	"	1 000.-
	RM	19 440.-
	~ "	19 500.-

3.) Destillation Lu 532.

100 t Butandiol
300 t wässrige Lösung
Destillationskosten ≙ kg RM. 5.- " 15 000.-

4.) Wasserabspaltung.

Material:

9 t Kontakt	≙ kg RM. 65.-	RM.	5 850.-
1 t NaOH 100%ig	≙ " " 17.-	"	170.-

Löhne:

15 Mann in Schichtbetrieb		
1 " in Tagschicht	"	5 000.-
1 Meister	"	400.-
Energien:	"	9 000.-
Reparaturen:	"	10 000.-
Sonstiges:	"	2 000.-
	"	32 420.-
	~ "	32 500.-

Die Gesamtkosten pro Monat betragen RM. 122 000.- oder für das Quartal RM. 366 000.-.

-/-

3977-20M3109

Durchschlag

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

8.12.39 III Dr.Rie/E

Für das 1.Quartal 1940 errechnen sich folgende Kosten, wobei berücksichtigt werden muss, dass die 1.Stufe am 1.Januar 1940, die 2.Stufe am 1.Februar 1940 und die 3.Stufe am 15.Februar 1940 in Betrieb genommen wird:

1. Stufe	65 000 · 3	=	RM	195 000.-
2. "	19 500 · 2	=	"	39 000.-
Destillation	15 000 · 2	=	"	30 000.-
3. Stufe	32 500 · 1,5	=	"	48 750
			RM.	312 750.-

Die Kosten für das 1.Quartal 1940 betragen demnach RM. 312 750.-.

Es wird vereinbart, für das 1.Quartal 1940 die Summe von ~ RM. 320 000.- als Versuchskredit zu beantragen. Auf die Summe können als Gutschriften 82 500 kg Butadien zum Tagespreis verrechnet werden. Eventuell können auch noch 6 t Butanol und 4 t Methanol gutgeschrieben werden.

100 t Butindiol können in Vorrat genommen werden.

Im 2.Vierteljahr, also in einem Quartal, in dem alle Stufen voll in Betrieb sind, werden voraussichtlich 165 t Butadien RM. 396 000.- kosten oder 1 kg Butadien RM. 2,40. Bei einer Gutschrift von RM. 1,40 pro kg Butadien müssten RM.1.- aufgezahlt werden. Es ergibt sich daraus, dass für das Quartal ein Überbrückungskredit von etwa RM. 165 000.- angefordert werden müsste.

Durchschlag an:
L.K.-Abteilung

gez. Niemann
gez. Reppe

2976-30M-379

Durchschlag

Ludwigshafen a.Rh., 10. November 1939
Dr.Bü/E.

Aktennotiz über die Planung einer kontinuierlichen Anlage zur Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin.

Anwesend:	Dr. NIEMANN,	Hauptlaboratorium
	Dr. BAUER,	
	Dipl.Ing.JOHN,	Ingenieurbüro LK.
	Dr. BÜCHE,	Ingenieurbüro Hauptlab.

Nach den Ergebnissen der bisherigen Versuche zur kontinuierlichen Herstellung von Diamin aus Dinitril können für die Grossversuchs-Anlage Schkopau folgende Berechnungsgrundlagen angenommen werden:

Raumzeitausbeute	2 kg Diamin je Ltr.Kontakt u.Tag
Ofentemperatur	90 - 110° (Mittel 100°)
Reaktionswärme	90 kcal/g Mol
Druck	200 atü
Zusammensetzung des Kreisgases	25 Vol% NH_3, 75 Vol% H_2,
Ausbeute	80 - 90%.

Bisher wurden die Versuche hauptsächlich mit Elektrolytwasserstoff durchgeführt. Nullgas wurde nur bei einigen Bombenversuchen benützt. Für die Untersuchungen standen drei Kontaktöfen von 1,3 l, 1,6 l bzw. 8 l Inhalt zur Verfügung. Es war beabsichtigt, Versuche in einem 360 l-Ofen in unserem Phenaminbetrieb Lu 529 aufzunehmen. Die vorhandene Apparatur müsste zu diesem Zweck jedoch so erhebliche Änderungen erfahren, dass sie vor Ablauf eines Vierteljahres nicht in Betrieb genommen werden könnte. Zudem würden für die Versuche monatlich 30 t Dinitril benötigt. Augenblicklich stehen jedoch nur 9 Moto zur Verfügung. Es ist deshalb beabsichtigt, im Bau Lu 115 des Hauptlaboratoriums baldmöglichst eine Kreislaufapparatur von 80 l Kontaktvolumen aufzustellen, an der alle Bedingungen ermittelt werden können, die zum Bau und Betrieb der Grossversuchsanlage in Schkopau massgeblich sind. Der Monatsbedarf an Dinitril wird voraussichtlich dann etwa 8 t betragen. In Lu 115 kann sowohl mit Nullgas, wie auch mit Elektrolytwasserstoff gearbeitet werden.

-/-

In Schkopau steht Wasserstoff mit 95% H_2, 3,3% N_2 und 1,7% CH_4 zur Verfügung (Angabe Dipl.Ing. BÜRGER, TA, Lu.). Für die Berechnung der Grossversuchs-Anlage waren noch folgende Annahmen zu machen:

Gehalt an N_2 und CH_4 im Kreisgas	10%
Gehalt des Rohamins an gelöstem NH_3	20%
Zulässige Temperaturerhöhung des Kreisgases im Ofen	20° (90° auf 110°).

Der Aktennotiz ist eine Skizze der zu projektierenden Grossversuchsanlage beigefügt, aus der die Hauptabmessungen zu ersehen sind. Da die Anlage bereits zu Beginn 1941 in Betrieb genommen werden soll, schlagen wir mit Rücksicht auf die augenblicklich langen Lieferfristen vor, die einzelnen Teile baldmöglichst zu bestellen.

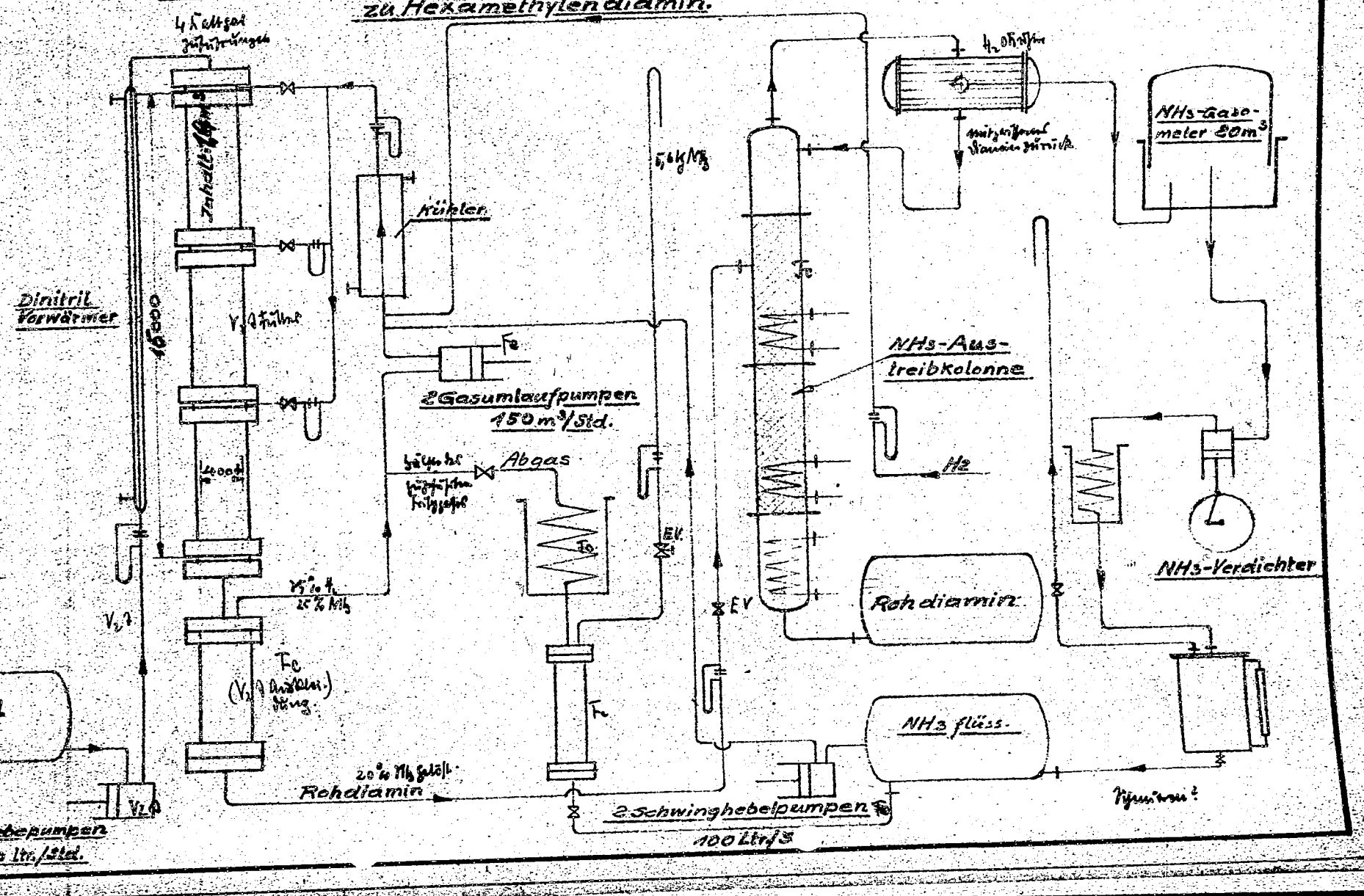
Büchy Dr. Kiesselbach

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS,
" " " WULFF, Schkopau
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN,
" Dr. SCHULZE,
" Dr. SEYDEL,
" Dr. HOPFF,
" Dr. UFER.

Rückgewinnung N_2 + H_2 mit anschließender Rektifikation N_2 abgetrennen.
bei der Rektifikation –
entweder Abtrennung
oder H_2 Bezugen. Wärmeaustauscher
Jetzt.

Kontinuierliche Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin.



Ludwigshafen a.Rh., 10. November 1939
Dr.Bü/E.

Aktennotiz über die Planung einer kontinuierlichen Anlage zur Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin.

Anwesend:	Dr. NIEMANN,	Hauptlaboratorium
	Dr. BAUER,	
	Dipl.Ing.JOHN,	Ingenieurbüro LK.
	Dr. BÜCHE,	Ingenieurbüro Hauptlab.

Nach den Ergebnissen der bisherigen Versuche zur kontinuierlichen Herstellung von Diamin aus Dinitril können für die Grossversuchs-Anlage Schkopau folgende Berechnungsgrundlagen angenommen werden:

Raumzeitausbeute	2 kg Diamin je Ltr.Kontakt u.Tag
Ofentemperatur	90 - 110° (Mittel 100°)
Reaktionswärme	90 kcal/g Mol
Druck	200 atü
Zusammensetzung des Kreisgases	25 Vol% NH_3, 75 Vol% H_2,
Ausbeute	80 - 90%.

Bisher wurden die Versuche hauptsächlich mit Elektrolytwasserstoff durchgeführt. Nullgas wurde nur bei einigen Bombenversuchen benützt. Für die Untersuchungen standen drei Kontaktöfen von 1,3 l, 1,6 l bzw. 8 l Inhalt zur Verfügung. Es war beabsichtigt, Versuche in einem 360 l-Ofen in unserem Phenaminbetrieb Lu 529 aufzunehmen. Die vorhandene Apparatur müsste zu diesem Zweck jedoch so erhebliche Änderungen erfahren, dass sie vor Ablauf eines Vierteljahres nicht in Betrieb genommen werden könnte. Zudem würden für die Versuche monatlich 30 t Dinitril benötigt. Augenblicklich stehen jedoch nur 9 Moto zur Verfügung. Es ist deshalb beabsichtigt, im Bau Lu 115 des Hauptlaboratoriums baldmöglichst eine Kreislaufapparatur von 80 l Kontaktvolumen aufzustellen, an der alle Bedingungen ermittelt werden können, die zum Bau und Betrieb der Grossversuchsanlage in Schkopau massgeblich sind. Der Monatsbedarf an Dinitril wird voraussichtlich dann etwa 8 t betragen. In Lu 115 kann sowohl mit Nullgas, wie auch mit Elektrolytwasserstoff gearbeitet werden.

-/-

In Schkopau steht Wasserstoff mit 95% H_2, 3,3% N_2 und 1,7% CH_4 zur Verfügung (Angabe Dipl.Ing. BÜRGER, TA, Lu.). Für die Berechnung der Grossversuchs-Anlage waren noch folgende Annahmen zu machen:

Gehalt an N_2 und CH_4 im Kreisgas	10%
Gehalt des Rohamins an gelöstem NH_3	20%
Zulässige Temperaturerhöhung des Kreisgases im Ofen	20° (90° auf 110°).

Der Aktennotiz ist eine Skizze der zu projektierenden Grossversuchsanlage beigefügt, aus der die Hauptabmessungen zu ersehen sind. Da die Anlage bereits zu Beginn 1941 in Betrieb genommen werden soll, schlagen wir mit Rücksicht auf die augenblicklich langen Lieferfristen vor, die einzelnen Teile baldmöglichst zu bestellen.

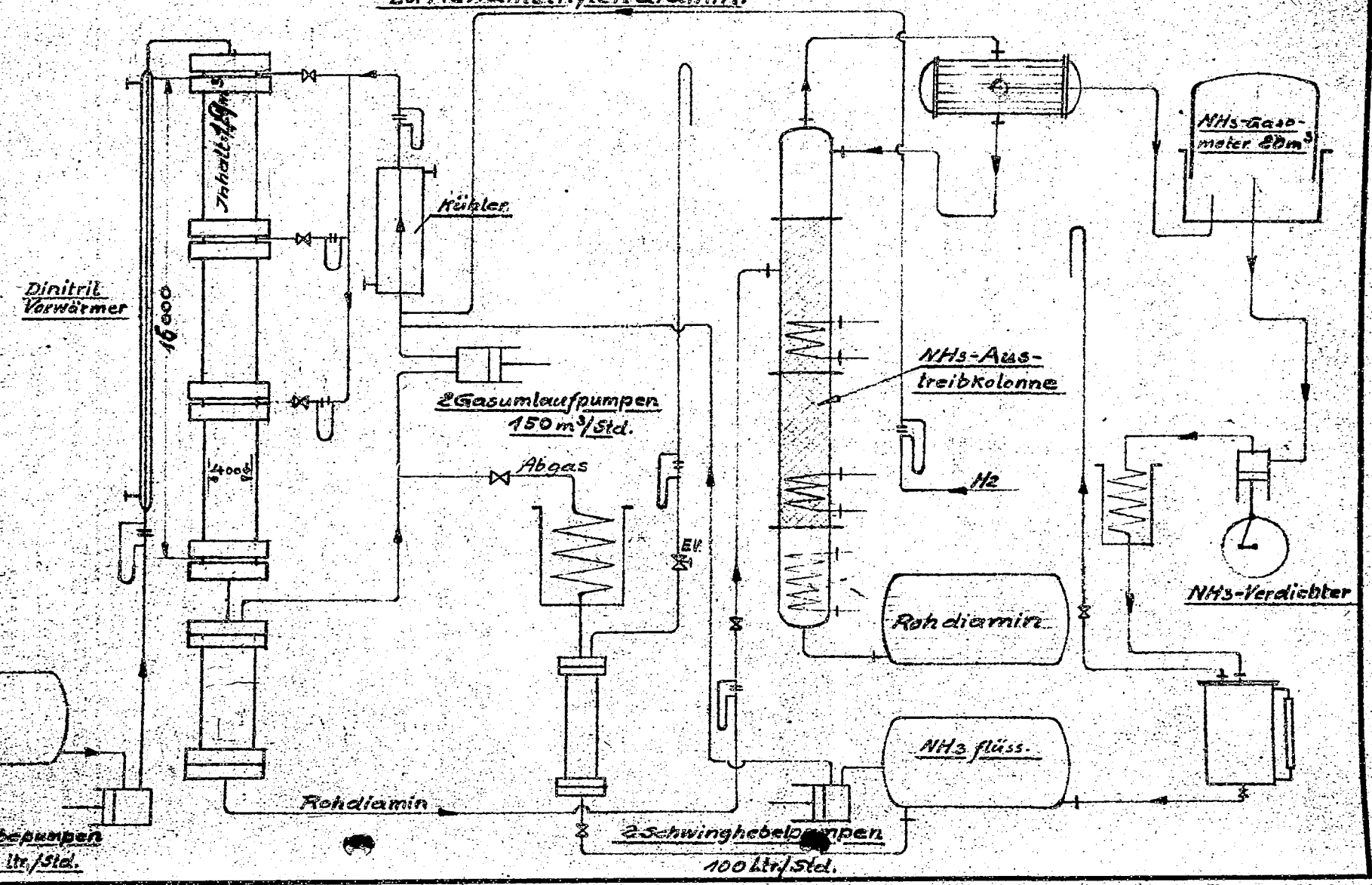
Brüly Dr. Kirmann

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS,
" " " WULFF, Schkopau
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN,
" Dr. SCHULZE,
" Dr. SEYDEL,
" Dr. HOPFF,
" Dr. UFER.

3,800 : 24 = 158 kg = 150 cbm H_2
140
120
200

Kontinuierliche Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin.



Contin.
2 Katalysatoren — Co auf Bimsstein
dm —

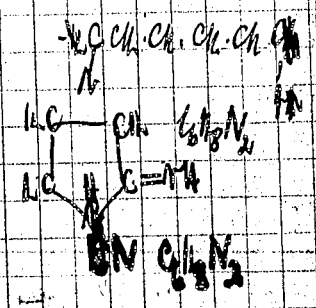
Reaktionstemp. 90 – 110°
Einpolverfahren 0 P. Verhältnis 1 : 1,5
wie für Kontaktverfahren
bei mäßig hoher Temp. erhitzen
rad. Kontakt und Kaffeeinfüllen
18 mkr 500 g 3 dm Kontaktröhren.
Ausbeute 50% Alk. frei gelöst

90 ltr pro Stunde bei 200 Atm.
part. Druck 50 Atm ab. und 200 oder 300 Atm
Kontaktpumpe 90° problematisch
Alk. H_2 abtrennen oder in Wärmeaustauscher
Zyklohexylidrolöl synth.
Synthese aus Alkohol
Wärmeaustauscher Alk

800 cc Öfen = 50 g dm 200 dm Kamp
= 1 Mom Schwierigkeit

problematisch
Hydrierung
B 410 5,4 g Destillat 65–100° 20–10 Torr Druck
10102 Rückstand 100–120 10 Torr
Kopfprodukt 120–170°
4,3 g Rückstand an Rückstandsöfen
10,8 g Rückstand

Amylalk 70–80% Filtrat
Kopfprodukt



Wirtsch. mysak. Kompressor

Vakuum

Kapitzkerzeugung und Windentfernungspumpe

Aluminium für wissenschaftl. Laboratorien.

140 kg 120 einfacher Rückerlös

28

14

168 Schon

Kanin Zyanwasserstoff – Fe schwarz.

5 – 10% Metall 130–132° f. mm Stärke

40–50° 10 km

Wirksk. wie alte Kampfer
Nakrüm

Kapselform mit Nickelfarbkampfer
Aluminiden für Schutz. Kalorie.

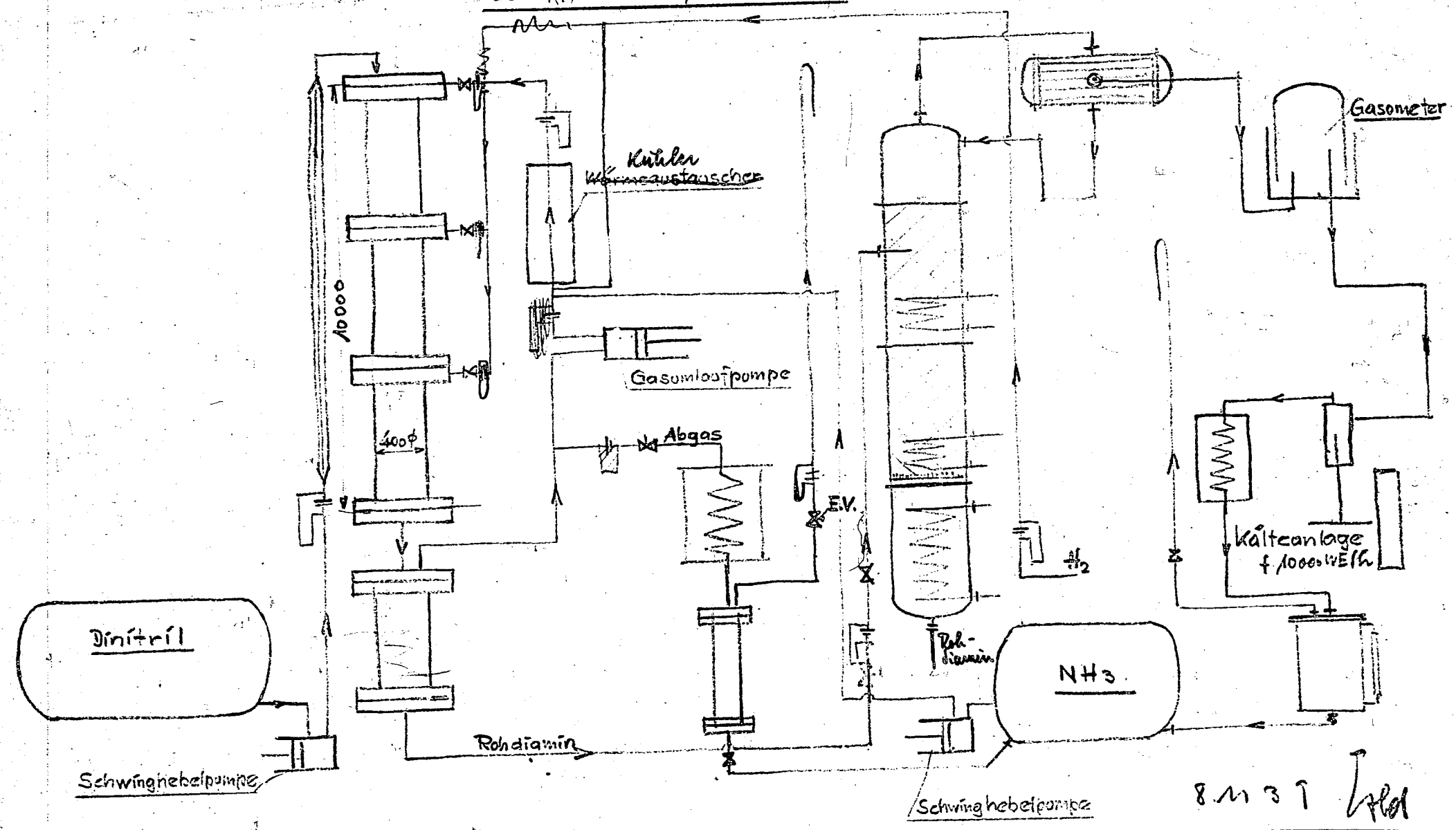
140 kg 120 einfacher Rückstand
28
14
168 Schon

Kamin Zyanid – Fe schwierig.

5 – 10 % Mischung 130–132° b. mm Druck
40–50° 10 km

Kontinuierliche Hydrierung von Adipinsäure-dinitril

zu Hexamethylendiamin.



8.11.37

I.G. LUDWIGSHAFEN A/RH.
HAUPTLABORATORIUM

Ludwigshafen a/Rh., den 9. Oktober 1939
Dr.Ht/Ri.

Dr. Niemann

A k t e n n o t i z

über die Besprechung mit Herrn Dir.Dr.BOCKMÜHL, Höchst, betr. Zwischenprodukte und Hilfsmittel für die Herstellung von Pharmazeutika am 6. Oktober 1939.

Anwesend die Herren:

Direktor Dr. Bockmühl,
" Dr. Reppe,
Dr. Schuster,
Dr. Fikentscher (zeitweise),
Dr. Hecht.

Besonderes Interesse zeigte Herr Dir. Dr. Bockmühl für wachs- und vaselinartige Massen, die nach Möglichkeit wasserlöslich sein sollen. Diese Produkte sollen als Grundlage für Suppositorien-Massen dienen und somit einen Austauschstoff für Kakao-Butter darstellen. Zu diesem Zwecke hat sich bisher besonders das Oxydwachs A mit gewissen Zusätzen, wie Emulphor O und Weichmacher 90, bewährt. Da der Weichmacher 90 ein oyäthyliertes und anschliessend triacetyliertes Glyzerin ist, wurde die Frage des Austausches des Glyzerins durch andere mehrwertige Alkohole vorgeschlagen. Wir empfahlen als vielleicht geeignete Grundstoffe das Hexantriol, ferner das Trimethylolpropan und schliesslich auch 1.4-Butandiol. Derartige Produkte sollen durch das Hauptlaboratorium Lu (Herrn Dr. Schuster) bemustert werden. Wichtig ist natürlich, wie Herr Dir.Dr. Bockmühl besonders erwähnte, dass die neuen Austauschstoffe für Weichmacher 90 vorher erst in Elberfeld auf ihre physiologischen Eigenschaften untersucht werden.

Es wurde weiterhin die Frage eines nichtwasserlöslichen Vaselinersatzes erörtert. Wir empfahlen folgende Substanzen:

1.) das Oppauer Kunstwachs, das vom Ammoniaklaboratorium bemustert werden soll,

2.) Polyäthylen vom Z.K.Labor.Z,

3.) I.G.Wachs V,

4.) die Densodrine W u. H.

Ferner interessierte sich Herr Dir.Dr. Bockmühl für wasserlösliche Polymerisationsprodukte, die ähnlich wie Polyvinylalkohol auf der Haut haftende wasserlösliche Filme bilden. Dies ist besonders für die Therapie von Hautkrankheiten wichtig, um durch die bei den bisher üblichen Salben auftretende Verschmutzung der Wäsche zu vermeiden. Es wurde auf unser Viskol SNa sowie auf das durch Latekoll-Zusätze verbesserte Produkt und das Verseifungsprodukt von Polyacrylnitril sowie schliesslich auf unser Polyvinylpyrrolidon in Mischung mit Polyacrylester aufmerksam gemacht. Bemusterung erfolgt durch das Hauptlaboratorium Lu; als Ersatz für Heftpflaster wurde ein Film aus Viskol SNa empfohlen, dessen Wasserlöslichkeit durch Zusätze von Zinksalzen in beliebiger Weise verändert werden kann. In diesem Falle muss allerdings, wie Herr Dir.Dr. Bockmühl hervorhob, erst die Frage der physiologischen Wirkung der Zinksalze der Polyacrylsäure geprüft werden (Bemusterung derartiger Substanzen erfolgt gleichfalls durch das Hauptlaboratorium Lu.).

Nach Abschluss des Gespräches über wasserlösliche und wasserunlösliche Salbenmassen und Filme wurde die evtl. pharmazeutische Verwertbarkeit der vom Hauptlaboratorium Lu aus der Butindiol-

synthese erhältlichen Zwischenprodukte erörtert. Zunächst wurde von uns auf die Möglichkeit des Ersatzes von Piperidin durch Pyrrolidin hingewiesen. Die Lieferung von Pyrrolidin, Aminoäthylpyrrolidin sowie der aus Pyrrolidonen erhältlichen Aminobuttersäuren wurde zugesagt. Ferner wurde auf die Umsetzungsprodukte von Tetrahydrofuran-chlorhydrin und Aminen aufmerksam gemacht und die Lieferung derartiger Verbindungen gleichfalls in Aussicht gestellt.

Herr Dir.Dr. Bockmühl erkundigte sich ferner nach Bezugsmöglichkeiten für Hydroxylamin bzw. Hydroxylaminsulfat. Das Hydroxylamin ist wichtig zur Ausführung der modifizierten Helfferich-Synthese von Vitamin C. Da die Acetylierung und Oximierung der Kohlenhydrate in einer Verfahrensstufe vorgenommen wird, ist eine billige Bezugsquelle für konzentriertes Hydroxylaminsulfat sehr erwünscht. Herr Dir.Dr. Bockmühl erkundigte sich nach den Preisen und der Lieferfähigkeit des zur Darstellung von Cyclohexanonoxim grosstechnisch verwendeten Hydroxylaminsulfats. Die evtl. Lieferfähigkeit wurde mit 15 bis 20 Moto angegeben und der Preis der 7,0 %igen (über das Natriumsalz hergestellt) bzw. der 17,5 %igen Lösung (über das Kalziumsalz hergestellt) wurde mit RM. 1.-- (berechnet auf 100 %iges Hydroxylamin) angegeben.

Nunmehr wurde die Chemie des Butyrolactons besprochen. Herr Dir. Dr. Bockmühl erwähnte, dass viele Lactone als Wurmmittel interessant wären und zwar besonders diejenigen, die gleichzeitig freie Phenolhydroxyle enthalten. Ein Produkt aus Phloroglucin und γ-Butyrolacton wurde als besonders interessant bezeichnet.

Ferner interessierten die aus Aldehyd bezw. Ketonen und Aminen mit Acetylen bzw. aus Aminen allein mit Acetylen erhältlichen substituierten Aminopropine bzw.Aminobutine ebenfalls Herrn Dir.Dr. Bockmühl, der glaubte, dass diese Produkte evtl. eine antipyretische Wirkung besitzen. Die Übersendung von Proben, die auch bereits an Herrn Dir.Dr.Schönhöfer, Elberfeld, geschickt wurden, wurde zugesagt.

Ausserdem erschienen Herrn Dir.Dr.Bockmühl die Zuckervinyläther wichtig. Man will in Höchst die Produkte mercurieren. Wir versprachen die Übersendung von monomeren Zuckervinyläthern.

Schliesslich war Herrn Dir.Dr. Bockmühl noch ein allgemeiner Hinweis auf eine Synthese zur Einführung von Methyl- und Äthylgruppen erwünscht, da das Formaldehyd-Salzsäure-Verfahren, das in Höchst angewendet wird, vielfach versagt.

Schliesslich wurde noch die Überwendung von Proben von Cyclopentanon (Abfallprodukt bei der augenblicklichen Adipinsäure-Synthese) Phenylbuttersäure und Cyclohexylbuttersäure zugesagt (wird durch Hauptlaboratorium Lu erledigt).

Herr Dir.Dr. Bockmühl besuchte anschliessend die L.K.-Abteilung um sich über die Lieferungsmöglichkeiten von Oxydwachs A, Weichmacher 90 und Emulphoren zu orientieren.

Durchschlag an:

Herrn Dir,Dr.Ambros,
L.K.-Abteilung,
Z.K.-Labor.Z.,
Ammoniaklabor. Op.,
Herrn Dr.Fikentscher,
" Dr.Ebel,
" Dr.Schuster,
" Dr.Hecht.

12 Okt. 1939

Hecht.

29. Sep. 1939

Aktenvermerk.

Der Oberkommando des Heeres hat uns für die Materialbeschaffung zur Aufstellung und Ausrüstung von Agentenkommandos die Hauptgruppe von Fritsch (W 12 02 824/4 Gruppe 39) und die Hauptgruppe für Wirtschaftsamt (M f K 1193 3. Gruppe 39) angegeben.

Unter die Hauptgruppe Fritsch fallen insbesondere die Arbeitsgebiete 1–8, die unter Nr 9–12 aufgeführten gehören zu Wirtschaftsamt. Die anderen unter aufgeführten ~~Arbeitsgebiete~~ etwaiges ~~zu~~ ~~den~~ Kommando ~~unterstellen~~ einzelnen sind auf Grund, im Zeichen Kater bearbeitet. Personen müssen von den beiden Hauptgruppen mitgetragen werden.

der Gesamtbetrag ~~für~~ soll [redacted] für
das Erste Quartal [illegible]
mitgeteilt werden.

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

Herrn Dr.Ing. B ü c h e l

— — Dr.Nie/b 12. Sept. 1939.

Es werden im Hauptlaboratorium zur Zeit eine Reihe von Aufgaben bearbeitet, von denen die nachfolgenden als besonders dringlich und kriegs- bzw. heereswichtig bezeichnet werden müssen. Die Herren, die sich mit diesen Arbeiten beschäftigen, sind in der Beschaffung und Instandhaltung von Apparaturen besonders zu unterstützen.

1.) Butindiol und Propargylalkohol aus Acetylen und Formaldehyd.
2.) Butandiol aus 1) durch Hydrierung.
3.) Butadien aus 2) durch Wasserabspaltung.
4.) Butadien aus Butoldiacetaten.
5.) Tetrahydrofuran.
6.) Glycerin aus Propargylalkohol.
7.) Isopren aus Aceton und Acetylen über Methylbutinol.
8.) Butyrolakton, ~~Pyrrolidine u.a.~~ aus Butandiol
9.) Bernsteinsäure aus Butyrolakton. Adipinsäure aus
10.) Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin
11.) Reduktion von Vorlauffettsäuren.
12.) Acrylsäuresynthese.
13.) Harze aus Phenolen durch Vinylieren.
14.) Vorprodukte von Kunststoffen durch Vinylieren von Carbonsäuren.
15.) Mepasinsulfonat.
16.) Kunststoffe aus Acrylsäureestern, Vinylchlorid u.a.
17.) Ölfreie Emulsionen aus Vinyläthern u.a.
18.) Densodrine.
19.) Luremin als Harzstreckmittel.
20.) Butandiol aus → Adipinsäure
~~21.) Butylmercaptan~~
21.) ~~Kali~~ Stärkeverkleisterungsmittel aus nichtverkleisterbaren Kartoffeln
22.) Kunststoffe.

Durchschlag

20M-339

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

Dr. Niemann

Besprechung über den Stand der Versuchsanlage in Bau Lu 606, 532, 392 und 531 für das neue Butadienverfahren.

Anwesend: Herr Dir. Dr. REPPE
" Dr. BÜCHE
" Dipl.Ing. FAUST
" " " HEIDEBROEK
" Dr. LORENZ
" Dr. MEHL
" Dr. STEINHOFER
" Dr. NIEMANN

Herr SCHMAL hat vor 4 Wochen einen Terminplan aufgestellt, wonach die einzelnen Stufen der technischen Versuchsanlage

für Butindiol Lu 606 am 1. Dez. 1939
" Butandiol Lu 532 am 15. " "
" Butadien Lu 392 am 15.Nov.1939

soweit fertiggestellt sein sollen, dass sie in Betrieb genommen werden können. An diesen Terminen soll auch bei der veränderten politischen Lage unter allen Umständen festgehalten werden, da dem Verfahren gerade jetzt besondere Bedeutung zukommt.

Im Einzelnen sind folgende Arbeiten besonders dringlich:

1.) Bauarbeiten.

In Lu 606 muss in allen drei Räumen des Bunkfeldes für Butindiol baldmöglichst der Boden verlegt werden, da sonst nicht weiter montiert werden kann. Ferner muss der Kompressorenraum überdacht werden. An der Behälteranlage fehlt noch die Galerie.

-/-

Durchschlag

2976-BRM-379

In Lu 532 muss die Wand, die den Aufenthaltsraum abtrennt, entfernt werden und ein neuer Maschinenraum geschaffen werden. Zu diesem Zweck müssen die elektrischen Leitungen umgelegt werden.

In Lu 592 ist ein Träger für den Wärmeaustauscher aufzustellen.

Für die Errichtung einer Versuchsapparatur in Lu 531 zur Herstellung von Tetrahydrofuran (Ofeninhalt 50 Ltr.) ist es notwendig, die Decke zum ersten Obergeschoss durchzubrechen. Zeichnungen für eine Bühne liegen bei Herrn KAYSER in Lu 10.

Alle diese Arbeiten sind äusserst dringlich. Herr FAUST sagt rascheste Durchführung zu, was durch Zusammenfassung von Bauarbeitern möglich ist.

2.) Apparaturen.

Eine Ortsbesichtigung hat gezeigt, dass die Montage vor allem in der Butindiolstufe und der Hydrierung im Rückstand ist. Die Wasserabspaltung dürfte terminmässig fertig werden.

In Lu 606 ist die Vinyläthersanlage nicht so zeitig fertig geworden, wie vorgesehen. HEIDEBROEK hat aber ab kommenden Montag 15 Schlosser frei und rechnet von da ab mit 10 Wochen Montagezeit, sodass der erste Dezember für die Fertigstellung in Aussicht gestellt werden kann. Die Lieferterminе für die Apparateteile sind bisher eingehalten worden, eine Verzögerung ist für die V2A Armaturen seitens der Firma MANNESMANN zu erwarten. LORENZ wird sich mit dieser Firma in Verbindung setzen. Sollte diese die Lieferterminе nicht einhalten, so müssten einstweilen Eisenarmaturen eingebaut werden. Dabei muss für einen Abscheider für Formaldehyd, der nicht in das Butindiol gelangen darf, weil eisenhaltig, gesorgt werden.

In der Hydrierung erschwert die verspätete Lieferung des Turms und der Umlaufpumpe die Einhaltung des Termins. LORENZ

-/-

Durchschlag

wird sich darum bemühen, die Auskupferung des Turms in der Hauptwerkstätte Oppau, sowie die Lieferung der Pumpe durch Bersig zu beschleunigen. MEHL kann in 8 Tagen, wenn das Gerüst für den Turm fertig ist, mit 15 Schlossern anfangen, mit weiteren 10 Schlossern, die wahrscheinlich aus dem Bestand für das Werk Hüls zunächst noch zur Verfügung stehen, also zusammen 25 Schlossern, wird die Montage 10 bis 12 Wochen dauern. Termin der Fertigstellung also spätestens der 15. Dezember 1939.

MEHL wird ausserdem die Tetrahydrofuranapparatur in Lu 531 aufstellen. Dauer der Bauarbeiten 8 Tage, Montage 3 Wochen. Die Apparatur kann also Anfang Oktober angefahren werden.

Die Apparatur für die Wasserabspaltung in Lu 392 wird nach LORENZ voraussichtlich Ende Oktober fertig sein.

Aus den Farbenbetrieben kommen nach HEIDEBROEK 8 Schlosser. Sie sollen in Bereitschaft stehen und da eingesetzt werden, wo sie am nötigsten gebraucht werden.

3.) Die Aufstellung der messtechnischen Anlagen bearbeitet Herr Dr. SISTIG, der auch für die terminmässige Erledigung Sorge trägt.

gez. Niemann

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

7.8.39
Dr.Tr/Bi.

Aktennotiz.

Die Möglichkeit, die Apparaturen 10, 13 und 14 in allen Schüssen auf die für den einwandfreien Ablauf der Reaktionen unbedingt erforderliche Temperatur von 90-100° C zustellen, ist im Laufe der letzten Wochen immer geringer geworden. Die obersten Schüsse können entweder überhaupt nicht geheizt werden, die mittelsten Schüsse lediglich auf 60-70° C. Dadurch ist das wirksame Kontaktvolumen auf 40 % seines eigentlichen Volumens gesunken. Ausserdem haben die Glykolpumpen so häufig ausgesetzt, dass die Versuche der letzten Wochen nicht zu verwerten sind. Diese Schwierigkeiten sind nach Ausweis des Ofenbuches bereits immer, wenn auch erst in den letzten Wochen sich verstärkend, vorhanden gewesen.

Es ist erforderlich, diese Apparaturen umgehend im Laufe der Woche bis zum 11. August in einen absolut betriebsbereiten Zustand zu versetzen, sodass für die Erreichung einer gleichmässigen und ausreichend hohen Temperatur in allen Schüssen garantiert werden kann. Die Acetylenzufuhr an jedem Ofen ist durch ein Reduzierventil am Bedienungsstand konstant einzustellen.

Dr. Tröpfmann

Durchschlag an:
~~Prof. Hiessmann.~~
~~Prof. Pumpf.~~

Durchschlag

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

Ludwigshafen a.Rh., den 9.Juni 1939.
Dr.Bau/fr.

A k t e n n o t i z .

Betr.: Betriebsversuche zur diskontinuierlichen Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin in Lu.515.

Die bisher im Technikum des Hauptlaboratoriums (Bau 6) in einem 40 Ltr.-Drehautoklaven (Einsatz 15 kg Nitril) durchgeführten Versuche der Hydrierung von Adipinsäuredinitril zu Hexamethylendiamin, wurden von uns im Phenaminbetrieb auf einen neuerstellten 300 Ltr.-Rührautoklaven übertragen.

Der Autoklav ist mit einem Rührwerk und einer Heisswasseraussenheizung ausgestattet. Die Einsätze betrugen 150 kg Adipinsäuredinitril und wechselnde Mengen Raney-Kobalt-Katalysator und Ammoniak (vgl. Tabelle). Die Hydrierung wurde bei 200-230 atü Wasserstoffdruck und verschiedenen Temperaturen, vorzugsweise bei 90°, durchgeführt.

Das Ausgangsmaterial wurde von der Methylanilinfabrik (Dr.SCHULZE) bezogen, der Kobalt-Legierungskontakt aus der Neukontaktmasse-Fabrik und aus dem Materialprüfungslaboratorium. Letzterer wurde im Technikum des Hauptlaboratoriums zersetzt.

Während dieser Versuche, erwies es sich aus Gründen der besseren Temperaturführung als zweckmässig, die Heisswasserheizung durch Dampfheizung mit Kühlwasseranschluss zu ersetzen.

Die Ausbeuten lagen zwischen 60 und 80%. Die Höchstausbeute mit 81% Hexamethylendiamin liegt jedoch immer noch etwa 4% unter der durchschnittlich gehaltenen Ausbeute im 40 Ltr.-Autoklav. Nähere

-/-

Durchschlag

1057-20M-339

Einzelheiten über die Versuche sind im Bericht Dr. BAUER vom 9.6.1939 ersichtlich.

Nach 14 Versuchen (vgl. Tabelle) wurde am 30.5.1939 die Fabrikation dem Phenaminbetrieb zur weiteren Bearbeitung überlassen.

gez. Bauer

gez. Niemann

gez. Reppe

Durchschlag

2/38,37,45,66,99,Dr.Reppe,Lu.

12.4.1939.
B-Abt.Dr.Schm/H

Aktennotiz.

Orientierende Versuche zur Hydrierung von Butindiol.

Im März 1939 wurden im Technikum B 30 Versuche zur Hydrierung von Butindiol durchgeführt, mit dem Zweck, die von Lu ausgearbeiteten Hydrierbedingungen auf Schkopauer Verhältnisse zu übertragen. Die von Lu in einer Aluminiumtrommel zugesandte K-Lösung enthielt ca. 35 Gew.% Butindiol in wässriger Lösung neben 0,4 % Formaldehyd und zeigte ein pH von 6,7. Propargylalkohol war nicht vorhanden. (Mittlerweile hat nach etwa 8 wöchentlicher Lagerung eine kleine Zersetzung der mit Calciumcarbonat stabilisierten Lösung stattgefunden, bemerkbar am deutlich auftretenden Acetylengeruch und an dem auf 6,3 abgefallenen pH-Wert.)

Sämtliche Versuche wurden in elektrisch geheizten 100 ccm Öfen ausgeführt, wobei die Flüssigkeit in einen Gasstrom von 180 l/Std. eingetropft wurde. Ausfriergefäße zur Abscheidung eventuell leicht flüchtiger Substanzen im entweichenden Gasstrom waren nicht eingebaut.

Auf ihre Brauchbarkeit geprüft wurden verschiedene Kontakte, gereinigter und ungereinigter Leunawasserstoff und Elektrolytwasserstoff. Verändert wurden ferner die Reduzierbedingungen für die Kontakte, durchgesetzte Mengen und Öfentemperaturen, so daß zahlreiche Variationsmöglichkeiten bestanden.

Als wichtigstes Ergebnis wurde festgestellt, daß bei Verwendung des von Lu zur Verfügung gestellten Kontaktes Lu 27538 eine Hydrierung von Butindiol mit Leunawasserstoff zum Unterschied von Elektrolytwasserstoff nicht möglich ist.

Mit diesem läßt sich K-Lösung bei Ofentemperaturen von 50° und - wie später festgestellt wurde - selbst bei 40° einwandfrei hydrieren, wobei Produkte mit Bromzahlen von 1-2 erhalten werden, was einer Aushydrierung von 98-99 % entspricht. Die Ausbeute beträgt unter diesen Umständen 90-95 % d.Th. Selbst wenn der Kontakt nicht, wie von Lu angegeben, bei 310°, sondern bei 200° reduziert wird, erhält man Produkte mit der gleich guten Bromzahl. Die Betriebsdrucke schwankten

13.April 1939

bei diesen Versuchen zwischen 150 und 50 Atm., da Wasserstoff aus Bomben von Bitterfeld verwendet wurde. Die Durchsätze bewegten sich zwischen 10 und 16 % des Kontaktvolumens, ohne daß eine wesentliche Änderung in der Zusammensetzung des erhaltenen Hydrierungsproduktes festgestellt werden konnte.

Diese Zusammensetzung war:

Wasser	61 %
Alkohole	3,7 % (nur mit K_2CO_3 getrocknet)
1,4 Butylenglykol	32,8 %
Rückstand	2,3 %.

Arbeitet man unter gleichen Bedingungen mit Leunawasserstoff, (nur der Wasserstoffdruck beträgt konstant 300 Atm.) so läßt sich im günstigsten Falle ein Produkt mit einer Bromzahl von 30 erhalten, was einer Aushydrierung von 60 % entsprechen würde. (Diese Zahl ist aber sehr ungenau, da bei derart stark ungesättigten Produkten eine Titration auch nicht annäherungsweise richtig ist.) Eine Erhöhung der Temperatur auf 60°, 70° und schließlich 80° zeitigte keinen Erfolg. Eine Analyse der Hydrierungsprodukte unterblieb aus diesem Grunde.

Auf der Suche nach der Ursache dieser Kontaktvergiftung wurde Leunawasserstoff verwendet, der mit Hilfe eines Gemisches von Ätzkali und Natronkalk bis auf einen Gehalt von weniger als 0,01 % von Kohlensäure befreit war. Die Bromzahlen blieben unverändert schlecht, ebenso wie eine Entfernung des organisch gebundenen Schwefels im Leunawasserstoff (ca. 1 mg/cbm) durch Einschaltung eines M-Kohlefilters ohne Einfluß war.

Der exakte Beweis, daß die Vergiftung (wie vermutet wird) durch den hohen Kohlenoxydgehalt des Leunawasserstoffs (0,2 - 0,3 Vol% = 2500 - 3750 mg/m³!) verursacht wird, steht noch aus, wird aber nach Fertigstellung des Wasserstoffreinigers im Technikum nachgeholt.

Dagegen konnte eindeutig gezeigt werden, daß die Vergiftung reversibel ist. Reduziert man nämlich den Lu-Kontakt mit Elektrolytwasserstoff und hydriert einige Tage damit K-Lösung, so erhält man, wie beschrieben, Produkte mit guten Bromzahlen. Stellt man den Ofen ohne sonstige Änderung auf Leunawasserstoff um, so verschlechtern sich die Bromzahlen rasch auf 30-40, um langsam wieder besser und schließlich wieder gut zu werden, wenn mit Elektrolytwasserstoff weitergefahren wird.

In 2 Versuchen wurde dieser Wechsel je dreimal mit dem eben geschilderten Effekt beobachtet.

In einem weiteren Versuch wurde selbsthergestellter Kontakt, der 15 % Ni, 5 % Cu und 2 % Cr auf Kieselgel enthielt, verwendet. Bei 200° mit Elektrolytwasserstoff reduziert, lieferte er bei einer Ofentemperatur von 40° ebenfalls Butandiol mit den gleich guten Bromzahlen wie der Kontakt Lu 27538.

Eine wichtige Frage war noch, ob der kohlenoxydfeste BBE-Kontakt nicht mit Leunawasserstoff bei niedrigen Temperaturen eine Hydrierung der K-Lösung bewirken würde. Es zeigte sich aber, daß erst bei einer Ofentemperatur von 80° die immer noch ungenügende Bromzahl von 5-6 erreichbar ist. Dabei waren ca. 70 % des Butandiols in Butanol verwandelt worden, womit die völlige Unbrauchbarkeit dieser Kombination erwiesen war.

Ebenso erfolglos waren die Versuche, umgekehrt Aldol mit dem Lu-Kontakt und Leunawasserstoff zu hydrieren. Selbst bei einer Ofentemperatur von 85° wurde noch Butol mit einer viel zu hohen Aldehydzahl erhalten.

Zum Abschluß der Versuche wurde noch in Leuna in einem 2,3 l Ofen bei 700 Atm. mit dem in diesem Falle selbsthergestellten Kontakt Lu 27538 Butindiollösung mit dem dortigen O-Gas hydriert, um festzustellen, ob die Verhältnisse bei hohem Druck günstiger liegen würden.

Der Kontakt wurde 2o Stunden drucklos bei 185° reduziert, der Ofen unter 700 Atm. Druck auf 50° gebracht und im Wasserstoffstrom von 2000 l/Std. 350 ccm Lösung eingespritzt. Das Hydrierungsprodukt hatte zu Beginn eine Bromzahl von 19, die nach 24 Stunden auf 22 abfiel. Eine Erhöhung der Ofentemperatur auf 60° erbrachte einen Rückgang der Bromzahl auf 17, die dann aber nach wenigen Stunden auf 20 anstieg. Bei diesem Stand wurde der Versuch abgebrochen.

Somit ist durch Druckerhöhung wohl eine kleine Besserung erzielt worden, indem die Bromzahlen bei 20 statt (wie bei 300 Atm.) bei 30 lagen, jedoch ist der Fortschritt nicht so groß, daß er eine Fortführung der Versuche in diesem Sinne rechtfertigen würde.

<u>Zusammenfassung:</u>

Es wurde festgestellt, daß eine Hydrierung von Butindiollösung mit dem Nickelkontakt Lu 27538 bei Verwendung von Leunawasserstoff (im Gegensatz zu Elektrolytwasserstoff) nicht möglich ist, und zwar auch dann

nicht, wenn jener vorher von Kohlensäure und organischem Schwefel befreit wird. Eine Erhöhung des Betriebsdruckes von 300 auf 700 Atm. ist ebenfalls ohne wesentlichen Einfluß. Die Kontaktvergiftung ist reversibel, d.h. ein mit Leunawasserstoff reduzierter und einige Zeit gefahrener Kontakt liefert bei Umstellung auf Elektrolytwasserstoff (ohne sonstige Änderung) einwandfreie Hydrierungsprodukte.

Nach Fertigstellung der Wasserstoffreinigungsanlage wird geprüft, ob, wie vermutet, der hohe Kohlenoxydgehalt des Leunawasserstoffs die Ursache für das Versagen des Lu-Kontaktes ist.

Der kohlenoxydfeste BBE-Kontakt ist für die Hydrierung von K-Lösung ebenfalls ungeeignet, da er erst bei Temperaturen anspringt, die bereits eine sehr weitgehende Butanolbildung zur Folge haben.

Aus dem gleichen Grunde ist umgekehrt der Lu-Kontakt in Verbindung mit Leunawasserstoff für die Aldolhydrierung unbrauchbar.

per Pm

Ingenieur-Büro
Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a.Rh., 28.März 1939
Dr.Bü/E.

U.U.

Aktennotiz über die Versuche zur Hydrierung von Butindiol (REPPE-Verfahren) im Bau Lu 532 (Karbidsprit).

Anwesend bei der Besprechung:

Dr. BÜLOW,
Dr. BAUR,
Dr. NIEMANN,
Dr. MEHL,
Dr. BÜCHE.

1.) Hydrierung.

Das Gestell zur Aufnahme des 200 mm Hochdruckofens ist bereits errichtet, die Kreislaufpumpe (20 m^3/St. eff. Förderung) wird zur Zeit montiert. Es ist anzunehmen, dass die Anlage bis zum 1. 9. 1939 betriebsfertig sein kann. Für die Zusatz-Umlauf-Pumpe von Lu 606 (20 m^3) ist in der Maschinenstube von Lu 532 noch Platz vorhanden.

2.) Destillation.

Die Blasen (30 m^3) und Kolonnen, die für die Wasseraustreibung in Frage kommen, sind bereits aufgestellt. Die Druckkolonne mit 10 m^3-Blase, die für die Fertigdestillation des Butandiols Verwendung finden soll, muss noch aufgestellt werden. Mit dem Bau der hierfür erforderlichen Eisenkonstruktion wird nach Ostern begonnen. Die erforderliche Vakuumpumpe wird vom Hauptlaboratorium leihweise überlassen. Die Montage der Destillationsanlage kann ebenfalls bis zum 1. 9. 1939 erfolgen. Bedingung für die Einhaltung dieses Termins ist allerdings, dass Herrn Dr. MEHL die erforderliche Anzahl von Schlossern zur Verfügung gestellt wird.

Von der Beschaffung eines kleinen Umlaufverdampfers, der anstelle der 30 m^3-Blase die Entwässerung der Rohlösung zu übernehmen hat, soll vorläufig abgesehen werden, Die 10 m^3-Blase der zweiten Kolonnen fasst gerade den nach der Wasseraustreibung verbleibenden Inhalt der 30 m^3-Blase, so dass eine diskon-

-/-

tinuierliche Destillation keine Schwierigkeiten bereitet. Erst wenn einmal die Destillationsbedingungen genau festliegen, könnte an eine Umstellung auf kontinuierlichen Betrieb unter Verwendung eines Umlaufverdampfers gedacht werden.

Die Kosten für die Aufstellung der Kreislaufpumpe, sowie für die mit Rücksicht auf die Herstellung von Butandiol erforderlichen sonstigen Abänderungen werden etwa RM. 25 000.- betragen.

Da in der letzten Zeit eine grössere Nachfrage nach Diäthylamin besteht, ist damit zu rechnen, dass der Hochdruckofen nicht dauernd für die Hydrierung von Butindiol zur Verfügung steht.

Büchy

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN
" Dr. REPPE
" Dr. NIEMANN
" Dr. BAUR.
" Obering. SCHMAL
" Dipl.Ing.HEIDEBROEK
" Dr. LORENZ
" Dr. MEHL
" Dr. BÜCHE.

Herrn
Dr. Baggert

Ingenieur-Büro
Hauptlaboratorium

Ludwigshafen a.Rh., 28.März 1939
Dr.Bü/E.

U.U.

Aktennotiz über die Versuche zur Hydrierung von Butindiol (REPPE-Verfahren) im Bau Lu 532 (Karbidsprit).

Anwesend bei der Besprechung:

Dr. BÜLOW,
Dr. BAUR,
Dr. NIEMANN,
Dr. MEHL,
Dr. BÜCHE.

1.) Hydrierung.

Das Gestell zur Aufnahme des 200 mm Hochdruckofens ist bereits errichtet, die Kreislaufpumpe (20 m^3/St. eff. Förderung) wird zur Zeit montiert. Es ist anzunehmen, dass die Anlage bis zum 1. 9. 1939 betriebsfertig sein kann. Für die Zusatz-Umlauf-Pumpe von Lu 606 (20 m^3) ist in der Maschinenstube von Lu 532 noch Platz vorhanden.

2.) Destillation.

Die Blasen (30 m^3) und Kolonnen, die für die Wasseraustreibung in Frage kommen, sind bereits aufgestellt. Die Druckkolonne mit 10 m^3-Blase, die für die Fertigdestillation des Butandiols Verwendung finden soll, muss noch aufgestellt werden. Mit dem Bau der hierfür erforderlichen Eisenkonstruktion wird nach Ostern begonnen. Die erforderliche Vakuumpumpe wird vom Hauptlaboratorium leihweise überlassen. Die Montage der Destillationsanlage kann ebenfalls bis zum 1. 9. 1939 erfolgen. Bedingung für die Einhaltung dieses Termins ist allerdings, dass Herrn Dr. MEHL die erforderliche Anzahl von Schlossern zur Verfügung gestellt wird.

Von der Beschaffung eines kleinen Umlaufverdampfers, der anstelle der 30 m^3-Blase die Entwässerung der Rohlösung zu übernehmen hat, soll vorläufig abgesehen werden. Die 10 m^3-Blase der zweiten Kolonnen fasst gerade den nach der Wasseraustreibung verbleibenden Inhalt der 30 m^3-Blase, so dass eine diskon-

-/-

tinuierliche Destillation keine Schwierigkeiten bereitet. Erst wenn einmal die Destillationsbedingungen genau festliegen, könnte an eine Umstellung auf kontinuierlichen Betrieb unter Verwendung eines Umlaufverdampfers gedacht werden.

Die Kosten für die Aufstellung der Kreislaufpumpe, sowie für die mit Rücksicht auf die Herstellung von Butandiol erforderlichen sonstigen Abänderungen werden etwa RM. 25 000.- betragen.

Da in der letzten Zeit eine grössere Nachfrage nach Diäthylamin besteht, ist damit zu rechnen, dass der Hochdruckofen nicht dauernd für die Hydrierung von Butindiol zur Verfügung steht.

Büchy

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN
" Dr. REPPE
" Dr. NIEMANN
" Dr. BAUR
" Obering. SCHMAL
" Dipl.Ing.HEIDEBROEK
" Dr. LORENZ
" Dr. MEHL
" Dr. BÜCHE.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Zwischenprodukten-Gruppe

L.K.-Abteilung 25.3.1939
Dr.Hae/B.

Aktennotiz über die Besprechung „Butadienverfahren nach Dr.Reppe" am 21.3.39.

Anwesend die Herren: Dr. Steinmig
Dr. Bülow
Dr. Baur
Dr. Büche
Dr. Haefelin
D.I.Heidebroek
Dr. Niemann
Dr. Roell
O.I.Schmal
Dr. Steinhofer.

Um in Lu die einzelnen Stufen des spez.Versuches „Butadien nach Dr. Reppe" aufeinander abzustimmen und reibungslos durchzuführen berief die L.K.-Abt. am 21.3.39 eine Besprechung mit den Herren des Hauptlabors ein. Hierbei wurde vereinbart:
Leiter der Versuche ist Dr. Niemann, dem die übrigen Sachbearbeiter des Hauptlabors unterstehen, die dann, soweit nötig, die einzelnen Versuchsstufen bei den verantwortlichen Betriebsführern der Fabrikationen durchzuführen haben.

1.) Acetylen.
Es können rund 5 000 cbm Acetylen pro Tag geliefert werden, von denen für das Reppe-Verfahren 2-2500 cbm zur Verfügung stehen. Bei einer Leistung von 180 Mato Butindiol werden ca. 1 825 cbm/Tag Acetylen benötigt. Zum Ausgleich der Bedarfsspitzen ist ein Gasometer von 500 cbm vorhanden. Eine kürzlich freigewordene 200er Leitung von Oppau (früher Wasserstoff) soll für die Acetylenbelieferung mit herangezogen werden. Die Reinigungsanlage (Chlorwasser, Natronlauge, A-Kohle) leistet 200 cbm pro Stunde = 5 000 cbm pro Tag und kommt Anfang April in Betrieb.

2.) Erste Stufe. Butindiol in Lu 606.
Betriebsführer: Dr. Christ, Ing.: D.I. Heidebroek. Vom Hauptlabor fahren die Versuche Dr. Steinhofer und Dr. Spähnig. D.I. Lorenz bearbeitet die Anlage auf dem Konstruktionsbüro. Die Lieferterminе der einzelnen Apparateteile, speziell der V_2A-App., liegen noch

Durchschlag

15. Aug. 1939

L.E.-Abteilung 25.3.39 2
Dr.Hes/B.

nicht endgültig fest. D.I. Heidebrook rechnet mit der Fertigstellung der Anlage bis Sept. - Okt.. D.I. Lorenz wird mit den Lieferwerken über den frühesten Lieferterain verhandeln und einen Terminkalender aufstellen.
Die Apparatur soll nach dem jetzigen Stand der Versuche bis 180 Moto leisten.
Für Butindiol ist ein Behälter mit 50 t, entsprechend einem 2 Tagesvorrat, im Tanklager vorgesehen. Bei Dr. Seydel stehen noch Holzbütten mit ca. 40 cbm Fassungsraum bereit.
Dr. Büche schlägt vor, zwecks Beschleunigung, die Leitungen vorläufig in Eisen auszuführen und sie später nach Lieferung der V_4A Rohre durch diese zu ersetzen.
Der Kupferkontakt wird von der Anorgan.Abt. geliefert.
Für Butindiol soll eine Leitung von 606 nach 529 zur Hydrierung gelegt werden.

II. Stufe. Hydrierung von Butindiol zu Butandiol.
Vorhanden sind 2 Türme bei Dr. Seydel mit einer Leistung von zusammen 60 Moto und ab etwa Sept. ein Turm bei Dr. Baur mit 30 Moto letzterer wird jedoch zeitweilig durch die Aminfabrikation beansprucht werden und kann daher nicht mit seiner vollen Kapazität für die Diol-Hydrierung eingesetzt werden.
Für die Hydrierung der anfallenden 180 Moto Butindiol wurden verschiedene Vorschläge gemacht.
a) Dr. Niemann will sich mit Dr. Pier in Verbindung setzen um festzustellen, ob evtl. auch bei Dr.Pier hydriert werden kann.
b) Leistungssteigerung der vorhandenen Anlagen durch Fahren bei 300 atü (statt 200 Atü) wobei allerdings noch 2 (resp. 1 für 532 und 529 gemeinsam) zusätzliche Kompressoren benötigt würden.
c) Verbesserung der Wärmeabfuhr im Kontaktofen durch Erhöhung der Kreisgasmenge, durch zusätzliche Gasumlaufpumpen und Kühler.

Es wird abgesprochen, dass Dr. Büche in Lu 532 (wegen Platzmangel) bei Dr.Seydel) seine vorhandene Umlaufpumpe einbaut und bei Dr. Seydel einen Versuch mit erhöhten Kreisgas führt, um festzustellen ob dadurch eine Erhöhung der Leistung des Turmes erreicht werden kann. Je nach Ausfall dieser Versuche müsste notfalls die Gesamt-

L.K.-Abteilung 25.3.39 3
Dr.Hae/B.

erzeugung der begrenzten Leistungsfähigkeit der Hydrierstufe angepasst werden. Evtl. müsste Schkopau zeitweilig in die Hydrierung mit eingeschaltet werden.
Ab 1.4. kommt Dr. Schulz zu Dr. Seydel zur Übernahme der Hydrierung.

Destillation.
Bei Vollbeschäftigung der Butindiolanlage und Hydrierung der Gesamtmenge fallen stündlich 650 Ltr. Lösung an, die aus 400 Ltr. Wasser mit 20 Ltr. Butanol und 250 Ltr. Butandiol bestehen. Dr.Baur übernimmt die Destillation nach Lu 532. Die Abtrennung des Wassers soll in der diskontinuierlich arbeitenden 30 cbm Kupferblase erfolgen, während die Reindestillation in der für Dibutylamin vorgesehenen 10 cbm Vacuumdestillationsblase durchgeführt werden kann. Zwischenbehälter für die Destillation können im Tanklager 532x freigemacht werden. Die Destillation wird von Dr.Baur/Rothhaas durchgeführt.

III. Stufe. Butadien.
Die Butadienherstellung wird wie vorgesehen in Lu 392 durchgeführt. Betr.f.: Dr. Roell und für das Hauptlaber Dr.Daumüller, Ing.: Dr. Wernerburg ?.
Der erforderliche Umbau der vorhandenen Anlage, der auf 150 000 RM. geschätzt wurde, dürfte bis Sept.-Okt. durchgeführt sein. Die Anlieferung des Butandiols nach 392 erfolgt durch Kesselwagen. Lagerraum für 100 t Reinbutandiol ist in 392 vorhanden.
In diesem Zusammenhang wird auch kurz über Tetrahydrofuran gesprochen. Die kleintechn.Herstellung erfolgt auch weiterhin in Lu 330 durch Dr.Treppenhauer. Erforderlichenfalls könnte auch die neue Acrylnitrilanlage in 531 zur Produktion mit herangezogen werden. Eine kleine Versuchsanlage zur Herstellung von Tetrahydrofuran nach dem Hochdruckverfahren mit Phosphorsäure wird bei Dr.Baur in Lu 532 errichtet.
Es wird daraufhingewiesen, daß das Tetrahydrofuran auch aus der Butadienapp. in 392 abgezapft werden könnte, doch soll von dieser Möglichkeit nur im Notfall Gebrauch gemacht werden.
Wenn mit dem Butindioltum ohne Rücksicht auf die Möglichkeit der Weiterverarbeitung mit voller Leistung durchgefahren werden sollte,

L.K.-Abteilung 25.3.39 4
Dr.Hae/B.

müßte ein Tankraum für 500 cbm Butindiol errichtet werden. Es ist dabei an einen Betonbehälter gedacht. D.I. Heidebrock wird die Frage zusammen mit der Bau-Abt. (D.I. Santo) klären.

Die für den Ausbau der einzelnen Stufen neu zu erwartenden Mehrkosten werden nach völliger Klärung der techn. Einzelheiten zusammengestellt.

Ingenieurbüro
Hauptlaboratorium

Lu., den 23. März 1939 Dr.Bü/E.

U.U.

Aktennotiz über Versuche zur Hydrierung von Butindiol im Bau Lu 529 (REPPE-Verfahren).

Anwesend: Dr. NIEMANN,
Dr. SEYDEL,
Dr. Willi SCHMIDT,
Dipl.-Ing. HEIDEBROEK,
Dr. BÜCHE.

Es ist in Lu 606 mit einer Produktion von mindestens 180 Moto Butindiol zu rechnen. Dieses soll im Phenaminbetrieb (2 Türme) und im Karbidspritbetrieb (1 Turm) hydriert werden. Der erstgenannte Betrieb ist z.Z. in der Lage, in einem Turm etwa 30 Moto herzustellen. Dieselbe Menge darf mit dem noch zu montierenden Turm gleicher Grösse im Karbidspritbetrieb erwartet werden. Insgesamt ergibt sich daraus nach dem jetzigen Stand eine zu erwartende Leistungsfähigkeit von 90 Moto Butandiol.

Es ist anzunehmen, dass die augenblickliche Raumzeitausbeute von ~ 2,5 kg Butandiol je l Kontakt und Tag durch Steigerung der Kreisgasmenge, gegebenenfalls in Verbindung mit einer Vergrösserung der Turmhöhe noch gesteigert werden kann.

Bezüglich der Vergrösserung der Leistung wurde folgendes beschlossen:

Herr Dr. SEYDEL wird in 2 - 3 Wochen die beiden in seinem Betrieb vorhandenen Kreislaufpumpen von je 20 m^3/St. Ansaugevolumen auf einem Turm arbeiten lassen, um festzustellen, inwieweit durch Verdoppelung der Kreisgasmenge eine Durchsatzsteigerung möglich ist. Sollte sich diese hierdurch nicht mindestens verdoppeln, so wird der Versuchsturm durch einen in den Beständen des Hauptlaboratoriums vorhandenen, ausgekupferten Schuss verlängert.

Zum Betrieb des zweiten Turmes der Phenaminfabrik wird eine Kreislaufpumpe (45 m^3/St.) aus den Beständen des Hauptlaboratoriums in Lu 529 aufgestellt. Diese muss zuvor mit einem grösseren Kolben versehen werden, da sie z.Z. für den Betrieb mit der halben Menge umgebaut ist. Ein Motor von 80 PS ist noch zu beschaffen. Desgleichen wird noch ein weiterer Schuss zur

-/-

Verlängerung des Turmes schnellstens ausgekupfert.

Die Vergrösserung des Kreisgasvolumens des noch in der Karbidspritfabrik zu erstellenden Turmes kann durch Parallelschaltung einer 20 m^3-Pumpe zu der gleichgrossen, bereits vorhandenen Pumpe erfolgen. Das zweite Aggregat steht bis 1. 6. 1939 von der ursprünglichen Bestellung für den 500 mm-Butindiolofen Lu 606 zur Verfügung.

Es stellte sich bei dieser Besprechung heraus, dass im ganzen Werk Ludwigshafen keine Hydrieranlage vorhanden ist, die es gestattet, bei 700 at zu arbeiten. Mit Rücksicht auf die zahlreichen Probleme, die in der Zwischenproduktenabteilung und dem Hauptlaboratorium vorliegen, wäre die Beschaffung einer derartigen Apparatur sehr wünschenswert. Der Preis einer vollständigen Anlage von der gleichen Grösse, wie die beiden in Lu 529 vorhandenen dürfte etwa RM. 150 000.- betragen. Der Platz zur Aufstellung ist in diesem Bau vorhanden.

Büchy.

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN
" Dr. REPPE
" Dr. NIEMANN
" Dr. SEYDEL
" Dr. BAUR
" Obering. SCHMAL
" Dipl.-Ing. HEIDEBROEK
" Dr. LORENZ
" " MEHL
" Dipl.Ing. Karl ENGEL I
" Dr. BÜCHE

Ingenieurbüro
Hauptlaboratorium

Lu., den 23. März 1939 Dr.Bü/E.

U.U.

Aktennotiz über Versuche zur Hydrierung von Butindiol im Bau Lu 529 (REPPE-Verfahren).

Anwesend: Dr. NIEMANN,
Dr. SEYDEL,
Dr. Willi SCHMIDT,
Dipl.-Ing. HEIDEBROEK,
Dr. BÜCHE.

Es ist in Lu 606 mit einer Produktion von mindestens 180 Moto Butindiol zu rechnen. Dieses soll im Phenaminbetrieb (2 Türme) und im Karbidspritbetrieb (1 Turm) hydriert werden. Der erstgenannte Betrieb ist z.Z. in der Lage, in einem Turm etwa 30 Moto herzustellen. Dieselbe Menge darf mit dem noch zu montierenden Turm gleicher Grösse im Karbidspritbetrieb erwartet werden. Insgesamt ergibt sich daraus nach dem jetzigen Stand eine zu erwartende Leistungsfähigkeit von 90 Moto Butandiol.

Es ist anzunehmen, dass die augenblickliche Raumzeitausbeute von ~ 2,5 kg Butandiol je 1 Kontakt und Tag durch Steigerung der Kreisgasmenge, gegebenenfalls in Verbindung mit einer Vergrösserung der Turmhöhe noch gesteigert werden kann.

Bezüglich der Vergrösserung der Leistung wurde folgendes beschlossen:

Herr Dr. SEYDEL wird in 2 - 3 Wochen die beiden in seinem Betrieb vorhandenen Kreislaufpumpen von je 20 m^3/St. Ansaugevolumen auf einem Turm arbeiten lassen, um festzustellen, inwieweit durch Verdoppelung der Kreisgasmenge eine Durchsatzsteigerung möglich ist. Sollte sich diese hierdurch nicht mindestens verdoppeln, so wird der Versuchsturm durch einen in den Beständen des Hauptlaboratoriums vorhandenen, ausgekupferten Schuss verlängert.

Zum Betrieb des zweiten Turmes der Phenaminfabrik wird eine Kreislaufpumpe (45 m^3/St.) aus den Beständen des Hauptlaboratoriums in Lu 529 aufgestellt. Diese muss zuvor mit einem grösseren Kolben versehen werden, da sie z.Z. für den Betrieb mit der halben Menge umgebaut ist. Ein Motor von 80 PS ist noch zu beschaffen. Desgleichen wird noch ein weiterer Schuss zur

-/-

Verlängerung des Turmes schnellstens ausgekupfert.

Die Vergrösserung des Kreisgasvolumens des noch in der Karbidspritfabrik zu erstellenden Turmes kann durch Parallelschaltung einer 20 m^3-Pumpe zu der gleichgrossen, bereits vorhandenen Pumpe erfolgen. Das zweite Aggregat steht bis 1. 6. 1939 von der ursprünglichen Bestellung für den 500 mm-Butindiolofen Lu 606 zur Verfügung.

Es stellte sich bei dieser Besprechung heraus, dass im ganzen Werk Ludwigshafen keine Hydrieranlage vorhanden ist, die es gestattet, bei 700 at zu arbeiten. Mit Rücksicht auf die zahlreichen Probleme, die in der Zwischenproduktenabteilung und dem Hauptlaboratorium vorliegen, wäre die Beschaffung einer derartigen Apparatur sehr wünschenswert. Der Preis einer vollständigen Anlage von der gleichen Grösse, wie die beiden in Lu 529 vorhandenen dürfte etwa RM. 150 000.- betragen. Der Platz zur Aufstellung ist in diesem Bau vorhanden.

Brüly.

Durchschlag an:

Herrn Dir. Dr. AMBROS
" Dr. STEIMMIG
" Dr. BAUMANN
" Dr. REPPE
" Dr. NIEMANN
" Dr. SEYDEL
" Dr. BAUR
" Obering. SCHMAL
" Dipl.-Ing. HEIDEBROEK
" Dr. LORENZ
" " MEHL
" Dipl.Ing. Karl ENGEL I
" Dr. BÜCHE

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

In der chemischen Weltküche.

Besuch in einem Forschungslaboratorium der I.G.Farben Ludwigshafen/Rh.

Der Schöpfer gab uns den Stoff; er überliess es dem Menschen, diesen sich dienstbar zu machen und aus ihm den besten Nutzen zu ziehen.

Der Stoff, die Materie, befindet sich überall in der Natur, über und unter der Erde, im Gestein, in jeder Pflanze, in Tier und Mensch, im Wasser und in der Luft. Schon das heisst Grenzenlosigkeit! In ihren verschiedenen Zustandsformen, als fester Körper, als Flüssigkeit und endlich als Gas unerschöpflich und mannigfaltig wie das Weltall, unfassbar oft für den Menschengeist, verwirrend, überwältigend wie der Blick in die Stille der Nacht zu den Sternen und fernsten Sternensystemen.

Ins Ungeheuerliche weitet sich diese Sicht, wenn wir uns weiter vorstellen, dass fast jeder Stoff sich in seine einzelnen Bestandteile und Urbestandteile z e r l e g e n und z e r g l i e d e r n lässt. Gerade darin ist das eine Arbeitsgebiet der chemischen Wissenschaft begründet, das man mit "Analyse" bezeichnet. Und die Chemiker betrachten es von jeher als ihre Aufgabe, die Stoffe voneinander zu scheiden, wertvolle Stoffe aus Stoffgemischen, wie sie meistens in den Naturprodukten vorliegen, zu gewinnen. Deshalb nennen auch die Holländer die Chemie "Scheikonde", die Kunde von der Scheidung der Stoffe, die "Scheidekunst".

Jeder Stoff kann aber auch wieder in andere chemische Verbindungen u m g e w a n d e l t werden. Man gewinnt auf diese Weise ganz neue Stoffe mit ganz neuen Eigenschaften, die häufig dadurch erst wertvoll werden. Man nennt dies "Veredlung". Dies stellt die zweite Haupttätigkeit der Chemie dar: die Synthese, den Aufbau neuer Stoffe aus bereits vorhandenen.

Die Vorgänge bei solchen Umwandlungen verlaufen nun nicht immer vollkommen einheitlich, sondern es bilden sich dabei auch Nebenprodukte, die entweder für sich oder auch in Verbindung mit anderen Stoffen wieder nützlich und wertvoll werden können. So greift, wie überall in der Natur, eines in das andere.

Man muss ein Forschungslaboratorium grössten Stiles, wie etwa ein solches der I.G.Farben in Ludwigshafen gesehen haben, um eine Vorstellung von der ungeheuren Vielseitigkeit der Materie gewinnen sowie begreifen zu können, wie weit der Mensch mit Hilfe chemischer Forschungen und Auswertungen sich die Materie bereits dienstbar gemacht hat. Man ist voller Ehrfurcht vor dem rastlosen Eifer des menschlichen Forschungsgeistes. Die Früchte dieser Tätigkeit sind Denkmäler deutscher Forschungsarbeit, die Segen über Segen

Durchschlag -/-

1057-20M-339

nicht nur für unsere Volkswirtschaft, sondern darüber hinaus für die gesamte Menschheit gebracht haben.

Als ich dieser Tage ein Forschungslaboratorium in Ludwigshafen besuchen durfte, erging es mir genau so wie jenem Schüler, der zum gelahrten Dr. Faust kommt, um zu "profitieren". Hilf- und ratlos, ja erschüttert, stand ich vor dem ungeheuren und vielseitigen Tätigkeitsfeld chemischer Forschung. Genau wie dem Schüler drängten sich mir die Worte auf die Lippen: Mir wird von alledem so dumm, als ging mir ein Mühlrad im Kopf herum. Gläser, Flaschen, Retorten, Röhren, Tiegel, Kolben, Kessel, Kühler und andere Apparate aus Glas, Porzellan und Eisen, in jedem ein anderes Pulver, eine andere Flüssigkeit in allen nur denkbaren Farben! Überall kocht, brodelt etwas anderes, rauschen die Heizflammen, drehen sich die Rührwerke. Daneben geheimnisvolle, mit allerlei Messinstrumenten versehene Apparate, von deren Inhalt nichts zu erkennen ist. Auf meine wissbegierige Frage über das Arbeitsgebiet dieses Instituts wurde mir in liebenswürdiger Weise Auskunft erteilt.

Zunächst wurde ich auf den Unterschied zwischen rein wissenschaftlicher Forschung und technisch-chemischer Arbeit aufmerksam gemacht. Während die wissenschaftliche Forschung lediglich die Aufgabe hat, neue Erkenntnisse über Zusammenhänge und neue Gesetzmässigkeiten sowie neue Stoffe zu gewinnen, hat die technische Forschung das Ziel, für die Gewinnung solcher Stoffe ein wirtschaftliches Verfahren auszuarbeiten, da sie im Gegensatz zur Wissenschaft mit dem Herstellungspreis des Erzeugnisses zu rechnen hat. Beide Arbeitsrichtungen werden in einem solchen Forschungslaboratorium gepflegt. Dabei arbeitet der Wissenschaftler meist auf längere Sicht, d.h. man verlangt von ihm nicht, dass schon morgen das fertige Produkt auf dem Laboratoriumstisch liegt, das übermorgen bereits die Tausendmarkscheine einbringt, die die Forschungsarbeit selbst in grosser Zahl verschlingt. Er muss tiefer eindringen in die Materie. Er muss den Vorgängen und Erscheinungen bei seinen Reaktionen nachspüren und ihnen auf den Grund gehen. Dabei bedient gerade er sich sehr vielseitiger Methoden.

Mit Hilfe der Röntgenstrahlen und anderen Strahlen kann er die feinen Unterschiede im Aufbau der Stoffe bestimmen, kann mit Hilfe des Ultramikroskops und der modernsten physikalischen Messeinrichtungen erkennen, ob die Verbindungen, die er dargestellt hat, rein sind.

In einer hohen geräumigen Halle, der gegenüber die Alchimistenküche des Dr. Faust ein Kinderspiel ist, stehen Behälter aller Art, strecken sich stählerne Rohre vom Boden bis an die Decke, die oftmals so dick wie Kanonenrohre sind; ein für den Laien unentwirrbar scheinendes Gewirr von Leitungen drängt sich hier zusammen und ich höre, dass aus diesen u.anderen Laboratorien in Ludwigs-

-/-

Durchschlag

hafen die Benzin-Synthese aus Kohle hervorgegangen ist und dass hier der Ammoniak aus dem Stickstoff der Luft und aus Wasserstoff zum erstenmal technisch gewonnen wurde. Auch heute noch werden unübersehbare Früchte für unsere Volkswirtschaft aus diesen Synthesen geerntet: für die Landwirtschaft die diesen Verfahren die Düngemittel verdankt, für die Automobilindustrie, die nun mit dem so notwendigen Brennstoff versorgt werden kann. Hier in Ludwigshafen wurden auch die grundlegenden Verfahren ermittelt, die zum Aufbau des künstlichen Kautschuks: "Buna" heisst das Zauberwort, geführt haben. Fast unglaublich klingt es für den staunenden Besucher, wenn ihm erklärt wird, wie in einem Stahlrohr unter ungeheuren Drucken und hohen Temperaturen aus zwei Gasen, Wasserstoff und Kohlenoxyd, eine Flüssigkeit, der Methylalkohol hier zum erstenmal aus den Grundstoffen entstanden ist, wobei geheimnisvolle Stoffe, die die Chemiker Katalysatoren nennen, eine bedeutsame Rolle spielten. Gerade diese katalytischen Verfahren, bei denen aus einfachen Stoffen höchst interessante wichtige Rohstoffe erzeugt werden, sind heute erst recht ein hier besonders gepflegtes Gebiet.

Alle diese Verfahren, die unser rohstoffarmes Vaterland unabhängig vom Ausland machen, waren das Ergebnis langjähriger, mühseliger, wissenschaftlicher Arbeit; der Vierjahresplan stellt den Chemiker hier vor immer neue und grössere Aufgaben, die mit Eifer und Hingabe gelöst werden.

Wir sehen an einer Stelle, wie ein Chemiker sich bemüht, aus einer dicken Lösung Fäden zu verspinnen. Es sollen daraus neue und bessere Faserstoffe für unsere Bekleidung werden; und wieder an einer anderen Stelle zeigt man mir, wie man das Paraffin, aus dem man bislang nur Kerzen hergestellt hatte, heute zu einer ausgezeichneten Seife verarbeitet. Ja, die Versuche sind schon soweit fortgeschritten, dass man daran denken kann, das so gewonnene Fettauch für die Ernährung heranzuziehen.

Ein riesiges Arbeitsfeld hat sich für den Chemiker aufgetan, in den sogenannten Kunststoffen. Die eigentümlichsten Behälter finden wir in einem Raum aufgestellt; sie sind in dauernder auf- und niedergehender Bewegung und man erzählt mir, dass darin Flüssigkeiten sich zu festen Massen verdichten, "die Moleküle reihen sich aneinander zu Ketten". Es tritt "Polymerisation ein. Vielfach läuft aus diesen Behältern eine Emulsion heraus, die wie Milch aussieht. Der Chemiker vermischt sie mit einer Säure und was wir in der Hand halten, ist ein elastischer, gummiähnlicher Stoff. So wird der Buna hergestellt und viele andere neuartige Stoffe, die man zu Filmen, Griffen, Knöpfen, Radioapparaten, Wandbekleidungen, Bodenbelag verformen kann.

Ungeahnt ist auch die Weiterentwicklung, die einmal die Lackindustrie nehmen wird, wenn alle die Rohstoffe, Harze und Öle, die in Ludwigshafen an Stelle

Durchschlag

-/-

von Leinöl oder Kolophonium erfunden und geprüft werden, Eingang in die Technik gefunden haben werden.

Dabei vernachlässigt man auch alte Gebiete keineswegs.

Die Farbstoffe, denen ja die I.G.Farbenindustrie ihren Namen verdankt, werden immer mehr verbessert. Ludwigshafen ist ja die Geburtsstätte des weltbekannten Indanthrens. Die Indanthrenfarbstoffe gehen in alle Länder der Welt. Auch die Sortimente dieser echtesten aller Farbstoffe werden immer noch mehr ergänzt und den Wünschen der wechselnden Mode angepasst.

Lehrreich für mich war das liebenswürdige Privatissimum, das mir ein Abteilungsleiter in seinem durch hohe Glaswände abgeschlossenen Arbeitsraum gab. Man versuchte mit bewunderungswürdiger Haltung nicht zu zeigen, wie man gestört wird in dieser kostbaren Vormittagsstunde. Auf meine Frage, was sind denn das: "Azofarbstoffe"?, wird mir ein Benzolring mit allen möglichen Anhängseln geschickt und schnell auf ein Papier hingeworfen. Dem naiven Einwurf des Faust-Schülers: "kann euch nicht eben ganz verstehen", wird mit einem nachsichtigen Lächeln begegnet, und wenn ich nun die Deutung in mein geliebtes Deutsch zu übertragen versuche, so entstehen die Azofarbstoffe aus organischen Radikalen (Benzol- oder Naphthalinabkömmlingen), die untereinander durch eine Brücke von zwei aneinander geschweissten Stickstoffatomen verbunden sind. Für chemische Ohren soll diese Formulierung gerade eben noch erträglich klingen. Dem genau so wie ich orientierten Leser kann ich zurufen: schmeck's!,er wirds ja "ohne weiteres kapieren". Man kennt diese Azofarbstoffe seit langem. Aber auch für sie gilt es, neue Verwendungsgebiete zu erschliessen. Neue Probleme gibt die Färberei der neuen Fasern aus Wolle und aus Zellwolle, wie sie meist im Gemisch gesponnen und verwebt werden, auf. "Neu" ist überhaupt das Kennwort für den Chemiker und seine erste Frage lautet immer, "was gibts neues".

Man führt mich noch in ein Speziallaboratorium. Solche ergänzen vielfach die Arbeit des forschenden Chemikers, sie müssen für ihn die Anwendungsgebiete für die neuen Produkte erschliessen. Das Laboratorium in dem wir stehen, dient zur Bearbeitung von Leder, also zur Gerbung, Zurichtung und Färberei des Leders. Hier werden alle neuen synthetischen Gerbstoffe, die uns von der Einfuhr der Quebracho-Rinde freimachen, geprüft. Ihre Bedeutung nimmt immer mehr zu. Jede Gerbart erfordert besondere Sortimente von Farbstoffen, wobei nicht gesagt sein soll, dass es nicht auch Farbstoffe gibt, die für mehrere Gerbarten ebensogut verwendbar sind. Die alten basischen Farbstoffe haben immer noch ihre Bedeutung für alle Leder, die mit pflanzlichen Gerbstoffen gegerbt sind. Die sauren Farbstoffe,

-/-

Durchschlag

die meist aus dem weiten Gebiet der Azofarbstoffe kommen, finden ebenfalls immer noch Verwendung für alle Portefeuille-Leder, wie auch für viele chromgare Schau- und Bekleidungsleder. Wir sehen hier Hunderte von Ziegen- und Schaffellen, die alle Monat hier zu Mustern verarbeitet werden. Die Lederindustrie tritt mit tausenderlei Wünschen und Anregungen heran. Die einzeln hergestellten Muster müssen dann in ihren Eigenschaften und im Farbton mit den Nuancen der eingesandten Farbenskalen in Übereinstimmung gebracht werden.

In gleicher Weise wie für die Gerberei wird ein grosses Speziallaboratorium für Textilhilfsmittel, für Wasch- und Imprägnierungsmittel unterhalten. Bekannte Netzmittel sind die Nekale, und der Ramasit ist heute der bekannte Regenabstosser geworden. Die Wirkung dieser Stoffe beruht darauf, dass die Saugfähigkeit der Gewebe stark herabgesetzt wird, ohne dass die einzelnen Fasern dabei verkleben und die Regentropfen perlen von dem Stoff ab, während seine Luftdurchlässigkeit unverändert bleibt. Hier werden auch neue Stoffe für das Schlichten und Glätten der Fäden zum Polieren und Lüstieren von Fäden und Kordeln geprüft; neue Mittel zur Enthärtung von Wasser, die Trilone, werden untersucht.

Doch kehren wir zurück zum Forschungslaboratorium. Der Chemiker hat also ein neues Produkt soweit gefördert, dass er es im Laboratorium herstellen kann, dass er seine Eigenschaften und seine praktische Bedeutung kennt. Damit steht er aber erst am Anfang einer neuen und noch mühseligen Arbeit. Es gilt nun, den Stoff im Grossen darzustellen. Dabei erlebt er nun häufig die tollsten Überraschungen. Es stellt sich etwa heraus, dass er seinen sorgfältig, bis ins Kleinste ausgearbeiteten Laboratoriumsversuch in kleinen Mengen zwar tadellos ausführen kann, so dass er selbst im Kilomasstab klappt aber bei der Herstellung von vielen Zentnern versagt mit einem Male der Prozess.

Man versetze sich in die Verantwortung eines leitenden Chemikers, der die Ausarbeitung zu überwachen hat. Allein könnte er diese Arbeit niemals bewältigen. Er muss sich vor allem auf die Ingenieure, die die Apparate bauen und auf seine Mitarbeiter, auf seine Arbeiter, Laboranten und den Meister verlassen können. Deren Erfahrung, Tüchtigkeit und Pflichtauffassung sind dann in noch weit höherem Sinne als nur nach der wirtschaftlichen Seite hin entscheidend. Manchmal geht es bei solchen Prozessen selbst um das Leben aller im Betrieb Schaffenden. Es ist wohl durch alle erdenklichen Vorsichtsmassnahmen und Alarmvorrichtungen dafür gesorgt, dass man die Gefahr erkennt und gewarnt wird. Entscheidend ist aber immer die Entschlusskraft des Meisters und der Arbeiter; von ihrer Geistesgegenwart hängt es oft ab, ob die Gefahr noch abgewendet werden kann.

Besonders gilt dies für das Arbeiten mit Hochdruckgefässen bei den viel-

-/-

die meist aus dem weiten Gebiet der Azofarbstoffe kommen, finden ebenfalls immer noch Verwendung für alle Portefeuille-Leder, wie auch für viele chromgare Schau- und Bekleidungsleder. Wir sehen hier Hunderte von Ziegen- und Schaffellen, die alle Monat hier zu Mustern verarbeitet werden. Die Lederindustrie tritt mit tausenderlei Wünschen und Anregungen heran. Die einzeln hergestellten Muster müssen dann in ihren Eigenschaften und im Farbton mit den Nuancen der eingesandten Farbenskalen in Übereinstimmung gebracht werden.

In gleicher Weise wie für die Gerberei wird ein grosses Speziallaboratorium für Textilhilfsmittel, für Wasch- und Imprägnierungsmittel unterhalten. Bekannte Netzmittel sind die Nekale, und der Ramasit ist heute der bekannte Regenabstosser geworden. Die Wirkung dieser Stoffe beruht darauf, dass die Saugfähigkeit der Gewebe stark herabgesetzt wird, ohne dass die einzelnen Fasern dabei verkleben und die Regentropfen perlen von dem Stoff ab, während seine Luftdurchlässigkeit unverändert bleibt. Hier werden auch neue Stoffe für das Schlichten und Glätten der Fäden zum Polieren und Lüstieren von Fäden und Kordeln geprüft; neue Mittel zur Enthärtung von Wasser, die Trilone, werden untersucht.

Doch kehren wir zurück zum Forschungslaboratorium. Der Chemiker hat also ein neues Produkt soweit gefördert, dass er es im Laboratorium herstellen kann, dass er seine Eigenschaften und seine praktische Bedeutung kennt. Damit steht er aber erst am Anfang einer neuen und noch mühseligen Arbeit. Es gilt nun, den Stoff im Grossen darzustellen. Dabei erlebt er nun häufig die tollsten Überraschungen. Es stellt sich etwa heraus, dass er seinen sorgfältig, bis ins Kleinste ausgearbeiteten Laboratoriumsversuch in kleinen Mengen zwar tadellos ausführen kann, so dass er selbst im Kilomasstab klappt aber bei der Herstellung von vielen Zentnern versagt mit einem Male der Prozess.

Man versetze sich in die Verantwortung eines leitenden Chemikers, der die Ausarbeitung zu überwachen hat. Allein könnte er diese Arbeit niemals bewältigen. Er muss sich vor allem auf die Ingenieure, die die Apparate bauen und auf seine Mitarbeiter, auf seine Arbeiter, Laboranten und den Meister verlassen können. Deren Erfahrung, Tüchtigkeit und Pflichtauffassung sind dann in noch weit höherem Sinne als nur nach der wirtschaftlichen Seite hin entscheidend. Manchmal geht es bei solchen Prozessen selbst um das Leben aller im Betrieb Schaffenden. Es ist wohl durch alle erdenklichen Vorsichtsmassnahmen und Alarmvorrichtungen dafür gesorgt, dass man die Gefahr erkennt und gewarnt wird. Entscheidend ist aber immer die Entschlusskraft des Meisters und der Arbeiter; von ihrer Geistesgegenwart hängt es oft ab, ob die Gefahr noch abgewendet werden kann.

Besonders gilt dies für das Arbeiten mit Hochdruckgefässen bei [illegible]

seitigen katalytischen Prozessen, die hier bearbeitet werden. Gase, wie Wasserstoff, stehen unter Drucken von 200 und 300 Atm. Wenn der Wasserstoff an einer Stelle des Apparates austritt, bildet er, wie wir das noch von der Schulbank her wissen, Knallgas. Da heisst es vorsichtig und geistesgegenwärtig sein.

Man entschliesst sich zum Grossversuch erst dann, wenn die Vorversuche gründlichst vorbereitet und gelungen sind; dabei ist das genaueste Kalkül wirtschaftlicher Rentabilität eine Selbstverständlichkeit, da es um hohe Summen verschlingende Werte geht.

Vom Tisch des forschenden Gelehrten, durch Laboratoriumssäle, mit ihren unzähligen Kleinversuchen, bis zur Grossversuchsanlage, war es ein langer Weg. Ein beständiges Brausen, Zischen und Motorenhämmern war um mich. Als ich nach 2 Stunden wieder auf einer der vielen Strassen der Fabrikstadt stand, wo hier und dort neue Fabrikgebäude sich zum Himmel reckten, musste ich sehr bescheiden zugeben, dass dieser Grossversuch eines chemisch praktischen Seminars auf mein Gehirn verheerend gewirkt hatte. Man wird keinen Chemiker mehr aus mir machen, aber eines war meinem Führer ganz geglückt: Ich war in eine helle Begeisterung hineingeraten, über dieses unglaublich vielseitige Wissen und Können, was sich mir in dieser chemischen Weltküche offenbarte. Da stand ich nun im Sonnenbrand und wischte mir die Schweissperlen von der Stirn, und dann bot mir der freundliche Führer und die liebenswürdigen Gastfreunde im behaglichen Kasino einen edlen Pfälzer Tropfen. Da wich der Bann von mir und ich meinte, diesen Tropfen sogar verdient zu haben, nach all den geistigen Klimmzügen dieses Morgens.

Durchschlag

~~Arbeiten über Phtalocyanin-Farbstoffe.~~

~~Bericht Dr. Riemann, Dr. Kühlhorner vom 21.1.1935.~~

Fahnenzitat Meldung

Le 8/Li

20.X.1936

Patentlage der Phthalocyanine in U.S.A.

I. Kupferphthalocyanin

a) Ist Stoffschutz möglich?

Das Kupferphthalocyanin ist als Stoff erstmalig in "Helvetica Chimica Acta" 1927, Band 10, Seite 886, durch Diesbach beschrieben worden. Die Entnahme eines gültigen Stoffschutz-Patentes in U.S.A. durch DuPont bezw. die I.C.I. ist dementsprechend nicht mehr möglich.

b) Inwieweit ist mit dem Herauskommen von Patenten auf spezielle Herstellungs-Verfahren zu rechnen?

Diese Frage ist aus dem Grund noch ungeklärt, weil bisher kein Schutzrecht von DuPont über die Herstellung des Kupferphthalocyanins herausgekommen ist. Es ist aber ohne weiteres zu unterstellen, dass eine dem E.P. 410 814 entsprechende Anmeldung in U.S.A. schwebt. Die Einzelheiten über die sich hieraus ergebende Lage sind in unserem Schreiben vom 4.5.1936 an Hutz & Joslin auseinandergesetzt. Wir begnügen uns daher mit folgender Zusammenfassung:

Das von der I.G. praktisch ausgeübte "Verback-Verfahren" (siehe Lu.O.Z.8697, U.S.A.-Anmeldung Ser.No.56238) wird vermutlich von diesem noch zu erwartenden Patent von DuPont abhängig sein.

Das von der I.G. nebenher ausgearbeitete "Pyridin-Lösungsmittel-Verfahren" (siehe Lu.O.Z. 8827 sowie Le. 893; U.S.A.-Anmeldung Ser.No. 71 876) wird wahrscheinlich von dem zu erwartenden Patent von DuPont nicht umfasst werden, da es dem vorbeschriebenen Diesbach-Verfahren näher steht als dem in E.P. 410 814 beschriebenen Verfahren.

Das Arbeiten unter alleiniger Verwendung von Chinolin oder Pyridin als Verdünnungsmittel ist mit Sicherheit frei, da dies in der Arbeit von Diesbach vorbeschrieben ist. Die I.G. bezw. G.A.W. haben versucht, die für eine technische Durchführung dieser Arbeitsweise erforderlichen Abänderungen gegenüber Diesbach noch unter Schutz zu stellen (siehe Le.957; U.S.A.-Anmeldung Ser.No.80 904); Die Aussichten für Durchfechtung dieser Anmeldung erscheinen sehr gering.

c) Verwendung des Kupferphthalocyanins.

Die Verwendung als Pigmentfarbstoff ist erstmalig in E.P. 322 169, Seite 3, Zeile 107, und Seite 6, Zeile 65, von der I.C.I. beschrieben und beansprucht worden. Ein entsprechendes amerikanisches Schutzrecht ist bisher nicht herausgekommen; nach einer Hutz & Joslin durch DuPont gemachten Mitteilung soll ein solches auch nicht eingereicht worden sein. Alle späteren Anmeldungen der I.C.I. sind erst nach der Veröffentlichung des E.P.322 169 eingereicht worden. Die Aussichten DuPont's auf Erlangung eines gültigen Stoffschutzes für die Verwendung des Kupfer-Phthalocyanins als Pigmentfarbstoff sind also ausserordentlich gering. - DuPont könnte evtl. auf den Gedanken kommen, die Verwendung des <u>aus Phthalonitril</u> erhaltenen Kupferphthalocyanins als Pigmentfarbstoff zu beanspruchen. Ein derartiger Anspruch wäre nicht direkt vorweggenommen, da E.P. 322 169 für die Herstellung des Kupferphthalocyanins andere Ausgangsmaterialien (Phthalsäureanhydrid,

Phthalimid sowie Amide der Phthalsäure) benutzt. Ein derartiger Verwendungs-Anspruch DuPont's dürfte aber gegenüber einer Kombination aus E.P. 322 169 und der Arbeit von Diesbach nicht mehr patentfähig sein, zumal in E.P. 410 814 angegeben ist, dass die hiernach erhältlichen Produkte mit den aus E.P. 322 169 erhältlichen Produkten identisch sind.

Es ist nicht ausgeschlossen, dass für spezielle Verwendungszwecke noch Patente in U.S.A. erteilt werden (siehe die Patentzusammenstellungen).

II. Metallfreies Phthalocyanin.

a) Besteht Stoffschutz?

Diese Frage ist zu bejahen. DuPont hat in A.P.2000052 Anspruch 18, ein metallfreies Produkt unter Schutz gestellt, welches erhältlich ist durch Behandlung des Magnesium-Phthalocyanins mit konzentrierter Schwefelsäure. Ein solches Produkt entspricht dem metallfreien Phthalocyanin. Die G.A.W. würde zwar nicht nach dem erwähnten Verfahren über das Magnesium-Phthalocyanin arbeiten; der erwähnte Anspruch des DuPont-Patentes ist aber nicht auf ein nach diesem speziellen Verfahren hergestelltes Produkt beschränkt; das Verfahren ist vielmehr lediglich als Beispiel angegeben.

Gegen die Gültigkeit dieses Anspruches kann folgendes geltend gemacht werden: In Berichte 1907, Seite 2711, ist angegeben, dass beim Erhitzen von o-Cyanbenzamid in

einigen Fällen ein grüner Niederschlag beobachtet wurde. Die Nacharbeitung hat ergeben, dass hierbei tatsächlich das metallfreie Phthalocyanin entstehen kann. Dasselbe wird jedoch, wenn überhaupt, nur in äusserst geringen Mengen erhalten. Der Nachweis der Identität des nach dieser Literaturstelle erhaltenen Produktes mit einem nach dem I.G.-Verfahren hergestellten Produkt konnte nur spektrographisch geführt werden. - DuPont wird unter diesen Umständen mit einer gewissen Aussicht auf Erfolg die genannte Literaturstelle als eine nicht patenthindernde "accidental disclosure" hinstellen.

Die G.A.W. wird also vermutlich an der Herstellung und dem Verkauf des metallfreien Phthalocyanins in U.S.A. gehindert sein.

b) Inwieweit ist damit zu rechnen, dass die Herstellung des Produktes durch Patente geschützt wird?

Zur Zeit ist DuPont in U.S.A. lediglich das im vorstehenden Paragraph erwähnte Verfahren über das Magnesium-Phthalocyanin (siehe A.P. 2 000 052) geschützt; dieses Verfahren kommt für technisches Arbeiten nicht in Frage.

Technisch wird das metallfreie Phthalocyanin aus Phthalonitril und Alkali-Alkoholaten hergestellt. Diese Arbeitsweise ist umfassend in E.P. 410 814 der I.C.I. beschrieben und beansprucht. Es ist damit zu rechnen, dass dies Verfahren auch generell durch eine entsprechende U. S. A.-Anmeldung von DuPont abgedeckt wird. - Die weiteren von der I.G. ausgearbeiteten Verfahren (Natriumamid) stellen lediglich Abänderungen des erwähnten Alkali-Alkoholat-Verfahrens dar.