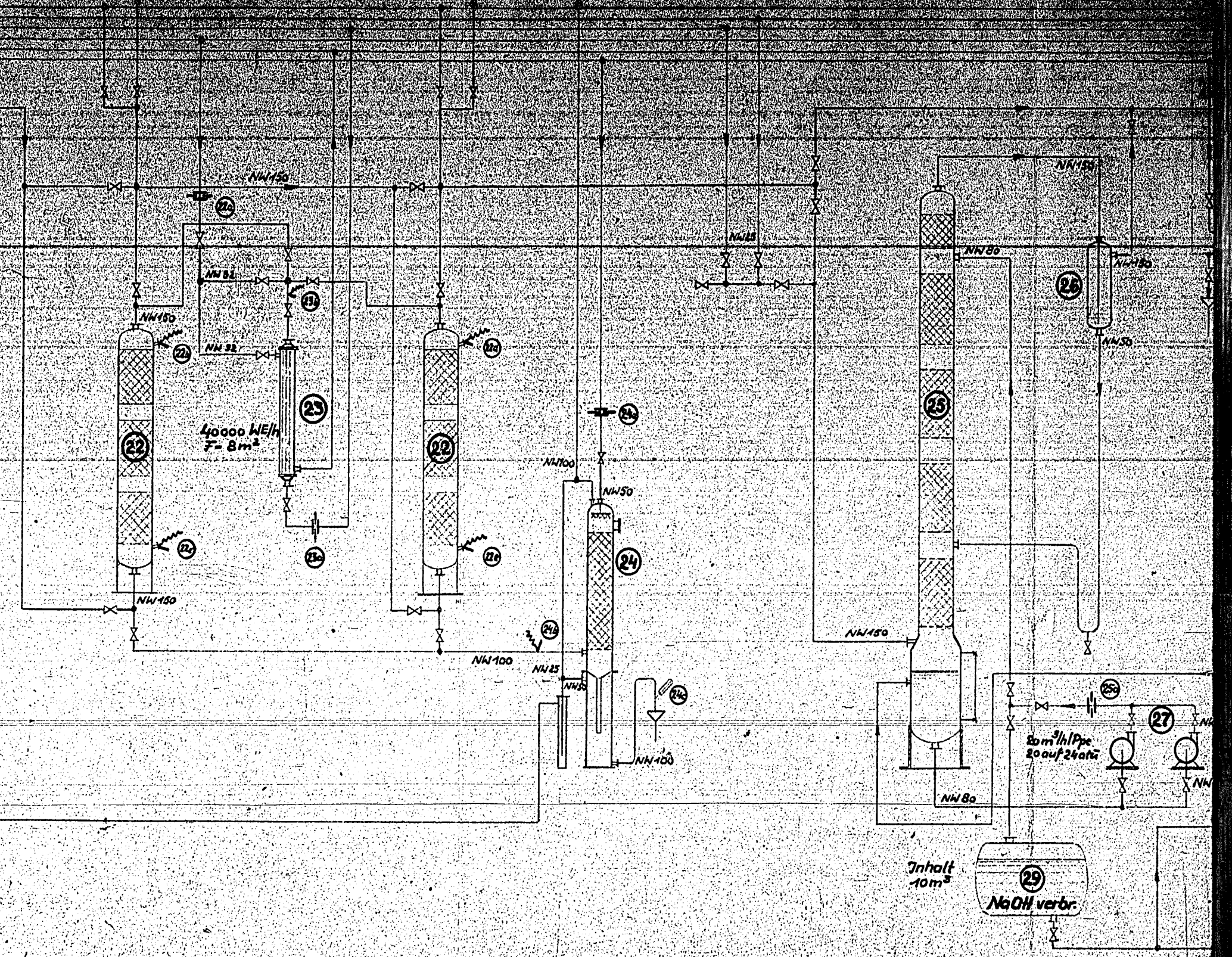
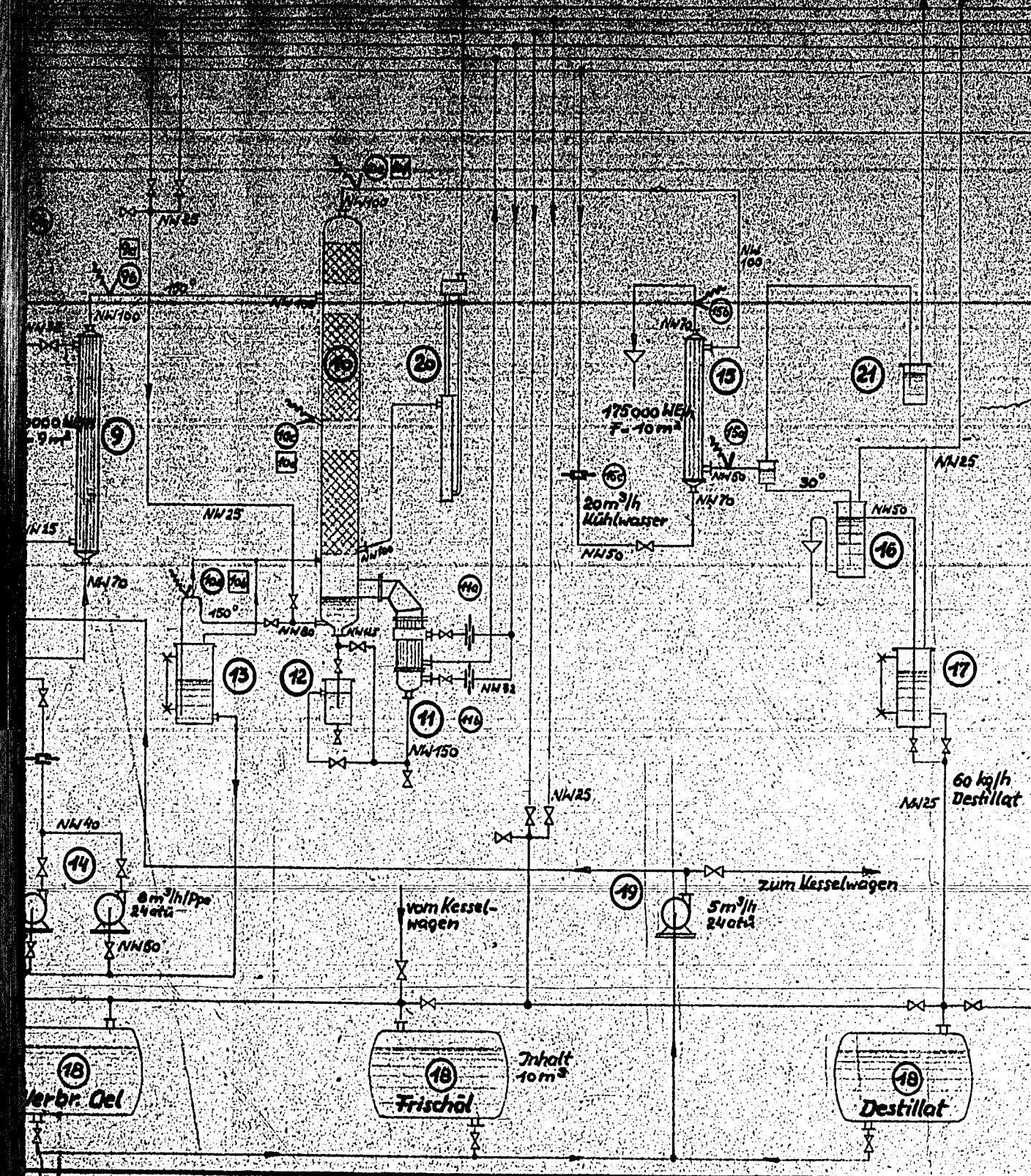
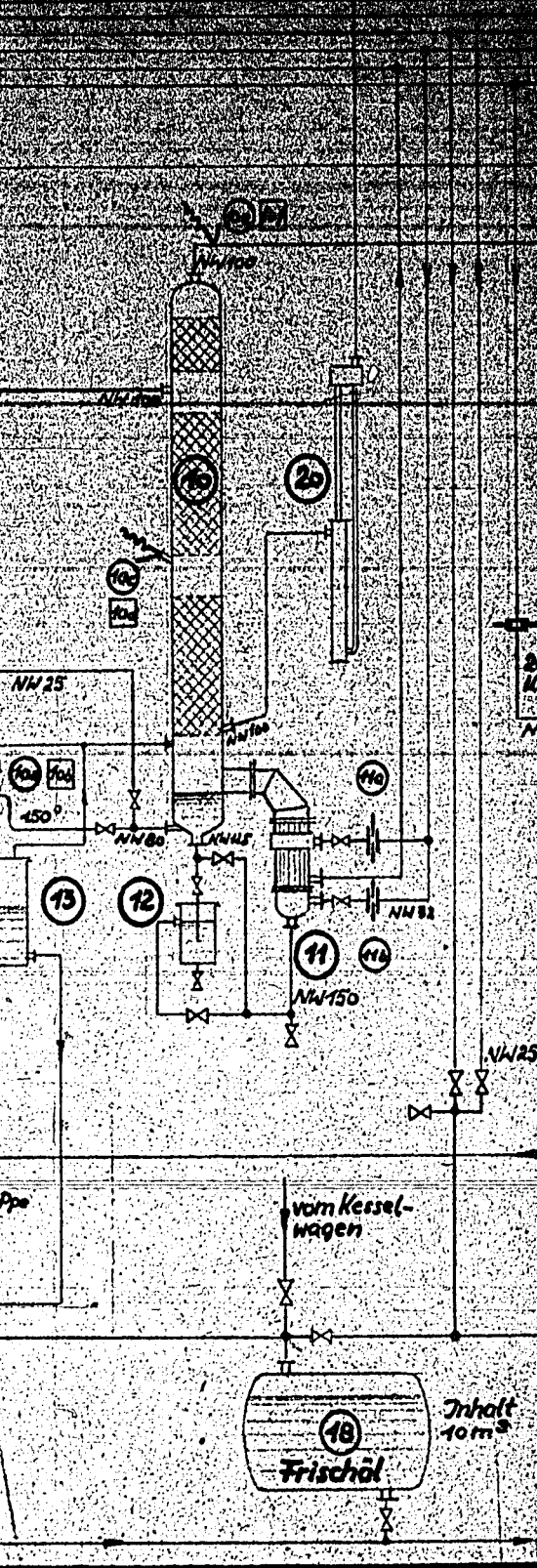


Spaltgas

Spaltgas

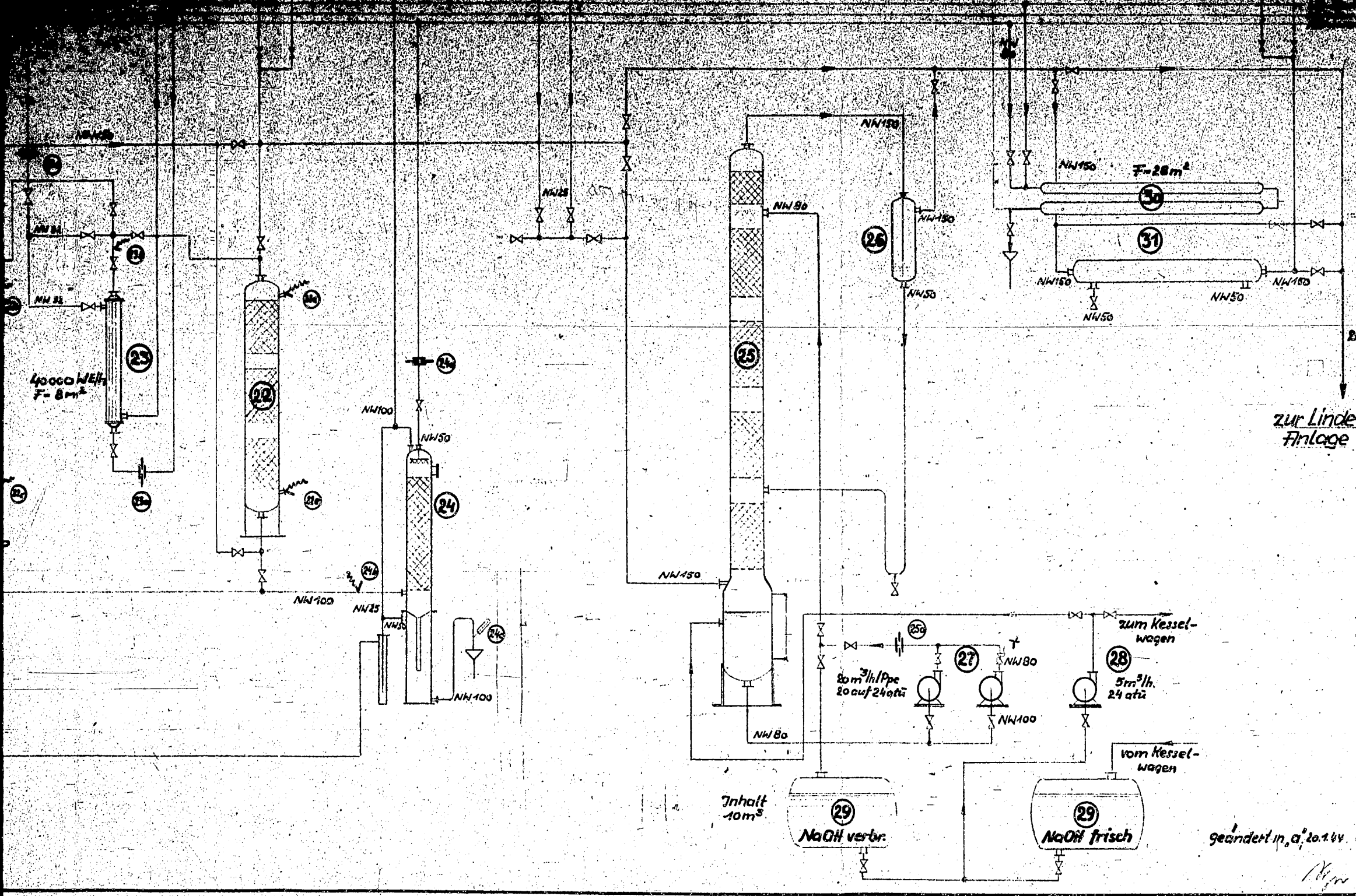
1. Stufe Reinigung

Nachw.



Schema der Spaltg

Schema der Spaltgaswäsche vor der Lindeanlage



Teil	Stück	Benennung	Abmessung	Zeichn.-Nr.		
31-32		Siehe Apparat-Liste Nr. 942				
33-60		Siehe Linde-Schwarz-Zeichnung-Nr. 12.11.10-1				
31	1	Abscheider	600 ^ø , 6000 lg.	MEZ 2138a-B		
30	1	Kühler / Wärmer	7000 lg.	M 5740 -1		
29	2	NaOH Lagerbehälter	2000 ^ø , 3500 lg.	MEZ 3395a-4		
28	1	NaOH Füllpumpe		MEZ 2111 -B KSB HL		
27	2	NaOH Umlaufpumpe		MEZ 2113 -B KSB HL		
26	1	Abscheider	600 ^ø , 2500 h.	MEZ 2134 -B		
25	1	NaOH Waschturm	1100 ^ø , 1540 h.	MEZ 5372a-2		
24	1	Einpritz-K. m. Trennfl.	600 ^ø , 6790 h.	M 1117Pa-2		
23	1	N ₂ -Vorwärmer		M 1182B -2		
22	2	A-Kohle Turm	1000 ^ø , 5665 hoch	MEZ 3437a-4		
21	1	Touchung	400 ^ø , 800 hoch			
20	1	Sicherheitstauchung		M 11847-2		
19	1	Delabfüllpumpe		MEZ 2111 -B KSB HL		
18	2	Lagerbehälter	2000 ^ø , 3500 lg.	MEZ 3395a-4		
17	1	Destillat-Messgefäß	800 ^ø , 1800 h.	M 5134 -B		
16	1	Trennflasche	600 ^ø , 1800 h.	M 5143 -B		
15	1	Kondensator	250 ^ø , 4000 lg.	M 9054a-4		
14	2	Kreiselpumpe f. Heißöl		MEZ 2112 -B KSB HL		
13	1	Ansaugbehälter	800 ^ø , 1800 h.	M 5140 -B		
12	1	Steinfänger	600 ^ø , 1000 h.	M 5142 -B		
11	1	Umlaufverdampfer	400 ^ø , 2100 lg.	M 11044a-2		
10	1	Delregenerations-Kal.	800 ^ø , 40540 h.	M 5350 b-1		
9	1	Spitzenvorwärmer	200 ^ø , 5500 lg.	M 10883b-2		
8	1	Kühler	7000 lg.	M 5696 -1		
7	1	Wärmeaustauscher	7000 lg.	M 5696 -1		
6	2	Kreiselpumpe		MEZ 2113 -B KSB HL 3		
5	1	Entspannungsbehälter	1100 ^ø , 3100 lg.	M 9066 -4		
4	1	Abscheider	600 ^ø , 2500 h.	MEZ 2134 -B		
3	1	Delwaschturm	1000 ^ø , 43100 h.	MEZ 3438a-4		
2	3	Spaltgaskompressor				
1	1	Abscheider	2000 ^ø , 4100 hoch	M 9660 -4		
		Teil	Stück	Benennung	Abmessung	Zeichn.-Nr.

geändert in a. 20.10.14 v. K.

29.10.43 *benannt* **M 5956a-1**

Schema der Spaltgaswäsche.

Fachgruppe: Bau-Nr.: Me 942

25

POOR COPY

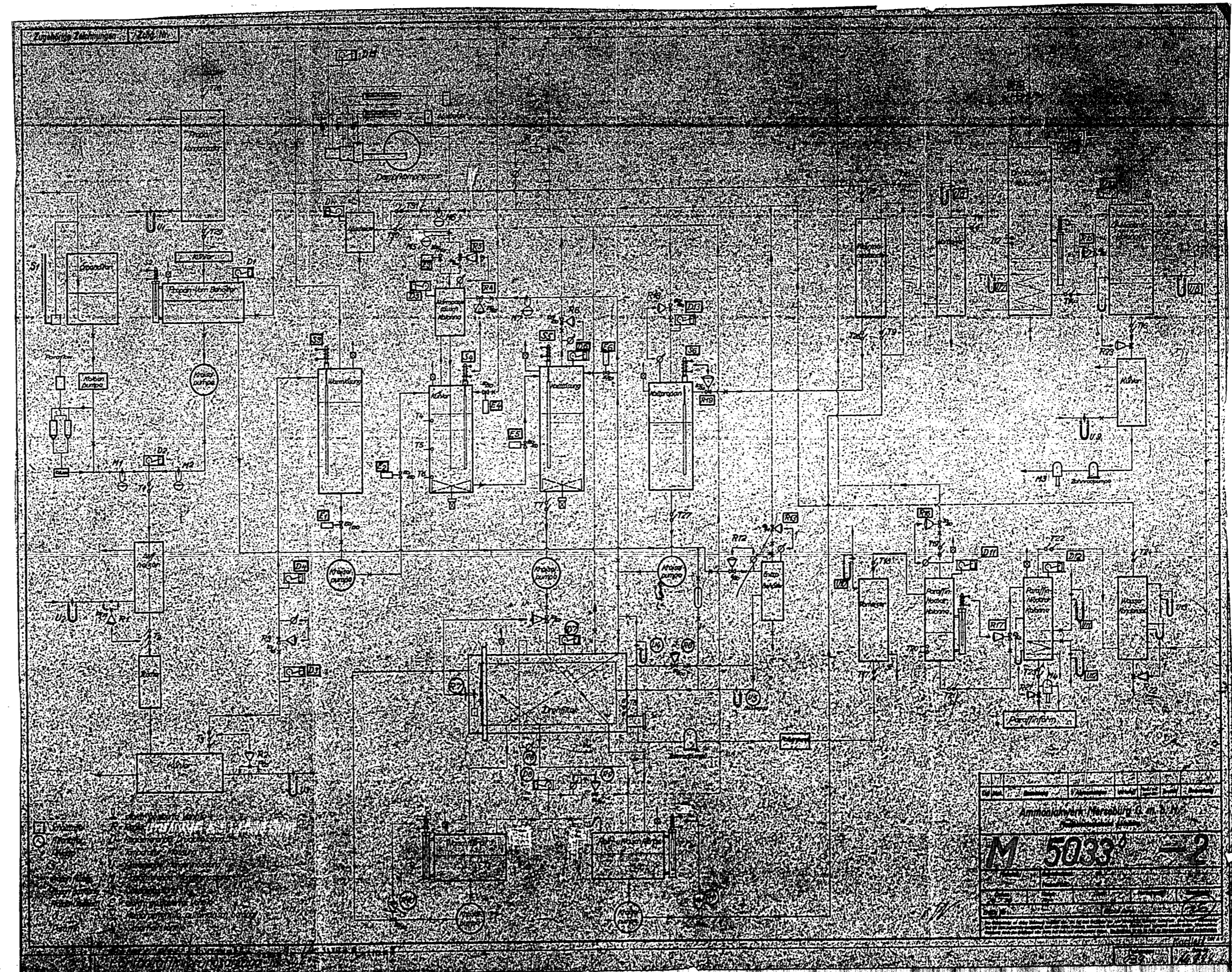
25

354-8
0-1
195a-4
111-8 KSB HL
113-8 KSB HL
134-8
2a-2
7a-2
8-2
37a-4
147-2
111-8 KSB HL
195a-4
34-8
43-8
14a-4
112-8 KSB HL
0-8
2-8
14a-2
0b-1
93b-2
76-1
76-1
13-8 KSB HL 3
56-4
134-8
138a-4
60-4
n-Nr.

56a-1

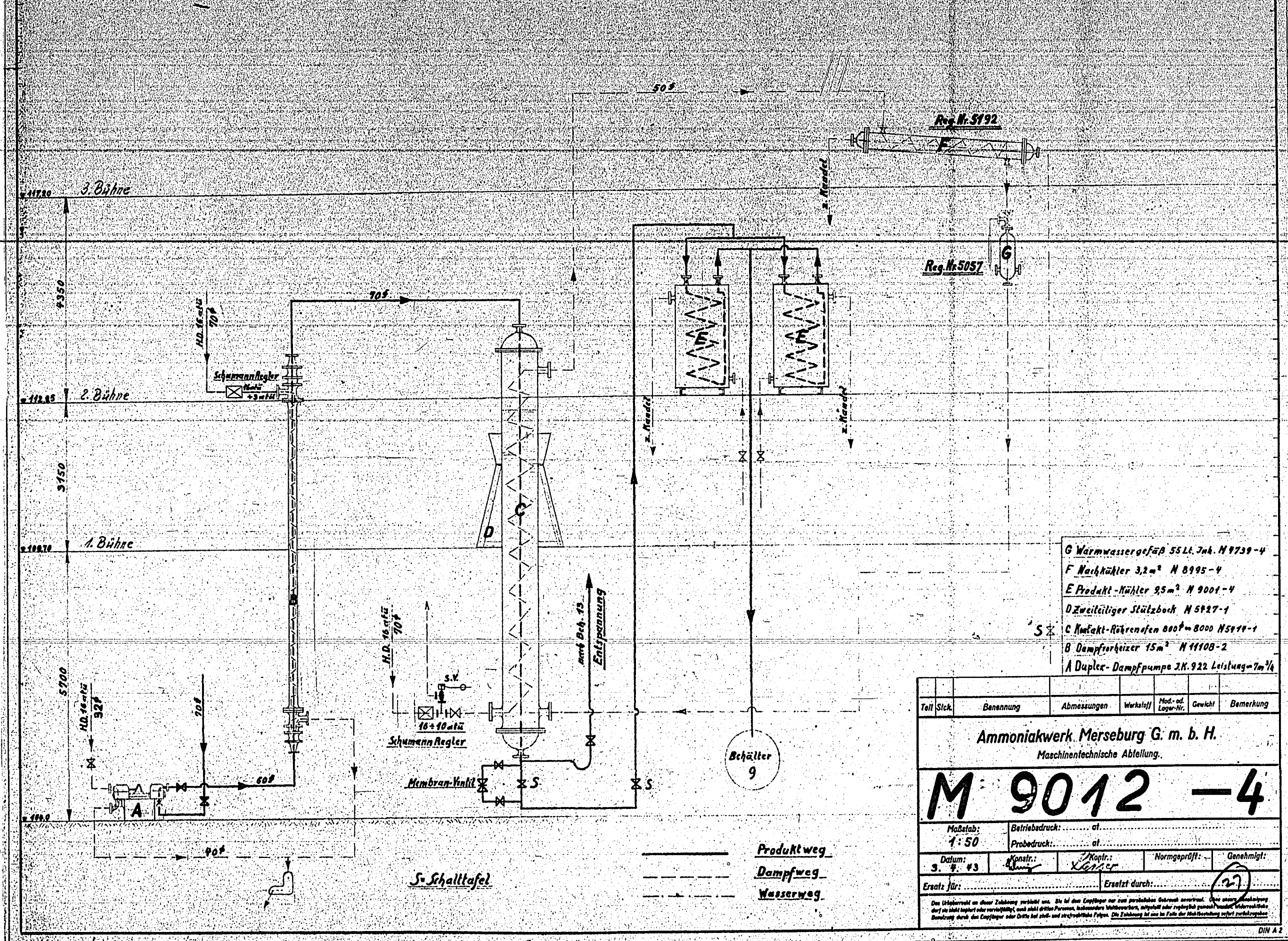
25

Bau-Nr.
Me 942



Gezeichnet	Geprüft	Abgeschlossen	Geprüft	Abgeschlossen
Erfindungsgegenstand / Erfindung: M 5033 - 2				
Patentamt Berlin				

POOR COPY 26



Reg. Nr. 3192

Reg. Nr. 5057

- G Warmwassergefäß 55 Lt. Jnh. M 9739-4
- F Nachkühler 3,2 m² N 8995-4
- E Produkt-Kühler 2,5 m² N 9001-4
- D Zweiteiliger Stützbock M 5927-1
- C Rohrleit-Röhrenofen 800^o = 8000 M 5914-1
- B Dampferhitzer 15 m² M 11108-2
- A Duplex-Dampfmaschine 2 K. 922 Leistung = 7 m²/h

Teil	Stück	Benennung	Abmessungen	Werkstoff	Mod.-od. Lager-Nr.	Gewicht	Bemerkung
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.							
Maschinentechnische Abteilung.							
M 9012 - 4							
Maßstab:		Betriebsdruck:					
1:50		Probendruck:					
Datum:		Konstr.:		Kopfr.:		Normgeprüft:	
3. 9. 43		Kamer		Kamer		Genehmigt:	
Ersatz für:				Ersetzt durch:			
<small>Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt dem Verfertiger. Sie ist dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch anzuwenden. Jede andere Vervielfältigung ohne schriftliche Genehmigung des Verfertigers ist untersagt. Insbesondere ist das Kopieren, die Verbreitung oder die öffentliche Ausstellung untersagt. Die Zeichnung ist im Falle der Nachbestellung sofort zurückzugeben.</small>							

Sr Schalttafel

Produktweg
Dampfweg
Wasserweg

Betrieb: Polymerisationsanlage. Schema der Polymerisationsanlage in Nr. 493 für 25 atü Betriebsdruck.

Fachgruppe: 035 Bau-Nr. Mc 493

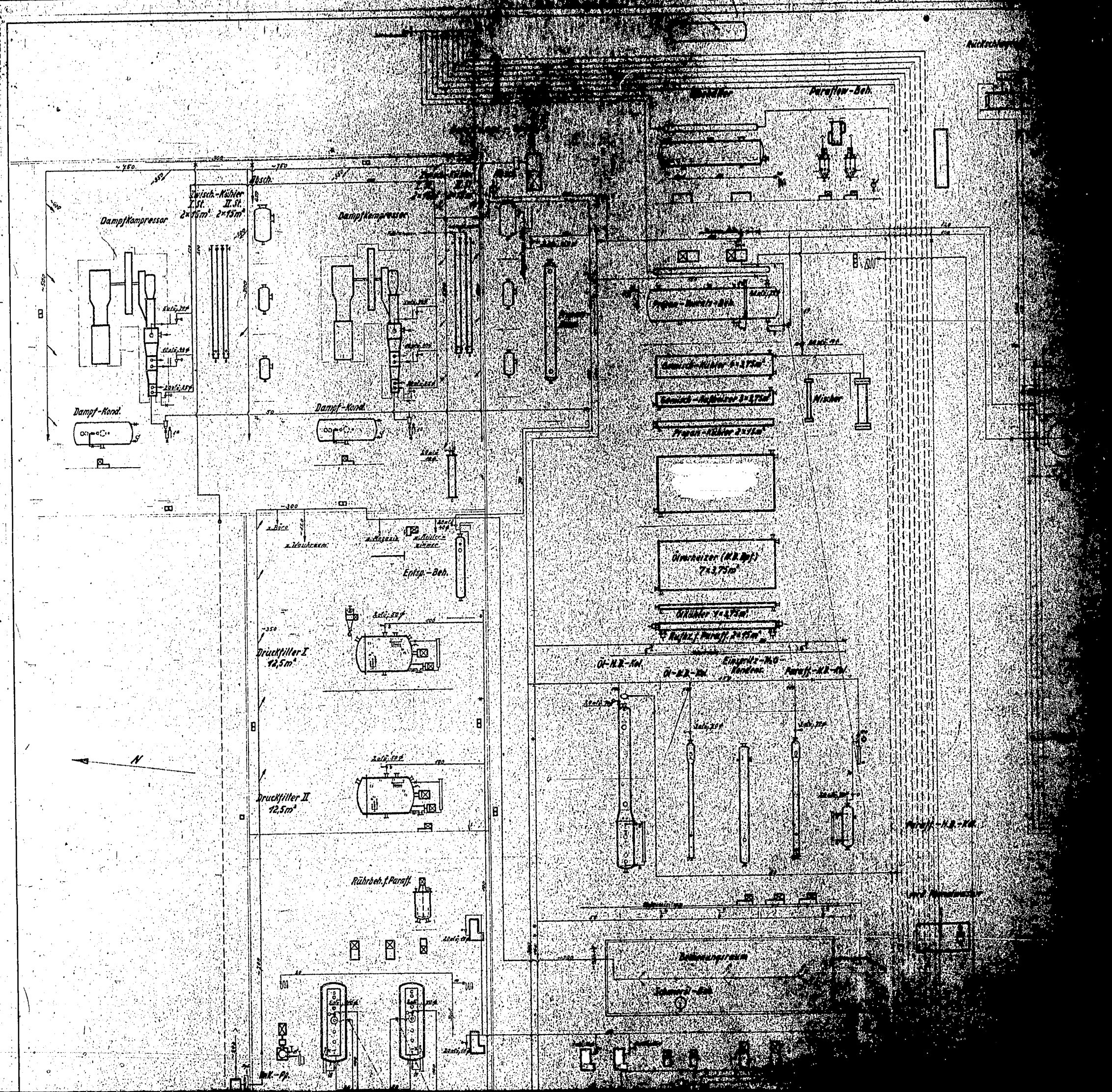
POOR COPY

27

Plan: Papier-Schneiderei

Streu der Schneidmaschinen

1922





Druckfilter II
12,5m²

Rührbeh. f. Paraff.

Filterat I

Filterat II

Belüftungs-Gedläse

Stop-Beh.

Kalt-Lösg.

Kühler

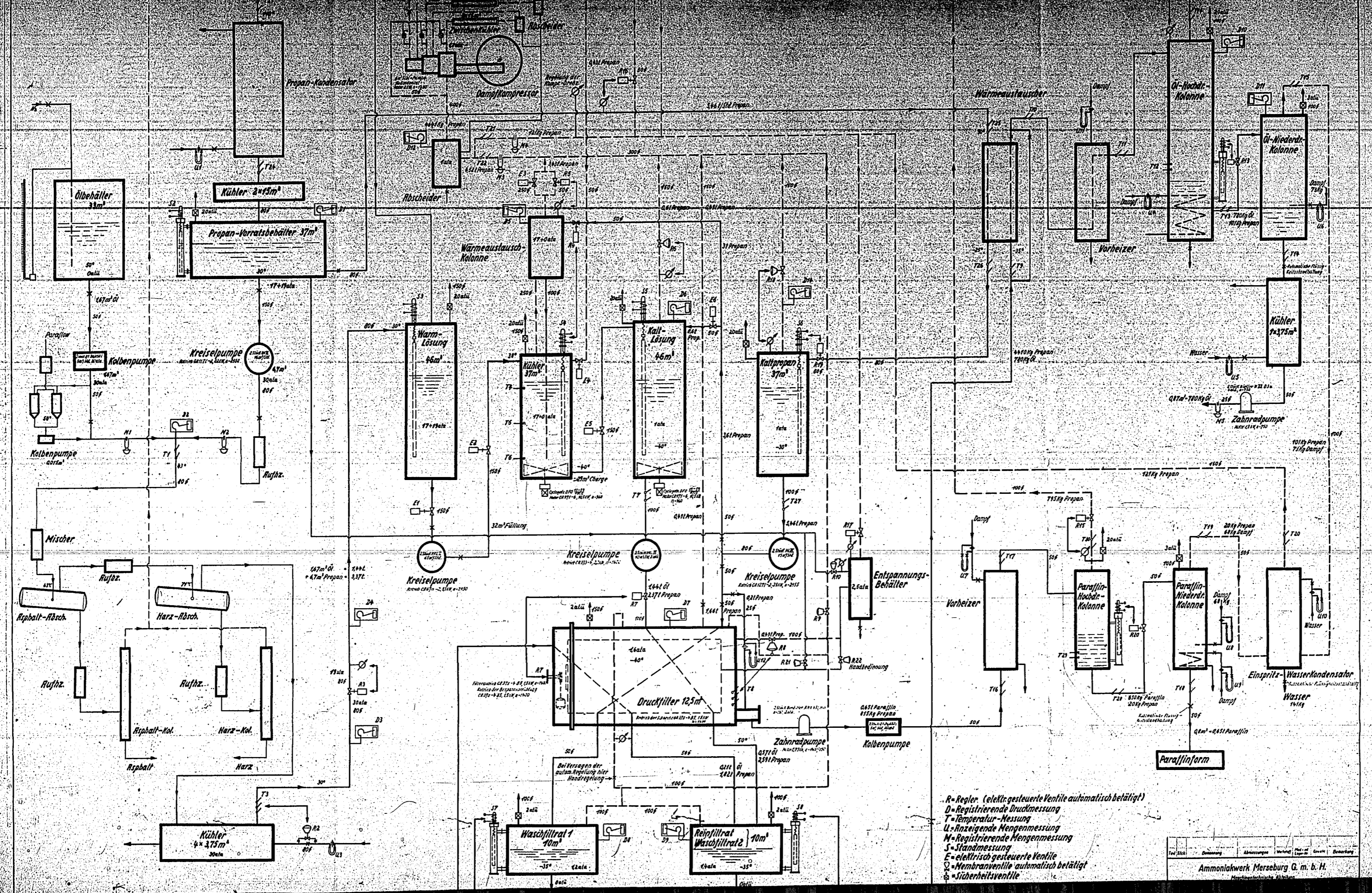
Warm-Lösg.

Kalt-Propan

Feuerschutzwand

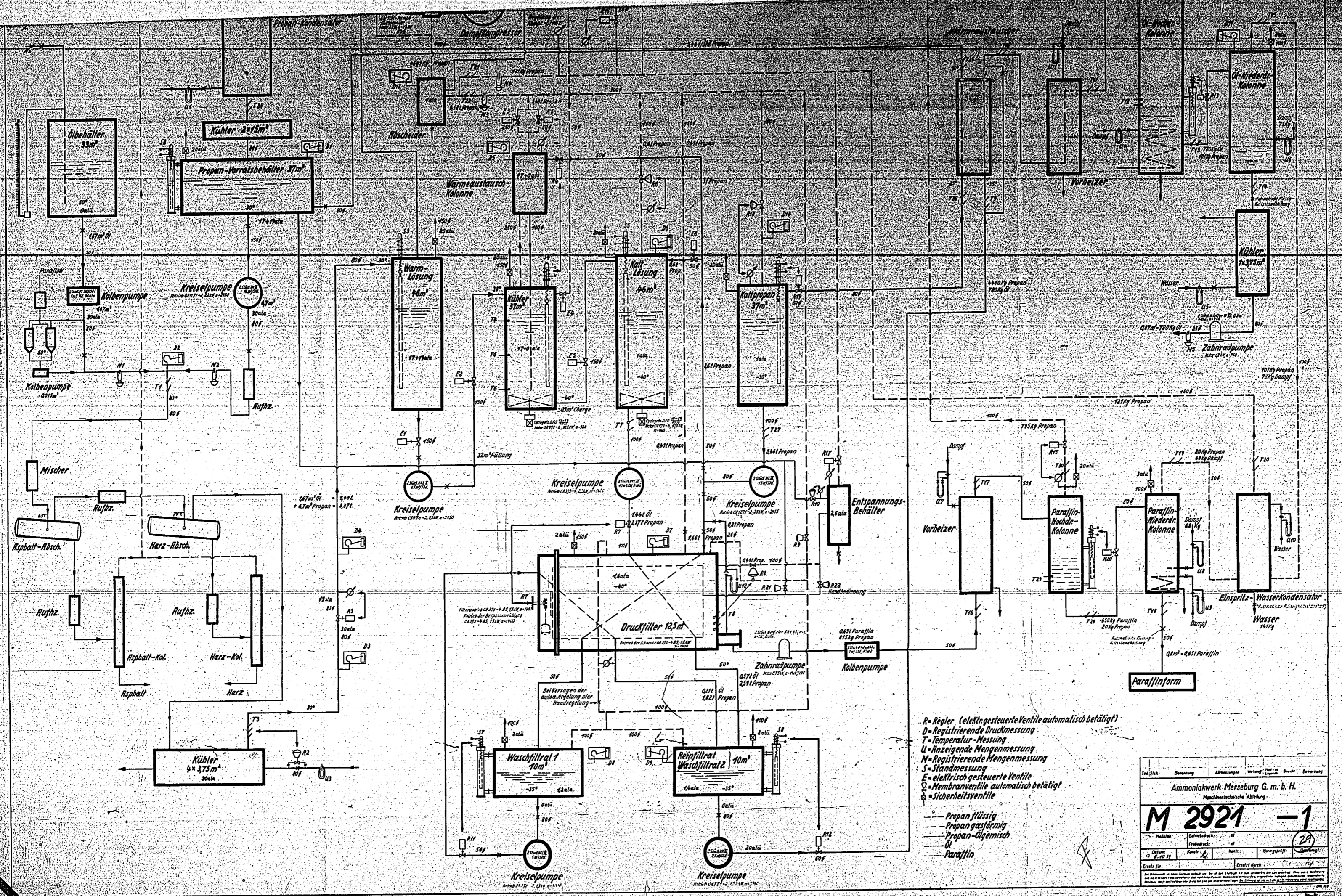
- Zündgasleitg. _____
- Berieselungsleitg. _____
- Hy-Gas _____
- Entspannungsleitg. _____
- f. Propan flüssig _____
- Entspannungsleitg. _____
- f. Prop. gasförmig _____
- Schaumlöschleitg. _____
- Dpf.-Löschleitg. _____
- Belüftungsleitg. _____
- Leitg. unter Flur _____
- Schiebergestänge _____
- Hydrant _____
- Handlöschgerät _____

M	2834 a -1	28	Ammoniakwerk Merseburg, G. m. b. H.		
			Maschinenfabrikische Abteilung		
Zeichn. Nr.	11110	Blatt Nr.	1	Blattanzahl	2
Verf. Nr.		Verf. Datum		Verf. Ort	
Proj. Nr.		Proj. Datum		Proj. Ort	
Abt. Nr.		Abt. Datum		Abt. Ort	
Gr. Nr.		Gr. Datum		Gr. Ort	
Gr. Datum		Gr. Ort		Gr. Unters.	
Gr. Unters.		Gr. Unters.		Gr. Unters.	



R = Regler (elektrisch gesteuerte Ventile automatisch betätigt)
 D = Registrierende Druckmessung
 T = Temperatur-Messung
 U = Anzeigende Mengenmessung
 M = Registrierende Mengenmessung
 S = Standmessung
 E = elektrisch gesteuerte Ventile
 M = Membranventile automatisch betätigt
 S = Sicherheitsventile

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.



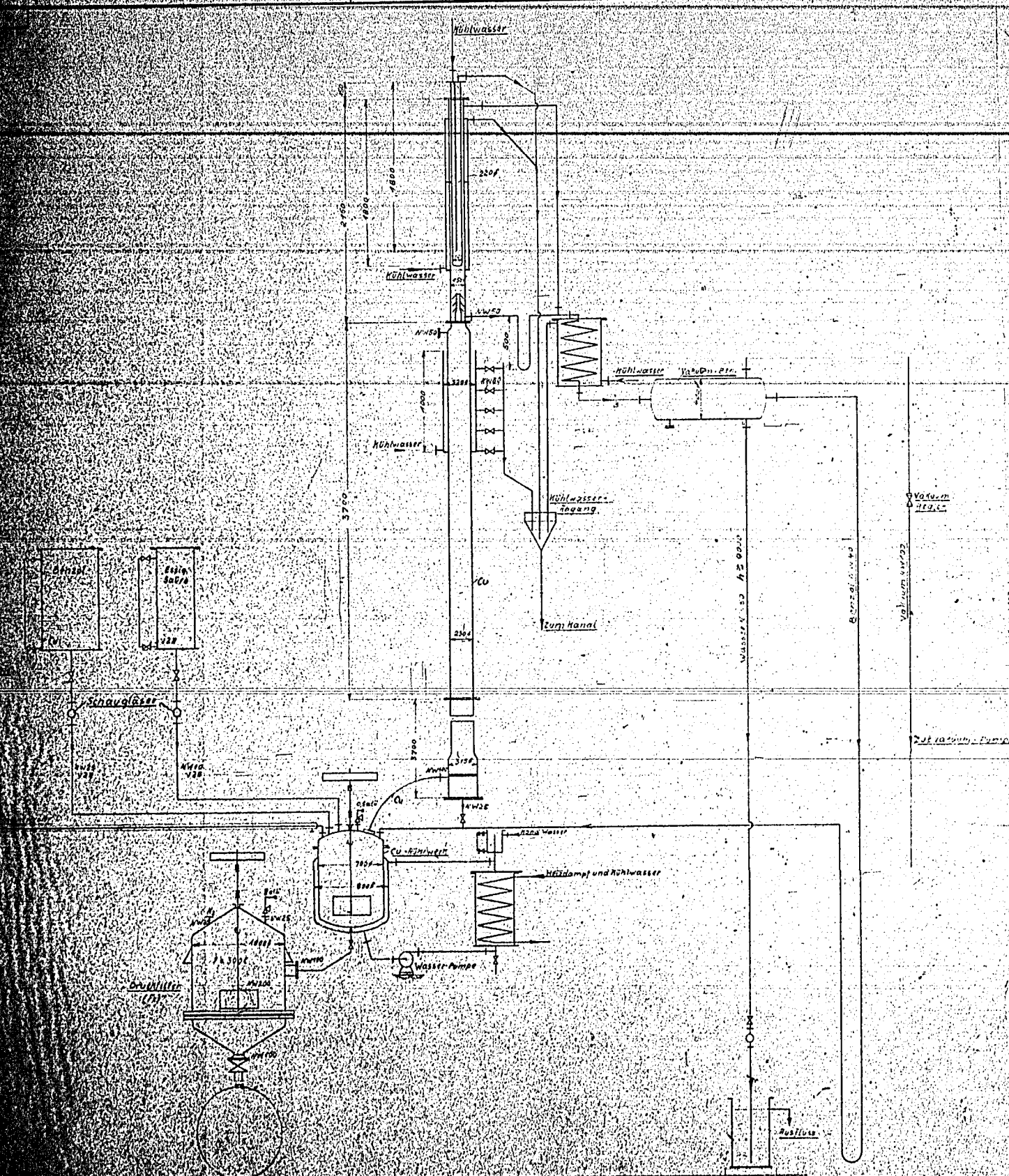
R = Regler (elektr. gesteuerte Ventile automatisch betätigt)
 D = Registrierende Druckmessung
 T = Temperatur-Messung
 U = Messende Mengenmessung
 M = Registrierende Mengenmessung
 S = Standmessung
 E = Elektrisch gesteuerte Ventile
 Q = Membranventile automatisch betätigt
 S = Sicherheitsventile

— Propan flüssig
 - - - Propan gasförmig
 --- Propan-Ölgemisch
 ... Paraffin

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.	
Maschinenbauische Abteilung	
M 2921 - 1	
Proj. Nr.	2921
Gezeichnet	...
Prüft	...
Datum	...
Erstellt für	...
Erstellt durch	...

Metall Schema der Entparaffinierung mit Entschalierung

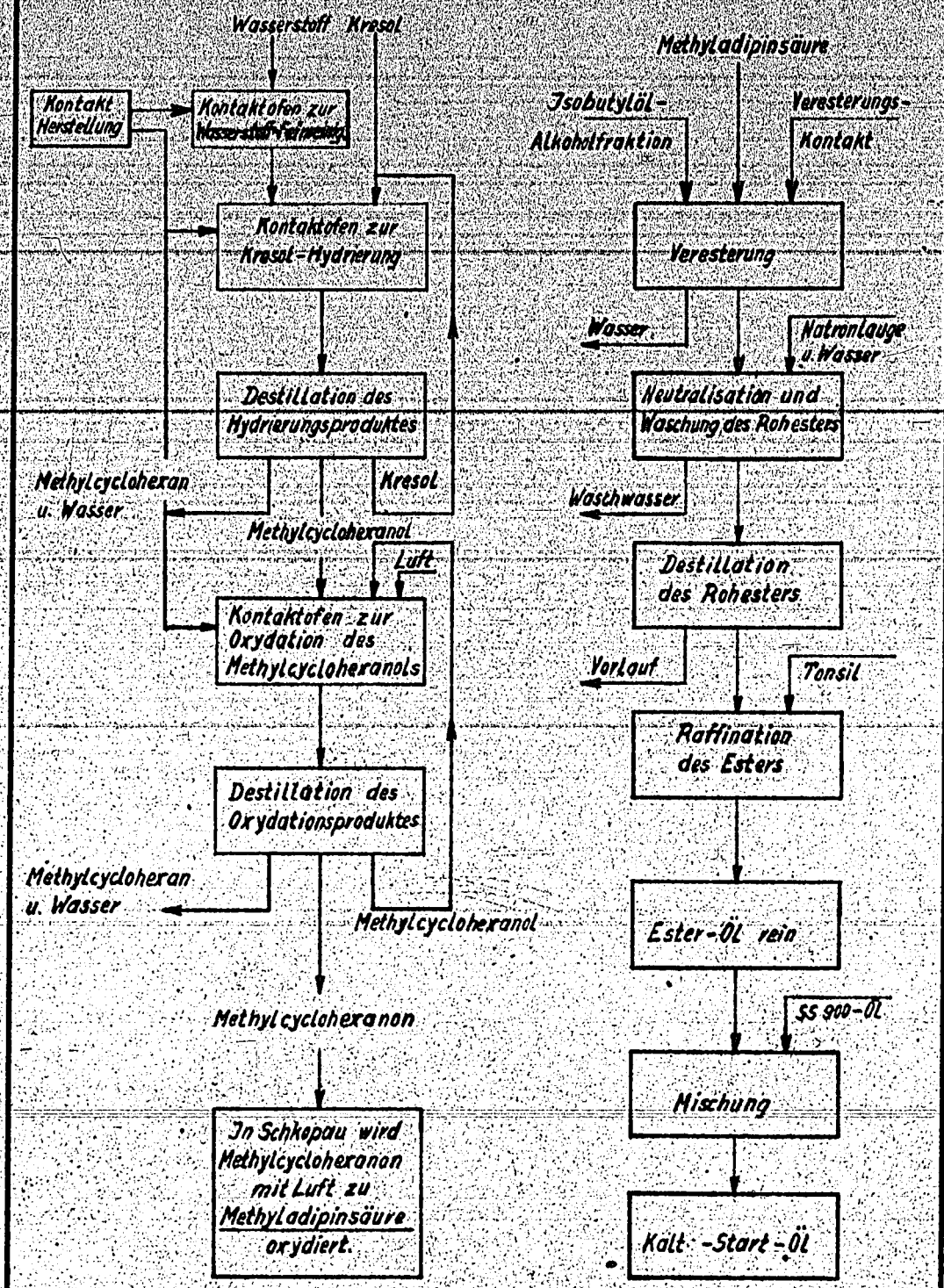
30034



Teil	Bezeichnung	Abmessungen	Verfahren	Standort	Dauerhaftigkeit
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.					
Pflanzbautechnische Abteilung					
M 5822		-2			
Maßstab	1:20	Blattnummer	30		
Datum	20. 10. 1937	Gezeichnet	Geprüft	Freigegeben	Genehmigt
<small>Die Abmessungen dieser Zeichnung sind verbindlich. Die Ausführung ist nach dieser Zeichnung zu erfolgen. Die Ausführung ist nach dieser Zeichnung zu erfolgen. Die Ausführung ist nach dieser Zeichnung zu erfolgen.</small>					
Karl					

POOR COPY
30

30035



Schema zur Herstellung des Ester- u. des Kalt-Start-Öles.

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H. 0 / 1117 (3)

4.8.1941. 0101 / 1117

Anwe
(zu

Die
Anl
Inge
berg
werd
Geme
word
lage
Da n
Tank
glau
den
tank
die
Die
kann
Schk
Krup
der
lass
sich
10 l
und
Lava
mann
mach
Sepa
Die
hola
Este
klei
Dest
und
und
Este
180
offe
dies
trüg
halt

Leuna Werke, den 14.11.41
Dr. Löw./C. 30036

zum 4. zum

32

Aktennotiz

Das Esteröl

Anwesend: Herr Dr. Zorn
(zu versch. Zeiten) " Dr. Korn
" Dr. Metzger
Frl. Dr. Rössig
Herr Dr. Kögler
" Dr. Wolf
" Dr. Löwenberg.

Die E-Ölanlage in Schkopau.

Anlässlich einer Besprechung in Schkopau zwischen den dortigen Ingenieuren und Herrn Dr. Korn, Herrn Dr. Wolf und Herrn Dr. Löwenberg sind einige Fragen aufgetreten, die wie folgt beantwortet werden können:

Gemeinsam mit Herrn Dr. Zorn und Herrn Dr. Metzger ist abgesprochen worden, daß der alkalische Ester ohne weiteres in Eisentanks gelagert, durch Eisenrohre, von Eisenpumpen gedrückt werden kann. Da neuerdings Schwierigkeiten in der Beschaffung von Aluminium-Tanks auftreten und Schkopau diese aus V17A vorgeschlagen hat, glauben die Leunaer Sachbearbeiter es verantworten zu können, den getropften Ester sowohl vor, als nach der Reinigung in Eisentanks zu lagern. Auch das Rohrmaterial sowohl als auch die Pumpen, die aus Silumin hergestellt werden sollen, können aus Eisen sein. Die Filterpresse aus Silumin anzufertigen ist nicht nötig, dieses kann ohne weiteres durch Eisen ersetzt werden.

Schkopau hat sich ein Angebot auf Separatoren von der Firma Fr. Krupp, der Fa. Westfalia (Ramesohl u. Schmidt, Oelde) sowie von der Fa. Astra-Werke, Alfa-Laval, Bergedorfer Eisenwerke kommen lassen. Der Gesamtpreis für einen Separator 3000 ltr./Std. stellt sich bei der Firma Krupp auf 4 285 RM, bei der Fa. Westfalia auf 10 130 RM und bei der Fa. Astra-Werke auf 13 658 RM. Herr Dr. Zorn und Herr Dr. Metzger sind der Meinung, daß sich Schkopau die Alfa-Laval-Zentrifuge trotz höheren Preises zulegen möge. Herr Dr. Hoffmann hat gerade mit diesen Zentrifugen sehr gute Erfahrungen gemacht, sodaß im weiteren Ausbau der SS-Schmierölanlage diese Separatoren wieder vorgesehen werden.

Die Toppung des E-Öles zur Abtreibung von nichtumsetzbaren Alkoholanteilen und zur Einstellung des Flammpunktes wird in der Esteranlage in Leuna durch diskontinuierliche, dagegen in der kleinen Versuchsanlage in Me 125 durch eine kontinuierliche Destillation durchgeführt. Das Produkt wird auf 180° vorgeheizt und in einer kleinen Maschigkolonne kontinuierlich in Destillat und Ester getrennt. Herr Dr. Metzger hat auf diese Weise dem Ester Nr. 515, der aus Adipinsäure mit Leuna-Alkohol der Fraktion 180 bis 300° dargestellt worden ist, einen Flammpunkt von 190° (im offenen Tiegel) geben können. Nach Ansicht von Herrn Dr. Zorn, ist dieser Flammpunkt jedoch zu niedrig, aus dem Ester mußten nachträglich noch ca. 10% abgetropft werden, um einen Flammpunkt zu erhalten, der zwischen 200-230° liegt, wobei es wünschenswert ist,

POOR
COPY

32

den F
ist i
druck
auf H
bauen
suche

Bei d
wird
ein S
stell
Deswe
einem
Kompo
Hochd
arbeit

Wir ha
Destil
Ähnlic
dieser
sorisc
Bespre
ser To
Reakti
de Sie
Ordnun
auch v
dichte
Frl. Dr
zwich
kontin

Von So
In sei
hat au

Das Es

Nach A
tersäu
0,15 b
weise
Sticks
ist un
esteru
noch z
adipin
Sticks
größer
verwand
für di
schon v
gestel
180 -
von 0,
Esters
nisse v
esteru

den Flammpunkt möglichst hoch einzustellen. Diese Destillation jedoch ist in der Dr. Metzger zur Verfügung stehenden Destillationsanlage nicht mehr durchzuführen, weil die Abtreibung des Esters mit Hochdruckdampf vorgenommen wird. Es ist beabsichtigt, die Destillation auf Höchstdruckdampf, der entsprechend gedrosselt werden müßte, umzubauen, der ja schon bis in die Nähe von Me 125, der Karbonsäureversuche wegen, geführt ist.

Bei der Verwendung von Methyladipinsäure an Stelle der Adipinsäure wird die Destillation außerdem erschwert, da die Methyladipinsäure ein Säuregemisch auch von niederen molekularen Dicarbonsäuren darstellt, und daher nach der Veresterung Zwischenfraktionen auftreten. Deswegen muß die Abtreibung der niedrigsiedenden Anteile noch mit einem gewissen Rücklauf durchgeführt werden. Ein Esteröl, das als Komponente die Methyladipinsäure besitzt, ist bisher in der mit Hochdruckdampf beheizten kontinuierlichen Apparatur noch nicht verarbeitet worden.

Wir hatten bei der Aufstellung der E-Öl-Anlage für Schkopau zur Destillation dieses Esters ein Aggregat vorgesehen, das gewisse Ähnlichkeiten mit einer Weckerdestillation aufweist. Schkopau hat diesen Vorschlag nicht weiter entwickelt, sondern uns eine provisorische Zeichnung mit der Bitte um Stellungnahme zurückgegeben. Eine Besprechung mit Herrn OI. Keinke ergab folgendes: Zur Berechnung dieser Toppanlage ist es nötig, das nach der Veresterung vorliegende Reaktionsgemisch sorgfältig zu destillieren und in die aufzustellende Siedekurve den Punkt zu markieren, von dem ab der Flammpunkt in Ordnung ist. Weiter müßte von der Fraktion bis zu diesem Punkt als auch von der nach diesem Punkt bis zum Destillationsende die Dampfdichten nach Victor Meyer bestimmt werden. Diese Unterlagen wird uns Frl. Dr. Rössig beschaffen. Auf Grund der gewonnenen Daten soll zwischen den Beteiligten und Herrn OI. Keinke die Fragen nach der kontinuierlichen Töpfung des Esters nochmals zur Sprache kommen.

Von Schkopau ist weiterhin nach dem Dichtungsmaterial gefragt worden. In seiner Versuchsanlage hat Herr Dr. Metzger Klinerit eingesetzt und hat auch mit Europil günstige Ergebnisse erzielt.

Das Esteröl aus Methyladipinsäure nach dem Salpetersäureverfahren.

Nach Ansicht von Herrn Dr. Kögler hat die aus o-, m-, p-Anol und Salpetersäure hergestellte Methyladipinsäure einen Stickstoffgehalt von 0,15 bis 0,2%. Zur Darstellung des Adipols hat Dr. Kögler versuchsweise aus obigem Säuregemisch den Methyl ester dargestellt und einen Stickstoffbetrag von 0,01 - 0,02% darin gefunden. Dieser Prozentsatz ist ungefähr der, den auch die reine Adipinsäure aufweist. (Bei Veresterung dieser reinen Säure geht natürlich der Stickstoffgehalt noch zurück.) Herr Dr. Kögler ist jedoch der Meinung, daß das Methyladipinsäuregemisch nach Veresterung mit Methanol obigen geringen Stickstoffgehalt aufweist, bei Verwendung eines Alkoholgemisches mit noch größerem Molekulargewicht, wie dieses ja zur Darstellung des E-Öls verwandt wird, letzteres noch günstigeren N₂-Gehalt haben und daher für diesen Zweck unbedingt brauchbar sein müßte. Frl. Dr. Rössig hat schon vor längerer Zeit aus dem nach dem Salpetersäureverfahren hergestellten Methyladipinsäuregemisch mit der Leuna-Alkoholfraktion 180 - 300° Veresterungen durchgeführt und darin Stickstoffbeträge von 0,2 bis sogar 0,4% festgestellt, die für eine Verwendung des Esters als Kalt-Start-Öl untragbar sind. Zur Nachprüfung dieser Ergebnisse wird Frl. Dr. Rössig diese Methyladipinsäure nochmals der Veresterung unterziehen und Stickstoffanalysen durchführen lassen. Mit

Herrn
sprech
brauch
die in
währen
abrede
zustel

Es sin
tion d

Das Es

Das gl
zur Da
worden
oxydie
V2A-B1
der Le
esteru
verlie
bracht
normal
sionsb
liche
neutra
bei st
leicht
nachsä
Säureb
Kalk d
gungsp
(Vergl
0,02.)
Motor
doch m
wird, d
den Me
den Zus
die Her

Herr Dr
geliefe
Produkt
befried
ein o-
Die gün
70 und
werden.
tionste
die gün
färbt,

Da nun
noch ni
methyls
Ester e

Herr Dr
in der
Dr. Wolf

POOR
COPY

32

P
C

Herrn Dr. Kögler sind auch die Stickstoffmethoden zur Bestimmung besprochen worden. Er ist der Ansicht, daß die Methode nach Kjeldahl brauchbare Werte ergibt, daß auch eine Bestimmung nach Thorneulen, die in Ludwigshafen vorgenommen wird, richtige Analysen liefert, während die Methode nach Dumas stets versagt hätte. Es ist auch verabredet worden, den Aschegehalt der Methyladipinsäure einmal festzustellen.

Es sind bei Herrn Dr. Kögler Versuche im Gange durch Umkristallisation das Methyladipinsäuregemisch weiter zu reinigen.

Das Esteröl aus Methyladipinsäure nach dem Luftoxydationsverfahren.

Das gleiche o-, m-, p-Cyclohexanolgemisch, das von Herrn Dr. Kögler zur Darstellung der Methyladipinsäure mit Salpetersäure verwandt worden ist, hat Herr Dr. Wolf dehydriert und anschließend mit Luft oxydiert. Das Rohgemisch ist in Me 125 diskontinuierlich in einer V2A-Blase von seinen niedrigsiedenden Anteilen befreit worden. Mit der Leuna-Alkoholfraktion 180-3000 hat hierauf Frl. Dr. Rössig Veresterungen durchgeführt, wobei die Aufarbeitung durchaus befriedigend verlief. Ein größerer Ansatz in der Versuchsanlage von Dr. Metzger brachte jedoch erhebliche Schwierigkeiten. Wohl ist die Veresterung normal verlaufen, jedoch trat bei der Laugewäsche eine starke Emulsionsbildung ein. Während bei der üblichen Aufbereitung des alkoholischen Rohgemisches nach zweimaligem Waschen mit Wasser der Ester neutral ist, mußte hier 6 und 8 mal mit Wasser gewaschen werden. Dabei stieg nun die Säurezahl wieder. Im Estergemisch muß also ein leichthydrolysierbares Natriumsalz vorliegen, das beim Nachwaschen nachsäuert. Die Säurezahl lag bei ca. 1,0 mg KOH/1 g. Um diesen Säurebetrag zu beseitigen, wurde bei der Raffination versucht mit Kalk die Säure zu neutralisieren. Leider trat nun bei diesem Reinigungsprozeß im Ester ein Aschegehalt von 0,2 g bei 100 g Ester auf. (Vergleichsweise ist der Aschegehalt der reinen Adipinsäure 0,01 - 0,02.) Dieser hohe Aschegehalt macht die Verwendung des Esters im Motor unmöglich. Von Herrn Dr. Zorn ist deshalb vorgeschlagen worden, doch mit Dimethylsulfat, das in geringen Mengen dem Ester zugesetzt wird, das Calcium in Form des Sulfates unter Bildung des entsprechenden Methylesters herauszunehmen. Wie weit eine Nachbehandlung durch den Zusatz von Dimethylsulfat nötig wird, ergeben erst die Versuche, die Herr Dr. Metzger gemeinsam mit Frl. Dr. Rössig durchführt.

Herr Dr. Wolf ist der Ansicht, daß das von ihm nach Me 127 bzw. 125 gelieferte Methyladipinsäuregemisch bei weitem noch kein Standardprodukt darstellt, da die Oxydation durch ungünstige Umstände wenig befriedigend verlaufen sei. Er ist prinzipiell der Ansicht, daß man ein o-, m-, p-Cyclohexanolgemisch gemeinsam nicht oxydieren soll. Die günstigsten Oxydationstemperaturen liegen beim o-Produkt zwischen 70 und 75°, während bei m-p-Produkt zum optimalen Umsatz 85° benötigt werden. Die Verwendung eines o-m-p-Gemisches zwingt dazu, eine Reaktionstemperatur zu wählen, die für die beiden Hauptkomponenten nicht die günstigste sein kann. Das Oxydationsprodukt ist zudem dunkler gefärbt, die Reaktion im günstigsten Falle nur bis zu 85% durchführbar.

Da nun ein Ester aus Methyladipinsäure als Kalt-Start-Öl im Motor noch nicht gelaufen ist, ist Herr Dr. Zorn der Ansicht, den mit Dimethylsulfat und Nachbehandlung über o-, m-, p-Cyclohexanol gewonnene Ester einmal zu erproben.

Herr Dr. Sundhoff wird in Bilde sowohl o-, als auch m-, p-Kresol, das in der Phenolzerlegung getrennt wurde, hydrieren und dieses Herr Dr. Wolf zur Oxydation zur Verfügung stellen. Die entsprechenden

Methyl
soll
ger in
hin ur
weder
werden

Von He
Leuna-
als Kä
gedach
und di
Trimet
180-30

Es ist
Methyl
Konkur
Säuren
m-, p-
beitun
neutra
bei de
verlus
die no
tes.

Für da
mit Lu
vor al
gering
außerd
Es ist
und de
versuch
te jed
mische
das Sa
auftre

Die Kl
in Schl
Methyl
meinsar
wendun
seiner
ner Pla

φ Herrn
"
"
"
Frl.
Herrn

POOR
COPY

32

P
C

Methyladipinsäuregemische, die nun die Standard-Typen darstellen sollen, werden von Frl. Dr. Rössig im Kleinversuch, von Herrn Dr. Metzger im halbertechnischen Maßstab verestert, auf ihre Aufbereitung hin und auf ihren Säure- und Aschegehalt untersucht und sollen entweder getrennt oder vereinigt auf dem Prüfstand im Motor gefahren werden.

Von Herrn Dr. Zorn ist mitgeteilt worden, daß der Methyladipinsäure-Leuna-Ester, der zu 25 T mit 75 T SS 903 verschnitten werden soll als Kälte-Start-Öl noch nicht allen Ansprüchen genügt. Es ist daran gedacht, nur 20 T des obigen Esters in das SS 903 mit hineinzunehmen und die restlichen 5% durch einen Ester zu ersetzen, der sich aus Trimethyloläthan (P₃) und Leuna-Carbonsäure aus der Alkoholfraktion 180-300° zusammensetzt.

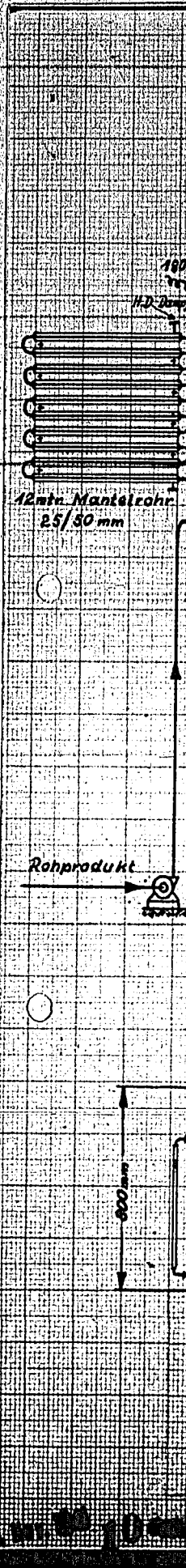
Es ist wichtig, möglichst bald eine Entscheidung zu treffen, ob das Methyladipinsäuregemisch nach dem Salpetersäureverfahren noch als Konkurrent auftreten kann. Für die Verwendung des Esters aus diesen Säuren sprechen vor allem die Tatsachen, daß die Oxydation des o-, m-, p-Gemisches möglich wäre; daß die Veresterung sowie die Aufarbeitung durchaus normal verlaufen, daß ein Nachsäuern des einmal neutralisierten Rohproduktes nicht eintritt. Dagegen sprechen, daß bei der Oxydation, vor allem aus dem o-Anolenteil, durch Substanzverlust Adipinsäure und niedere Säuren erhalten werden, zum anderen die noch ungeklärten Fragen nach dem Stickstoffgehalt des Endproduktes.

Für das Oxydationsprodukt aus dem Anongemisch, das durch Verblasen mit Luft erhalten wird, spricht die Tatsache, daß bei der Oxydation vor allem des o-Anteiles die Verluste durch Abbau verhältnismäßig gering sind und o-Methyladipinsäure als Hauptprodukt auftritt, daß außerdem die Fragen nach dem Stickstoffgehalt gegenstandslos ist. Es ist anzunehmen, daß nach der Trennung in o- bzw. m-, p-Anole und deren Oxydation die Nachteile, die bei Herrn Dr. Metzger im Großversuch auftraten, sich verringern, womöglich beseitigt sind. Sollte jedoch durch eine besondere Behandlung der Methyladipinsäuregemische z.B. eine Umkristallisation notwendig werden, so könnte evtl. das Salpetersäureprodukt nach dessen Umkristallisation als Bewerber auftreten.

Die Klärung dieser Fragen ist vor allem deshalb wichtig, weil Leuna in Schkopau eine Anlage in Höhe von 200 moto zur Herstellung von Methyladipinsäure für das E-Öl nach dem Luftoxydationsverfahren gemeinsam mit den dortigen Sachbearbeitern errichtet. Durch die Verwendung des P₃-Esters tritt außerdem die Frage auf, ob Leuna in seiner Anlage die Darstellung übernehmen oder Schkopau diese in seiner Planung mit einbeziehen soll.

- φ Herrn Dr. Giesen
 " Dr. Zorn
 " Dr. Hanisch / Dr. Zorn
 " Dr. Metzger
 Frl. Dr. Rössig
 Herrn Dr. Löwenberg

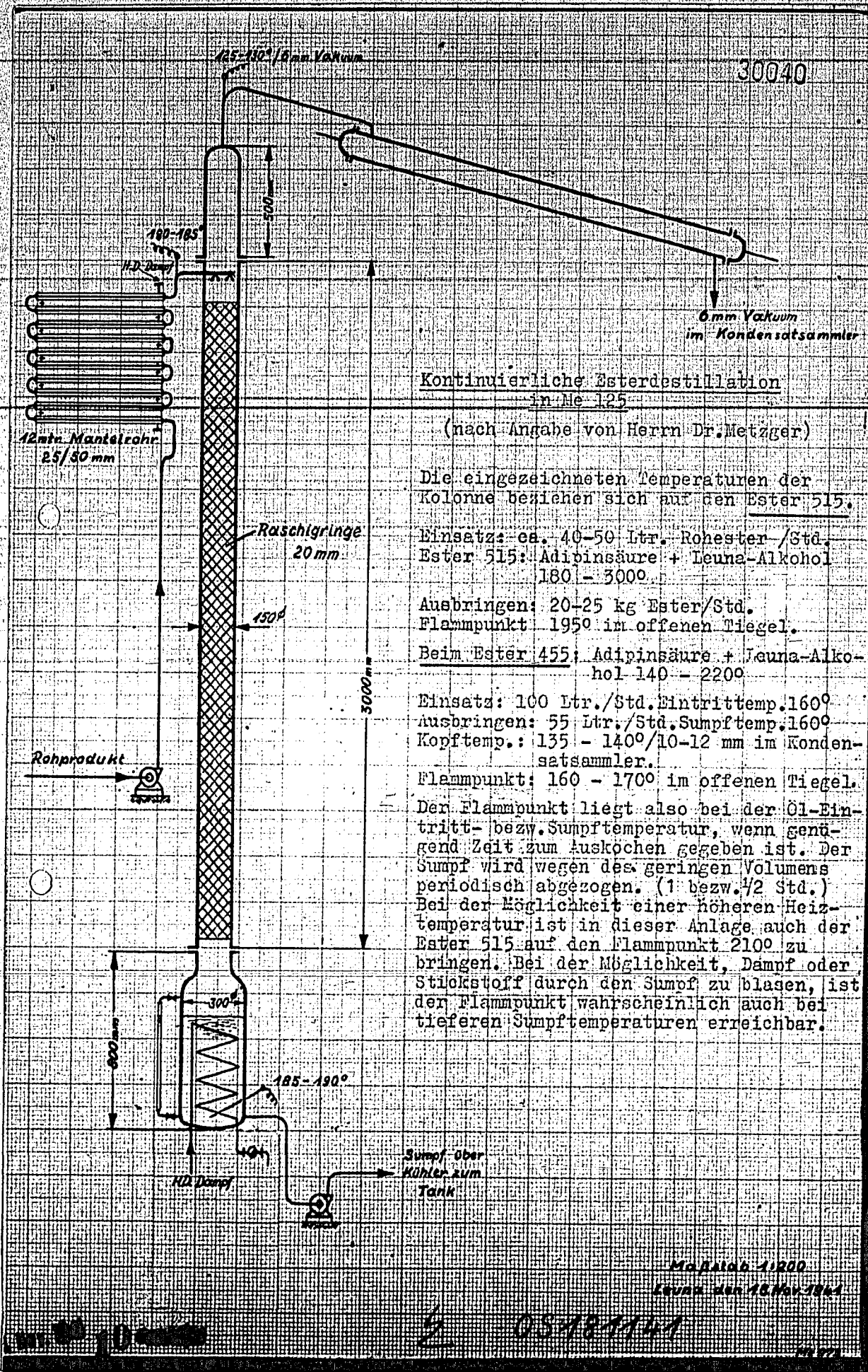
Handwritten signature



POOR
COPY

32

P
C



Kontinuierliche Esterdestillation
in Me 125

(nach Angabe von Herrn Dr. Metzger)

Die eingezeichneten Temperaturen der Kolonne beziehen sich auf den Ester 515.

Einsetzung: ca. 40-50 Ltr. Rohester/Std.
Ester 515: Adipinsäure + Leuna-Alkohol
180 - 3000

Ausbringen: 20-25 kg Ester/Std.
Flammpunkt: 1950 im offenen Tiegel.

Beim Ester 455: Adipinsäure + Leuna-Alkohol
140 - 2200

Einsetzung: 100 Ltr./Std. Eintritttemp. 160°
Ausbringen: 55 Ltr./Std. Sumpftemp. 160°
Kopftemp.: 135 - 140°/10-12 mm im Kondensatsammler.

Flammpunkt: 160 - 170° im offenen Tiegel.

Der Flammpunkt liegt also bei der Öl-Eintritts- bzw. Sumpftemperatur, wenn genügend Zeit zum Auskochen gegeben ist. Der Sumpf wird wegen des geringen Volumens periodisch abgezogen. (1 bzw. 1/2 Std.)

Bei der Möglichkeit einer höheren Heiztemperatur ist in dieser Anlage auch der Ester 515 auf den Flammpunkt 2100 zu bringen. Bei der Möglichkeit, Dampf oder Stickstoff durch den Sumpf zu blasen, ist der Flammpunkt wahrscheinlich auch bei tieferen Sumpftemperaturen erreichbar.

Ma 1120
Leuna, den 18. Nov. 1961

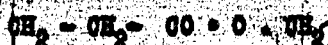
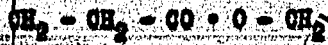
Ammoniakwerk
G.M.B.H.
F - Ölversuch

- Die K
- Misch
- ohne
- 515
- schl
- 1st v
- 1). v
- 2). A
- 3). A
- 4). A
- 5). v
- 6). S

Adipinsäure

Herstellung von synthetischem Schneidöl S 1.

Das synthetische Schneidöl S 1 ist eine Mischung zweier Ester:



Die Mischung soll eine Viskosität von $8,5 - 9 \text{ } ^\circ\text{E}_{20}$ aufweisen, was einem Mischungsverhältnis von ca. 35 % E 623 und 65 % E 515 entspricht. Es ist ohne weiteres möglich, durch Änderung des Mischungsverhältnisses Schneidöle höherer Viskosität zu gewinnen, falls dies sich als notwendig erweisen sollte.

Der Vorgang, beide Ester getrennt herzustellen und dann zu mischen, ist verfahrensmäßig sehr unstattdlich. Er macht viele Stufen notwendig:

- 1). Veresterung von Alkohol 180 - Ende mit überschüssiger Adipinsäure,
- 2). Abkühlen, Ankristallisieren und Abtrennen der nicht umgesetzten Säure,
- 3). Alkalisches Waschen des Rohesters 1 zur Trennung des alkal unlöslichen Neutralesters E 515, der anschließend alkalifrei gewaschen, andestilliert und geschüttet wird,
- 4). Ansäuern der in 3) erhaltenen Waschlauge zur Ausfällung des sauren Esters, der durch Wasser frei von Mineralsäure gewaschen werden muß,
- 5). Veresterung des in 4) gewonnenen sauren Esters mit Pentaglykol unter Verwendung eines künstlichen Wasserträgers,
- 6). Säurefrei- und anschließend Alkalifreiwaschen des in 5) erhaltenen Esters E 623, was infolge der hohen Viskosität des Esters sehr schwer, zeitraubend und verlustreich ist, (dabei fällt etwas saurer Ester an, der in 5) wieder eingesetzt wird.)

7). Abdestillieren des Lösungsmittels und Schönen,

8). Vermischen der beiden Ester.

Technisch bequemer, verlustfreier ist ein anderer Weg, der zwar im kleintechnischen Massstab noch nicht erprobt, aber im Labor von Frl. Dr. Rössig an vielen Beispielen gangbar erwiesen wurde. Er ist aus beiliegendem Schema zu ersehen, und setzt sich aus folgenden Stufen zusammen.

- 1). Veresterung von Alkohol 180 - Ende mit überschüssiger Adipinsäure,
- 2). Abkühlen, Auskristallisieren und Abtrennen der nicht umgesetzten Säure, die in 1) wieder eingesetzt wird,
- 3). Verestern des in 2) erhaltenen Estergemisches mit Pentaglykol, das in Lösung mit Jaobutyron verwendet werden kann,
- 4). Säurefrei- und anschließend Alkalifreiwaschen des in 3) erhaltenen Estergemisches, das durch den nicht umgesetzten Alkohol verdünnt und außerdem niedriger viskos ist wie der Ester B 623, (auch hierbei fällt etwas saurer Ester an, der in 3) wieder eingesetzt werden kann.)
- 5). Abdestillieren des Alkohols und Schönen des fertigen Öles.

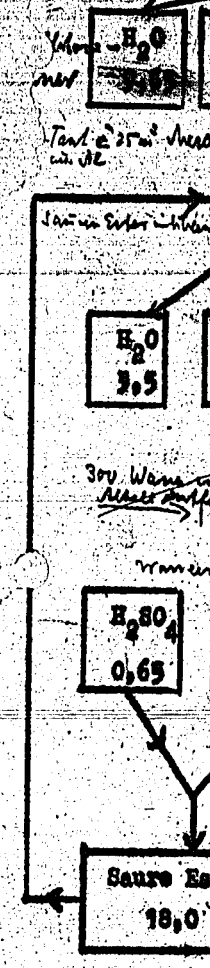
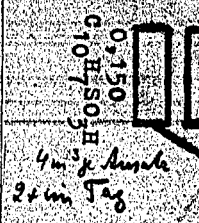
Die Viskosität des fertigen Öles hat man durch die Wahl des Verhältnisses von Alkohol zu Adipinsäure in 1) in der Hand, wie Tabelle 1 zeigt:

Alkohol : Adipinsäure	η_{20}	η_{50}
2,33 : 1	9,2 °E	
" " = 1,92 : 1	" = 11,7 "	
" " = 1,4 : 1	" = 13,0 "	

Aus dem Schema sind die Mengenverhältnisse für ein Öl der Viskosität 8,5-9 °E zu entnehmen.

Imhof

Im Jahr 3000 Jahre Fette in der Industrie, besonders, Techt alle Fett
 an Industrie zu liefern, 2000 durch Ammoniaköl, 1500 Jahre sind
 heute nur verschoben. RWA = 25 Menge, wegen 500 t
 Preis im wesentlichen, im wesentlichen Bereich der Apparatur für 3500 Jahre vorher
 + diese Bereiche zu erhalten, das 2000 für Feinöl.



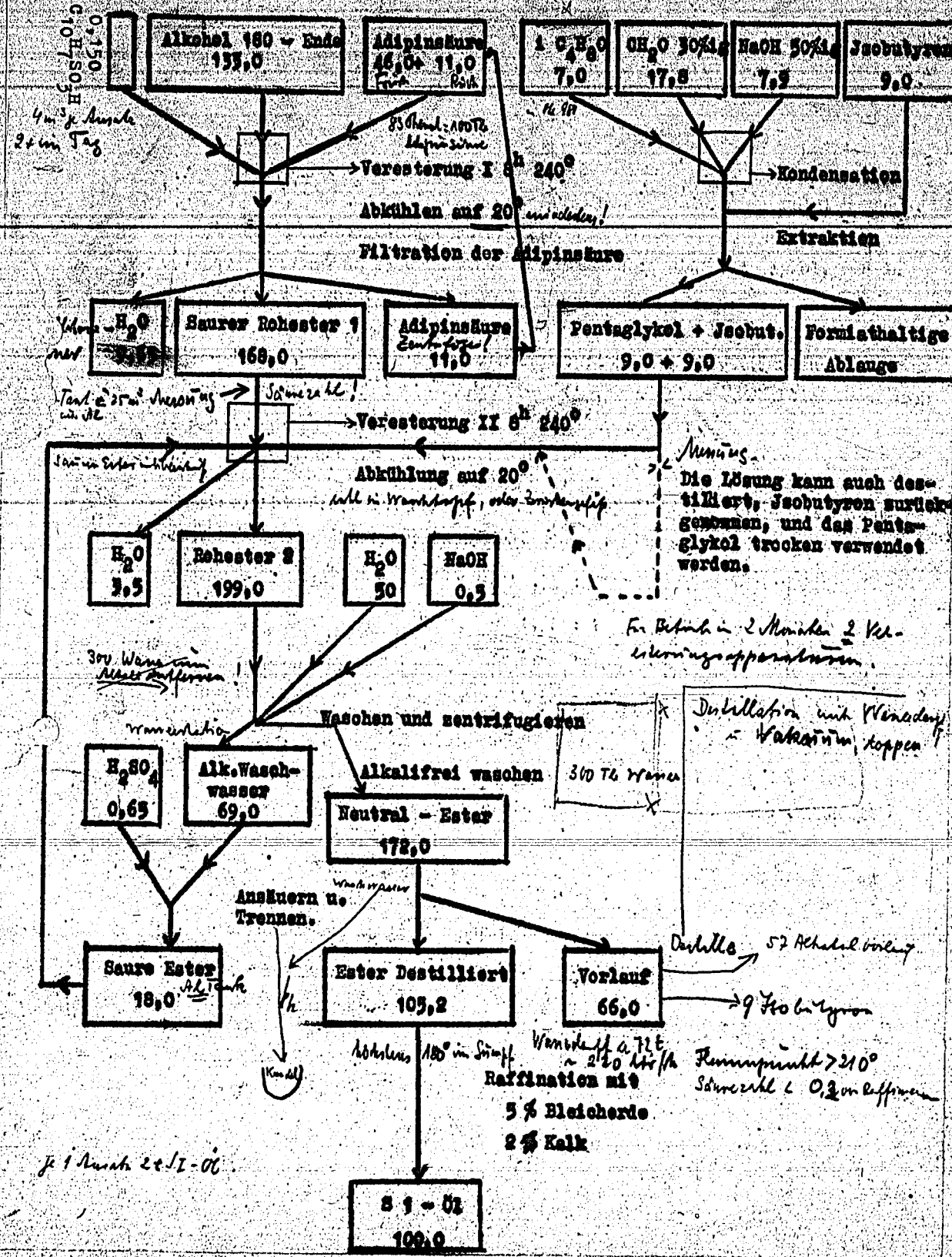
30043

Schema zur Herstellung von Schneidöl S 1

500 t in 2 Monaten

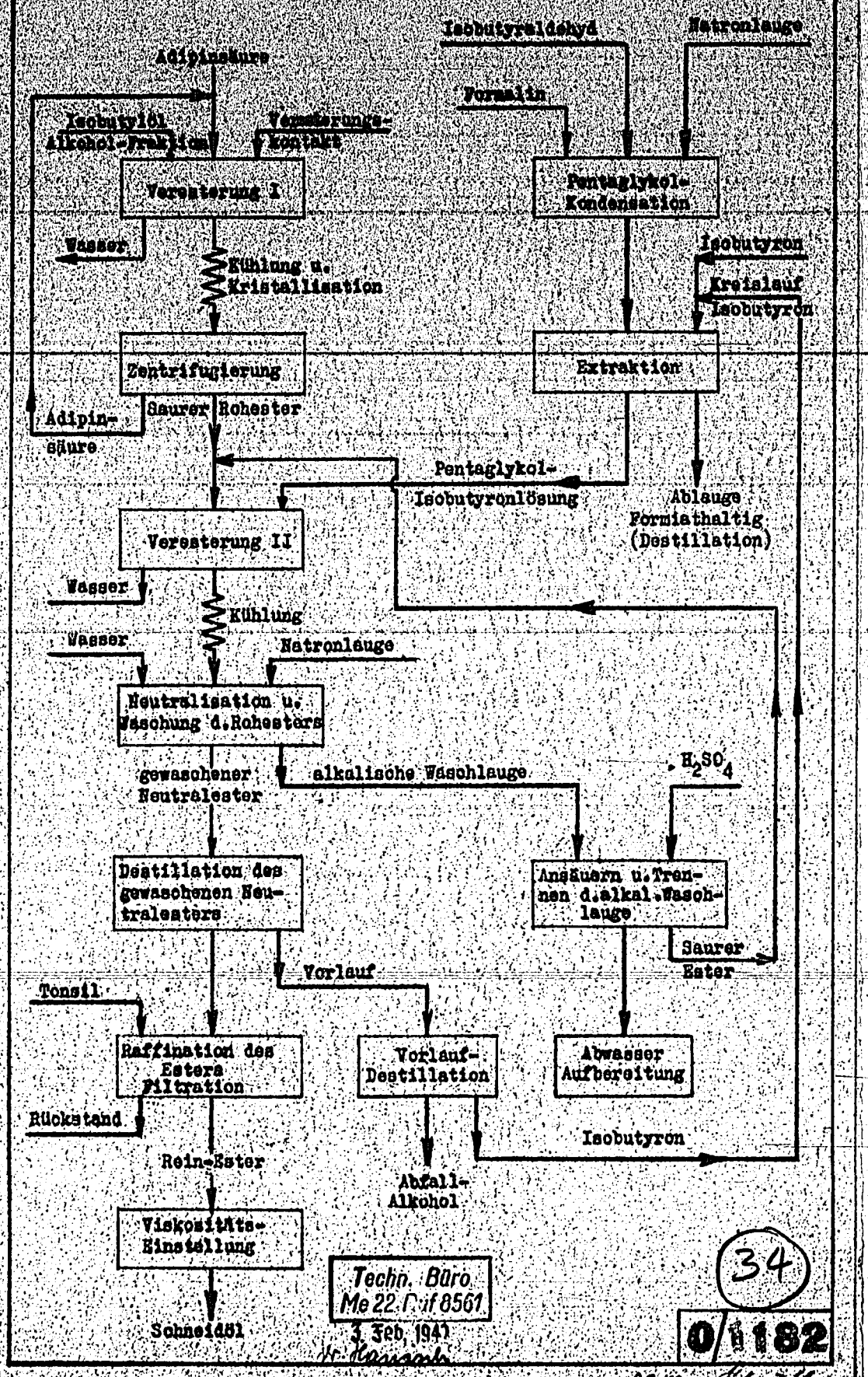
Nach Laborversuchen von Fri. Dr. Rüssig

Angaben in Gramm Liter einheiten



30044

Schema zur Herstellung von Schneidöl S I



Techn. Büro
Me 22, D. 11 8561
3. Feb. 1941
H. Kausch

34
0/182

Anwesend wa

Bezr. 1 E-0

Vorgesehen
2 350 Jato,
Von Herrn O
weise (Flac
schriften u
Standpunkt,
nungsmäßig
nung der Ap
dukte ergibt

Herr Oberin
flüße wend
(Maschinen
anordnung i
obenangegeb

insgesamt

Für die Ver
60 - 100 at
werden, die
gleichen Be
ist mindest

Es soll bei
Höchstdruck
je Verester

Die für die
sind für Le
Westfalia S
Spezialiste
vorhandenen

30045

Leuna-Werke, den 7.8.1942 Schwl/Ps

Besprechungsbericht

v. 29.7.42

35

Anwesend waren die Herren:

- Dr. Zorn
- Dr. Hanisch
- Ol. Keinke
- Dr. Metzger
- DI. Adolphi
- DI. Sauermann
- Ing. Schwale
- Ing. Korhammer

Betr.: E-Oel-Fabrikation As 690.

Vorgesehene Jahresleistung der Anlage etwa 11 000 Tons, davon Ester "426" 2 350 Tons, Ester "515" oder "504" etwa 8 650 Tons.

Von Herrn Obering. Keinke wurde die grundsätzliche Frage gestellt, welche Bauweise (Flach- oder Hochbau) für Ausschritt vorgesehen werden soll, um den Vorschriften über kriegsbedingtes Bauen genüge zu leisten. Dr. Zorn vertrat den Standpunkt, daß für die Esterölfabrikation betriebswirtschaftlich und bedienungsmäßig der Hochbau, wie er in Leuna vorgesehen ist, die günstigste Anordnung der Apparate mit überwiegend natürlichen Gefälle für die flüssigen Produkte ergibt.

Herr Obering. Keinke betonte, daß ein Flachbau bei etwa 4 x so großer Baugrundfläche weniger Bausisen erfordert, dafür aber eine größere Anzahl Förderpumpen (Maschinensisen) und Bedienungspersonal erfordert. Ein Entwurf für die Apparatanordnung im Flachbau wird vom Konstruktionsbüro Kta. ausgearbeitet. Für die obenangegebene Leistung (siehe Schema As 5198a-8) sind erforderlich:

- 1 Apparatur für Ester "426"
- 4 Apparaturen für Ester "515" bzw. "504"
- insgesamt 5 Rührbehälter für Veresterung
- 10 " für Waschung
- 3 " und Filterpressen für Raffination
- 1 Destillationsystem mit V2A-Material plattiert
- 2 " aus Flußstahl für Ester "515" u. "504".

Für die Veresterung ist Heißdampf von 275°C - 300°C erforderlich, entsprechend 60 - 100 atü; andernfalls könnte indirekte Ölheizung mit Umwälzung vorgesehen werden, die aber wegen der anschließenden Kühlung des veresterten Produktes im gleichen Behälter sehr umständlich und zeitraubend ist. Für die Destillation ist mindestens Heißdampf von etwa 250°C entsprechend 45 atü erforderlich.

Es soll bei der Baumag-Beguin oder Borsig angefragt werden, ob deren Klein-Höchstdruckdampf-Erzeuger mit Gasheizung für 200 atü verwendet werden können; je Veresterung und Destillation sind etwa 600 000 WE/h erforderlich.

Die für die Waschung erforderlichen Separatoren zum Trennen von Öl und Wasser sind für Leuna bereits bei den Bergedorfer Eisenwerken (Laval) und bei der Westfalia Separatoren A.-G. angefragt. Das Optimum an Leistung soll durch einen Spezialisten der Bergedorfer Eisenwerke an einem im Ammoniakwerk Merseburg vorhandenen Separator festgestellt werden. Es müssen je Waschung etwa 12 m²

d.h., 6
Für die
mit 12
Taktlag
Die von

Dafür s

ferne

Außerde

Die Era

*) Inzwi
ergeben
Produkt
Chemike
erfolge

Verteill

Herrn I
" D
" C
" O
" OI.
" D
" D
" I
" In
" In
2.

POOR COPY

35

d.h., 6 m³/h flüssiges Einsatzprodukt separiert werden.⁺⁾

Für die endgültige Mischung der Fertigprodukte ist vorerst ein Mischbehälter mit 12 m³ Nutzinhalt aufzustellen.

Tanklager:

Die von auswärts eingehenden flüssigen Produkte sind:

Mittelöl (Vorlauf und Rückstände zusammen)	etwa 18 500 m ³ /Jahr
höhere Alkohole (getrennt)	" 2 500 m ³ /Jahr
Seifenfettsäure	" 250 m ³ /Jahr

Dafür sind vorzusehen:

5 Lagerbehälter je 100 m³
 1 Lagerbehälter je 60 m³ (Flußstahl)
 1 Lagerbehälter je 60 m³ (Aluminium)

ferner: Schuppen bzw. Lager für P₂, Zink-Oxyd, Bleicherde und Staubkalk.

Außerdem sollen in Auschwitz erstellt werden:

1 Anlage für Karbonsäure und Methyl-Adipinsäure.

Die Erstellung einer Abfüllstation für Auschwitz wird noch geprüft.

H. Schwale

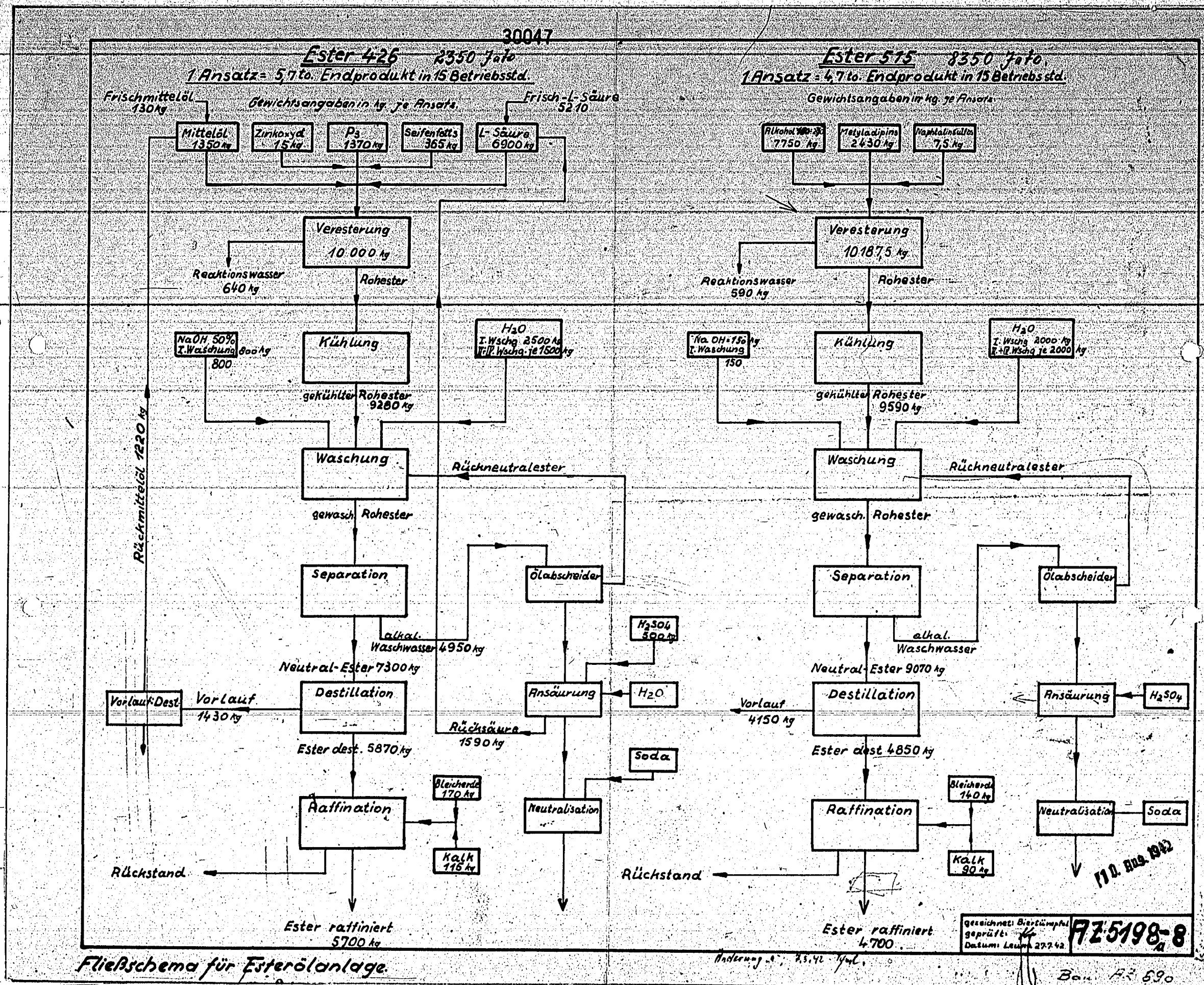
^{+) Inzwischen sind die Versuche mit dem Laval-Separator beendet, und es hat sich ergeben, daß mit der Laval Type 900 (offener Separator) etwa 2,5 - 3 m³ unseres Produktes durchgesetzt werden können, wobei das Fertig-Öl nach dem Urteil der Chemiker noch gut sein soll. Eine chemische Prüfung des Endproduktes soll noch erfolgen.}

Verteiler:

Herrn Dr. Zorn
 " Dr. Hanisch
 " OI. Keinke
 " OI. v. Lom
 " OI. Dr. Dürrfeld
 " Dr. Metzger
 " DI. Adolphi
 " DI. Bauermann
 " Dr. Jagemann
 " Ing. Korhammer
 " Ing. Schwale
 2 x Akten.

POOR
 COPY

35



Leuna - Werke, den 19. November 1942

36

Produkt: Schneidöl.

1.) Kennzeichnung: Schneidöl ist ein Ester aus Dimethylpropan, verestert mit dem Halbester Adipin- bzw. Methyladipinsäure und der Alkohole der Isobutylfraktion 180 - 250

2. und 3.) wie auf dem Blatt "Ester - Schmieröle".

4.) Verwendungszweck: Der Ester findet Verwendung für Schneidezwecke in der Metallbearbeitungsindustrie.

14.) Patente: Die Herstellung ist beschrieben in der O.Z. 13 158 und die Verwendung in der O.Z. 13 159

Produkt: Schalteröl.

1.) Kennzeichnung: Als Schalteröl wird ein Ester aus Trimethyläthan und den Säuren der Isobutylfraktion 140 - 180° benützt.

2.) und 3.) wie auf dem Blatt "Ester - Schmieröle".

4.) Verwendungszweck: Der Ester findet Verwendung als Löschflüssigkeit in elektrischen Schaltern. Er wurde entwickelt in Zusammenarbeit mit der Firma Voigt & Haefner, A.G. Frankfurt/Main.

14.) Patente: Die Verwendung als Isolieröl ist geschützt in der O.Z. 11 761

15.) Verträge: Mit der Firma Voigt & Haefner besteht ein Abnahme- und Verkaufsvertrag.

17.) Konkurrenzverfahren: Mineralische KW - Isolieröle.

27)

28)

29)

30)

31)

32)

Typ:

33)

34)

35)

36)

37)

Typ:

38)

39)

40)

41)

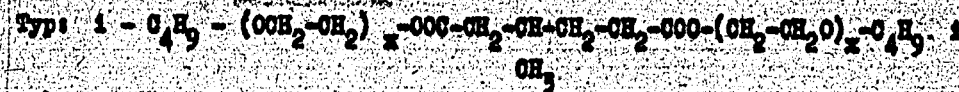
Leuna - Werke, den 10.8.1948

37

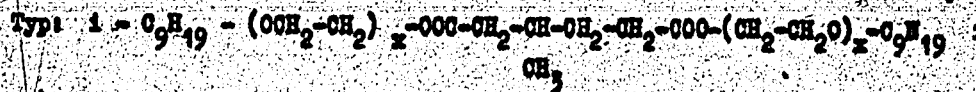
Zettel für Herrn Dipl.-Ing. E m l d e r.



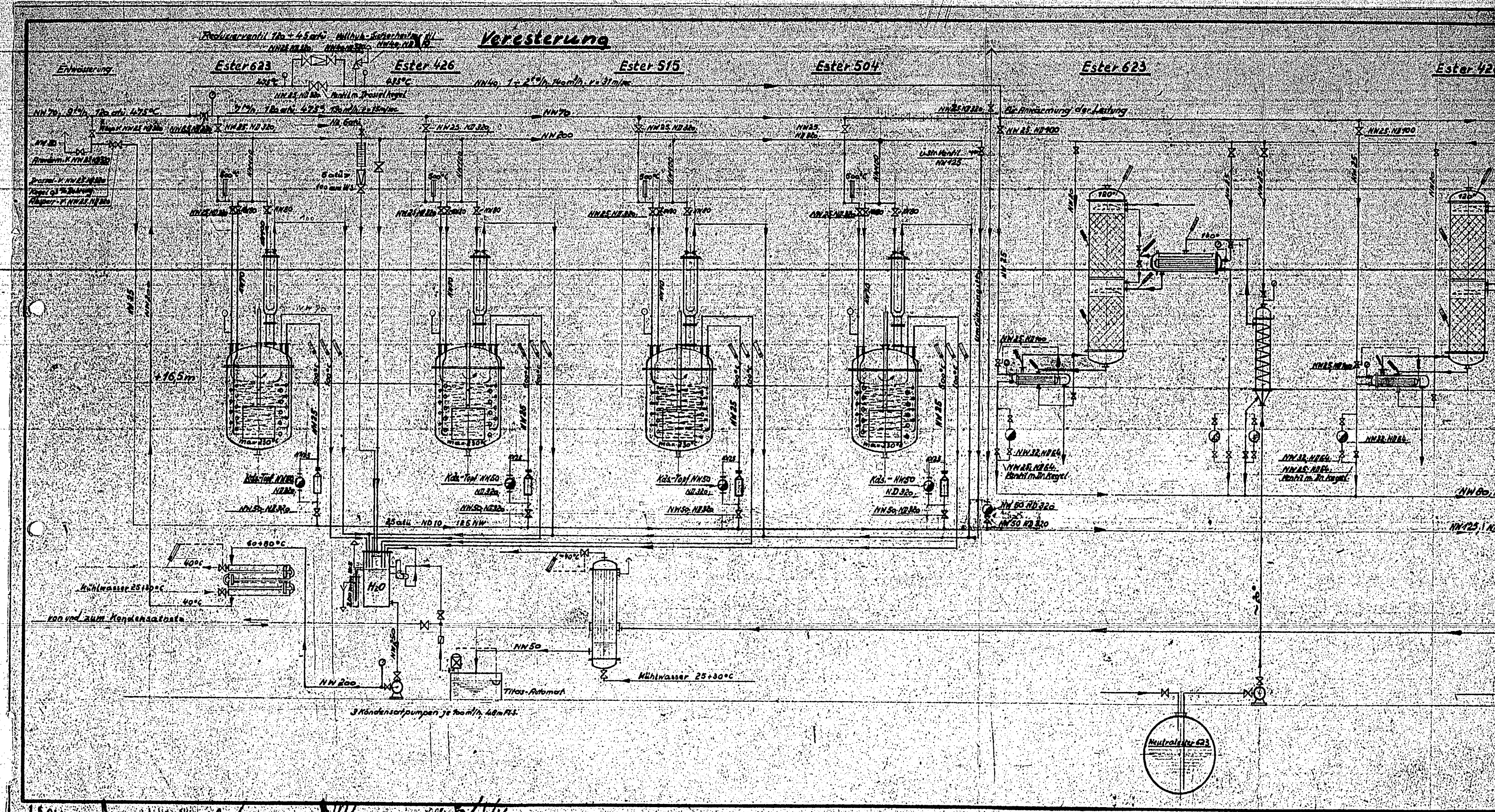
	Mol Gew.
27) $R_1, R_2 = 1$ - Nonyl + Methyladipin-S	412
28) $R_1, R_2 = 1$ - Nonyl + Adipin-S	398
29) $R_1, R_2 = 1$ - Tridecyl + Methyladipin-S	524
30) $R_1, R_2 = 1$ - Tridecyl + Adipin-S	510
31) $R_1, R_2 = 1$ - Heptadecanol + Methyladipin-S	636
32) $R_1, R_2 = 1$ - Heptadecanol + Adipin-S	622



33) $x = 0$	272
34) $x = 1$	360
35) $x = 2$	448
36) $x = 3$	536
37) $x = 4$	624



38) $x = 1$	500
39) $x = 2$	588
40) $x = 3$	676
41) $x = 4$	764



1.5.04.1949 28.09.1949 11. Jan. 1949
 E. Del. Anlage Höchstdruckdampf Heizungschemie

POOR
COPY

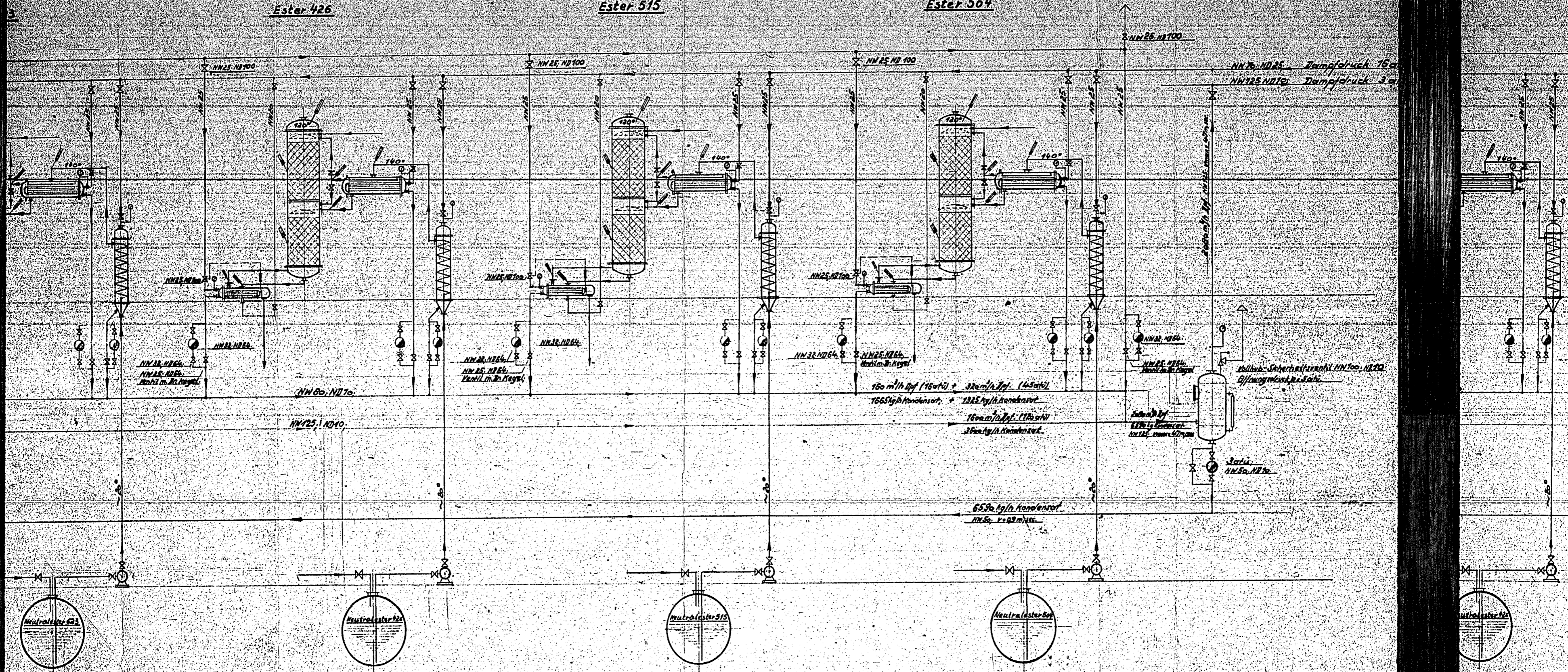
38

Distillation

Ester 426

Ester 515

Ester 504



POOR
COPY

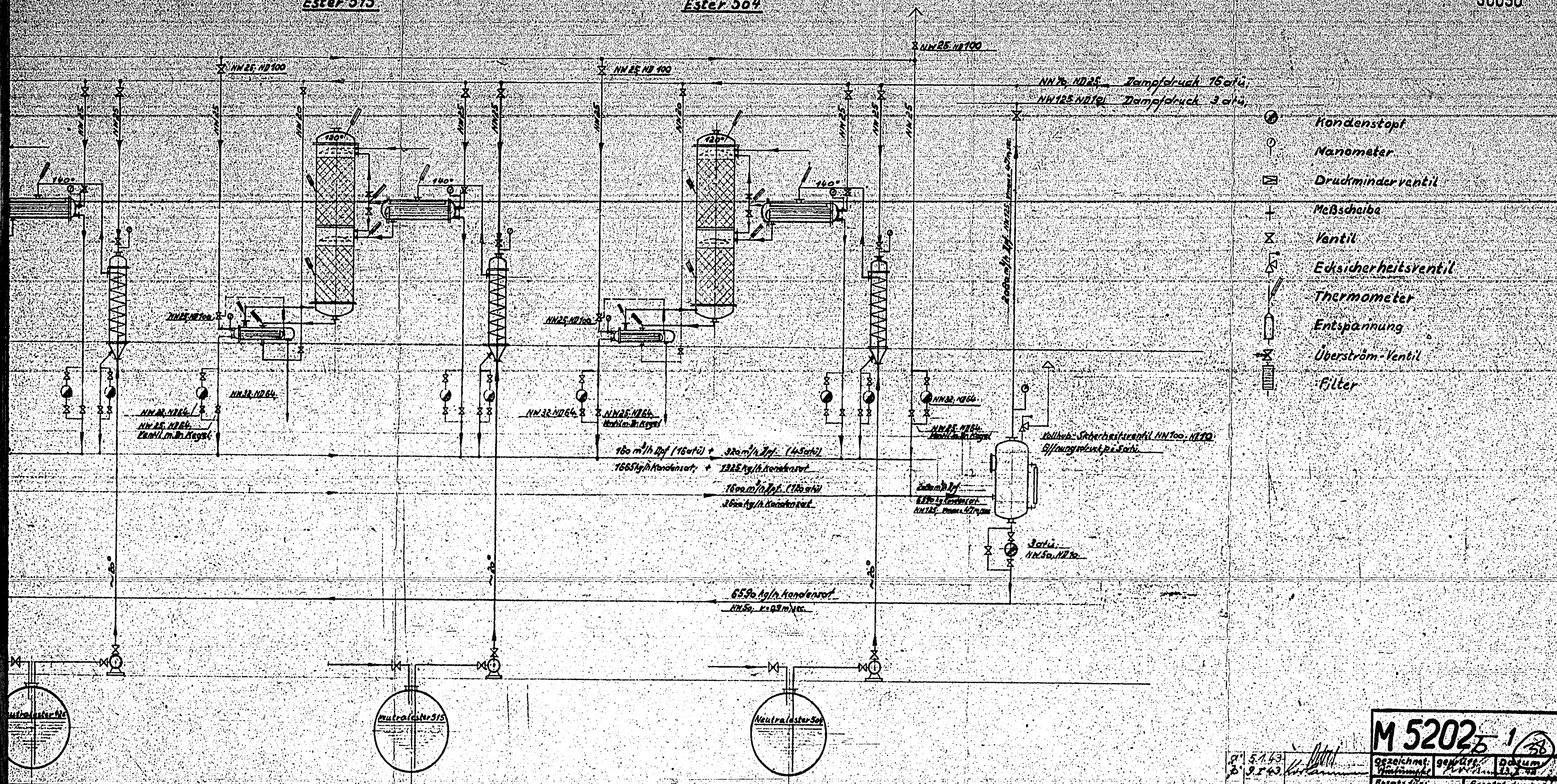
38

Distillation

Ester 515

Ester 504

30050



- Kondensstopp
- Manometer
- ⊞ Druckminderventil
- + Meßscheibe
- ⊞ Ventil
- ⊞ Sicherheitsventil
- ⊞ Thermometer
- ⊞ Entspannung
- ⊞ Überströmventil
- ⊞ Filter

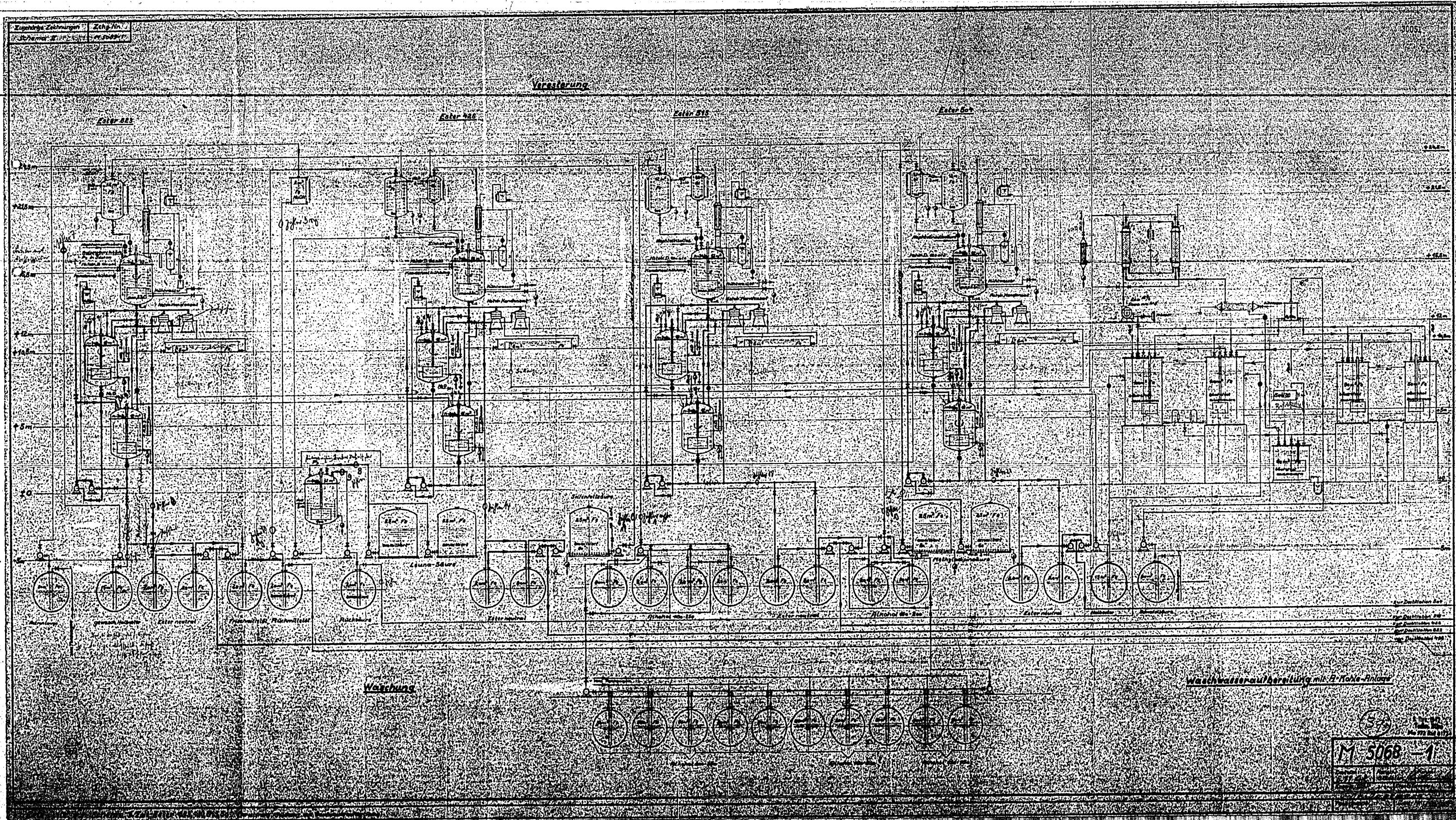
M 5202_B 1

gezeichnet: gew. 13. 43	gezeichnet: gew. 13. 43
gezeichnet: gew. 13. 43	gezeichnet: gew. 13. 43
gezeichnet: gew. 13. 43	gezeichnet: gew. 13. 43
gezeichnet: gew. 13. 43	gezeichnet: gew. 13. 43

Dr. Jägermann
 Fachgruppe:
 Bau-Nr.
 Me 1016

POOR
 COPY

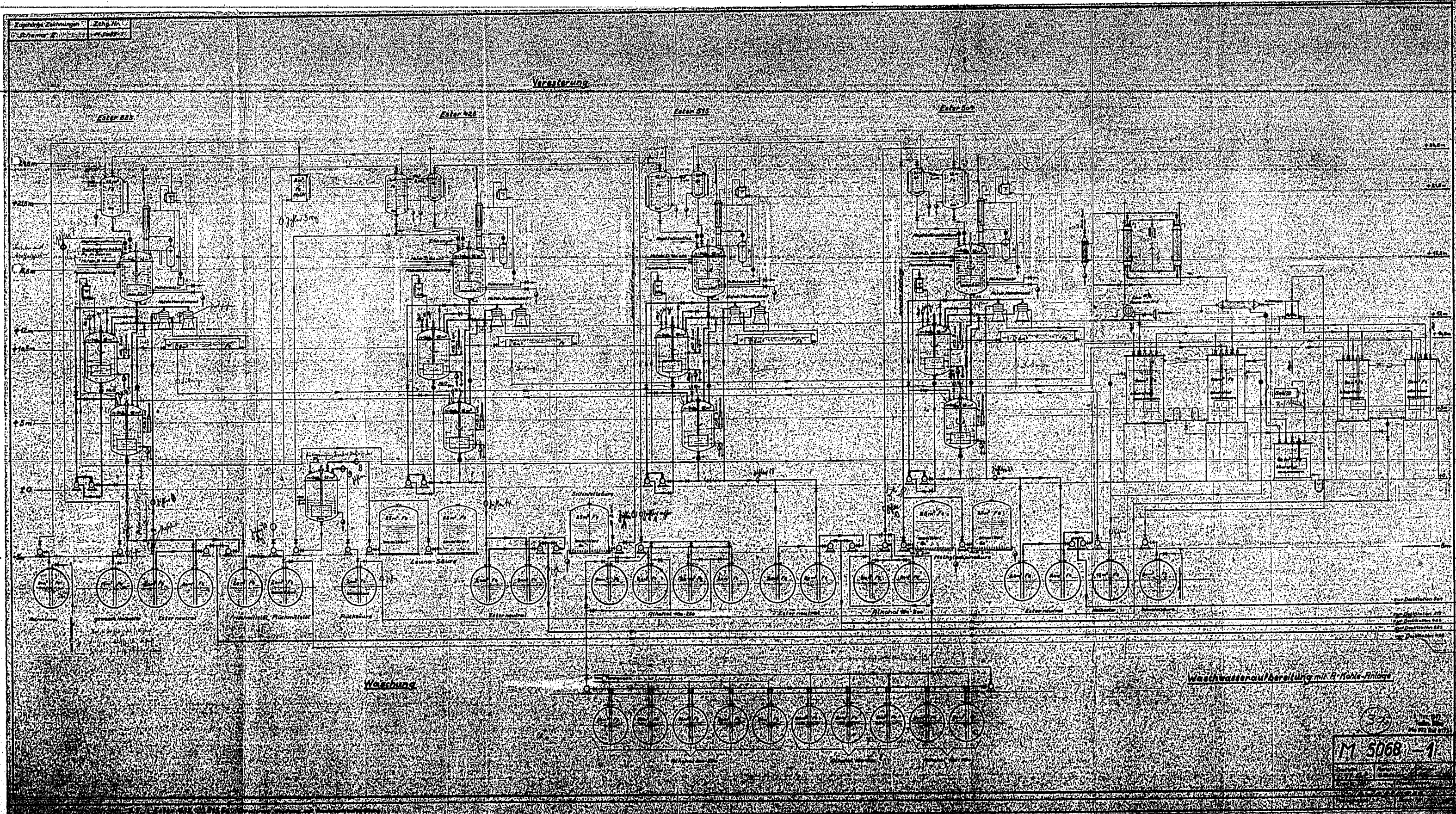
38



M. 5068 - 1

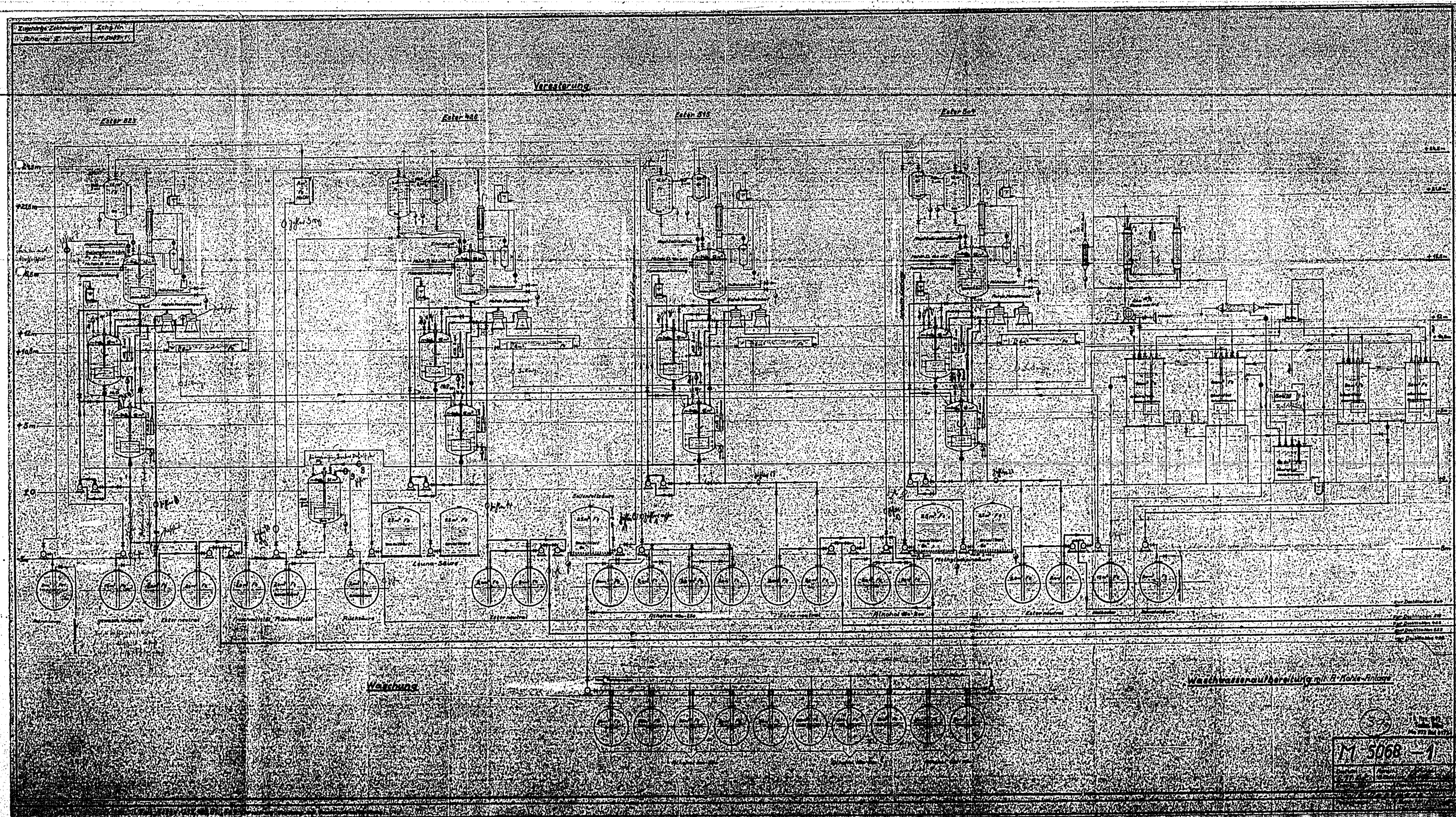
POOR COPY

39



POOR
COPY

39



POOR
COPY

39

Typ für den Dienstgebrauch



50 Ausfertigungen
41 Ausfertigung

40

Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt

Über Grenzscherungsuntersuchungen an der
Aluminium-Silizium-Legierungsreihe.

Der Bericht umfaßt:	7	Blatt Text
Bb.Nr. 5475/44 VI-S	6	" Abbildungen
Berlin-Charlottenburg, den 4.5.1944	"	Zeichnungen

Der Sachbearbeiter

Kluge

Reg.Rat Dr.Kluge

Bochmann

Reg.Rat Dr.Bochmann

Der Labor.-Vorsteher

Kluge

Regierungsrat Dr. Kluge



Der Abteilungsdirektor

gez.Müller

Professor Dr. K. Müller

Vordr. 2/4

Berichte ohne Dienststempel haben keine Gültigkeit

Un
For
ren
ers
abt
son
ken
bez
unt
Ver
Tei
rei
sam
bun
z.B
der
Sta
erg
Rei
sch
gen
Ket
Gle
Ben
Ein
jev
noch
Rei
oder
Gren
gän
und
gef
Gren

Über Grenzschmierungsuntersuchungen an der Aluminium-Silizium-
Legierungsreihe.

Einleitung und Fragestellung. Bei den schmieretechnischen Forschungsarbeiten der Reichsanstalt, die sich in den letzten Jahren vorwiegend auf die Untersuchung des Grenzschmierungs Zustandes erstreckten, konnte gezeigt werden, daß die Reibung und Werkstoffabtragung bei Grenzschmierung nicht nur durch das Schmiermittel, sondern auch durch den Werkstoff bestimmt werden.

Um die zu erforschenden Gesetzmäßigkeiten möglichst klar erkennen zu können, war es jedoch notwendig, den Gleitvorgang sowohl bezüglich des Schmierstoffes als auch bezüglich des Werkstoffes unter definierteren Bedingungen zu untersuchen als dies z.B. bei Verwendung technischer Schmiermittel und Lagerwerkstoffe mit zum Teil verwickelter Zusammensetzung möglich ist. So erbrachte bereits die Einbeziehung chemisch einheitlicher Stoffe wichtige Zusammenhänge zwischen der Schmiermittel-Konstitution und der Reibung bzw. Abnutzung bei Grenzschmierung. Unter anderem konnte z.B. nachgewiesen werden, daß ein hochmolekularer Äthylester mit der kleineren Grenzflächenspannung an dem Werkstoffpaar Stahl-Stahl eine größere Werkstoffabtragung und eine kleinere Reibung ergibt als ein niedermolekularer Äthylester der gleichen homologen Reihe. Diese verhältnismäßig einfachen Zusammenhänge führten schließlich zu der Anregung, bei den weiteren Werkstoffuntersuchungen der Reichsanstalt als Schmiermittel Äthylester verschiedener Kettenlänge der gesättigten Fettsäuren zu verwenden. Da ferner das Gleitverhalten dieser Ester darauf schließen läßt, daß hierbei Benetzungswirkungen (Adsorption) vorherrschen, konnten durch ihre Einbeziehung auch Folgerungen über den Benetzungsvorgang an den jeweiligen Werkstoffen gezogen werden.

Um schließlich auch den Werkstoffeinfluß bei der Schmierung noch mehr erfassen zu können, wurden die bisherigen Messungen der Reichsanstalt, die vorzugsweise an dem Werkstoffpaar Stahl-Stahl oder Stahl-Guß Eisen durchgeführt wurden, durch vergleichende Grenzschmierungsuntersuchungen an technisch reinen Metallen ergänzt.¹⁾ Hierbei konnte ein gesetzmäßiger Einfluß der Härte und des Schmelzpunktes, insbesondere auf die Werkstoffabtragung, gefunden werden. Da aber vorerst über die Unterschiede in den Grenzflächeneffekten der reinen Metalle wenig bekannt ist, stößt

die wei
schen G
wurde d
einfluß
rungsre
chungen
tragen

das Gre
zunächs
system
den fol

Die Le
schaft
stellt
Alumin
Essigsä
verwen
zu gew
suche
durchg

benen
Hauptm
als au
zuläßt
bearbe
Härte
suchen
schwin
aus de
Diese

POOR
COPY

40

PC
CC

die weitere Andeutung dieser Versuche hinsichtlich des physikalischen Grundvorganges der Schmierung auf Schwierigkeiten. Es wurde daher auf die Möglichkeit zurückgegriffen, den Werkstoffeinfluß auch in anderer Weise, z.B. durch Einbeziehung von Legierungsreihen mit einfachem Aufbau zu untersuchen. Solche Untersuchungen würden auch den technischen Bedingungen mehr Rechnung tragen als die Untersuchung reiner Metalle.

Der vorliegende Bericht bringt einen ersten Beitrag über das Grenzschmierungsverhalten von Legierungen, und zwar wurde zunächst die Aluminium-Silizium-Legierungsreihe als ein Zweistoffsystem mit einem einfachen Zustandsschaubild ausgewählt. Es standen folgende Legierungen zur Verfügung:

- 1) Al
- 2) Al + 5% Si
- 3) Al + 11,7% Si (Eutektikum)
- 4) Al + 20% Si
- 5) Al + 35% Si

Die Legierungen wurden der Reichsanstalt von der Metallgesellschaft, Frankfurt a/M., Metall-Laboratorium, zur Verfügung gestellt. Bei dem Aluminium handelt es sich um technisch reines Aluminium der Fa. Schering A.G.. Als Schmiermittel wurde Essigsäure-Äthylester und Laurinsäure-Äthylester der Fa. Schering verwendet. Um eine Anlehnung an den technischen Betriebszustand zu gewinnen, wurden außerdem Versuche ohne Schmiermittel und Versuche mit einem zusatzfreien synthetischen Kohlenwasserstofföl durchgeführt.

Versuchsdurchführung.

Die Untersuchungen wurden an der schon mehrfach beschriebenen Versuchseinrichtung der Reichsanstalt durchgeführt, deren Hauptmerkmal darin besteht, daß sie sowohl Messungen der Reibung als auch der Werkstoffabtragung im Zustand der Grenzschmierung zuläßt. Als Gleitanordnung diente eine umlaufende ebene feinstbearbeitete (mattgeläppte) Scheibe aus gehärtetem Stahl (St 5011, Härte 55 Rc) und ein stiftförmiger Probekörper aus dem zu untersuchenden Werkstoff, die mit einstellbarer Belastung und Geschwindigkeit aufeinander gleiten. Die Werkstoffabtragung wird aus der Abnutzung (Stiftverkürzung) des Probekörpers ermittelt. Diese Stiftverkürzung und ebenso die Reibung werden auf ein

Pendel
eine kl
als Kra
größen
können

Die
gang au
durch d
Weise a

bung, d
zusammen
flüssen

Reichsa
mit der

eine kl
tenläng
tischen

tigen
sungen

gen Est
gen Est

Reibung
die kle
stoffbl
wie der
tige Es

Trocken
Alumini
Siliziu

ist zun
der Wer

setzung
tischen

schiedl
schen G
mäßig w
vom rei

POOR
COPY

40

PO
CO

Pendel mit elektromechanischer Meßanzeige übertragen, das durch eine kleine mechanische Änderung wahlweise als Verschiebungs- oder als Kraftmeßeinrichtung verwendbar gemacht werden kann. Beide Meßgrößen werden durch ein elektrisches Schreibgerät aufgezeichnet und können damit auch in ihrem zeitlichen Ablauf festgehalten werden.

Versuchsergebnisse.

Die Versuchsergebnisse zeigen, daß der Grenzschmierungs-vorgang auch bei Legierungen sowohl durch das Schmiermittel als auch durch den Werkstoff beeinflusst wird. Dies ergibt sich in gleicher Weise aus den Meßwerten der Werkstoffabtragung und auch der Reibung, die in Bild 1 bzw. Bild 2 in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung dargestellt sind. Bezüglich des Schmiermitteleinflusses ist in Übereinstimmung mit anderen Beobachtungen der Reichsanstalt (vgl. Einleitung) festzustellen, daß der Äthylester mit der größeren Kettenlänge eine größere Werkstoffabtragung und eine kleinere Reibung ergibt als der Ester mit der kleineren Kettenlänge. Der Werkstoffeinfluß führt beim Übergang von untereutektischen zu übereutektischen Legierungen zu einer nahezu sprunghaftigen Änderung des Grenzschmierungsverhaltens. Dies zeigen die Messungen der Werkstoffabtragung besonders deutlich bei dem langkettigen Ester und die Messungen der Reibung dagegen bei dem kurz-kettigen Ester. Die Versuche ohne Schmierung ergeben durchweg die größten Reibungswerte und ebenso fast für alle untersuchten Legierungen die kleinsten Werte für die Werkstoffabtragung. Das Kohlenwasserstofföl verhält sich bei den Messungen der Werkstoffabtragung wie der Trockenlauf und bei den Reibungsmessungen wie der langkettige Ester.

Im einzelnen erhält man folgendes Bild: Mit Ausnahme des Trockenlaufes ist die Werkstoffabtragung in jedem Fall für reines Aluminium am größten, während die Legierungen mit zunehmendem Silizium-Gehalt eine kleinere Werkstoffabtragung ergeben. Und zwar ist zunächst im untereutektischen Gebiet nur eine langsame Abnahme der Werkstoffabtragung in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung zu beobachten. Eine starke Abnahme tritt erst im übereutektischen Gebiet auf. Bei einem Erklärungsversuch für dieses unterschiedliche Verhalten wäre zu beachten, daß der im untereutektischen Gebiet primär auftretende α -Mischkristall nur verhältnismäßig wenig Silizium enthält und sich daher im Gleitverhalten kaum vom reinen Aluminium unterscheidet. Anders liegen die Verhältnisse

im über
stall i
verhalt
rungen
nicht a
stimmt

Legieru
nen Est
säure-A
Gleitre

Reibung

In beid

Legieru

Es sei

anstalt

wiesen,

Schmier

Ruhe kl

charakt

higkeit

Reibung

Legieru

läßt si

chungs

bungsm

chenvor

durch d

Zusamme

rungen

tischen

reinen

nen Wer

Zusamme

damit g

nischen

immer w

würde.

POOR
COPY

40

PO
CO

Im übereutektischen Gebiet, wo der siliziumhaltige β -Mischkristall infolge seiner größeren Härte starken Einfluß auf das Gleitverhalten nimmt. Die unterschiedliche Härte der einzelnen Legierungen ist jedoch für eine Aufklärung der gefundenen Abhängigkeit nicht ausreichend, da diese außerdem durch das Schmiermittel mitbestimmt wird.

Ebenso ist auch bei der Abhängigkeit der Reibung von der Legierungs-Zusammensetzung festzustellen, daß diese bei den einzelnen Estern wesentlich verschieden ist. Dabei ist für den Essigsäure-Äthylester die Reibungszahl der Ruhe stets größer als die Gleitreibungszahl. Für den Laurinsäure-Äthylester dagegen ist die Reibungszahl der Ruhe stets kleiner als die Gleitreibungszahl.

In beiden Fällen ist dieses Verhalten für die untereutektischen Legierungen und für das reine Aluminium besonders ausgeprägt.

Es sei in diesem Zusammenhang auf frühere Untersuchungen der Reichsanstalt an dem Werkstoffpaar Stahl-Stahl und Stahl-Gußeisen verwiesen, wobei festgestellt wurde, daß für Schmiermittel guter Schmierfähigkeit, wie z.B. für ein Fettöl, die Reibungszahl der Ruhe kleiner ist als die Gleitreibungszahl (steigende Reibungscharakteristik), während bei Schmiermitteln schlechter Schmierfähigkeit ein umgekehrtes Verhältnis zu beobachten ist (fallende Reibungscharakteristik). Wieweit diese Feststellungen auch auf Legierungen beliebiger Zusammensetzung übertragen werden können, läßt sich allerdings auf Grund der bisher vorliegenden Untersuchungsergebnisse noch nicht sagen. Jedenfalls zeigen auch die Reibungsmessungen an den Legierungen, daß die Schmierung als Grenzflächenvorgang nicht nur durch das Schmiermittel, sondern auch stark durch den Werkstoff bestimmt wird. Bemerkenswert ist noch in diesem Zusammenhang, daß der Trockenlauf bei den untereutektischen Legierungen eine fallende Reibungscharakteristik und bei den übereutektischen Legierungen eine steigende Reibungscharakteristik ergibt.

Bei anderen Untersuchungen der Reichsanstalt an technisch reinen Metallen im Zustand der Grenzschmierung konnten die gefundenen Werte für die Reibung und Werkstoffabtragung in einen gewissen Zusammenhang mit der Härte der Werkstoffe gebracht werden, ohne daß damit gesagt sein soll, daß der Gleitvorgang allein durch die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes bestimmt sei, was auch dem immer wieder beobachteten Einfluß des Schmiermittels widersprechen würde. Es ist nun bei der Auswertung der vorliegenden Versuche eben-

falle i
Gleit
gen der
dings m

Legier
rezipro
telt. A
übereut
stellen
härterer

Eutekt
zum Tra
in Bild
eingese
Übersch
sehr st
der Rit

Gleitun
der Här
Abnahme
niederm
Kohlenw
deutlich
Gleitvo
gigkeit
zeitig v
ist jed
bei dem

gezeigt
rungsvo
keit, d
Gleitflä
Werksto
trägt, v
Werksto
bahn ein
sondere

falls interessant, zu überprüfen, in welchen Zusammenhang die Gleiteigenschaft der untersuchten Legierungen zur Härte steht. Wegen der geringen Abmessungen der Stiftprobe konnte hierfür allerdings nur die Ritzhärte herangezogen werden.

In Bild 4 ist zunächst die Ritzhärte in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung dargestellt. Die Ritz^{härte} wurde hierbei als reziproker Wert der Ritzbreite bei einer Belastung von 10 g ermittelt. Außerdem war bei diesen Messungen noch zu beachten, daß die übereutektischen Legierungen abwechselnd schmale und breite Ritzstellen ergeben. Offenbar entsprechen die schmalen Ritzstellen den härteren β -Mischkristallen und die breiteren Ritzstellen dem

Eutektikum. Da beim Gleiten überwiegend der härtere β -Mischkristall zum Tragen kommen wird, wurde für die übereutektischen Legierungen in Bild 4 der aus den schmalen Ritzstellen ermittelte Härtewert eingesetzt. Es ist daher auch verständlich, daß die Ritzhärte beim Überschreiten des Eutektikums mit Auftreten des β -Mischkristalles sehr stark ansteigt. Die Abhängigkeit der Werkstoffabtragung von der Ritzhärte zeigt nun in der Tat ähnlich wie bei den früheren Gleituntersuchungen an technisch reinen Metallen eine Abnahme mit der Härte (s. Bild 5). Bemerkenswert ist jedoch hierbei, daß diese Abnahme bei dem hochmolekularen Ester viel stärker ist als bei dem niedermolekularen Ester und bei diesem wiederum größer als beim Kohlenwasserstofföl oder beim Trockenlauf. Damit ist aber wieder deutlich gezeigt, daß der Härteeinfluß allein zur Erklärung des Gleitvorganges bei Grenzschmierung nicht ausreicht. Auch die Abhängigkeit der Reibungszahl von der Ritzhärte läßt deutlich den gleichzeitig vorhandenen Schmiermitteleinfluß erkennen (s. Bild 6). Dieser ist jedoch im Gegensatz zu den Messungen der Werkstoffabtragung bei dem niedermolekularen Ester besonders ausgeprägt.

Bei anderen Untersuchungen der Reichsanstalt konnte ferner gezeigt werden, daß der Zustand der Gleitbahn beim Grenzschmierungsvorgang unter Umständen sehr wesentlich ist. Neben der Rauigkeit, dem Gefügebau und der kristallinen Beschaffenheit des Gleitflächenwerkstoffes ist außerdem zu beachten, daß sich der Werkstoff des Probekörpers auf die umlaufende Stahlscheibe überträgt, wodurch insbesondere bei den weichen und niedrigschmelzenden Werkstoffen eine mehr oder weniger große Verschmierung der Gleitbahn eintritt. Auch bei den vorliegenden Legierungen konnte insbesondere während der ersten Umdrehung der Versuchsscheibe eine große

Werkst
in der
stoffa
menges

die W
durch
Als e
durch
werde
erste
ist b
beoba
dabei

Werkstoffübertragung beobachtet werden. Als Beispiel hierfür sind in der nachstehenden Zahlentafel einige Meßwerte für die Werkstoffabtragung bei Grenzschmierung mit Essigsäure-Äthylester zusammengestellt.

Zahlentafel.

Werkstoffabtragung bei Grenzschmierung mit Essigsäure-Äthylester.

Zusammensetzung der Legierung	Werkstoffabtragung je m Gleitweg während der 1. Scheibenumdrehung in mm	Werkstoffabtragung je m Gleitweg während der 2. bis 27. Scheibenumdrehung in mm
Al	0,27	0,005
Al + 5% Si	0,17	0,004
Al + 11,7% Si	0,13	0,003
Al + 20% Si	0,01	0,003
Al + 35% Si	0,03	0,004

Bereits nach der ersten Umdrehung der Versuchsscheibe ist die Werkstoffabtragung auch bei den untersuchten Legierungen durchweg wesentlich kleiner als während der ersten Umdrehung. Als einzige Erklärung kann hierfür die Glättung der Gleitbahn durch den aufgetragenen Werkstoff der Stiftprobe herangezogen werden, die auch nach dem Aussehen der Gleitbahn während der ersten Umdrehung besonders groß ist. Diese Wirkung andererseits ist bei den weicheren untereutektischen Legierungen stärker zu beobachten als bei den übereutektischen Legierungen. Offenbar ist dabei auch ein gewisser Härteeinfluß vorhanden.

Silizium
Werkstoff
der Ru
Fettsä
lauf.

Werkst
schen
ten de
stoff
Einbe
vermu
am Eu
rückzu
die b
mitte
Versu
dingu
stoff
soll
Geset
Folge

1) Kl

Zusammenfassung.

Es wird über Gleituntersuchungen an der Aluminium-Silizium-Legierungsreihe berichtet. Ermittelt wurde dabei die Werkstoffabtragung, die Gleitreibungszahl und die Reibungszahl der Ruhe bei Grenzschmierung mit 2 Äthylestern der gesättigten Fettsäuren, einem reinen Kohlenwasserstoff und beim Trockenlauf.

Die übereutektischen Legierungen ergeben eine kleinere Werkstoffabtragung als reines Aluminium und als die untereutektischen Legierungen. Auch die Reibung ändert sich beim Überschreiten des Eutektikums. Diese Änderung scheint sowohl bei der Werkstoffabtragung als auch bei der Reibung sprunghaft zu sein. Die Einbeziehung der Ritzhärte in die Untersuchungen läßt zunächst vermuten, daß die sprunghafte Änderung der Gleiteigenschaften am Eutektikum auf die Wirkung des harten β -Mischkristalles zurückzuführen ist. Diese Erklärung ist jedoch nicht ausreichend, da die beobachtete Härteabhängigkeit je nach dem verwendeten Schmiermittel sehr unterschiedlich ist. Damit ist durch die vorstehenden Versuche gezeigt, daß der Gleitvorgang unter Grenzschmierungsbedingungen sowohl durch das Schmiermittel als auch durch den Werkstoff bestimmt wird. Durch Einbeziehung weiterer Legierungsreihen soll überprüft werden, ob die im vorliegenden Bericht angedeuteten Gesetzmäßigkeiten eine allgemeinere Gültigkeit haben bzw. welche Folgerungen sich für die technische Anwendung hieraus ergeben.

Schrifttumnachweis.

- 1) Kluge, Bochmann: "Gleituntersuchungen an metallischen Werkstoffen im Zustand der Grenzschmierung". Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt vom 22.4.1943 (Bb.-Nr.214/43 g VI-S) sowie 1. Ergänzungsbericht hierzu vom 20.12.43 (Bb.-Nr.1195/43 VI-S).

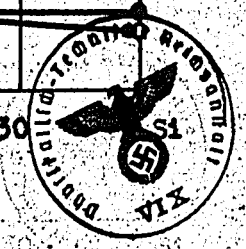
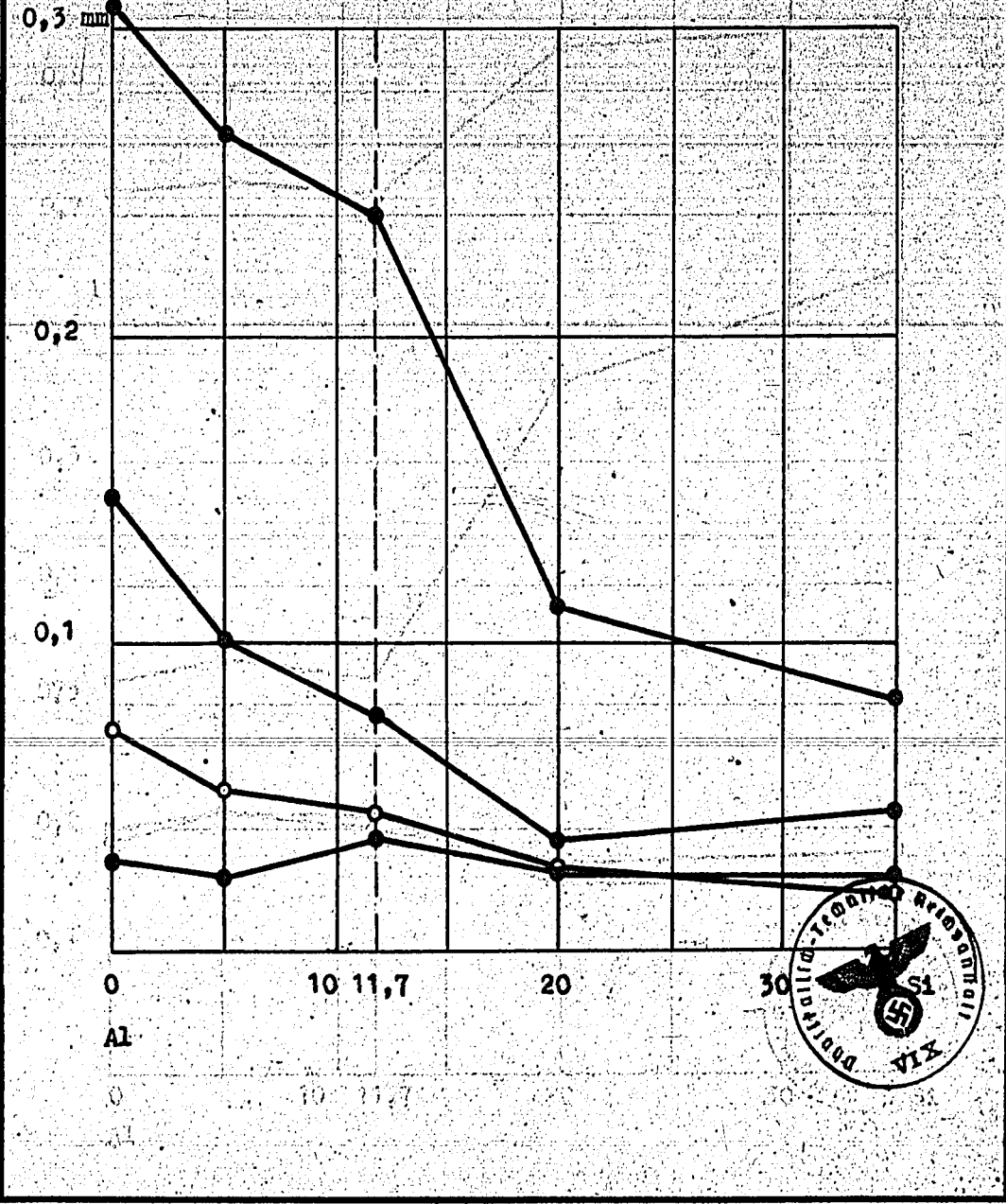
30060

Zum Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt
Bb.-Nr. 5475/44 VI-S vom 4.5.1944.

Bild 1: Werkstoffabtragung (Stiftverkürzung) verschiedener Al-Si-Legierungen in Abhängigkeit vom Si-Gehalt.

Gleitgeschwindigkeit: 4 cm/s Stiftdurchmesser: 1 mm
Temperatur: 20° C Belastung: 834 p.
Rauigkeit: $2,5 \cdot 10^{-3}$ mm Gleitweg: 10 m

- : Grenzschmierung mit Laurinsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit Essigsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit reinem Kohlenwasserstofföl
- : ohne Schmierung



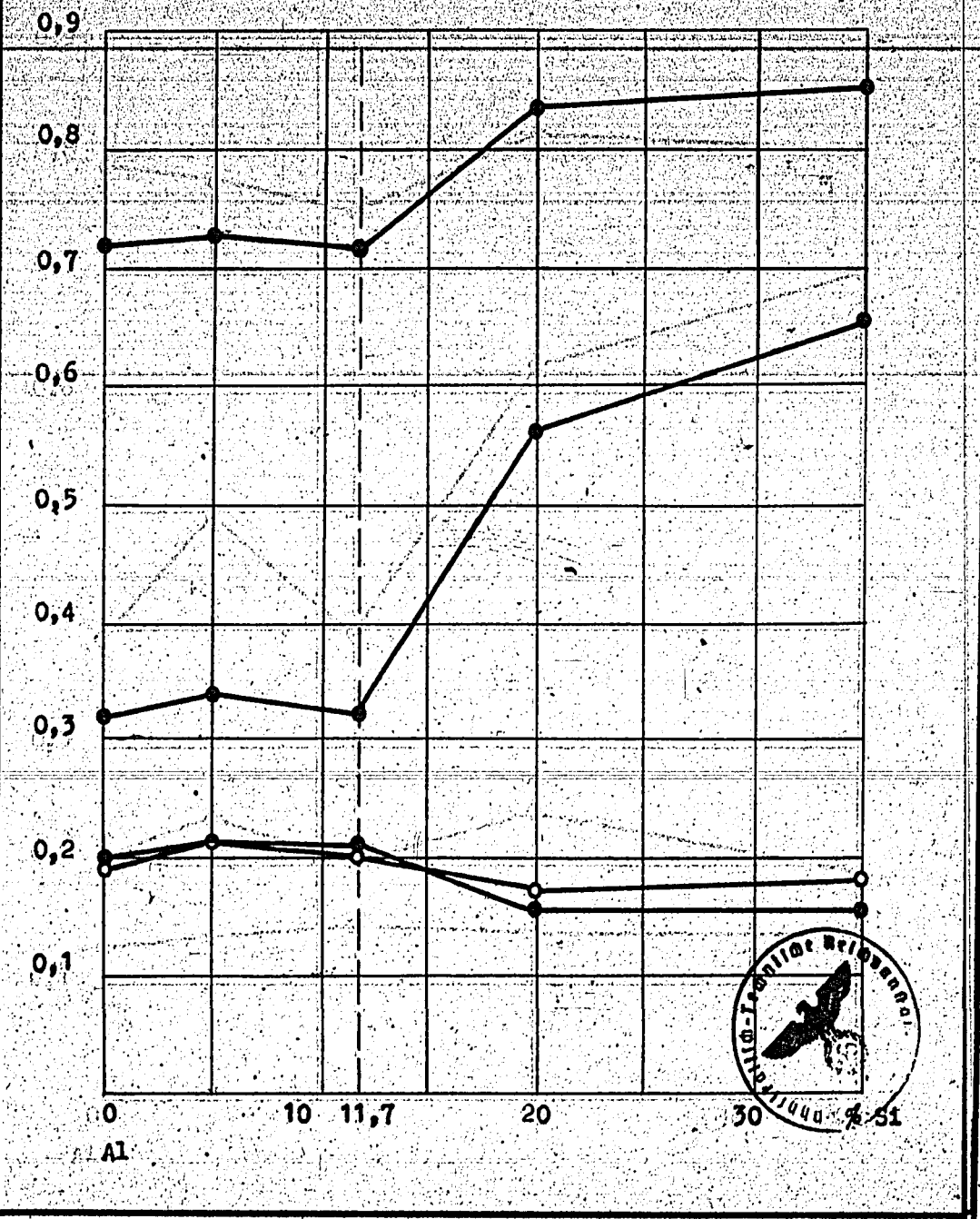
30061

Zum Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt
Bb.-Nr. 5475/44 VI-9 vom 4.5.1944.

Bild 2: Gleitreibungszahl für verschiedene Al-Si-Legierungen
in Abhängigkeit vom Si-Gehalt.

Gleitgeschwindigkeit: 7 cm/s Stiftdurchmesser: 1 mm
Temperatur: 20° C Belastung: 834 p
Rauigkeit: $2,5 \cdot 10^{-3}$ mm

- : Grenzschnierung mit Laurinsäure-Äthylester
- : Grenzschnierung mit Essigsäure-Äthylester
- : Grenzschnierung mit reinem Kohlenwasserstofföl
- : ohne Schmierung



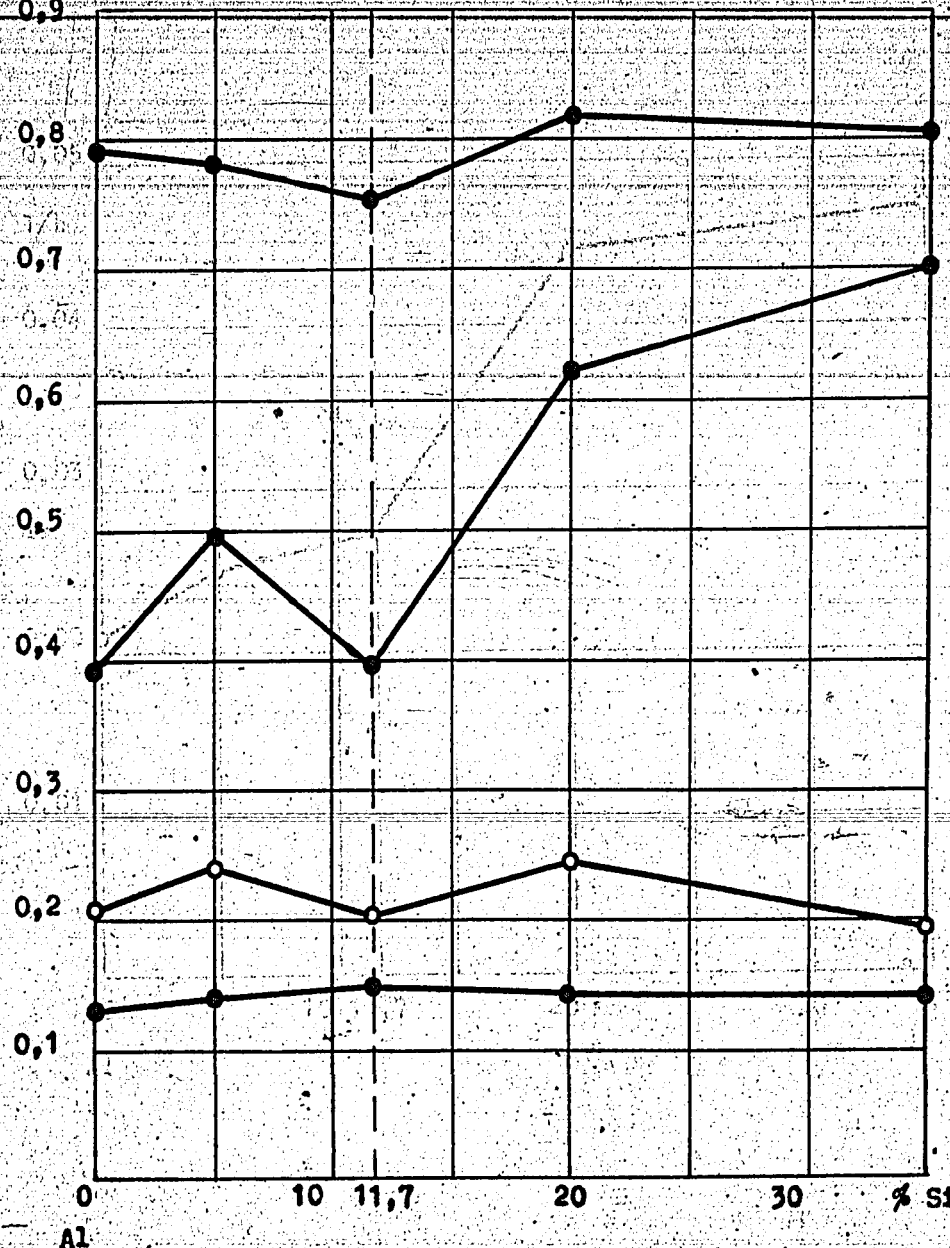
30062

Zum Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt
Bb.-Nr. 5475/44 VI-S v. 4.5.1944.

Bild 3: Reibungszahl der Ruhe für verschiedene Al-Si-Legierungen in Abhängigkeit vom Si-Gehalt

Temperatur: 20° C Stiftdurchmesser: 1 mm
Rauigkeit: $2,5 \cdot 10^{-3}$ mm Belastung: 834 p

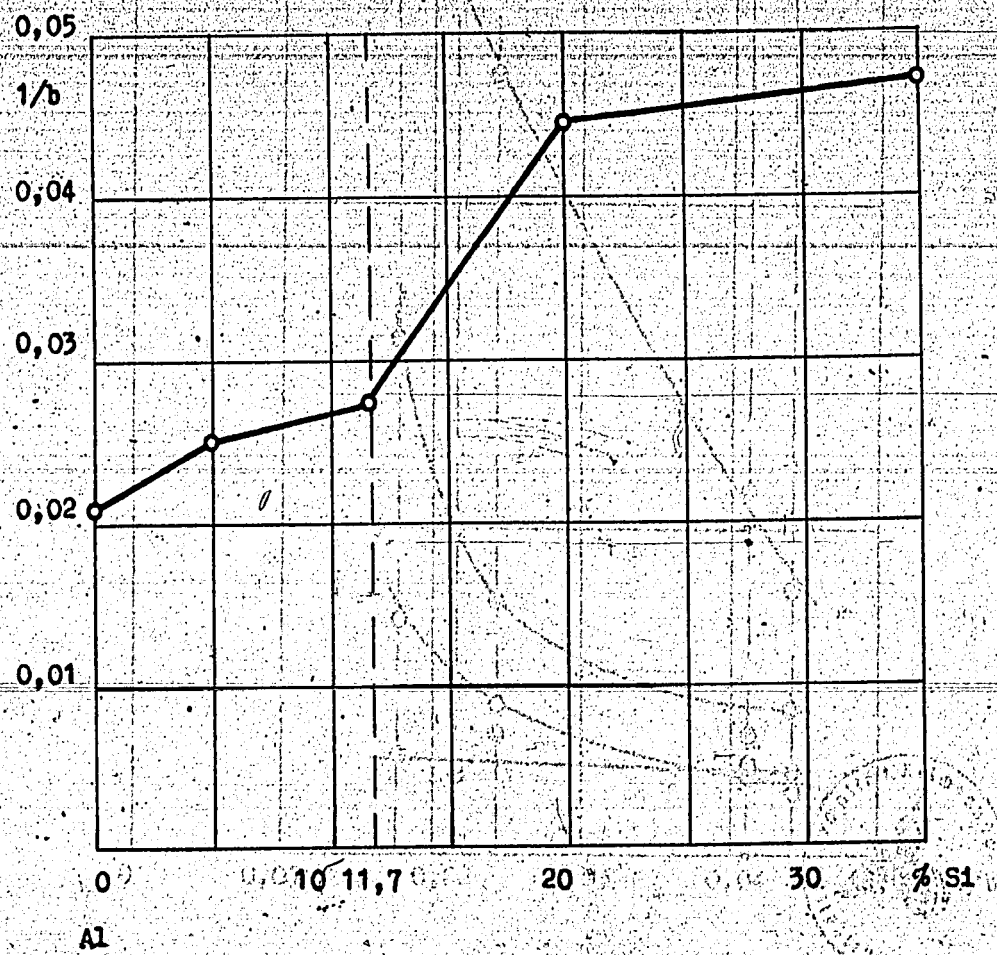
- : Grenzschmierung mit Laurinsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit Essigsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit reinem Kohlenwasserstofföl
- : ohne Schmierung



30063

Zum Bericht der Physikalisch-Technischen-Reichsanstalt
Bb.-Nr. 5475/44 VI-S vom 4.5.1944.

Bild 4: Ritzhärte (1/Ritzbreite) verschiedener Al-Si-Legierungen
in Abhängigkeit vom Si-Gehalt.



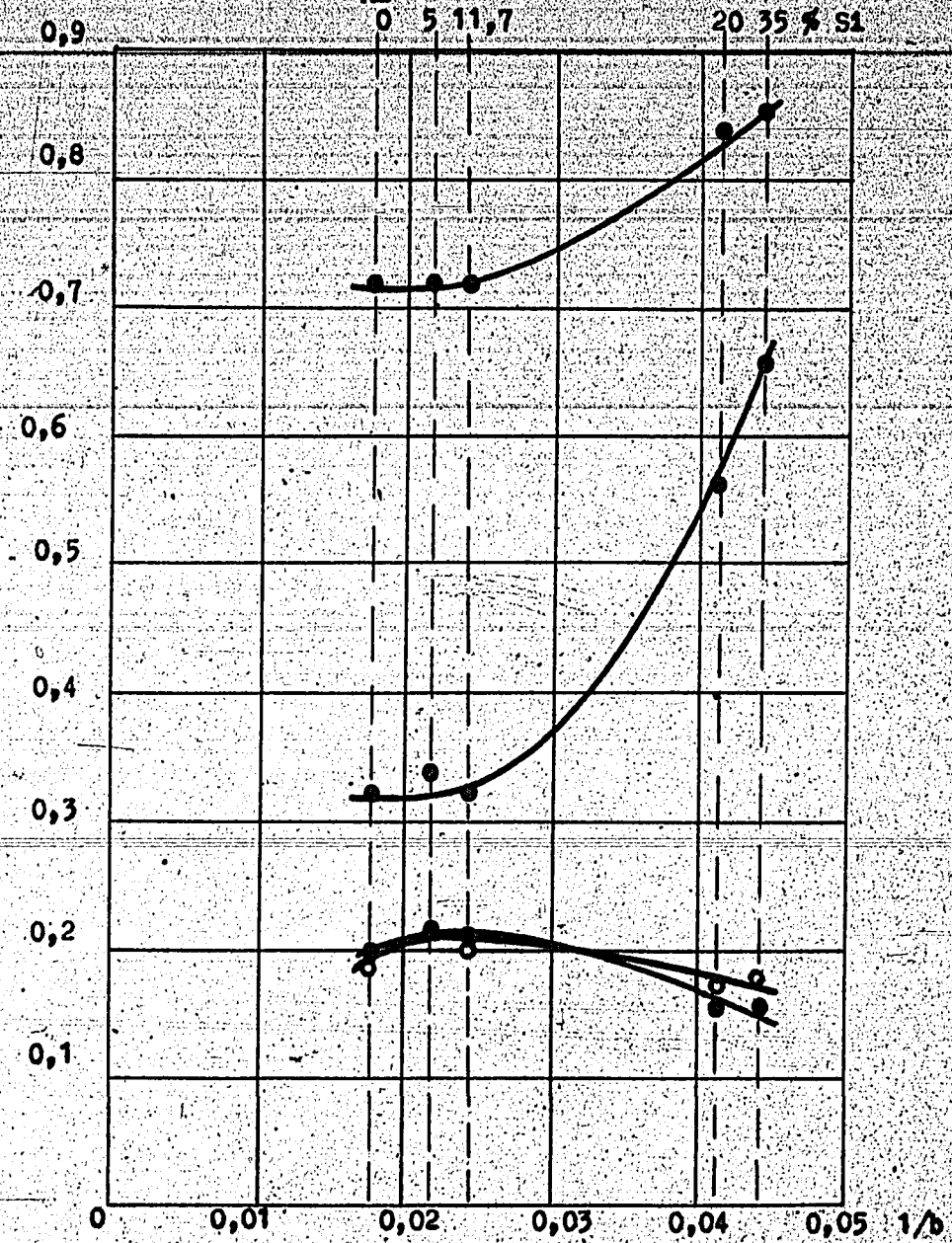
30065

Zum Bericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt
Bb.-Nr. 5475/44 VI-S v. 4.5.1944.

Bild 6: Gleitreibungszahl verschiedener Al-Si-Legierungen in
Abhängigkeit von der Ritzhärte ($1/b$).

Gleitgeschwindigkeit: 7 cm/s Stiftdurchmesser: 1 mm
Temperatur: 20° C Belastung: 874 p
Rauhigkeit: $2,5 \cdot 10^{-3}$ mm

- : Grenzschmierung mit Laurinsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit Essigsäure-Äthylester
- : Grenzschmierung mit reinem Kohlenwasserstofföl
- : ohne Schmierung



Jan 10. Jan 1942

30066

41

Leuna - Werke, den 10. März 1942

**Besprechung am 26.2.42
Über die Ester-Anlage in Leuna.**

Anwesend: Dr. Fischer, Dr. Jagemann, Dr. Metzger, Dipl.-Ing. Grütner,
Dipl.-Ing. Weidmann.

Nachdem am 25.2.42 der Bedarf an Apparaturen in großen Zügen festgestellt war, wurden einzelne Betriebsteile einer genaueren Durchrechnung ihrer Kapazität unterzogen.

Die Anlage wird als mehrstöckiger Stahlkonstruktionsbau in zwei asymmetrisch zueinander liegenden Hälften ausgeführt. Die Herstellung der vier verschiedenen Ester verteilt sich auf die beiden Systeme wie folgt:

System I	System II
1500 Jato Ester 515	1000 Jato Ester 426
1000 " " 504	500 " Schneidöl

1.) Veresterung

Jedes System arbeitet mit zwei Veresterungsrührwerken. Die Ester 515 und 504 sind in ihrer Zusammensetzung und Herstellung so ähnlich, dass die Produktion ohne Schwierigkeit jederzeit vom einen auf den anderen Ester eingestellt werden kann. Wie aus der folgenden Zusammenstellung hervorgeht, können im System I rund insgesamt 200 Tonne der beiden Ester hergestellt werden.

Die beiden Ester des Systems II sind zwar chemisch stark verschieden, doch bringt ihre Verarbeitung in einem System betriebliche Vorteile. Bei Schneidöl wird der Rohester I nach Kühlung durch eine Haubold'sche Schälentrifuge von der auskristallisierten Adipinsäure befreit, bei Ester 426 ist es vielleicht günstig, das als Kontakt verwendete Zinkoxyd vor der Waschung abzuschleudern, weil es sonst beim Waschen in der Lavalentrifuge verbleibt, dessen wiederholte Reinigung Zeitverluste mit sich bringt. Bei beiden Estern muß das erste alkalische Waschwasser angesäuert und bei Ester 426 die überschüssige Carbonensäure, bei Schneidöl der nicht umgesetzte saure Ester wiedergewonnen werden. Bei beiden Estern kommt eine Vielzahl von Materialien zum Einsatz, was mehrere Meßbehälter notwendig macht. Die Kapazität je eines Veresterungskessels ist aus der Zusammenstellung zu entnehmen. Für Schneidöl beträgt sie die Hälfte der anderen Ester, da die Veresterung in zwei Ansätzen nacheinander durchgeführt wird.

Wenn Sy-
tion von
die 1000
onen ist

Der enai

Ester 51

Eine Char
Monatspro

Ester 42

Eine Char
Monatspro

Schneidöl

Eine Char
Monatspro

für je 10

41

Wenn System II mit beiden Kesseln auf Schneidöl arbeitet, kann die Jahresproduktion von 500 Tons in 4,5 Monaten erzeugt werden; in weiteren 4,5 Monaten können die 1000 t Ester 426 erzeugt werden. Die zeitliche Verteilung der beiden Produktionen ist von Bedeutung für die Lagerhaltung und wird bei der Tankfrage besprochen.

Der emailierte Einheitskessel hat 3,8 m³ Gesamttraum
 = 4,0 - 4,5 m³ Nutzraum

Ester 515 und 504 Füllung 700 kg Adipinsäure oder Methyladipinsäure -H₂O
 2,800 " Alkohol 180 - Ende 3,3 t
 bzw. 160 = 200 = 3,7 m³

3,500

Ausbeute 1,500 kg Ester 515 pro Charge
 1,450 " " 504

Eine Charge ist in mindestens 8, höchstens 12^h verestert.

Monatsproduktion je Kessel (12-Std.-Charge) 2 x 1,5 x 30 = 90 t Ester 515
 2 x 1,45 x 30 = 90 t Ester 504

Ester 426 Füllung 520 kg P 3
 2340 " Leuna-Säure 200 = 250 -H₂O
 140 " Seifenfettensäure 3,3 t = 3,7 m³
 560 " Mittelöl

3560 kg

Ausbeute 1,8 t Ester 426 pro Charge

Eine Charge in mindestens 8, höchstens 12^h verestert.

Monatsproduktion je Kessel (12-Std.-Charge) 2 x 1,8 x 30 = 110 t 426

Schneidöl 1. Füllung 2400 kg Alkohol 180 - Ende -H₂O
 1050 " Adipinsäure 3,3 t = 3,7 m³

3450 kg

Robester 3050 kg

2. Füllung u. -H₂O
 Pentagl. 650 kg 3,5 t = 3,9 m³
 + Sr.Rückst.

3650 kg

Ausbeute 1,8 t Schneidöl pro Charge

Eine Charge in mindestens 8, höchstens 12^h verestert.

Monatsproduktion je 1 Kessel (12-Std.-Charge) 2 x 1,8 x 30 = 55 t Schneidöl

für je 100 Moto Ester 515,504 bei 10 Std.-Charge ist ein Veresterungsrührwerk nötig

für je 100

für je 100

für je 100

System I i

wird das l

Betriebare

gung des K

schaffen u

re und Hex

Säcke von

2.) Kuhlun

Es ist

len, i

das ha

werden

des S

linier

trenn

ansat

ange

5^h ei

schwe

list

2.) m

nur a

digke

für d

vorge

fein

Form

einge

setze

meil

Kühl

Kühl

pre

Vas

für je 100 Mole Ester 315,304, bei 10 Std.-Charge ist ein Veresterungsrührwerk ^{nötig}
 für je 100 Mole Schneidöl bei 12^h Charge sind zwei Veresterungsrührwerke ^{nötig}
 für je 100 " Ester 426 " " ist ein Veresterungsrührwerk ^{nötig}.
 System I ist voll ausgestattet, System II zu 75 %. Aus Gründen der Austauschbarkeit
 wird das letztere trotzdem wie System I ausgeführt und stellt daher eine kleine
 Betriebsreserve dar, die kurzzeitige Störungen überwinden hilft. Zur Beschleunigung
 des Einfüllens der Adipinsäure in die Rührkessel müssen Vorrichtungen geschaffen
 werden, die das seitwärts, beschwerliche, wegen des Stäubens der Säure
 und Heraustragens des warmen Alkohols gesundheitsschädliche Entleeren der
 Säcke von Hand ersetzen.

2.) Kühlung des rohen Veresterungsgemisches.

Es ist vorgesehen, Kühlgefäße aus V 17 F plattiert von 6 m³ Inhalt aufzustellen,
 in denen durch Umpumpen durch eine außerhalb liegende Kühlvorrichtung
 das heiße rohe Veresterungsgemisch abgekühlt wird. Die Ester 426, 304, 315
 werden auf 80° gekühlt und bleiben klar, bei der ersten Veresterungsstufe
 des Schneidöls scheiden sich pro Ansatz 200 - 300 kg fein verteilte, kristallisierte
 Adipinsäure aus, die über eine Haubold'sche Schälentrifuge abgetrennt werden müssen.
 Ein Kühlgefäß muß in der Lage sein, einen Veresterungsansatz innerhalb von 3 Stunden aufzunehmen, *von 110° auf 80° abzukühlen und wieder zu erhitzen.*

Da in System I nur auf 80° gekühlt werden muß, reicht ein Kühler der angegebenen Dimension aus, weil bei verestertem Ansatz die Veresterung alle 5^h
 eine Charge zur Kühlung gelangt. In System II ist bei Schneidöl mit erschwerenden
 Verhältnissen zu rechnen, denn 1.) muß zur vollständigen Kristallisation der Adipinsäure,
 die unterhalb 80° beginnt, bis 20° gekühlt werden, 2.) muß damit gerechnet werden,
 dass sich die Kühlrohre mit einer, wenn auch nur geringen Schicht von Adipinsäure
 beschlagen und dadurch die Kühlgeschwindigkeit verringert wird. In System II sind
 daher zwei Kühlgefäße erforderlich. Für die Sommermonate muß für Schneidöl eine
 Kühlung durch Sole von 0- +3° vorgesehen werden. Zur Abtrennung der auskristallisierten
 Adipinsäure, die in fein verteilter, wegen der Viskosität der Lösung nur langsam
 filtrierbarer Form anfällt, werden zwei Schälentrifugen von Haubold mit Überlauftrammel
 eingesetzt. Eine Zentrifuge muß innerhalb 6 Stunden (siehe Schema) 4 m³ durchsetzen
 und insgesamt 300 - 400 l Kristallschlamm ausschalen, bei 80 l Trenneinhalt also 5 x
 geschält werden:

- Je 12 Std. kommt ein Ansatz ^{saure} Rohester zum Einsatz
- Kühler 1 davon 6 Std. Kühlung, 6 Std. ^{Verfahren} über Zentrifuge.
- Kühler 2 übernimmt das Kühlen des Rohesters II
- Die geschälten Ester gelangen in allen Fällen ohne Zwischenbehälter in die Waschanlage.

3.) Waschanlage

Der die Trennung des Kessels von den Waschanlagen. Der Unterschieden

sehen Ob die von der doch a den, d Kreise mung m Ein Es Zwei W Wasche

Für Sys in Sys stärker werden 8 Rühr ausrei ausführe

wäre die der all Dosieru 3.) milt den, we ge muß ca 400

POOR COPY 41

3.) Waschung.

Der die Geschwindigkeit des Waschens bedingte ^{ende} langsamste Vorgang ist die Trennung von Wasser und Ester in der Zentrifuge. Bei dem Ester ⁴²⁶ und Schneidöl muß wegen der erhöhten Neigung zur Emulsionsbildung wahrscheinlich der ganze Kesselinhalt von 4 m³ Ester und 1 m³ Waschwasser durch die Zentrifuge gefahren werden. Erforderlich sind pro Ansatz eine Waschung mit Lauge und drei Waschungen mit Wasser; d.h. pro Ester-Ansatz müssen 20 m³ zentrifugiert werden. Die Durchsatzgeschwindigkeit beträgt wegen des geringen Dichteunterschieds der beiden Flüssigkeiten durchschnittlich 600 l/h, bei stärker emulgierten Estern muß mit weniger gerechnet, d.h. genügend Betriebsreserve vorgesehen werden.

Ob die Waschung in Rührbehältern oder Turbomischern durchgeführt wird, hängt von den noch von Dr. Jagemann auszuführenden Versuchen ab. Der Bau soll jedoch auf jeden Fall zunächst für die Waschung in Rührkesseln vorgesehen werden, der Übergang zur Waschung mit Turbomischern oder an deren Stelle mit Kreiselpumpen (Vorschlag von Dipl.-Jng. Weidmann) ist noch während der Planung möglich.

Ein Esteransatz muß in 10 Stunden gewaschen sein. Dafür sind nötig:

Zwei Waschgefäße und vier Zentrifugen nach folgendem Schema

Wascher 1:	Füllen und Verrühren mit Lauge	1 Std.
	Zentrifugen durch 4 parallele Zentrifugen	1,6 Std. in Wascher 2.
	3 x Verrühren mit Wasser	3 x 0,5 = 1,5 "
	3 x Zentrifugieren	3 x 1,6 = 4,8 "
	Waschdauer insgesamt	8,9 Stunden.

Für System I sind somit vier Rührbehälter und acht ^{parallele} Zentrifugen erforderlich; im System II sind die Ausbeuten pro Ansatz zwar etwas höher, doch wegen der stärkeren Emulgierung der Ester 426 und Schneidöl muß es ebenso ausgeführt werden. Es sind dafür erforderlich:

8 Rührbehälter und 16 Zentrifugen. Die Größe der Waschkessel wäre mit 8 m³ ausreichend; wenn der Bau durch 10 m³ Kessel nicht wesentlich schwerer auszuführen ist, sollen jedoch 10 m³ Behälter Verwendung finden.

Bei kontinuierlicher Fahrweise durch Turbomischer oder Kreiselpumpen wäre die Anordnung folgende: Der gekühlte Rohester muß auch in diesem Falle der alkalischen Wäsche in einem Rührkessel unterworfen werden 1.) wegen der Dosierung der Lauge, 2.) wegen der Emulsionsneigung in alkalischen Lösungen, 3.) müssen die Kühlgefäße für die Aufnahme der nächsten ^{Charge} ~~Wäsche~~ entleert werden, weilsonst dafür mehr Kühlgefäße benötigt würden. Hinter jeder Zentrifuge muß als Pufferraum vor dem nächsten Mischer ein Zwischenbehälter von ca 400 l eingeschaltet werden.

Das Sol
Lauge
Füllen
2 x Zent
Der Was
folged
per 24
und ha
daraus

Destill
Die Des
gefahre
Gefahr
erreicht
des Ber
Vorgese
2), die

für ein
eine Le
Die Anl
dampfer
terries
blasens
sen. Ob
sten 1

den sie
350 l S
nur ca
trieb,
rene De

30070

Das Schema für ein System ist folgendes

Laugewascher Zentrifuge 1 → Zwischenbehälter 1 → Mischer 1
 Füllen u. Waschen 1 Std. 3 m³: 0,8 - 6,5 Std. dazu 1 m³ Wasser
 2 x Zentrifuge, Zwischenbehälter, Mischer → Zentrifuge 4: 1 Charge-ca 8 Stunden.
 Der Waschkessel wird je 8 Std. entleert, muß aber je 5 Std. befüllt werden, in-
 folgedessen sind zur Pufferung 2 Stück notwendig. Mit einer Waschanlage können
 per 24 Stunden 3 Chargen gemessen werden. Auch diese ist daher zu verdoppeln
 und hat dann genügend Betriebsreserve. Für die ganze Ester - Anlage ergeben sich
 daraus:

- Waschkessel 4
- Zentrifugen 16
- Turbomischer 12
- Zwischenbehälter 12

Besprechung am 2.3.u. 5.3.42.

Destillation.

Die Destillationsapparaturen werden alle bei Temperaturen von maximal 180 - 190°
 gefahren und können mit Hochdruckdampf betrieben werden. Sie können daher ohne
 Gefahr im Bau errichtet werden. Über die Durchsätze, die bei den einzelnen Estern
 erreicht werden müssen, unterrichtet die ausführliche Zusammenstellung am Schluß
 des Berichtes.

Vorgesehen werden zwei kontinuierlich arbeitende Vakuumdestillationen (Dst. 1 u.
 2), die unter Zuhilfenahme von Wasserdampf arbeiten und eine Vakuumblase (Dst. 3).

In Destillation 1 werden die Ester 515 und 504 gefahren. Sie ist zu bauen
 für eine stündliche Einspritzung von 1000 l Rohester und 60 kg Wasserdampf, bzw.
 eine Leistung von 500 l Kopfprodukt (einschl. Wasserdampf) und 500 l Sumpfprodukt.
 Die Anlage ist so zu dimensionieren, dass in einem mit HD-Dampf beheizten Vorver-
 dampfer ca 90 - 95 % des Vorlaufs verdampft werden, während der Rest beim Herun-
 terrieseln über eine ca 3 m hohe Raschigringfüllung durch den in den Sumpf einge-
 blasenen Dampf ausgetrieben wird. Der Sumpf ist außerdem durch HD-Dampf zu behei-
 zen. Ob Rücklauf nötig ist, muß noch geklärt werden. Die Destillation ist im Sy-
 stem 1 12 Monate in Betrieb.

Destillation 2 ist in derselben Größe zu bauen, obwohl der Ester 426, für
 den sie vorgesehen ist mit nur 500 l Einspritzung und 20 kg Wasserdampf, bzw.
 350 l Sumpfprodukt und 150 l Kopfprodukt gefahren wird. Da der Ester 426 während
 nur ca 5 - 6 Monaten gefahren wird, ist sie auch nur während dieser Zeit in Be-
 trieb, stellt aber in der Zwischenzeit eine Betriebsreserve für die voll ausgefah-
 rene Destillation 1 dar. Als Material für die Kolonne kommt Eisen mit V17 F

plattier
 plattier
 als Beim
 Schneidbl
 Vakuum m
 sats, we
 sind Al
 der bei

J
 tion des
 siedende
 Rückmitte
 wendung r
 oder Hall
 200 - 230
 und sur
 Fraktion,
 2,8 m³ pe

Raffinati
 Für die S
 (800 mm p
 reichend,

Mischung
 Die Ester
 sie sind

Da
 R-Öl und
 ungen ent
 Zu
 anlage ei

Wasserauf
 Die bei d
 Schneidbl
 und wieder
 tralisier
 bereitung

plattiert in Frage, für die Umlaufverdampfer kommt ebenfalls V17 F eventuell plattiert in Frage.

Schneidöl ist sehr schwer löslich in Kohlenwasserstoffölen, darf daher nicht als Beimischung in Ester 426 vorkommen. Aus diesem Grunde ist zur Destillation des Schneidöls eine gesonderte Apparatur vorzusehen, die als Blasendestillation unter Vakuum mit Wasserdampfhilfe gebaut wird. Zu destillieren sind pro Tag 6,7 m³ Einsatz, wovon 2,7 m³ Destillat und außerdem 0,5 t Wasserdampf überdestillieren sind als Destillat werden ohne Vakuum erst 0,35 m³ Isobutyren abgezogen, die wieder bei der Pentaglykolextraktion verwendet werden.

In der übrigen Zeit dient die 1.) zur Redestillation des bei der Destillation des Esters 426 anfallenden Mittelöls, das von der darin enthaltenen leichter siedenden Esterfraktion getrennt werden muß. Aus dem täglichen Anfall von 5,1 m³ Rückmittelöl sind ca 560 l Estervorlauf abzutrennen, für die eine geeignete Verwendung noch zu suchen ist; wahrscheinlich sind sie als Weichmacher vom Typus IT4 oder Mellit einzusetzen. Die Blase dient 2.) zur Gewinnung der Mittelölfraktion 200 - 250°, die als Wassertriebmittel bei der Veresterung von 426 gebraucht wird und zur Deckung der Betriebsverluste an dieser Fraktion. Der Bedarf an dieser Fraktion, der 20 % des gesamten Mittelöls ausmacht, beträgt in der Anfahrzeit 2,8 m³ per Tag, die laufenden Verluste sind mit 120 - 150 l per Tag anzunehmen.

Raffination.

Für die Schöpfung sind per System ein Rührkessel und eine Extraktionsfilterpresse (800 mm φ), für die ganze Anlage daher zwei Rührkessel und zwei Filterpressen ausreichend.

Mischung.

Die Ester 515 und 426 werden in Me 96b dem dort produzierten 88 903 zuge mischt, sie sind im Kesselwagen dahin zu transportieren.

Das Achsenöl wird in zwei großen Misch tanks durch Umpumpen aus hydrierten R-Öl und dem Ester 504 aufgemischt. Da beide Komponenten noch geringe Verunreinigungen enthalten, ist eine Zentrifuge zur Feinreinigung erforderlich.

Zur Einstellung des Schneidöls auf die richtige Viskosität ist in der Esteranlage ein Mischkessel a 5 m³ und eine Zentrifuge erforderlich.

Wasseraufbereitung.

Die bei der alkalischen Esterwaschung anfallende Lauge muß bei Ester 426 und bei Schneidöl nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure von der abgeschiedenen Säure befreit, und wieder neutralisiert werden. Bei Ester 504 und 515 fällt beim Ansäuern und Neutralisieren keine organische Säure mehr an. Alle Waschwasser müssen vor ihrer Aufbereitung einen Ölabscheider durchlaufen, in dem sich ev. durch die Zentrifugen

durchgeris
20 m³ und
in einen 2
gefülltes

Tanklager.
Aus der fo
Lagerhaltu

30072

durchgerissener Ester fängt, insgesamt erforderlich sind, drei Glabscheider a 20 m³ und drei Wasseraufbereiter à 100 m³ Inhalt. Die abgetrennte Säure läuft in einen 2 m³ Behälter und wird zur Befreiung von Schwefelsäure durch ein wasser-gefülltes Rohr durchgepumpt in den Lagerbehälter.

Tanklager.

Aus der folgenden Aufstellung der Durchsätze der einzelnen Ester ergibt sich die Lagerhaltung und die Größe des notwendigen Tankraums.

Einsatz an

Ausbeute an

Mittelöl

d₂₀ = 0,85

P₃

Leuna-Säure

d₂₀ = 0,92

Seifenfett

d₂₀ = 0,90

Zinkoxyd O

Reha

Reha

Reha

Natronlauge

d₂₀ = 1,5

Schwefelsäure

d₂₀ = 1,8

Ester

d₂₀

Rück

d₂₀

Ester

d₂₀

Rück

fall

Ester

d₂₀

Mitt

d₂₀

Frisch-Mitt

d₂₀ = 0,85

Bleicherde

Kalkhydrat

Ester

Durchsatz bei Ester 426

30073

1000 Jato, bei 225 Kato in 4,5 Monaten herstellbar

Einsatz an Material

Ausbeute an Produkten

	pro Monat	pro Monat	pro Tag	bei kont. Durchsatz pro Stunde
	1 Ansatz	120 Ansätze	4 Ansätze	
Mittelöl d ₂₀ = 0,85	560 kg 700 l	67 t ₃ 84 m ³	2,24 t ₃ 2,8 m ³	
P3	520 kg	62,5 t	2,08 t	
Leuna-Säure 200-250 d ₂₀ = 0,925	2340 kg 2350 l	281 t ₃ 304 m ³	9,36 t ₃ 10,1 m ³	
Seifenfettsäure 10-16 d ₂₀ = 0,90	140 kg 155 l	17 t ₃ 18,6 m ³	0,56 t ₃ 0,62 m ³	
Zinkoxyd 0,25 %	5 kg	0,6 t	20 kg	
Robester	3360 kg	405 t ₃	13,5 t ₃	
XXXXXXXXXXXX Reakt.-Wasser	3700 l 210 kg	4444 m ³ 25 t	14,8 m ³ 0,84 t	
Natronlauge 50 %ig d ₂₀ = 1,5	300 kg 200 l	36 t ₃ 24 m ³	1,2 t ₃ 0,8 m ³	
Schwefelsäure konz. d ₂₀ = 1,8	200 kg 110 l	24 t ₃ 15 m ³	0,8 t ₃ 0,44 m ³	
Ester gewaschen d ₂₀ = 0,92	2720 kg 2960 l	326 t ₃ 355 m ³	10,9 t ₃ 11,8 m ³	455 kg 490 l
Rücksäure d ₂₀ = 0,92	525 kg 570 l	63 t ₃ 68,5 m ³	2,1 t ₃ 2,3 m ³	
Ester destilliert d ₂₀ = 0,95	2000 kg 2100 l	240 t ₃ 252 m ³	8,0 t ₃ 8,4 m ³	334 kg 350 l
Rückmittelöl fällt gemeinsam an	535 kg 620 l	64 t ₃ 75 m ³	2,14 t ₃ 2,5 m ³	89 kg 104 l
Estervorlauf d ₂₀ = 0,92 Sumpfkonzent	ca 140 kg 152 l	16,8 t ₃ 18 m ³	0,56 t ₃ 0,62 m ³	23,4 kg 26 l
Mittelölverlust d ₂₀ = 0,85	25 kg 30 l	3,0 t ₃ 3,6 m ³	100 kg 120 l	
Frisch-Mittelöl-Bedarf d ₂₀ = 0,85	125 kg 147 l	15 t ₃ 17,6 m ³	0,5 t ₃ 0,6 m ³	
Bleicherde 3 %		7,2 t	240 kg	
Kalkhydrat 2 %		4,8 t	160 kg	
Ester raffiniert	1900 kg 2000 l	228 t ₃ 240 m ³	7,6 t ₃ 8,0 m ³	317 kg 334 l

Einsatz an

Ausbeute

Adipinsäure
Alkohol 180
d = 0,85
Naphtalinsul

Rohes
d = 0
Reakt

Natronlauge
d₂₀ = 1,5

Rohes
d₂₀ =

Dest.
d₂₀ =

Vorlauf
d₂₀ =
Da

Bleicherde
Kalkhydrat

Ester

POOR
COPY

41

P
C

30074

Durchsätze bei Ester 515 und 504.

2500 Tons - 210 Tage

Einsatz an Material

(10 Studiger Charge)

bei kontin.
Durchsatz
pro Stunde

Ausbeute an Produkten

pro Monat

pro Tag

	1 Ansatz	140 Ansatze	4,6 Ansatze	
Adipinsure (Methyladipinsure)	700 kg	98 t	3,4 t	
Alkohol 120-240 Spt. 16-200 d = 0,85	2800 kg 3300 l	392 t ₃ 465 m ³	13,4 t ₃ 15,8 m ³	
Naphtalinsulfonsure 0,15%	2 kg	280 kg	9,6 kg	
Rohester d = 0,92	3300 kg 3380 l	465 t ₃ 505 m ³	15,8 t ₃ 17,2 m ³	660 kg 720 l
Reakt.-Wasser	172 kg	24,2 t		
Natronlauge 50 %ig max. d ₂₀ = 1,5	50 kg 35 l	7 t ₃ 4,7 m ³	240 kg 160 l	
Rohester gewaschen d ₂₀ = 0,92	3150 kg 3420 l	441 t ₃ 480 m ³	15,1 t ₃ 16,4 m ³	630 kg 685 l
Dest. Ester d ₂₀ = 0,94	1550 kg 1650 l	218 t ₃ 231 m ³	7,4 t ₃ 7,9 m ³	311 kg 331 l
Vorlauf d ₂₀ = 0,88	1550 kg 1760 l	218 t ₃ 248 m ³	7,4 t ₃ 8,5 m ³	311 kg 352 l
Dampfkondensat			1,5 m ³	63 l
Feleicherde 3 %		6,5 t	220 kg	
Kalkhydrat 2 %		4,3 t	150 kg	
Ester raffiniert	1500 kg 1600 l	210 t ₃ 225 m ³	7,2 t ₃ 7,7 m ³	300 kg 320 l

POOR COPY

41

30075

Durchsätze bei Schmelz 5.1

500 Jate bei 110 motu in 2,5 Monaten

Einsatz von Material

Ausbeute an Produkten	pro Monat			pro Stunde
	1 Ansatz	60 Ansätze	2 Ansätze	b. kontin. fahren
Adipinsäure frisch	850 kg	50 t	1,66 t	
Alkohol 180 - Ende	2400 "	144 t ₃	4,8 t ₃	
d ₂₀ = 0,85	= 2800 l	168 m ³	5,6 m ³	
Adipinsäure zurückgew.	200 kg	12 t	0,4 t	
dabei Rohester 1	200 "	12 t ₃	0,4 t ₃	
zusammen ca. 400	400 l	24 m ³	0,8 m ³	
Naphtalinsulfosäure	2 kg	120 kg	4,0 kg	
Rohester 1	3020 kg	181 t	6,04 t	
Adipinsäure + Rohester 1 gehen zurück	400 "	24 t	0,8 t	
Reaktions-Wasser 1	174 "	10,4 t	0,35 t	
Pentaglykol	162 "	9,7 t	0,32 t	
Jacbutyrol	162 "	9,7 t ₃	0,32 t ₃	
gemeinsam d ₂₀ = 0,95	340 l	20,4 m ³	0,68 m ³	
Halbester zurück	324 kg	19,5 t ₃	0,65 t ₃	
d ₂₀ = 0,95	340 l	20,4 m ³	0,68 m ³	
Rohester 2	3580 kg	215 t ₃	7,06 t ₃	
d ₂₀ = 0,95	3850 l	231 m ³	7,7 m ³	
Reaktions-Wasser	63 kg	3,9 t	0,12 t	
Natronlauge 50%ig	150 kg	9,0 t ₃	0,3 t ₃	
	100 l	6,0 m ³	0,2 m ³	
Schwefelsäure konz.	100 kg	6,0 t ₃	0,2 t ₃	
	55 l	3,3 m ³	0,10 m ³	
Halbester geht zurück (kann vielleicht vermindert werden.)	324 kg	19,5 t	0,65 t	
Neutralsäure	3100 kg	186 t ₃	6,2 t ₃	258 kg
d ₂₀ = 0,95	3340 l	200 m ³	6,7 m ³	280 l
Ester destilliert	1890 kg	113 t ₃	3,76 t ₃	158 kg
d ₂₀ = 0,95	2000 l	120 m ³	4,0 m ³	167 l



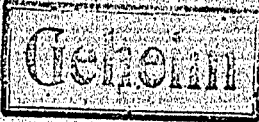
		pro Monat			pro Stunde
		1 Ansatz	60 Ansätze	2 Ansätze	
Gesamt - Umlauf	1190 kg	71,4 t ₃	2,4 t ₃	100 kg	
d ₂₀ = 0,88	= 1550 l	81 m ³	2,7 m ³	112 l	
enthält Abfall-Alkohol	1020 kg	61 t ₃	2,04 t ₃	85 kg	
d ₂₀ = 0,89	1150 l	69 m ³	2,3 m ³	96 l	
enthält Isobutyron	155 kg	9,3 t ₃	0,32 t ₃	13 kg	
d ₂₀ = 0,86	174 l	10,4 m ³	0,35 m ³	14,5 l	
Dampfkondensat			0,5 m ³	20 l	
Bleicherde 3 %		3,4 t	110 kg		
Kalkhydrat 2 %		2,2 t	75 kg		
Schneidöl	1800 kg	108 t ₃	3,6 t ₃	150 kg	
d ₂₀ = 0,95	= 1900 l	114 m ³	3,8 m ³	158 l	

M. J. J. J.

viels
die O
ganis
ester
erhal
minde
oder
primä
Man e
Hier
ge ar
wasse
von O
von A
in de
freier
ihrer
erfol
beisp
kohol
8, zw
Zweck
gege
haft
wie S
günst
abdes
genwa
tet,
nen v

the copy (42) *H*

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT



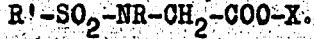
30077

Unser Zeichen: O.Z.14591. We/H8
Ludwigshafen a.Rh., den 15. Februar 1944.

Verfahren zur Herstellung von Estern.

Es wurde gefunden, dass man sehr wertvolle, technisch vielseitig anwendbare Ester erhält, wenn man Carbonsäuren, in denen die Carboxylgruppen mittels einer $-SO_2-NR-CH_2-$ Gruppe an einen organischen Rest gebunden ist, mit beliebigen Oxyverbindungen verestert.

Carbonsäuren der genannten Art können beispielsweise erhalten werden, indem man Sulfonamide, die am Amidstickstoff noch mindestens ein Wasserstoffatom enthalten, mit Halogenessigsäuren oder ihren Salzen oder Sulfohalogenide mit Aminoessigsäuren mit primärer oder sekundärer Aminogruppe oder deren Salzen umsetzt. Man erhält dann Verbindungen der allgemeinen Formel



Hierin bedeutet X Wasserstoff oder ein Metall und R und R' beliebige aromatische oder besser aliphatische Gruppen, vorzugsweise Kohlenwasserstoffreste; R kann auch Wasserstoff sein. Auch durch Umsetzung von Oxy-carbonsäuren oder deren Lactonen mit Sulfamiden in Gegenwart von Alkali kann man Carbonsäuren der genannten Art erhalten. Soweit in der genannten Weise Salze erhalten werden, können aus ihnen die freien Säuren in üblicher Weise gewonnen werden.

Die Veresterung der so erhaltenen Carbonsäuren oder ihrer reaktionsfähiger Abkömmlinge, z.B. der Carbonsäurehalogenide, erfolgt mit beliebigen Oxyverbindungen in an sich bekannter Weise, beispielsweise mit Phenolen, vorteilhaft aber mit aliphatischen Alkoholen, vor allem solchen, die mindestens 6 oder besser mindestens 8, zweckmässig aber nicht mehr als 14 Kohlenstoffatome enthalten. Zweckmässig erhitzt man die miteinander zu veresternden Komponenten, gegebenenfalls unter Zusatz eines Verdünnungsmittels und vorteilhaft in Anwesenheit eines die Veresterung fördernden Katalysators, wie Schwefelsäure, Salzsäure oder Benzolsulfosäure; dabei ist es günstig, wenn das bei der Veresterung gebildete Wasser fortlaufend abdestilliert wird, in besonders einfacher Weise, indem man in Gegenwart eines mit Wasserdampf flüchtigen Kohlenwasserstoffs arbeitet, der zusammen mit dem Reaktionswasser übergeht und nach Abtrennen von diesem in das Umsetzungsgefäss zurückgeführt werden kann.

Die erhaltenen Ester entsprechen der allgemeinen Formel

107

3007
O.Z.:14591

R'-SO₂-NR-
wasserstoff
Schwefelat
enthalten
wasserstoff
ein solche
Art mit 12
gegebenen
Acylgruppe
R Wasserst
atom in de

setzen, z
auch eine
liebigen (C
sättigten
zweigter K
8, vorteil

volle Eig
Seifen od

Alkylsulf
etwa 15 K
setzungsp
wässrigen
bei Emuls
eignen. D
gegen Kor
ter dem E
anderweit
bedürfen,

einer Rei
bessern.
oder ande
chromatog

Teile sin

30077a

O.Z. 14591

- 2 -

$R'-SO_2-NR-CH_2-COO-R''$. Hierin bedeutet R' einen beliebigen Kohlenwasserstoffrest, der auch Heteroatome oder Heterogruppen, z.B. Schwefelatome oder NH-Gruppen, als Brücken- oder Ringglieder enthalten kann. Vorzugsweise ist R' ein aliphatischer Kohlenwasserstoffrest mit gerader oder verzweigter Kette, insbesondere ein solcher gesättigter Natur, zweckmässig eine Gruppe dieser Art mit 12-18 Kohlenstoffatomen. R kann Wasserstoff oder eine, gegebenenfalls substituierte, Alkyl- oder Arylgruppe oder eine Acylgruppe, z.B. Acetyl- oder weitere R'-SO₂-Gruppe, sein. Falls R Wasserstoff ist, kann es vorteilhaft sein, dieses Wasserstoffatom in dem fertigen Ester durch eine organische Gruppe zu ersetzen, z.B. durch eine Alkyl-, Oxalkyl- oder Aryl-Gruppe, oder auch eine Acyl, z.B. die Acetylgruppe. R'' ist der Rest einer beliebigen Oxyverbindung, vorzugsweise eines aliphatischen ungesättigten oder besser gesättigten Alkohols mit gerader oder verzweigter Kette, der vorteilhaft mindestens 6, besser mindestens 8, vorteilhaft aber nicht mehr als 14 Kohlenstoffatome enthält.

Ester der genannten Art besitzen besonders wertvolle Eigenschaften. Sie können mit Hilfe von Emulgatoren, z.B. Seifen oder Alkalisalzen von Alkylsulfamidocarbonsäuren, z.B. Alkylsulfamidoessigsäuren oder Alkylsulfamidobuttersäuren mit etwa 15 Kohlenstoffatomen in der Alkylgruppe, oder auch mit Umsetzungsprodukten von alkylierten Phenolen mit Äthylenoxyd, in wässrigen Flüssigkeiten leicht emulgiert werden und liefern dabei Emulsionen, die sich hervorragend als Bohr- und Schneideöle eignen. Die Ester üben, hierbei eine sehr starke Schutzwirkung gegen Korrosionen aus, sodass die bearbeiteten Metallteile unter dem Einfluss der wässrigen Flüssigkeit nicht rosten oder anderweitig korrodiert werden und daher keiner Nachbearbeitung bedürfen, um die Korrosionsprodukte zu entfernen.

Es kann vorteilhaft sein, die fertigen Ester noch einer Reinigung zu unterwerfen, um ihre Eigenschaften zu verbessern. Diese kann z.B. durch eine Behandlung mit Bleicherde oder anderen Adsorptionsmitteln erfolgen, gegebenenfalls auf chromatographischem Wege.

Die in dem nachstehenden Beispiel angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

der Kohle
verzweigt
säure und
säure ver
stoffatom
übersteig
liert. Da
fäss zurü
kühlen, w
die wässr
raffinier
Esters, d
arbeitet
sion ausü

Verf
zeichnet,
eine -SO
in an sich
wünschten
durch ein

Beispiel.

100 Teile einer von 180-250° siedenden Fraktion der bei der Kohlenoxydhydrirung unter Druck erhaltenen höheren Alkohole mit verzweigter Kette werden unter Zusatz von 0,5 Teilen Benzolsulfonsäure und 30 Teilen Toluol mit 193 Teilen einer Alkylsulfamidoessigsäure verestert, deren Alkylgruppe im Durchschnitt etwa 15 Kohlenstoffatome enthält. Dabei soll die Temperatur im Gemisch 150° nicht übersteigen. Das gebildete Wasser wird zusammen mit Toluol abdestilliert. Das Toluol wird vom Wasser getrennt und in das Reaktionsgefäß zurückgeführt. Sobald kein Wasser mehr übergeht, lässt man abkühlen, wäscht die Masse mit wässriger Alkalilauge neutral, trennt die wässrige Schicht ab, entfernt das Toluol durch Destillation und raffiniert den Rückstand mit Bleicherde. Man erhält 240 Teile eines Esters, der in der beschriebenen Weise auf Bohr- und Schneideöle bearbeitet werden kann und dabei sehr gute Schutzwirkung gegen Korrosion ausübt.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung wertvoller Ester, dadurch gekennzeichnet, dass man Carbonsäuren, in denen die Carboxylgruppe durch eine $-SO_2-NR-CH_2-$ Gruppe mit einem organischen Rest verbunden ist, in an sich bekannter Weise mit Oxyverbindungen verestert und gewünschtenfalls ein am Stickstoff gebundenes Wasserstoffatom durch eine organische Gruppe ersetzt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I. G. FA

Ester

den C

mehre

alipha

deste

nannte

vorste

alipha

aber i

Äthylb

säure.

Mono-

der Se

bereit

atome

349 dieser

30079

43

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 13 504 We/B1

Ludwigshafen a.Rh., den 19. Juni 1942

Verfahren zur Herstellung von Estern.

Es wurde gefunden, dass man technisch vielseitig anwendbare Ester erhält, wenn man aliphatische Dicarbonsäuren, deren zwischen den Carboxylgruppen befindliche Kohlenwasserstoffkette eine oder mehrere aliphatische Seitenketten trägt, entweder nur mit primären aliphatischen Alkoholen mit verzweigter Kohlenstoffkette und mindestens 6 Kohlenstoffatomen verestert oder wenn man Säuren der genannten Art in beliebiger Reihenfolge teilweise mit Alkoholen der vorstehend gekennzeichneten Art und zum anderen Teil mit primären aliphatischen Alkoholen mit ebenfalls mindestens 6 Kohlenstoffatomen, aber im wesentlichen gerader Kohlenstoffkette verestert.

Säuren der genannten Art sind beispielsweise Methyl- und Äthylbernsteinsäure und die entsprechenden Abkömmlinge der Glutarsäure. Besonders gut eignen sich aber höhermolekulare Säuren, wie Mono- und Dimethyl-Adipinsäure oder die entsprechenden Abkömmlinge der Sebacin-, Kork- oder Pimelinsäure.

Die Alkohole mit verzweigter Kohlenstoffkette müssen, wie bereits erwähnt, primäre Alkohole sein und mindestens 6 Kohlenstoffatome enthalten. Vorteilhaft verwendet man höhermolekulare Alkohole dieser Art, zweckmässig jedoch solche, die nicht mehr als 14 Kohlen-

349

13 504

stoffatome

Individuen

wie man sie

schen Reduk

thanol und

Sehr gut ei

siedende Fr

Alkoholen m

Wenn r

verwenden w

jedoch eben

Auch diese A

sein. Alkoh

Gemischen be

der Einwirkun

Die Ve

freien Säure

wenden. Zwe

wie Schwefel

linsulfonsäu

bei der Vere

Destillation

in Gegenwart

nimmt und da

stoffen lauf

Die so

tiefe Erstar

seitig anwen

mittel für I

z.B. Nitroce

cellulose, C

13 504

30080

- 2 -

stoffatome enthalten. Diese Alkohole brauchen keine chemischen Individuen zu sein, sondern man kann auch Gemische verwenden, wie man sie z.B. als sogenannte Isobutylöle bei der katalytischen Reduktion von Oxyden des Kohlenstoffs unter Druck zu Methanol und Isobutylalkohol als ölige Nebenerzeugnisse erhält. Sehr gut eignet sich beispielsweise eine von etwa 180 - 250° siedende Fraktion dieser Isobutylöle, die im wesentlichen aus Alkoholen mit 8 - 14 Kohlenstoffatomen besteht.

Wenn man auch im wesentlichen geradkettige Alkohole mitverwenden will, so sollen auch diese mindestens 6, zweckmässig jedoch ebenfalls nicht mehr als 14 Kohlenstoffatome enthalten. Auch diese Alkohole können chemische Individuen oder Mischungen sein. Alkohole dieser Art erhält man beispielsweise in Form von Gemischen bei der drucklosen Reduktion des Kohlenoxyds, sowie bei der Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf Olefine.

Die Veresterung erfolgt in an sich bekannter Weise. Statt der freien Säuren kann man auch ihre Anhydride oder Halogenide verwenden. Zweckmässig arbeitet man unter Zusatz von Katalysatoren, wie Schwefelsäure, Halogenwasserstoff, Toluolsulfonsäure, Naphthalsulfonsäure, Zinkstaub oder Zinkoxyd. Vorteilhaft ist es, das bei der Veresterung gebildete Wasser fortlaufend durch azeotrope Destillation zu entfernen, beispielsweise indem man die Veresterung in Gegenwart von Kohlenwasserstoffen, wie Benzin oder Benzol, vornimmt und das gebildete Wasser zusammen mit diesen Kohlenwasserstoffen laufend abdestilliert.

Die so erhaltenen Ester sind flüssige Stoffe, die durch sehr tiefe Erstarrungspunkte ausgezeichnet sind. Sie sind technisch vielseitig anwendbar. Beispielsweise sind sie sehr gute Weichmachungsmittel für Lackrohstoffe und Kunststoffe der verschiedensten Art, z.B. Nitrocellulose, Acetylcellulose, Celluloseäther, wie Benzylcellulose, Chlorkautschuk, Polyvinylchlorid oder -acetat. Sie sind

in allen
sungsmitt
lich.

Toluolsul
250° sied
wird das

in der ge
baren Ant
wird der
werden di
und der D

Kalk und
Esters mi
Lackindus
Weichmach

wendet we

180 bis 25

Nach Beend

neutralisi

aufgenomme

wird durch

ert, dabei

sauren Est

das durch

cylen gewo

gemisches

ganischen

in allen in der Lack- und Kunststoffindustrie gebräuchlichen Lösungsmitteln und insbesondere auch in Kohlenwasserstoffölen löslich.

Beispiel 1.

100 Teile Methyladipinsäure werden in Gegenwart von 1 Teil Toluolsulfonsäure als Katalysator mit 400 Teilen der von 180 - 250° siedenden Alkoholfraktion des Isobutylöles verestert. Hierbei wird das bei der Veresterung frei werdende Wasser mit Hilfe der

in der genannten Isobutylölfraktion enthaltenen, nicht veresterbaren Anteile azeotrop abdestilliert. Nach beendeter Reaktion wird der Rohester mit alkalischem Wasser neutral gewaschen; dann werden die noch vorhandenen nicht veresterten Anteile abdestilliert und der Destillationsrückstand durch Zugabe von 2 % gelöschtem Kalk und 2 % Bleicherde gereinigt. Man erhält so 260 Teile eines Esters mit dem Stockpunkt -59°. Dieser Ester ist in allen in der Lackindustrie gebräuchlichen Lösungsmitteln löslich. Er kann als Weichmacher für zahlreiche Lackrohstoffe, z.B. Nitrocellulose, verwendet werden.

Beispiel 2.

100 Teile Methyladipinsäure werden mit 150 Teilen der von 180 bis 250° siedenden Alkoholfraktion des Isobutylöles verestert. Nach Beendigung dieser Veresterung wird mit 25 %iger Natronlauge neutralisiert. Dabei wird der gebildete saure Ester von der Lauge aufgenommen, während der Neutralester auf der Lauge schwimmt. Er wird durch Zentrifugieren abgetrennt. Dann wird die Lauge angesäuert, dabei scheidet sich der saure Ester ab. Man erhält 79 Teile sauren Ester. Dieser wird nun mit 54 Teilen eines Alkoholgemisches, das durch Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf n - Dodecylen gewonnen wurde, verestert. Man erhält 92 Teile eines Estergemisches mit dem Stockpunkt -33°. Dieser Ester ist in allen organischen Lösungsmitteln löslich. Er kann als kältebeständiger

★

30082

13 504

- 4 -

Weichmacher für zahlreiche Lackrohstoffe verwendet werden.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Estern, dadurch gekennzeichnet, dass man aliphatische Dicarbonsäuren, die in der Kohlenwasserstoffkette zwischen den Carboxylgruppen durch eine oder mehrere Alkylgruppen substituiert sind, entweder nur mit primären aliphatischen Alkoholen mit verzweigter Kette und mindestens 6, zweckmässig nicht mehr als 14, Kohlenstoffatomen oder in beliebiger Reihenfolge teilweise mit Alkoholen der genannten Art, im übrigen mit primären aliphatischen Alkoholen mit mindestens 6, und zweckmässig nicht mehr als 14, Kohlenstoffatomen und im wesentlichen gerader Kohlenstoffkette verestert.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Organisatio

Teilnehm

Die Bsp
Entwickl
Planung
entsprio
Schwierig
Art der
ist folg
Schkopau
für Vaku
dieser K
können.

1.) Este
Der
25 m

2.) Este
Das
beso
Das
geli

Leun
Schk
Heyd

Rach
ents
960
Plan
dass
neue
No 9

30083

Organische Abteilung I

Leuna Werke, den 21. Juli 1943 Sch.

Besprechungsbericht

Geheim!
1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 R. St. G. B.
2. Weitergabe nur verhältnismäßig bei Dolmetscherung als Einzelfall!
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gänzlichem Verschluß!

44

Teilnehmer:

- Dir. Dr. Giesen
- Dr. Fischer
- DI. Grüttner
- Dr. Hanisch
- Dr. Jagemann
- Ol. Keinke
- Dr. Metzger
- Dr. Pohl
- Frl. Dr. Rössig
- Ol. Sackmann
- Dr. Zorn

Die Besprechung hatte den Zweck zu klären, ob nach dem heutigen Stande der Entwicklung der Ester und der z. Zt. zu übersehenden Absatzmöglichkeiten die Planung und Konstruktion unserer Esteranlagen den zu erwartenden Verhältnissen entspricht. Insbesondere sollte auf Grund der in der letzten Zeit aufgetretenen Schwierigkeiten bei der Darstellung einiger Ester festgestellt werden, ob die Art der von uns für die Neuanlage gewählten Destillation zweckmäßig ist. Es ist folgende Anzahl von Destillationen vorgesehen: Leuna 4, Auschwitz 3, Schkopau 1. In jedem dieser Fälle handelt es sich um kontinuierlich arbeitende für Vakuum- und Wasserdampfbehandlung vorgesehene Destillationskolonnen. Jede dieser Kolonnen wird 1500, bei guter Arbeitsweise bis 2200 tato Ester liefern können. Zu den einzelnen Estern ist folgendes zu sagen.

- 1.) Ester 455, MG-Ester.
Der Bedarf für MG-Öl wird bis auf weiteres bei 50 moto liegen. Dafür sind 25 moto Ester notwendig. Herstellungsort ist Me 981.
- 2.) Ester 504 für Y-Achsenöl.
Das Y-Achsenöl behält die jetzige Zusammensetzung. Die Lieferfähigkeit ist beschränkt durch die zur Verfügung stehenden Kohlenwasserstoff-Komponente. Das für das Y-Öl benötigte R-Öl wird in Zukunft aus folgenden 3 Anlagen geliefert werden.

	Kapazität für SS-Öl	Anfahrtermin
Leuna	8 - 9 000 tato	in Betrieb
Schkopau	10 000 "	Januar 1944
Heydebreck 2	10 000 "	" 1945

Rechnet man mit 6,5 % R-Öl, so sind aus obigen Mengen insgesamt 1900 tato, entsprechend 3800 tato Achsenöl, zu erwarten. Für diese Menge sind etwa 960 tato bzw. 80 moto Ester 504 notwendig. Die gegenüber der früheren Planung auf etwa die Hälfte herabgesetzte Menge wird dadurch tragbar werden, dass das Öl nach neueren Angaben der Reichsbahn nur etwa alle 3 Jahre erneuert zu werden braucht. Als Fabrikationsstelle für das Achsenöl ist Me 981 vorgesehen.

3.) Ester
Das au
worden
schwan
dafür
gesehe
Ester
Ester
Vollfa
Prakti
andere
Ester
Oxydat
Ester
jedoch
falls
weise
Über 2
von Sch
Ester f
dieser
kapazi
die Le
Der Eir
erfolge
säure f
stehen
getrenn

4.) Ester 4
Dieser
Mengen

5.) Ester 6
Obwohl
Öl die
ausbau
500 tato
thylol
dieser
ausgefü
nicht v

6.) Ester 3
Der urs
3022 ha
indem e
bildung
Betrieb
unbedin
Ester d
der aus
noch de
tion di
die uns

POOR COPY

44

- 3.) Ester 515. *M. 1016*
 Das aus diesem Ester hergestellte Einlauföl wird in grossen Mengen benötigt werden. Der Einsatz dürfte ab Ende d. J. erfolgen. Die Vorausschätzungen schwanken zwischen 10 - 30000 jato, entsprechend 6 - 18 000 to Ester. Die dafür benötigte Methyladipinsäure (3800 bzw. 10 500 jato) dürfte zur Verfügung stehen. Als Alkoholkomponente ist die Alkoholfraktion 180-250^o vorgesehen. Zur Streckung dieser Komponente wird bei höherem Bedarf an diesem Ester auf Oxalkohol zurückgegriffen werden müssen. Da bereits für 10 000 jato Ester rd. 17 500 jato dieser Alkoholmenge eingesetzt werden müssen und bei Vollfahren sämtlicher Rohisobutyl-Synthesenanlagen nur etwa 20 800 to der Fraktion 180 - 250^o maximal gewonnen werden können, und wovon 2-3000 to für andere Zwecke abgesetzt werden müssen, werden etwa 17 - 18 000 to für diesen Ester übrig bleiben. Nach den Erfahrungen bei der Veresterung der über das Oxydationsverfahren gewonnenen Methyladipinsäure sind die daraus hergestellten Ester ausserordentlich wärmeempfindlich bei der Destillation. Da der Ester jedoch nicht selbst destilliert sondern nur getoppt zu werden braucht, wird, falls eine Sumpftemperatur von 180^o nicht überschritten wird, die Betriebsweise der Destillationskolonne voraussichtlich die zweckmässigste sein. Über 200^o ist der Ester der Zersetzung ausgesetzt. Rechnet man damit, dass von Schkopau 1, Auschwitz 5 und in Leuna 2 Destillationsapparaturen für diesen Ester freigemacht werden können, so ist bei einer Leistungsfähigkeit jeder dieser Anlagen von 1500 jato mit 9000 to Ester, das sind 15 000 to Einlauföl, kapazitätsmässig mit Sicherheit zu rechnen. Es wird jedoch erwartet, dass die Leistung der Destillationsanlagen mindestens 2000 jato beträgt. Der Einsatz des Esters 515 wird nach Angabe von Herrn Dr. Zorn im Winter erfolgen. Ab Ende d. J. kommen vielleicht 200 moto zum Einsatz. Methyladipinsäure in der benötigten Menge von 100 to für 200 moto dürfte zur Verfügung stehen. Wann die Alkohole aus Heydebreck anfallen und dort durch Destillation getrennt werden können, wird Herr Dr. Giesen in der nächsten Woche klären.
- 4.) Ester 426.
 Dieser Ester ist nicht mehr akut. Er wird in Zukunft nur noch in kleinsten Mengen von Fall zu Fall hergestellt werden.
- 5.) Ester 623. *M. 1016*
 Obwohl das Bohröl von Höchst sich überall bewährt hat, so ist doch für dieses Öl die Rohstofflage noch so weit ungeklärt, dass das Reichsamt für Wirtschaftsausbau auf Ausführung der uns für diesen Ester erteilten Auflage in Höhe von 500 jato bestehen wird. Die Komponente dieses Esters sind Adipinsäure, Trimethyloläthan und Alkoholfraktion 180^o bis Ende. Für 500 to werden rd. 700 to dieser Fraktion eingesetzt. Die Anlage für Leuna wird also planungsgemäss ausgeführt und vorläufig darf über diese Anlage für andere Fabrikationen nicht verfügt werden.
- 6.) Ester 3022 und 3023.
 Der ursprünglich aus Methyladipinsäure und Cyklohexanol hergestellte Ester 3022 hat bei der Destillation im Betrieb grosse Schwierigkeiten bereitet, indem er sich mehr oder minder vollständig zersetzt, zum Teil unter Asphaltbildung. Die Destillation im Laboratorium ist bei 0,02 mm erfolgt. Im Betrieb ist ein Vakuum, das bestenfalls 3 mm beträgt, erreichbar. Es muss unbedingt versucht werden, ob durch eine Wasserdampf-Destillation dieser Ester destillierbar wird. Etwas besser liegen die Verhältnisse beim Ester 3023, der aus Adipinsäure und Methyl-Cyklohexanol entsteht. Aber auch dieser ist noch destillationsempfindlich, so dass auch bei ihm die Wasserdampfdestillation die Lösung sein dürfte. Die MTA wird sich nach einer Hochvakuum-Apparatur, die uns gestattet, obengenannte Vakua von unter 1 mm zu erreichen, umsehen.

- Es kommt die Sache so dass 16-20 zu sehen.
- 7.) Mollit Nach An Für 40 Karbon ort vor
- 8.) Vauhat Während Öffner später Anfälle bisher Wasser zu erwa
- 9.) Korrosi Ausgang kommen Alkohol Ester Amino-c werden Herste des Est dürfte stellun
- 10.) Ester Dieser säure h webbe t Auch de Frage.
- 11.) Schwefe Die Kap einer r Waffend empfind Der Ein gehen,
- 12.) Inhibit Zum Ein mit ein bicheri der neu ist mit die App

POOR COPY

4 4

Es kommen zunächst nur 4 moto in Frage, aber Ende d. Js. wird jedoch durch die Shell eine zusätzliche Kohlen-Wasserstoff-Komponente geliefert werden, so dass auch dieser Ester auf 8 moto, für das nächste Jahr vielleicht auf 16-20 moto gesteigert werden kann. Als Produktionsstelle ist Me 1016 vorgesehen.

7.) Mallit.

Nach Angabe von Herrn Dr. Giesen können bequem 30-40 moto abgesetzt werden. Für 40 moto werden benötigt rd. 20 to Trimethyloläthan und 62,5 to Leum-Karbonsäure 160-180 bzw. 125 to entsprechender Alkoholfraktion. Produktionsort voraussichtlich Me 1016.

8.) Vauhatin.

Während die ersten durch unser Laboratorium hergestellten und an Voigt und Hüffner gelieferten Mengen hellgelb und völlig durchsichtig waren, sind die späterhin im Technikumbetrieb und neuerdings im Grossbetrieb hergestellten Anfälle sehr dunkel. Es sollte erreicht werden, dass auch dieser Ester, der bisher nicht destilliert wird, durch Destillation geschönt wird. Entsprechende Wasserdampfversuche sind in Laboratorium und im Technikum anzustellen. Die zu erwartende Produktionsmenge liegt bei 20 moto. Produktionsort Me 1016.

9.) Korrosionsschutzester. (KSE)

Ausgangsmaterial Mesamido-Essigsäure und Alkoholfraktion 180-250°. In Frage kommen 8-20 moto. Bei 20 moto = 240 jato werden rd. 400 to der genannten Alkoholfraktion eingesetzt werden müssen. Obwohl der Plan besteht, diesen Ester umzustellen auf einen Ester, dessen Säure mit Chloressigsäure umgesetzte Amino-capron-Säure sein wird, muss vorläufig mit diesem Ester noch gerechnet werden. Der Ester wird nicht destilliert sondern nur unter Vakuum getoppt. Herstellungsschwierigkeiten treten bei der Waschung auf, da das spez. Gewicht des Esters nahe zu 1 ist. Durch Versetzen von leichten Kohlenwasserstoffen dürfte die Trennung bei der Waschung erleichtert werden. Vorgesehener Herstellungsort ist Me 1016.

10.) Ester 1473.

Dieser Ester entfällt. An seine Stelle werden Ester treten, die aus Sebacinsäure hergestellt sind oder aus einer Säure, die man aus einer Ketokarbonsäure, welche bei der Oxydation des o-Methylcyclohexanon entsteht, synthetisieren kann. Auch derartige Ester kommen später als Einheitsester für alle KHIteöle in Frage.

11.) Schwefelester.

Die Kapazität beträgt 10 moto, die als ausreichend befunden wird, da mit einer rückläufigen Entwicklung dieses Esters gerechnet wird. Der Einsatz im Waffenöl wird zurückgehen. Er wird dort durch einen neuen, gegen Kupfer unempfindlichen Stoff, der sich z.Zt. in Prüfung befindet, ersetzt werden. Der Einsatz im Pervinan, der z.Zt. noch in der Prüfung ist, dürfte so langsam gehen, dass die obige Kapazität auf Jahre hinaus ausreicht.

12.) Inhibitor.

Zum Einsatz gelangt der Inhibitor z. In Zukunft werden alle Flugmotorenöle mit einem Zusatz von 0,02 % Inhibitor versetzt werden. Die Kapazität der bisherigen Anlage in Me 96 liegt bei 1 moto und lässt sich nach Aufstellung der neuen V 2a Säure-Chlorid-Apparatur auf 1,6 moto steigern. Ab Juli 1944 ist mit Steigerung auf 2 to und darüber je Monat zu rechnen. Bis dahin dürfte die Apparatur in Me 1016 betriebsfähig sein.

13.) Versandfr
Das Versa
u'schung
Schkopau
wird die
den Ester
massig
Me 981 na
nicht gle
von 14 Ta
sollte ma
sehen. Fu
aus Bau 9
aus Bau 9
aus dem V
das Forti

Zusammenf
noch Gült
werden kö
durch ein
ten Produ
überlegt v

POOR COPY 44

30086

13.) Versandfragen.

Das Versandlager in Me 999 wird im Mai bis Juli 1944 fertig sein. Die Mischung des Y-Ols bleibt vorläufig in Me 981. Später wenn das R-Ol von Schkopau und Heydebreck angeliefert wird und in Leuna gesammelt werden muss, wird die Mischung in Me 999 vorgenommen werden. Es ist zu überlegen, ob für den Ester 504, der in einer Maximalmenge von 80 moto = 100 obm bei regelmäßiger Produktion hergestellt werden muss, eine besondere Leitung von Me 981 nach dem Versandlager gelegt werden soll. Da jedoch diese Produktion nicht gleichmäßig sondern stossweise erfolgt, so dass die 80 moto innerhalb von 14 Tagen produziert werden müssen, d.h. aller 2 Tage ein Kesselwagen, sollte man doch die Verlegung einer besonderen Leitung für diesen Ester vorsehen. Für Fassversand kommt in Frage: Waffenöl aus Bau 981, Fliegerdrucköl aus Bau 96, Mollit vorläufig aus 981 (evtl. Kesselwagen), Vaunatin vorläufig aus Bau 981, ferner der Ester 623 und anfänglich auch Ester 555. Für Versand aus dem Versandlager später das Achsenöl und zunächst nur der Ester 515 bzw. das fertig eingestellte Einlauföl.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass die von uns vorgesehene Planung auch heute noch Gültigkeit hat und die Bauvorhaben in der vorgesehenen Weise ausgeführt werden können. Geplant ist die Ergänzung der Destillationsapparatur in Me 1016 durch eine Hochvakuum-Destillation. Ferner muss auf Grund der oben aufgestellten Produktionsverteilung eine Verteilung des Tankraums in Me 981 und Me 1016 überlegt werden.

Herrn

I.G.

3 1

So

J. 74. 87

Es v

Nit

eine

oder

Die

sung

nen

Als

klas

Sulf

sulf

Sulf

alip

und

und

schl

säur

säur

nitr

send

ren,

Anlage zu M

POOR
COPY

4 4

8800 **45**

30087

3 1 4 0
So/D8

Frankfurt (Main)-Höchst,
den 19. April 1943.

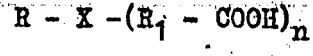
Geheim!

F. 74, 846 II/48 d

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

Korrosionsschutzmittel.

Es wurde gefunden, dass die wasser- und öllöslichen Salze oder Nitrile, Amide oder Ester von Säuren der allgemeinen Formel:



worin R und R₁ gesättigte aliphatische oder cyclische Kohlenwasserstoffreste bedeuten, von denen wenigstens einer mindestens 6 C-Atome enthält,

X die Gruppe -SO₂N< oder eine Heteroatomgruppe, welche den Rest -CO - N< oder -C = S - N< enthält und n = 1 oder 2, wobei die Gruppierung X - (R₁ - COOH)_n

auch mehrmals an R gebunden sein kann,

eine ausgezeichnete Schutzwirkung gegen Korrosion^{en} auf Metallen oder Metallegierungen der verschiedensten Art ausüben.

Die Anwendung der Produkte kann z.B. in Form von wässrigen Lösungen oder Emulsionen oder in Form von Lösungen oder Dispersionen in Mineralölen, fetten Ölen oder dgl. erfolgen.

Als Säuren, welche die Grundlage für die obengenannten Körperklassen bilden, seien z.B. die folgenden genannt: aliphatische Sulfamidocarbonsäuren, wie z.B. Octylsulfamidoessigsäure, Dodecylsulfomethylamidoessigsäure, Octadecylsulfamidodiessigsäure, die Sulfamidoessigsäuren, welche entstehen, wenn man auf gesättigte aliphatische oder cyclische Kohlenwasserstoffe gleichzeitig Chlor und SO₂ unter Belichtung mit kurzwelligen Strahlen einwirken lässt und die Reaktionsprodukte mit Ammoniak oder primären Basen und anschliessend mit Halogenalkylcarbonsäuren, wie z.B. Chloressigsäure in Gegenwart von Alkalien umsetzt, Alkylsulfamidopropionsäuren, wie sie z.B. erhältlich sind durch Anlagerung von Acrylnitril an Alkylsulfamide oder Alkylsulfoalkylamide und anschliessende Verifung der Sulfamidopropionnitrile, Sulfamidobuttersäuren, hergestellt durch Einwirkung von Butyrolakton auf Sulfamide,

Anlage zu Nr. 36076/48 d

3008
3 1 4 0

Dodecylber
essigsäure
carbonsäure
aldehyd un
amidocarbo
küssen, au
säuren, he

Geeignete
von natürl
Form ihrer
Sarkosin,
abbauprodu
Carbonsäur
molekulare
tion oder
860 289 er
kommen in
Carbonsäur
kosin, Ant
Carbonsäur
aus höherm
cylamin, O
Nitrile un
aus Halogen
Ammoniak o
wie Oxalsä
säure, Thi
stellt wer

Es kommen
kohlenäur
entstehen,
bonsäuren,
aliphatisch
riden mit

Die angefüh
Salze angev
Kalium-, Am

30088

8.1.40 1800E

-2-

Dodecylbenzolsulfamidoessigsäure, Cyclohexylsulfododecylamidoessigsäure, Propansulfododecylamidoessigsäure, ferner Sulfamidocarbonsäuren, wie sie durch Kondensation von Sulfamiden mit Formaldehyd und Aminocarbonsäuren erhältlich sind, ferner solche Sulfamidocarbonsäuren, wie sie gemäss EP 413 457 hergestellt werden können, ausserdem Sulfamidoalkylnitrile und Sulfamidoalkylcarbon-säuren, hergestellt nach Patentanmeldung I. 73 774 IVd/12 o.

Geeignete Carbonamidocarbonsäuren sind z.B. die Einwirkungsprodukte von natürlichen oder synthetischen Carbonsäuren, zweckmässig in Form ihrer Halogenide auf Aminocarbonsäuren, wie z.B. Glykokoll, Sarkosin, Alanin, ξ -Aminocapronsäure, Anthranilsäure oder Eiweiss-abbauprodukte, wobei besonders wirksam diejenigen synthetischen Carbonsäuregemische sind, welche z.B. durch Oxydation von höher-molekularen aliphatischen Kohlenwasserstoffen oder bei der Oxyda-tion oder Kalischmelze der nach der französischen Patentschrift 860 289 erhältlichen Alkohole hergestellt werden können. Ferner kommen in Frage solche Carbonsäuren, welche durch Umsetzung von Carbonsäureamiden mit Formaldehyd und Aminocarbonsäuren, z.B. Sar-kosin, Anthranilsäure oder Eiweissabbausäuren entstehen. Auch solche Carbonsäuren kommen für die vorliegenden Zwecke in Frage, welche aus höhermolekularen primären oder sekundären Aminen, z.B. Dode-cylamin, Oleylamin, Aminen, die aus Fettsäuren durch Überführung in Nitrile und katalytische Hydrierung erhalten werden, sowie Aminen aus Halogenierungsprodukten aliphatischer Kohlenwasserstoffe und Ammoniak oder primären Aminen, durch Umsetzung mit Dicarbonsäuren, wie Oxalsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure, Adipinsäure, Diglykol-säure, Thiodiglykolsäure usw. oder von Anhydriden solcher herge-stellt werden können.

Es kommen auch Urethancarbonsäuren in Frage, welche aus den Chlor-kohlensäureestern aliphatischer oder cycloaliphatischer Alkohole entstehen, und Aminocarbonsäuren oder Ureido- bzw. Thioureido-carbonsäuren, welche aus höhermolekularen aliphatischen oder cyclo-aliphatischen Isocyanaten, Isothiocyanaten oder Carbaminsäurechlor-riden mit Aminocarbonsäuren erhalten werden.

Die angeführten Carbonsäuren können erfindungsgemäss in Form ihrer Salze angewandt werden, wie z.B. der wasserlöslichen Natrium-, Kalium-, Ammoniumsalze, Calcium-, Magnesium-, Aluminium-, Zinksalze,

-3-

02008

30089

-3-

8140

ferner der wasserlöslichen Salze mit organischen Basen, wie Tri-
 äthanolamin, Cyclohexylamin, Pyridin. Sie können auch in Form
 ihrer Nitrile angewandt werden, deren Herstellung oben bereits
 erwähnt ist, ferner in Form ihrer Ester, wie z.B. mit Äthanol,
 Butanol, Isobutanol, dem Gemisch der Alkohole ca. C₅ - C₉, welche
 bei der Methanol-Synthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff anfallen,
 den Alkoholen, erhalten durch katalytische Reduktion der Fette
 oder Fettsäuren, ferner der Paraffinoxydationsäuren; ferner
~~kommen für die Veresterung in Frage die nach der französischen~~
 Patentschrift 860 289 erhältlichen Alkohole, Di- und Polyalkohole,
 wie z.B. Äthylenglykol, 1.3-Butylenglykol, 1.4-Butandiol, 1.4-
 Butendiol, 1.6-Hexandiol, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Glyce-
 rin usw. Die Herstellung der genannten Ester kann unmittelbar
 aus den Carbonsäuren erfolgen, sie können aber auch aus den bereits
 oben erwähnten Nitrilen durch saure Verseifung in Gegenwart des
 betreffenden Alkohols erhalten werden.

Für das vorliegende Verfahren geeignete Säureamide lassen sich
 z.B. ausser auf dem üblichen Wege ebenfalls aus den Nitrilen durch
 partielle Verseifung leicht herstellen.

Eine ganz besondere Wirkung entfalten solche Produkte wie die be-
 reits genannten Sulfamidocarbonsäuren aus gesättigten aliphatischen
 oder cyclischen Kohlenwasserstoffen, hergestellt durch gleichzei-
 tige Einwirkung von Chlor und SO₂ unter Bestrahlung mit kurzwelli-
 gem Licht, Behandlung der gebildeten Sulfochloride mit Ammoniak
 oder primären Aminen und Umsetzung der Sulfamide mit Chloressig-
 säure in Gegenwart von Alkali, welche von der Herstellung her
 noch unveränderte Kohlenwasserstoffe, Sulfamide und als Nebenpro-
 dukte bei der Herstellung dieser entstehende Dialkylsulfimide in
 Form ihrer Alkali- oder Ammoniumsalze oder deren Spaltungsprodukte:
 Sulfamide und Sulfonsäuren, letztere wieder in Form ihrer Alkali-
 oder Ammonsalze enthalten.

Man kann analog auch bei solchen Sulfamido- bzw. Carbonamidocarbon-
 säuren, welche diese Bestandteile nicht enthalten, in vielen Fäl-
 len eine Wirkungssteigerung oder Wirkungsabstimmung erzielen,
 wenn man diesen Körper zusetzt, welche einen gesättigten alipha-
 tischen oder cyclischen Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 6
 C-Atomen enthalten, also z.B. Kohlenwasserstoffe, Sulfamide, Di-

300

8140

sulfimi
Ammoniu
reamide

Die Erre
nur an
che Wirk
satz sol

bis besa
fonsäure
zungspro
Aminen,
phenole

Diese Pr
durch Er
in viele
vermögen

Bei s

1.) Als
salzes e
hergeste
Eine dur
gewonnen
grenzen
ungesätt
ter Best
Hälfte d
umgewand
sodass e
Wassersto
alkylsulf
in bekann
neutralis
erhält e

Die Misch

30090

8.140

-4-

sulfimide oder Sulfoacylimide, vor allem in Form ihrer Alkali-, Ammonium- oder Basensalze, Sulfonsäuren, Carbonamide, Dicarbonsäureamide, Carbonsäuren.

Die Erreichung der genannten besonderen Wirkungen ist aber nicht nur an den Zusatz der beschriebenen Körper gebunden, sondern solche Wirkungssteigerungen lassen sich ganz allgemein durch den Zusatz solcher Produkte erreichen, welche öl- und wasserlöslich

bis beschränkt wasserlöslich sind. Hier kommen z.B. in Frage Sulfonsäure- und Carbonsäureäthanol- und Diäthanolamide, die Umsetzungsprodukte von wenig Äthylenoxyd mit höhermolekularen Alkoholen, Aminen, Carbonsäuren, Carbonsäureamiden, Sulfonsäureamiden, Alkylphenolen usw.

Diese Produkte bewirken schon in geringen Mengen wahrscheinlich durch Erhöhung des Dispersitätsgrades der vorliegenden Systeme in vielen Fällen eine erhebliche Verbesserung des Korrosionsschutzvermögens.

Beispiele:

1.) Als Rostschutzmittel wird die 5 %ige Dispersion des Natronsalzes einer Alkylsulfamidoessigsäure angewandt, welches wie folgt hergestellt war:

Eine durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyd mit Wasserstoff gewonnene Fraktion aliphatischer Kohlenwasserstoffe mit den Siedegrenzen 230 - 320° wird durch katalytische Hochdruckhydrierung von ungesättigten Anteilen befreit und solange mit Chlor und SO₂ unter Bestrahlung mit kurzwelligem Licht behandelt, bis etwa die Hälfte der Kohlenwasserstoffe in im wesentlichen Monosulfochloride umgewandelt sind. Das Reaktionsgemisch wird mit Ammoniak behandelt, sodass ein Gemisch erhalten wird, welches aus etwa 50 % Kohlenwasserstoffen, etwa 35 - 38 % Alkylsulfamiden und etwa 12 - 15 % Di-alkylsulfimiden besteht. Dieses wird in Gegenwart von Alkalilauge in bekannter Weise mit Chloressigsäure umgesetzt, mit Natronlauge neutralisiert und auf einen Gehalt von 5 % Wasser eingestellt. Man erhält eine Mischung, bestehend aus etwa

37 % Mepasinsulfamidoessigsäurem Natrium
14 % Mepasinsulfamiden
44 % Mepasin
5 % Wasser

Die Mischung stellt ein blankes viscoses Öl dar, welches mit Was-

-5-

8.140

ser schwach
5 %igen wä
die Entstel
ein Anrost
stücken tre

2.) Schran

Lösung im
haftenden
schliessend
heisses Bad
Natriumsalz
die Eigenwä
blasen mit
tern und Sc
ohne dass F

3.) Blecht
tige Bearbe
licher Weis
sohen Lösun
Blechteile
beschrieben

im Trockno
Die Teile e
Natriumsalz
einige Zeit

4.) Verros
geführt. Na
Neutralisat
erneuten Ro
des in Beis
folgt bei K
durch weite
mehrere Woc
steht. Will
kann man eu
setzen und

ser schwach opaleszierende Verdünnungen gibt. Werden mit der 5 %igen wässrigen Verdünnung benetzte Werkstücke 8 Tage lang auf die Entstehung von Rostarben beobachtet, so kann in keinem Falle ein Anrosten der Teile bemerkt werden. Auch bei Leichtmetallwerkstücken treten keine Anfressungen auf.

2.) Schrauben und Muttern werden mit einer alkalischen wässrigen Lösung im Abkochverfahren durch Tauchen und Schwenken von den anhaftenden Spänen und anderweitigen Verunreinigungen befreit. Anschliessend werden sie mit Wasser gespült und dann in ein zweites heisses Bad von 70 - 80°, dem 2 % der in Beispiel 1 beschriebenen Natriumsalze zugegeben sind, getaucht. Die Trocknung erfolgt durch die Eigenwärme und kann auch durch eine Heizplatte oder durch Abblasen mit Druckluft unterstützt werden. Die so behandelten Muttern und Schrauben sind über einen längeren Zeitraum lagerfähig, ohne dass Rostbildung auftritt.

3.) Blechteile, welche durch die Verformung oder durch anderweitige Bearbeitung, wie Bohren, fettig geworden sind, werden in üblicher Weise durch Spritzen oder Abkochen mit wässrigen alkalischen Lösungen gereinigt. Nach dem Spülen mit Wasser werden die Blechteile in eine 0,1 - 0,2 %ige heisse Lösung der in Beispiel 1 beschriebenen Natriumsalze getaucht. Die Trocknung der Teile kann im Trockenofen, durch Sägespäne oder auch mit Druckluft erfolgen. Die Teile erhalten durch die ausserordentlich schwache Lösung der Natriumsalze einen Korrosionsschutz, der ausreichend ist, sie für einige Zeit, beispielsweise bis zur Lackierung, rostfrei zu halten.

4.) Verrostete Eisenteile werden der Beizung mit Mineralsäure zugeführt. Nach der Beizung wird mit Wasser gespült. Es folgt die Neutralisation mit einer 1 %igen Sodaa^{un}lösung. Zur Behinderung einer erneuten Rostbildung werden die Teile in eine heisse 5 %ige Lösung des in Beispiel 1 beschriebenen Produkts getaucht. Die Trocknung erfolgt bei kompakten Teilen durch die Eigenwärme, sie kann aber auch durch weitere Wärmezufuhr unterstützt werden. Die Teile können über mehrere Wochen gelagert werden, ohne dass die Gefahr des Rostens besteht. Will man noch einen weitgehenden Rostschutz erzielen, so kann man auch eine 10 oder 20 %ige Lösung der Natriumsalze einsetzen und gegebenenfalls das Produkt in verdünntem Zustand nehmen.

5.) In
Zeitrau
alle Te
dukt ei

ge Tage
Lösung
resp. d
salze a

gung de
einzeln
sammeln
mit ein

6.) Kor
kem Mas
kann man
Stahl na

des
und Stab

7.) In
wegen ge
man

beschrie
tribese
lich gün

8.) Für
1 %ige V
verwand

Ein natü
fen best
katalyti
freit un

Für dies
ze von A
erhalten

Das in B
serstoff

30092

8140

-6-

5.) In einer Maschinenhalle sollen Maschinen über einen längeren Zeitraum stillgelegt werden. Zur Unterbindung des Rostens werden alle Teile der Maschine mit dem in Beispiel 1 beschriebenen Produkt eingesprüht. Soll die Rostbildung nur für Sonntag oder wenige Tage unterbunden werden, so genügt hierfür schon eine 1 - 2 %ige Lösung des Produkts. Man kann in diesem Falle die Maschinenteile resp. die ganze Maschine mit einer 1 - 2 %igen Lösung der Natriumsalze abwaschen und erzielt auf diese Weise gleichzeitig die Reinigung der Maschine und den gewünschten Rostschutz. Damit nicht an einzelnen Vertiefungen der Maschine grössere Flüssigkeitsmengen zusammenlaufen, ist es ratsam, nach dem Abwaschen der Maschine noch mit einem trockenen Lappen nachzuwischen.

6.) Kochsalzlösungen greifen Eisen- und Stahlteile in sehr starkem Masse an. Durch Zusatz des in Beispiel 1 beschriebenen Produkts kann man der Kochsalzlösung die Aggressivität gegenüber Eisen und Stahl nehmen. Setzt man einer 1.2 %igen Kochsalzlösung 0,5 % des beschriebenen Produkts zu, so wird der Angriff auf Eisen und Stahl unterbunden.

7.) In Presswasseranlagen bestanden bisher grosse Schwierigkeiten wegen geeigneter korrosionsschützender Presswasserzusätze. Mischt man dem Presswasser je cbm 1,5 bis 2,5 kg des im Beispiel 1 beschriebenen Produktes zu, so zeigt das Produkt nach längerer Betriebszeit bezüglich Schmierwirkung und Korrosionsschutz wesentlich günstigere Ergebnisse als die bisher verwandten Produkte.

8.) Für die in den Beispielen 1 - 6 genannten Zwecke wird eine 1 %ige Verdünnung der Natriumsalze von Alkylsulfamidoessigsäuren verwandt, welche wie folgt gewonnen werden:

Ein natürliches aus im wesentlichen aliphatischen Kohlenwasserstoffen bestehendes Gasöl mit den Siedegrenzen 220 - 370° wird durch katalytische Hochdruckhydrierung von ungesättigten Anteilen befreit und, wie in Beispiel 1 beschrieben, behandelt.

Für dieselben Zwecke kann auch die 2 %ige Verdünnung der Natriumsalze von Alkylsulfamidoessigsäuren verwandt werden, welche wie folgt erhalten werden.

Das in Beispiel 1 beschriebene Gemisch von gesättigten Kohlenwasserstoffen wird solange mit Chlor und SO₂ unter Bestrahlung mit

8140

kurzwelligen
Kohlenwasserstoffen
sind. Man
sulfonchloride
unverändert
behandelt
lilaugem

Alkylsulfon
einen Wasser
dukt stellen
ser klare
Alkylmonooxid
amidoessigsäure
polysulfon

9.) Man
beigemisch
der gleich
geschieden
befreien u
beschriebene
auch die K

Alkylsulfon
chen Gewic
lenwasserstoff
fernt. Die
nen in Form
1 - 6 besch

andere Basen

Lösungen in

10.) Für
auch Lösung
folgt erha
An Carbonat
wird Acryl
Verseifung
Nitrile od

48008

30093

8140

-7-

kurzwelligem Licht behandelt, bis auf ein Durchschnittsmol der Kohlenwasserstoffe 1 Mol Chlor und 1 Mol SO₂ zur Einwirkung gelangt sind. Man erhält ein Gemisch, welches zu etwa 50 % aus Alkylmonosulfonchloriden, 34 % Alkyldi- bzw. -polysulfonchloriden und 16 % unveränderten Kohlenwasserstoffen besteht. Dieses wird mit Ammoniak behandelt und das erhaltene Sulfamidgemisch in Gegenwart von Alkalilauge mit chloressigsäurem Natrium zur Umsetzung gebracht, die Alkylsulfamidooessigsäuren mit Natronlauge neutralisiert und auf einen Wassergehalt von 5 % eingestellt. Das so dargestellte Produkt stellt ein gelbbraun gefärbtes zähes Öl dar, welches mit Wasser klare Lösungen ergibt. Es enthält neben den Natriumsalzen der Alkylmonosulfamidooessigsäuren auch solche von Alkyldi- bzw. polysulfamidooessigsäuren, ferner unveränderte Alkylsulfamide bzw. Alkylpolysulfamide, Dialkylsulfimide und unveränderte Kohlenwasserstoffe.

9.) Man kann die gemäss Beispiel 1 erhältlichen Sulfamide von den beigemischten Kohlenwasserstoffen durch Lösen der Rohsulfamide in der gleichen Gewichtsmenge 85 %igem Methanol, Abtrennen der ausgeschiedenen Kohlenwasserstoffe und Abdestillieren des Methanols befreien und die kohlenwasserstofffreien Sulfamide, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit Chloressigsäure zur Umsetzung bringen. Man kann auch die Kohlenwasserstoffe aus den in Beispiel 1 beschriebenen Alkylsulfamidooessigsäuren abtrennen, indem man diese in der gleichen Gewichtsmenge 85 %igem Aceton löst, die ausgeschiedenen Kohlenwasserstoffe abtrennt und das Aceton durch Destillation entfernt. Diese kohlenwasserstofffreien Alkylsulfamidooessigsäuren können in Form ihrer Alkalisalzlösungen für die in den Beispielen 1 - 6 beschriebenen Zwecke verwandt werden. Ammoniumsalze oder andere Basensalze, wie z.B. Cyclohexylaminsalze, können in Form ihrer Lösungen in Mineralölen als Korrosionsschutzöle angewandt werden.

10.) Für die Herstellung von Korrosionsschutzölen eignen sich auch Lösungen von Nitrilen oder Estern in Mineralölen, welche wie folgt erhalten werden:
 An Carbonamide, hergestellt durch Aminolyse von natürlichen Fetten wird Acrylnitril angelagert. Ester werden hieraus gewonnen durch Verseifung mit alkoholischer Salzsäure. 5 - 10 % der erhaltenen Nitrile oder Ester werden in einem Mineralöl gelöst.

-8-

8140

11.) Mag
 empflic
 ches Geb
 Zusatz-de
 Wasser wi
 gen genou
 chen Mag
 temperatur
 starke K
 sich sch
 Wasser 1
 sche zu,
 24 Stund

Patent

1.) Kor
 Ester von

wo
 Koh
 ein
 X
 ch
 n
 au

2.) Kor
 net durc
 beschrän

30094

81 4 0

28008

-8-

11.) Magnesiumlegierungen sind gegenüber Wasser ausserordentlich empfindlich. Es bleibt sich dabei gleich, ob es sich um ein übliches Gebrauchswasser oder um destilliertes Wasser handelt. Durch Zusatz der in Beispiel 1. beschriebenen Natriumsalzgemische zum Wasser wird diesem die Aggressivität gegenüber Magnesiumlegierungen genommen. Taucht man eine polierte Platte einer handelsüblichen Magnesium-Gusslegierung in Wasser von 10° d.H. bei Zimmertemperatur und belässt dieselbe darin 24 Stunden, so tritt eine starke Korrosion auf. Die ersten Korrosionserscheinungen machen sich schon nach wenigen Minuten bemerkbar. Fügt man dem gleichen Wasser 1 - 2 % der in Beispiel 1. beschriebenen Natriumsalzgemische zu, so findet unter sonst gleichen Bedingungen innerhalb 24 Stunden keine Korrosion statt.

Patentansprüche:

1.) Korrosionsschutzmittel, enthaltend Salze, Nitrile, Amide oder Ester von Säuren der allgemeinen Formel:



worin R und R₁ gesättigte aliphatische oder cyclische Kohlenwasserstoffreste bedeuten, von denen wenigstens einer mindestens 6 C-Atome enthält,

X die Gruppe $-SO_2N<$ oder eine Heteroatomgruppe, welche den Rest $-CO - N<$ oder $-C - S - N<$ enthält und n = 1 oder 2, wobei die Gruppierung $X - (R_1 - COOH)_n$ auch mehrmals an R gebunden sein kann.

2.) Korrosionsschutzmittel gemäss Patentanspruch 1, gekennzeichnet durch einen weiteren Zusatz von öl- und wasserlöslichen bis beschränkt wasserlöslichen Körpern.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I.G. FARBENINDUSTRIE

Anlage z

Beispiel

Met

Verwendu

späne an

wie z.B.

befreit.

sen 1-3%

deren di

P

ist, dur

Wirkung

zeichnet

Beispiel

Ver

nen Natr

Patent..

bearbeit

behandlun

bern, wo

lässt ma

Behandlun

ein. Ma

schutz a

G e b e i m l

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 Abs. 1 Nr. 1 S. 1 des Grundgesetzes.
2. Weitergabe nur durch schriftl. Befehl des Bundespräsidenten.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter sonstigen Vorbehalt.

30095

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Anlage zu unserer Eingabe vom 3.7.43 betr.: I. 74.846 VIa/48d (8140)

Beispiel 12.

Metallteile, welche durch die spannabhebende Bearbeitung unter Verwendung von Schneidölen fettig geworden sind und denen Metallspäne anhaften, wurden bisher durch Behandlung mit Fettlösungsmitteln wie z.B. Trichloräthylen vom Fett und den anhaftenden Metallspänen befreit. Es hat sich gezeigt, dass man unter Verwendung einer heissen 1-3%igen Lösung der in Beispiel 1 beschriebenen Natriumsalze, deren dispergierende- bzw. emulgierende und reinigende Wirkung im Patent.....(Anmeldung I.63.619 IVd/12c (7239)) beschrieben ist, durch Abspritzen und Spülen ebenfalls die erwünschte reinigende Wirkung erhält, wobei dann nach dem Austrocknen der Lösung ein ausgezeichneter Korrosionsschutz vorliegt.

Beispiel 13.

Verwendet man eine 1-2%ige Lösung der in Beispiel 1 beschriebenen Natriumsalze, z.B. zur spannabhebenden Metallbearbeitung gemäss Patent.....(Anmeldung I.71.835 IVd/23c (7887)), so kann man die bearbeiteten Teile, denen noch Metallspäne anhaften, durch eine Heissbehandlung mit einer 1-3%igen Lösung des gleichen Natriumsalzes säubern, wobei sich die Späne leicht fortspülen lassen. Anschliessend lässt man die wässrige Lösung austrocknen oder schaltet noch eine Behandlung eines etwa 1-3%igen Bades des Natriumsalzes nach Beispiel 1 ein. Man erhält einen hervorragenden, langdauernden Korrosionsschutz auf den Metallteilen.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Oberkommandant
Chef der
Erprobungs

An das
Oberkommandant
Chef TIR/

I. 8 e r

Betr.: Korrosionsschutz

Aufgabe:

Betriebsanweisung
Motor fest

Ergebnis:

B 4 beige
100 g. im
Rotring D

und ähnliche
Messstelle
von 290

wurde unter
10 Stunden
Lauf abge

achtet wer
Nach der L

raumes ein
tigen Best

Gly 136 we
de an den
über den

Zusammenfa
bildet di
0,1 % fest
herabgeh

1 Anlage (

Bearbeiter

30096

Oberkommando der Luftwaffe
Chef der Technischen Lufttrüstung
Erprobungsstelle d. Lw. Rechlin/Müritz (3)

Fernruf: Rechlin 211

Einschreiben

An das
Oberkommando der Luftwaffe
Chef TLR/2
1. Berlin WB

nachrichtlich:
Ammoniakwerk, Merseburg
z.Hd. Herrn Dr. ZORN

5. Nov. 1944

Unsere Zeichen: WL/Br. E 10 V
Br. B. Nr. ... 284796 ... /44

Betr.: Korrosionsschutzstoff KSE in Kraftstoffen.
BEZUG: Erprobungs-Nr. 2449, Teilbericht 77.

Aufgabe: Zur Vermeidung von Korrosion in Kraftstoffbehältern war dem Betriebsstoff B4 der Korrosionsschutzester KSE der Ammoniakwerke Merseburg beizumischen und der Einfluss dieses Stoffes auf den Betrieb im Motor festzustellen.

Ergebnis: Der Schutzstoff wurde in der Menge von 0,1 % dem Kraftstoff B4 beigemischt. Der Verdampfungstest ergab einen Rückstand von 75 mg/100 g. Im BMW 132 N Einzylinder-Ölprüfmotor wurde mit dem Schmierstoff Rotring D ein 40-stündiger Dauerlauf gefahren, ohne dass Kerzenstörungen und ähnliche Betriebsschwierigkeiten auftraten. Die Prüftemperatur der Meßstelle war allerdings gegenüber den üblichen Schmierölprüfläufen von 290° um 50° auf 240° G gesenkt worden. Von der 40.sten Stunde ab wurde unter normalen Prüfbedingungen, also wieder 290° G gefahren. Nach 10 Stunden, insgesamt 50 Stunden Laufzeit des Motors mit KSE, wurde der Lauf abgebrochen, ohne dass Ringstecken oder ein Leistungsabfall beobachtet werden konnte.

Nach der Demontage des Zylinders wurde an den Wänden des Verbrennungsraumes ein weißlicher Rückstand vorgefunden, der auf die schwefelhaltigen Bestandteile des Schutzesters zurückzuführen ist. Gegenüber HÖ, Gly 136 war der Betrieb völlig einwandfrei aufrechtzuerhalten. Rückstände an den Elektroden der Zündkerzen wurden nicht gefunden. Das Protokoll über den Prüflauf ging durch Feindeinwirkung verloren.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass KSE in Motor keine Rückstände bildet, die zu Störungen führen. Die Zugabe ist aber auf höchstens 0,1 % festzulegen, da sonst die Überladefähigkeit von B4 zu stark herabgesetzt wird.

1 Anlage (geheftet)

I.V.

W. Haupting
Hl. Oberstabsing.

Bearbeiter: Hl. Haupting. Möller
App. 89

ph

Physikalisch-Technische
Berita-Chen

Firma
Ammoniakwerk
z.Hd. von
Leuna
Krs. Merseburg

Ihre Zeichen

Betreff: Est

Methylalkohol
hinsichtlich
wurde die
Werkstoff
nennmessung

Ester im
ren Wert
des eing
die Ruhe
Temperatur
digkeit
reibung,
schwindigkeit
turabhängig

Ester mit
Die eing
Werkstoff
suchung
gegenüber
doch nicht
Werte für
Temperatur

Es

PTR Formblatt A 10 (1)

POOR
COPY

45

2. Ausfertigung.

88008

Physikalisch-Technische Reichsanstalt

(46)

Abteilung VI

30097

Physikalisch-Technische Reichsanstalt
Berlin-Charlottenburg 2, Werner-Strasse 5-12

Prüfstandungen
Ottobahnhof
Berlin-Charlottenburg

Drahtwort
Reichsphysik
Berlin

Fernsprecher
30 06 21
Haupt

Firma

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.

Z.Hd. von Herrn Dr. Z o r n,

Leuna Werke

Krs. Merseburg.

Nur für den Dienstgebrauch

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

PTR-Nachricht vom

PTR-Zeichen

Tag 25.8.1944

Eb.Nr. 5658.44 VI-8

Betreff: Esteröle.

Die von Ihnen freundlichst überlassenen Adipinsäure- und Methyladipinsäureester wurden nach dem Verfahren der Reichsanstalt hinsichtlich ihres Grenschmierungsverhaltens untersucht, und zwar wurde die Temperaturabhängigkeit der Ruhereibung, Gleitreibung und Werkstoffabtragung an der Werkstoffpaarung Stahl - Stahl sowie Platinmessung-Stahl bestimmt.

Bei der Werkstoffpaarung Stahl-Stahl ergeben die genannten Ester im genannten Temperaturbereich von 20° - 105°C einen um so kleineren Wert für die Gleit- bzw. Ruhereibung, je grösser die Kettenlänge des eingebauten Alkohols ist. Die eingebaute Methylgruppe vergrößert die Ruhereibung und ist fast ohne Einfluss auf die Gleitreibung. Die Temperaturabhängigkeit der Reibungszahl ist je nach der Gleitgeschwindigkeit erheblich verschieden. Besonders gross ist sie bei der Ruhereibung, wobei diese mit der Temperatur zunimmt. Schon bei Gleitgeschwindigkeiten von 2 cm/s ist im Vergleich hierzu eine kleine Temperaturabhängigkeit der Reibungszahl feststellbar.

Bei den Messungen der Werkstoffabtragung dagegen ergeben Ester mit grösserer Kettenlänge des Alkohols einen grösseren Wert. Die eingebaute Methylgruppe andererseits verkleinert den Wert der Werkstoffabtragung. Die daraus erneut belegte und auch bei den Untersuchungen im Technischen Prüfstand der I.G. Oppan festgestellte Gegenseitigkeit zwischen Reibung und Werkstoffabtragung beruht jedoch nicht in vollem Umfang bezüglich des Temperatureinflusses. Die Werte für die Werkstoffabtragung nehmen zunächst zum Teil mit der Temperatur zu und schliesslich wieder ab.

Es wird gebeten, bei Schreiben an die Reichsanstalt persönliche Anschriften zu vermeiden, sie verbergen nur die Erledigung.

Konten: Reichsbank-Giro, Berlin-Charlottenburg Nr. 15/1912. - Postbank Berlin 11277

PTR Formblatt A 10 (10000) Juli 43 - C 0192

30098

Techn.
Vergleichen
Versuch
Techn.

Anla

POOR COPY

46

30098

Ansonsten wurden die Ester auch an dem Werkstoffpaar Platineisenmessing-Stahl untersucht. Die Versuchsergebnisse sind hier infolge des besonderen Aufbaues des Platineisenmessing noch nicht klar zu übersehen.

Jedenfalls kann schon jetzt gesagt werden, dass der Werkstoffeinfluss ein Teil sehr gross ist. Dieser muss auch bei einem Vergleich zwischen den in Oppau und bei der Reichsanstalt gewonnenen Messergebnissen mit berücksichtigt werden. Über die weiteren Versuchsergebnisse erhalten sie zu gegebener Zeit Nachricht.

Ein Brief gleichen Inhalts geht an Herrn Dr. H a l d e r, Techn. Prüfstand Oppau.

Im Auftrage

Kriegl

Anlage: 3 Bilder

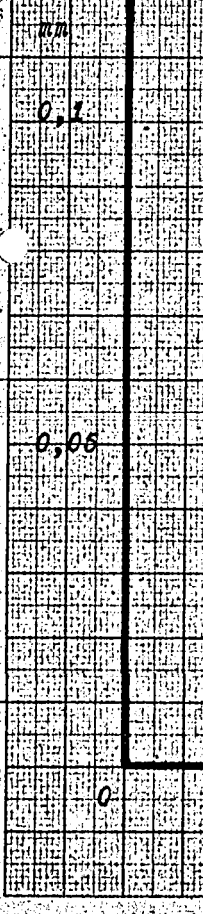
Zum Schreibe

Abnutzung

Werkstoff

Stiftdurchm.

Last: 0,9



POOR COPY

46

30099

Zum Schreiben der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt vom 21.8.44 VII

Bd. Nr. 15658,44 VI-S

Abnutzung eines Stahlstiftes nach 40m Gleitweg (Stiftverkürzung).

Werkstoffpaar: Stahl-Stahl

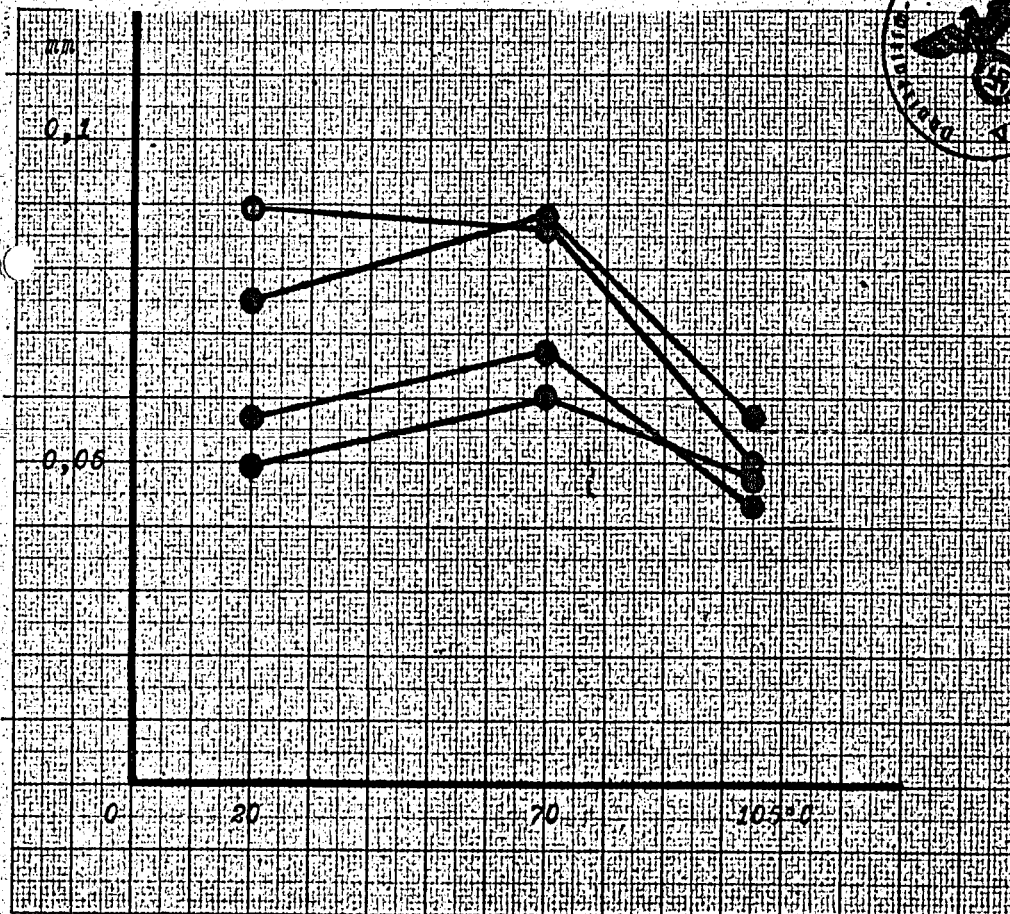
Geschwindigkeit: 3,98 cm/s

Stiftdurchmesser: 0,6mm

Rauhigkeit: $2 \cdot 10^{-3}$ mm

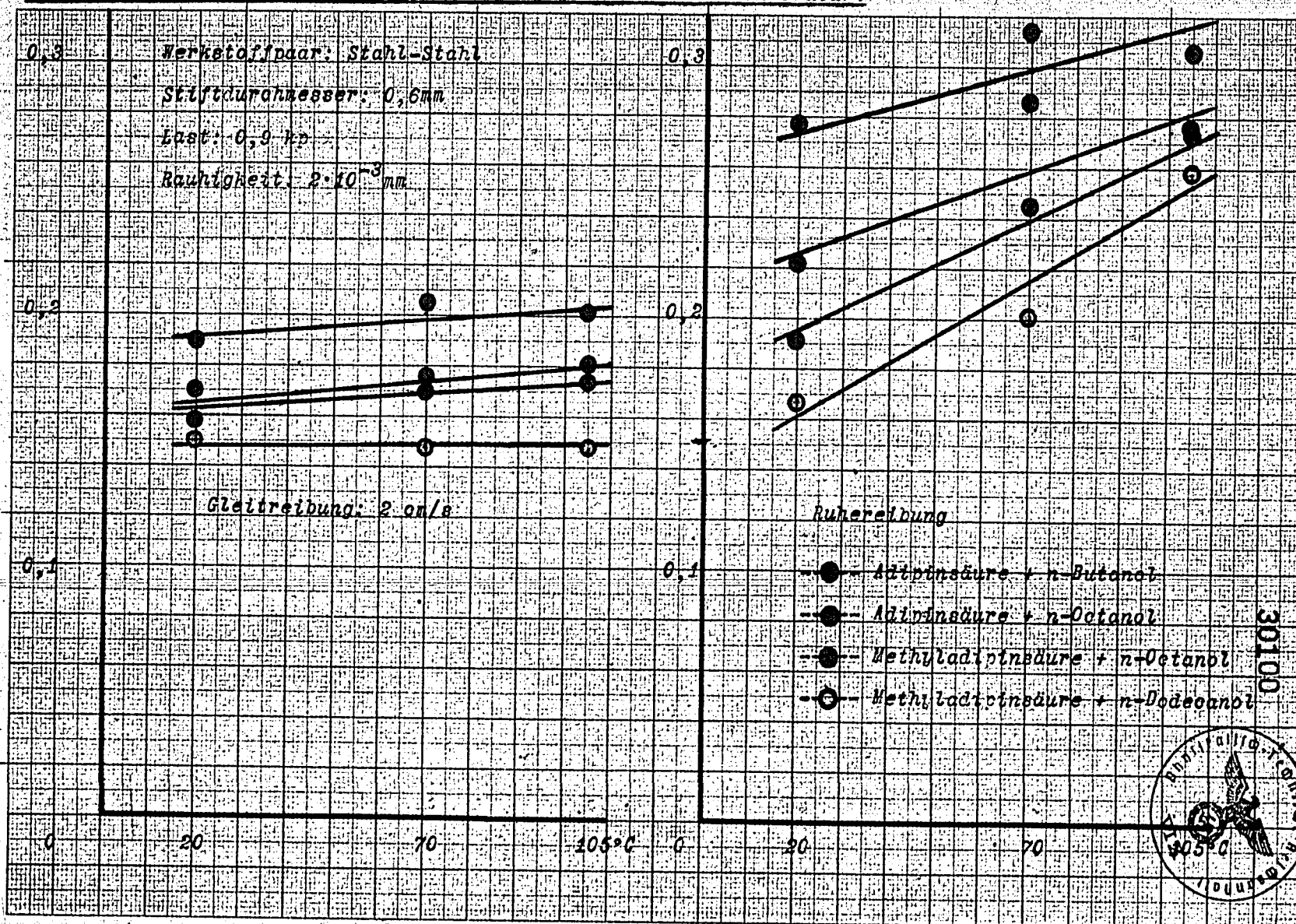
Last: 0,9 kp

- Adipinsäure + n-Butanol
- Adipinsäure + n-Octanol
- Methyladipinsäure + n-Octanol
- Methyladipinsäure + n-Dodecanol



Zum Schreiben der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt vom 24. P. 44 Bb. Nr. 5658.44 VI-S

Reibungszahl bei Grenzschmierung in Abhängigkeit von der Temperatur.



(47) Nr. 269 *

Verfahren zur Herstellung von Estern.

30101

Es wurde gefunden, dass man technisch sehr wertvolle Ester erhält, wenn man aliphatische Monocarbonsäuren mit verzweigter Kohlenstoffkette und nicht mehr als 14 Kohlenstoffatome mit Aetheralkoholen der aliphatischen Reihe verestert. Anstelle der genannten Monocarbonsäuren kann man auch deren zur Esterbildung befähigten Abkömmlinge z.B. die entsprechenden Anhydride oder Säurealogenide verwenden. Vorrangweise verwendet man Paraffincarbonsäuren der genannten Art, die man z.B. durch Oxydation der aus Kohlenoxyd und Wasserstoff drucklos oder unter erhöhtem Druck erhaltlichen Alkohole darstellen kann, oder durch Oxydation der aus Olefinen und Kohlenoxyd gewinnbaren Alkohole erhalten kann.

Aber auch andere Monocarbonsäuren mit verzweigter C - Atomkette sind geeignet. Ferner kann man auch die entsprechenden ungesättigten Säuren oder auch Abkömmlinge aller dieser Säuren, z.B. ^{die} entsprechenden Oxy Säuren, verwenden.

Die für die Veresterung dienenden Aether- bzw. Polyätheralkohole können sich ableiten von ein- oder mehrwertigen, gesättigten oder ungesättigten aliphatischen Alkoholen. Derartige Alkohole sind z.B. alle Fettalkohole; alle Alkohole die aus Kohlenoxyd und Wasserstoff drucklos und unter erhöhtem Druck herstellbar sind; alle Alkohole die durch Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf Olefine darstellbar sind; ferner alle mehrwertigen Alkohole der Formel $R - C \equiv (CH_2OH)_3$ bzw. $R_2C(CH_2OH)_2$ sowie die geradkettigen Glykole der Formel $HOCH_2 - (CH_2)_x - CH_2OH$ und außerdem die Olefinglykole- bzw. Polyolefinglykolmonoalkyläther. Alle diese Alkohole können in an sich bekannter Weise durch die Einwirkung von Alkylenoxyden wie z.B. Äthyl-, Propyl-, Butylenoxyd und deren höhere Homologe bzw. deren Chlorhydrine in Mono- bzw. Poly-ätheralkohole übergeführt werden. Hierbei kann es gegebenenfalls, wenn man Produkte mit einem besonders niedrigen Siedepunkt bei gleichzeitig hohem Molekulargewicht herstellen will, zweckmäßig sein, Gemische dieser Oxyde oder Chlorhydrine auf den betreffenden Alkohol zur Einwirkung zu bringen. Ferner kann man auch die als Polymerisationsprodukte des Tetrahydrofurans oder seine Abkömmlinge bezeichneten bezeichneten Ätheralkohole, wie sie nach den Patenten..... (Anmeldungen I 64 911, I 65 460, I 65 461, I 68 214 und I 68 431 der Klasse IVc/12g)

erhalten wa
Die Ve
Weise, z.B.
genwart von
fossils, Na
seitiger ko
auf dem Weg
Die so
sind um so
chlorhydrin
deren Chlor
ihnen entha
stoffen wie
Kovilliths.
liche, Lösung
oder nur in
lichkeit er
anwendet, d
Man kann so
100 g
Jacobylöle
mit 43 Gew.
erhalten wa
Das bei der
siedenden K
ung der Ver
und durch Z
hält so 124
allen, in d

POOR COPY

47

P
C

erhalten werden zur Veresterung verwendet.

Die Veresterung dieser Mono- bzw. Polyätheralkohole erfolgt in der üblichen Weise, z.B. durch Erhitzen der Säuren mit den Ätheralkoholen, zweckmäßig in Gegenwart von die Veresterung fördernden Katalysatoren wie Schwefelsäure, Tolnolsulfosäure, Naphtalinsulfosäure, Zinkstaub bzw. Zinkoxyd u.dergl. mehr, unter gleichzeitiger kontinuierlicher Entfernung des bei der Veresterung gebildeten Wassers auf dem Wege der azeotropen Destillation.

Die so erhaltenen Ester sind in der Regel flüssige bis halbfeste Stoffe. Sie sind um so flüssiger und kältebeständiger, je weniger Äthylenoxyd bzw. Äthylenchlorhydrin und je mehr deren Homologe also Propylen- oder Butyloxyd bzw. deren Chlorhydrine und je mehr Säuremoleküle mit verzweigter C - Atomkette in ihnen enthalten sind. Sie sind verträglich mit allen Lackrohstoffen und Kunststoffen wie z.B. Nitrocellulose, Cellite, Benzylcellulose, Pergut, Vinoflex, Novilith. Ferner sind sie in allen in der Lack- und Kunststoffindustrie gebräuchlichen Lösungsmittel löslich. Nur mit Kohlenwasserstoffölen sind sie vielfach nicht oder nur in begrenztem Umfang mischbar. In diesem Falle kann man eine gute Löslichkeit erreichen, wenn man die neuen Ester zusammen mit solchen anderen Estern anwendet, die ihrerseits mit den Kohlenwasserstoffölen homogen mischbar sind. Man kann so homogene Gemische herstellen.

Beispiel 1.

100 g eines Polyäthers, der aus den von 180 - 250° siedenden Alkoholen des Isobutylöles durch Einwirkung von sechs Molen Äthylenoxyd erhalten wurde, wird mit 45 Gew.Tl. eines Säuregemisches, welches durch Oxydation der obigen Alkohole erhalten wurde, verestert. Als Katalysator wird 1 Gew.Tl. Zinkoxyd angewandt. Das bei der Veresterung frei werdende Wasser wird mit Hilfe einer von 180 - 220° siedenden Kohlenwasserstoff - Öl - Fraktion azeotrop abdestilliert. Nach Beendigung der Veresterung wird das KW-Öl abdestilliert, der Rückstand neutral gewaschen und durch Zugabe von 2 % Bleicherde und 2 % gelöschtem Kalk gereinigt. Man erhält so 124 Gew.Tl. eines Esters mit einem Stockpunkt von -2°. Der Ester ist in allen, in der Lackindustrie gebräuchlichen Lösungsmitteln löslich, ausgenommen

POOR COPY

47

in Benzinen. Er kann als Weichmacher für viele Lackrohstoffe verwendet werden.

Beispiel 2

100 Gew.Tl. eines Polyäthers, der aus Dimethylolpropan durch Einwirkung von 10 Mol Äthylenoxyd erhalten wird, werden mit 65 Gew.Tl. eines Säuregemisches welches durch Oxydation der aus Kohlenoxyd + Wasserstoff unter Druck erhaltenen von 200 - 250° siedenden Alkohole erhalten wurde, in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise verestert. Als Katalysator wurde 5 Naphtalinsulfosäure angewandt. Man erhält nach der in Beispiel 1 beschriebenen Aufarbeitung 145 Gew.Tl. eines Esters mit einem Stockpunkt von -44°. Wird der gleiche Polyätheralkohol statt mit dem genannten Säuregemisch mit geradkettigen Seifenfettsäuren C₁₀ - C₁₆ verestert, so erhält man einen Ester dessen Stockpunkt +11° ist.

Der mit den Säuren mit verzweigter C - Atomkette erhaltenen Ester ist ein hervorragender Weichmacher für die Herstellung von Lacken für Holz- und Betonanstriche. Er ist nicht hygroskopisch und nicht flüchtig. In allen Lacklösungsmitteln außer Benzin ist er löslich.

Beispiel 3

100 Gew.Tl. eines aus 1,4 Butandiol durch Einwirkung von 2 Mol Propylenoxyd und 10 Mol Äthylenoxyd erhaltenen Polyäthers werden mit 64 Tl eines Säuregemisches, welches durch Alkalischemie der von 200 - 250° siedenden, aus Kohlenoxyd + Wasserstoff drucklos erhaltenen Alkohole dargestellt wurde, in der beschriebenen Weise verestert. Man erhält 145 Gew.Tl. eines Esters mit einem Stockpunkt von -45°. Führt man die Veresterung mit geradkettigen Seifenfettsäuren durch, so erhält man einen Ester mit einem Stockpunkt von +1°.

Beispiel 4

100 Gew.Tl. eines aus Dimethylolhexan durch Einwirkung von 4 Mol Propylenoxyd und 8 Mol Äthylenoxyd erhaltenen Polyäthers werden mit 51 Gew.Tl. der in Beispiel 2 angewandten Säuregemisches verestert. Man erhält 134 Gew.Tl. eines Esters mit einem Stockpunkt von 0°. Dieser Ester ist als Kälte-

ständig, n
bar.

100 Gew
lenoxyd erha
ten Säuregem
130 Gew.Tl.
den gebräuchl
lulose, Pergu
Lacklösungen
Wasser. In di
bar. Wegen se
gut als Weich
sollen.

100 Tl.
ätherchlorid
der festen Na
Alkohole des
führt. Dann w
dieser Ester mi
als vielseitig

Verfahren zu
tische Mono
14 Kohlensto
estert. Verf
alkohole mit

POOR
COPY

47

P
C

ständiger, nicht flüchtiger Weichmacher in der Lackindustrie vielseitig anwendbar.

Beispiel 5

100 Gew.Tl. eines aus Trimethylolpropan durch Einwirkung von 14 Mol Äthylenoxyd erhaltenen Polyäthers werden mit 49 Gew.Tl. des in Beispiel 1 genannten Säuregemisches in Gegenwart von 0,5 Gew.Tl. Zinkstaub verestert. Man erhält 138 Gew.Tl. eines Esters mit einem Stockpunkt von -45° . Dieser Ester ist mit den gebräuchlichen Lackrohstoffen wie Nitrocellulose, Cellit L und B, AT-Cellulose, Pergut, Vinoflex und Mokolith gut verträglich. Er ist ferner in allen Lacklösungsmitteln in jedem Verhältnis löslich, ausgenommen in Benzinen und in Wasser. In diesen beiden ist er bis zu einem Verhältnis 1 : 1 nur homogen mischbar. Wegen seiner teilweisen Mischbarkeit mit Wasser eignet er sich besonders gut als Weichmacher für Lacke, die für Holz und Betonanstriche verwendet werden sollen.

Beispiel 6

100 Tl. eines durch Polymerisation von Tetrahydrofuran erhaltenen Polyätherchlorides mit einem Chlorgehalt von 8,44%, werden bei 60° mit 44 Gew.Tl. der festen Natriumbase der durch Alkalischmelze der von $200 - 250^{\circ}$ siedenden Alkohole des Isobutyläthers gewonnenen Säuren versetzt und einige Stunden verrührt. Dann wird von ausgeschiedenem Natriumchlorid abfiltriert und der gebildete Ester mit Bleicherde gereinigt. Er hat einen Stockpunkt von -70° und ist als vielseitig verträglicher, kältebeständiger Weichmacher verwendbar.

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Estern, dadurch gekennzeichnet, dass man aliphatische Monocarbonsäuren mit verzweigter Kohlenstoffkette und nicht mehr als 14 Kohlenstoffatome mit aliphatischen Äther- oder Polyätheralkoholen verestert. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass man Polyätheralkohole mit einer verzweigten Polyätherkette verestert.

M. Jan

POOR
COPY

47

Das
Patent

O. Z. 12

In Hieb

Komponen

geschlag

" Verwen

zylgrup

atomen v

Molekül,

sekundär

oder ...

Dementsp

deuts

"Die gen

fünf Koh

Kohlenst

Beispiel

R -

R ✓

in Frage

verzweig

Kohlenst

Ferner i

Beispiel

" Man ver

J. 63 56

aliphati

bei 30°

von -40°

30105

Patentabteilung zu

Dr. Zn./Kl. 5.2.1941

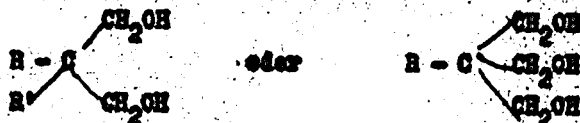
O.Z. 12 255. Prüfungsbescheid vom 30.11.40.

In Hinblick auf die von Prüfer entgegengesetzte Literatur müssen als Alkohol-Komponente die Glykole der Formel HO - R - OH ausgeschrieben werden. Es wird vorgeschlagen, den Patentanspruch wie folgt zu formulieren:

"Verwendung von Estern, die in der alkoholischen Komponente keine freien Hydroxylgruppen enthalten und die aus Fettsäuren mit mindestens sechs Kohlenstoffatomen und aliphatischen Alkoholen mit mindestens fünf Kohlenstoffatomen im Molekül, die zwei oder mehr Methylgruppen an einem Kohlenstoffatom aber keine sekundären oder tertiären Alkoholgruppen enthalten, gebildet sind, allein oder

Dementsprechend ist der Absatz 2 Seite 1 der Beschreibung folgendermaßen abzuändern:

"Die genannten Ester leiten sich von aliphatischen Alkoholen ab mit mindestens fünf Kohlenstoffatomen im Molekül, die zwei oder mehr Methylgruppen an einem Kohlenstoffatom aber keine sekundären oder tertiären Alkoholgruppen enthalten. Beispielsweise können Oxyverbindungen der Formeln:



in Frage, wobei R und R' aliphatische Kohlenwasserstoffreste mit gerader oder verzweigter Kette bedeuten. Die Größe von R und R' kann ein bis etwa zwanzig Kohlenstoffatome betragen".

Ferner ist das Beispiel 2 der Anmeldung zu streichen und durch das nachstehende Beispiel zu ersetzen:

Beispiel 2

"Man vermischt 15 Teile eines nach Beispiel 1 des Patentes (Anmeldung) J. 65 567 IVd/12a hergestellten Esters aus Trimethylethyläther und einem Gemisch aliphatischer Carbonsäuren mit verzweigter Kette, der eine Viskosität von 6,67 B^o bei 30^o und 1,524 B^o bei 99^o, einen Viskositätsindex von 88^o und einen Schmelzpunkt von -49^o hat, mit 65 Teilen eines synthetischen Kohlenwasserstofföls,

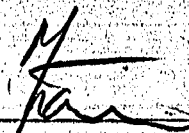
POOR COPY

47

das eine V
index von
einer Visk
index von
Öl für die

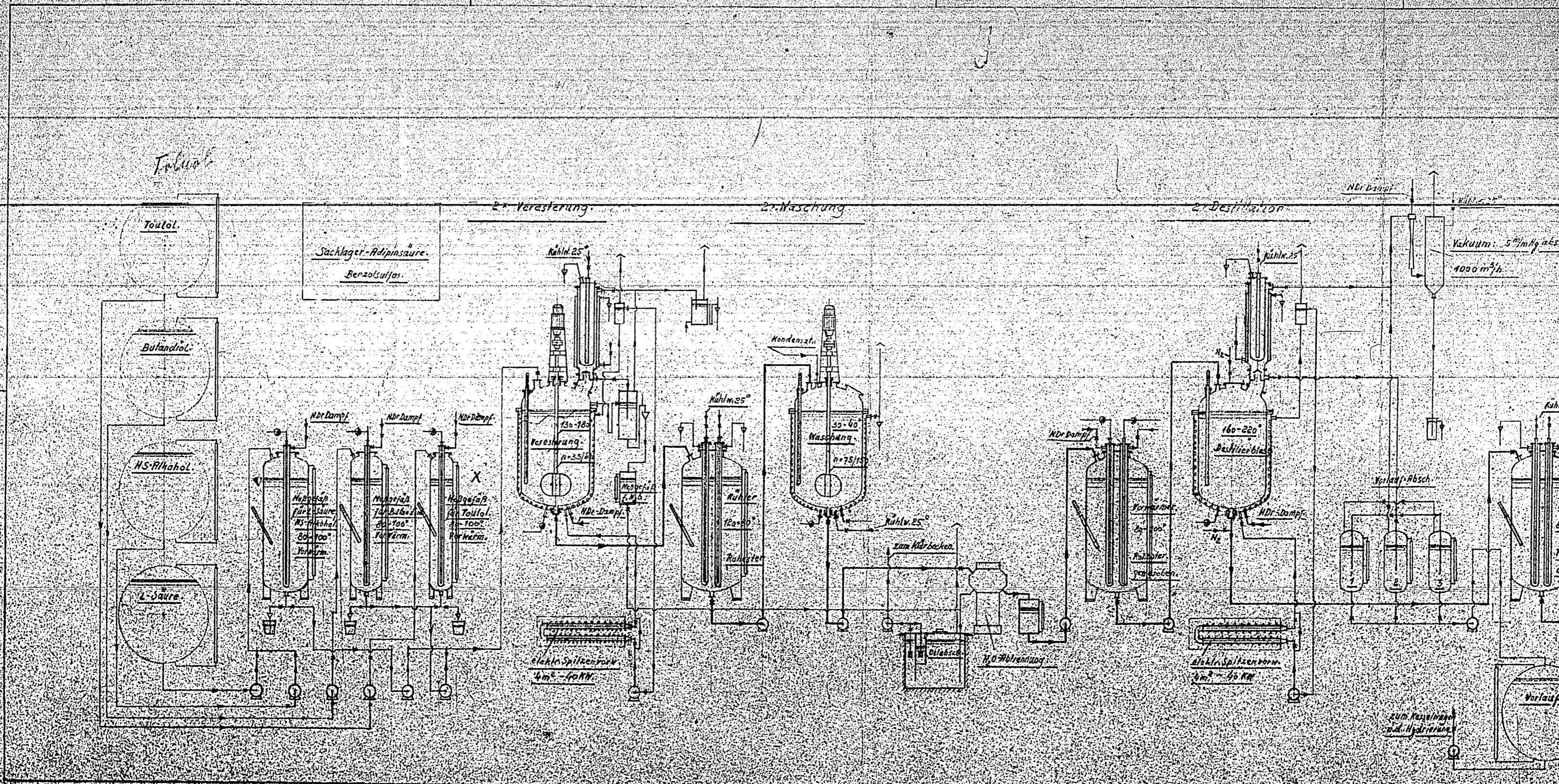
P
C

das eine Viskosität von 15,05 E° bei 38° und 2,29 E° bei 99°, einen Viskositätsindex von 129 und einen Steckpunkt von -50° hat. Man erhält eine Mischung mit einer Viskosität von 15,32 E° bei 38° und 2,14 E° bei 99°, einen Viskositätsindex von 129 und einen Steckpunkt von -49°. Sie stellt ein hervorragendes Öl für die Schmierung von Verbrennungskraftmaschinen dar.

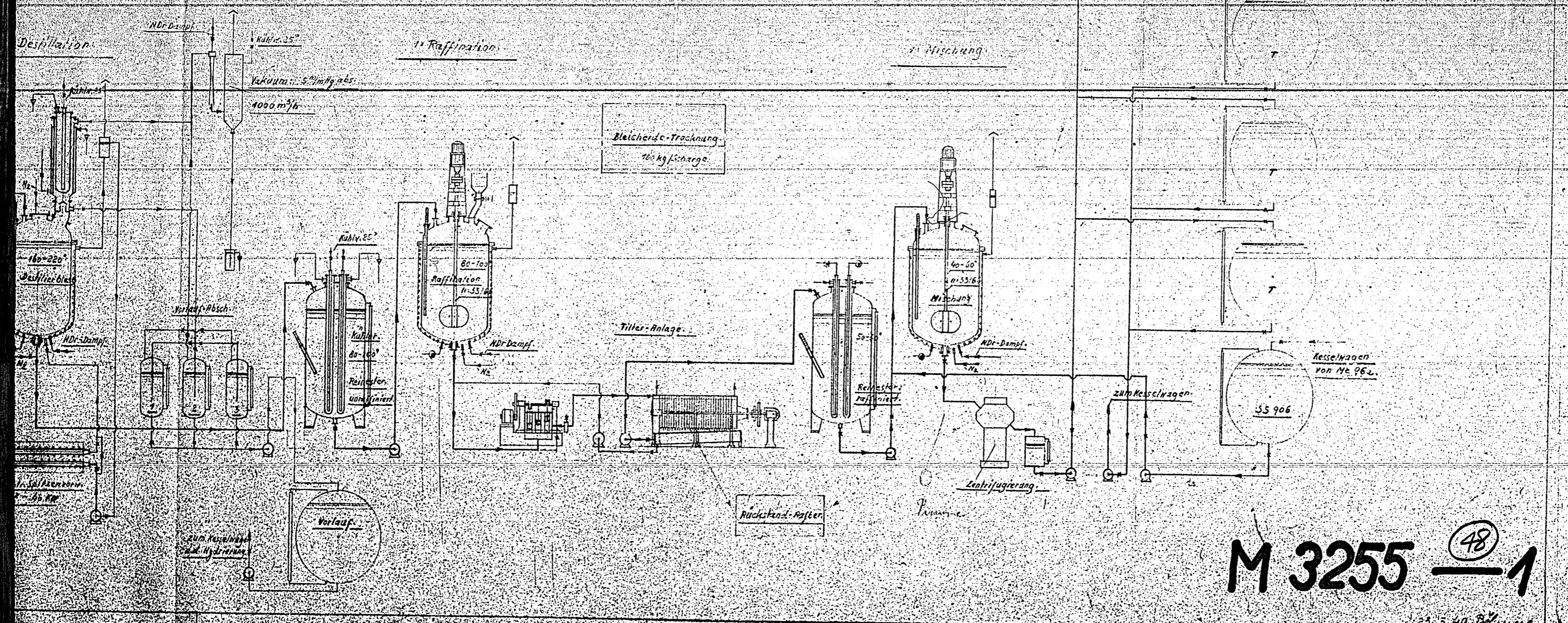


POOR
COPY

47



1. Veresterung
 2. Mischung
 3. Destillation



M 3255 - 1 ⁽⁴⁸⁾

23.5.40 P. Kupper
Kardat

POOR COPY

48

30108 — 30307

PART NO. 2

30108

INHIBITORS; CRUDE OIL DATA;

AVIATION GASOLINE I
PART ONE - INHIBITOR PLANTDoc.
No.

- 1 A folder of calculations, charts and data from the I.G. Farbenindustrie A.G. dated 25 November 1942 at Leuna, about the proposed inhibitor plant of a capacity of 5.2 tons per month. Sketch 924105 is attached. The following are detached but part of the report:
- 2 Blueprint of Sketch 45 dated February 1945 - flow sheet of plant.
- 3 Blueprint of drawing M-11568-2 July 1945. Flow sheet of inhibitor plant for 5.2 tons per month, in 5 loads per month.
- 4 Ditto - revised M-11568-C-2.
- 5 Blueprint of drawing M-5882-1 October 1945. Piping flow sheet for Building No. 1016-M. with list of detail drawings of equipment.
- 6 Blueprint of drawing M-5585-1 of July 1945 - Leuna - Building and location of apparatus for inhibitor plant No. 1016-M.

PART TWO - DATA ON EUROPEAN OILS

(all dated at Leuna, October 1942.)

- 7 Russian crude oil data on the 1939 Russian oil situation, quantities and specifications of various products from the various Russian fields.
- 8 Data on the conquered Maikop oil field.
- 9 Possible yield of crude oil in the Ural-Volga fields.
- 10 Notes on Hungarian crude oil.
- 11 Analyses of crude oil and byproducts of six various German fields: Heide, Neusiede, Pechelbrom, Fietersdorf, Hienhagen, and Reithrock.
- 12 Blueprint of drawing N-5757-2 I.G. Ludwigshafen of 1936 - Flow diagram of the oil hydrogenation plant of the A.N.I.C. (Italian) with Albanian Pacura Oil.

PART THREE - AVIATION GASOLINE

- 13 Report No. 565 of the I.G. Farbenindustrie A.G. Leuna, February 1945 by Dr. Welz "The hydroforming process," for aviation gasoline, 46 pages of text, 25 curves, 45 tabulations, and blueprint of drawings M-5592-8 of plant I at low temperature and plant II at high temperature.

Doc.
No.

- 14 Flow
drawn
- 15 Bluepr
hydr
- 16 Photo
unde
- 17 Bluepr
instr
- 18 A 10-
the M
missi
- 19 Bluepr
(hydr
gasol
- 20 Bluepr
H.F.
detai
- 21 Bluepr
crack
- 22 Bluepr
of ga
- 23 Bluepr
oil-p
- 24 Bluepr
plant
- 25 Bluepr
oven
- 26 Bluepr
regene
- 27 Bluepr
and ds
- 28 Bluepr
the re

30109

- Doc. No.**
- 14 Flow sheet and balances of the H.F. plant at Moosbierbaum - blueprint of drawing M7748-4 of 1944.
 - 15 Blueprint of drawing M6857-2 of December 1939 - Leuna, Sketch of the hydroforming plant, Kellog process.
 - 16 Photostat of sketch OS-183a of 1945 of the AROBIN plant (acrobensin) otherwise unidentified.
 - 17 Blueprint of drawing M-7082-2 of March 1940. Leuna - Location of the measuring instruments in the hydroforming plant.
 - 18 A 10-page paper by Dr. Kaufmann, Leuna, December 1941 on the H-F process and the Moosbierbaum plant, but no interest because all pictures and curves are missing.
 - 19 Blueprint of drawing M-8541-2 - Leuna March 1941. Flow sheet of the H-F (hydroforming) plant for Leuna for a proposed capacity of 24 M³ of aviation gasoline per hour.
 - 20 Blueprint of drawing M5515-1 - July 1940 - Leuna - General diagram of the H.F. Catalyst Treatment Indication of all the equipment and numbers of the detail drawings.
 - 21 Blueprint of drawing M-5358-1 of February 1945 - diagram of the Hauber cracking plant and the copper solution wash.
 - 22 Blueprint of drawing M1558-8 undated, of I.G. Leuna - showing flow diagram of gas and liquids.
 - 23 Blueprint of drawing M6155-2 of Leuna, June 1939 - sketch of the Isolentyl-oil-polymerisation.
 - 24 Blueprint of drawing M5168-1 - Leuna 1942 - diagram of the Hauber cracking plant at Leuna, Building No 955 with location of measuring instruments.
 - 25 Blueprint of drawing M5411-1 - Leuna June 1940 - Details of the regenerator oven and its distribution mechanism.
 - 26 Blueprint of drawing M5402-1 Leuna June 1940 - Assembly drawing of the regenerator.
 - 27 Blueprint of drawing M-7442-2 Leuna June 1940 - Flow diagram of regenerator and data on apparatus (size, temperature, volume, etc.).
 - 28 Blueprint of drawing F.Z.A. 54 of Building No 588 Detail of construction of the refractories of the oven with the newly developed "Tulip Grate."

Doc. No.

- 29 A fo M216 in B
- 50 A le For
- The Grate
- 51 Paten
- 52 Two-15,

30110

Doc.
No.

29 A folder of 7 letter-size blueprints' numbers, M-2004-16, M2171-16, M2166-16, M2167-16, M2168-16, M-2169-16, M2170-16, concerning the Ethane cracking plant in Building No 388 at Louma 1957 giving drawing numbers of all details.

50 A letter-size tracing of December 1957 giving the sketch of the testing plant for ethane cracking as per Dr. Häbber.

The following pertain to the discovery in 1957 of the so-called "Tulip-type Grate" for the ethane-cracking oven, by Dr. Klein of I.G. Farbenindustrie.

51 Patent application 12196 - History of the invention.

52 Two-page application 0212196 - Tulip grate, and 5 photostat numbers: FZA 5a, 15, 22, 25, and 25a (2 of each), showing various sections of the Tulip grate.

Ammoniakwerk Mendenburg

Firma: *Inhibitor-Anlage*

Ort:

Telegrammadresse: *Berechnung und Kostenschätzung*

Zeichener:

Bemerkungen: *Mappe I*

Verwahrungsmappe Nr.

1 vom bis

2 vom bis

3 vom bis

4 vom bis

5 vom bis

6 vom bis

30117

Launa Werke, den 23.11.1942 Kl.

Aktennotiz

Inhibitor - Anlage.

Besprechung am 3.11.1942 im Konstruktionsbüro Kta.

Anwesend die Herren: Obering. Olfrom, zeitweise

Obering. Keinke

Obering. Dr. Snickmann

Dr. Hanisch

Dr. Fischer

Dr. Metzger

Dr. Jagemann

Dipl.-Ing. Grütner

Ing. Reith

Anhand des Schemas Sk. Nr. 924103 wird die Anlage durchgesprochen. Die Monatsproduktion an Reininhibitor soll 3200 kg betragen. Die Fabrikation geschieht periodisch und zwar in 3 Ansätzen je Monat.

In einem Reaktionsbehälter (emailiertes Rührwerk mit Heissmantel und aufgesetzter Aktivierkolonne) werden 825 kg EFS in 2500 kg Mittelöl (Frakt. 140 - 180°C) gelöst. EFS wird in Holzfässern zu etwa 50 kg angeliefert, muß gezogen und dann ausgeschleudert werden.

Obiger Lösung werden sodann 200 kg Natrium, in 1500 kg Methanol gelöst, zugesetzt. Natrium und Methanol müssen vorher in einem Behälter mit Rückflüßkühler gelöst werden. (NaOH wird vorgelegt, Außenheizung ist vorzusehen.)

Die Lösungswärme konnte nicht abgegeben werden. Die Mischung beider Lösungsmittel ohne Zwischenkühlung erfolgen.

In Reaktionsbehälter tritt eine positive Wärmetönung von etwa 10°C auf bei 1/2 std. Lösungsdauer.

Demnach wird das Methanol mit dem Neutralisationwasser bei steigendem Vakuum von 300 - 50 mm QS. abs. abgetrieben. Das Vakuum wird mittels einer Pumpe erzeugt.

Der Dampf werden während 1 Std. etwa 330 kg Schwefelchlorid zugesetzt, welches vorher in einem verbleiten Hartblei-Rührkessel hergestellt wurde. Hierbei tritt wieder eine positive Wärmetönung von etwa 10°C auf.

Dieser Lösung werden 282 kg Zinnchlorür, in 500 Ltr. wässrigem Methanol gelöst, zugegeben. Zinnchlorür und Methanol müssen vorher in einem emailierten Rührkessel gelöst werden. Hierbei tritt eine negative Wärmetönung auf, die jedoch nicht behaltet. Zinnchlorür wird in Holzfässern angeliefert und muß vorher abgezogen werden. Zu der Lösung wird das aus dem Reaktionsbehälter abgetriebene wässrige Methanol benutzt.

Das Rohprodukt wird nunmehr 3 x mit Wasser im Verhältnis 1:1 gewaschen, zentrifugiert (Behälzentrifuge und Separator) und durch Vakuumdestillation vom Mittelöl befreit.

Es soll jedoch geprüft werden, ob an Stelle von Mittelöl nicht V. 20 verwendet werden kann. Dadurch würde die Destillation wegfallen können.

Für die Lagerung der Produkte soll etwa Raum für den Monatsbedarf vorgesehen werden.

200 Stück 200 Ltr. Fässer wollen bestellt werden.

- 2 -

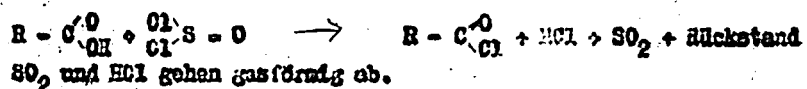
POOR
COPY

1

30118

Die Herstellung des Säurechlorides:

170 kg Hexylsäure werden mit 480 kg Thionylchlorid in einem homogen verbleiten (Hartblei) Rührkessel mit Ankerrührer und Außenheizung gelöst. Das Produkt kühlt sich dabei auf - 16 bis - 17°C ab und muß später erwärmt werden. Die Umsetzung soll in etwa 3 Stunden vor sich gehen.



Die Gase gehen über eine Überlage zur Säure. Das überschüssige Thionylchlorid wird sodann als Vorlauf abgetrieben, t_s = 70 - 80°C.

Anschließend wird das Säurechlorid abdestilliert, t_s 130 - 140°C.

Um die letzten Reste aus dem Rückstand herauszuholen, muß mit der Temperatur auf 170 - 180°C gegangen werden. Für Säurechlorid sind 2 Vorratsbehälter je 1 d (als Maßgefäße) möglichst hoch aufzustellen, damit Pumpen gespart werden. Außerdem ist H₂-Rührung vorzuziehen.

Die Kühler können aus Eisen sein.
Der verbleibende Rückstand muß ausgekratzt werden.

Lincke

POOR
COPY

1

27.11.1942

Kostenschätzung

Pos.		Kosten 1000RM		Eisen in to		Metall in kg.	Sonder- stähle	Energien/h kW Kühlmittel	Heizmittel
		MTA	BTA	MTA	BTA				
1	1 Reaktionsbehälter mit Rührwerk (emailliert) 2400 mm ϕ , h = 3000	16	2	5				5	Heisddampf 650kg/h
2	1 LÖsegefäß 1400 mm ϕ , h = 2000	1		1,2					
3	1 Rührbehälter, emailliert, 1100 ϕ , h = 1400	4		1,3				2	
4	1 Rührbehälter, (homogen, verbleit) dto.	4	0,4	1,1		Blei 1025		2	50 kg/h
5	1 Füllkörperkol. D=800 ϕ , H=2m Füllkörp. 15x15	2,2	0,4	1					
6	1 Kondensator, max. 320000 WE/h, F = 60 m^2	3,6		2,1					
7	1 NH ₃ -Kühler, max. 120000 WE/h, F = 13 m^2	1	0,1	0,5				400kg/h NH ₃	
8	1 Vakuumpumpe 50 mm, QS. abs.	2,9	0,6	0,4		Cu 29 Al 1		11	
9	1 Rückflußkühler 2 m^2 , 16000 WE/h	0,3		0,2					1,8 m^3 H ₂ O
10	3 Behälter 5 m^3 Inhalt	3,3	2,7	5					
11	2 Behälter 10 m^3 Inhalt	4	1,8	6					
12	1 Behälter 10 m^3 Inhalt, emailliert	4		3					
13	1 Kondensator 16 000 WE/h, F = 2 m^2	0,3		0,2					
14	1 Abscheider	0,2		0,1					
15	2 Säure-Chlorid-Behälter je 1 m^3	1		0,7					
16	1 Oelvorlage	0,2		0,1					
17	1 Natronlauge-Waschturm D=300 ϕ , H=3m Füllk. 15x15	1,2		0,6					
18	1 Schälzentrifuge	12		4		Cu 14 Al 1		5	

30119

- Bl. 2 -

Pos.	
19	1 Separ
20	1 Schme
21	200 Eis
22	1 Kühle
23	1 Kühle
24	1 Kühle
25	1 Füllk
26	5 Kreis
	Bauko
	Rohrle
	Meßins
	elekt
	Montag
	Unvorh
	Gesamt
	Eisen
	Blei
	Alumin
	Kupfer

Pos.		Kosten 1000RM		Eisen in to		Metall in kg.	Sonder- stähle	kW	Energien/h Kühlmittel	Heizmittel
		MTA	BTA	MTA	BTA					
19	1 Separator	4	2			Cu 9 Al 1		3		
20	1 Schmelzofen	0,5	0,3	0,3						
21	200 Eisenfässer 200 l. Inhalt	6		8						
22	1 Kühler 3000 WE/h, F = 2 ^o	0,3		0,2					0,5 m ³ /h H ₂ O	
23	1 Kühler 25000 WE/h, F = 3 ^o	0,4		0,3					2,7 m ³ /h H ₂ O	
24	1 Kühler 68000 WE/h, F = 23 ^o	1,7		0,9					7,0 m ³ /h H ₂ O	
25	1 Füllkörperkolonne D=200 ^o , 3 m Füllkörper 15x15	1,0	0,3	0,5						
26	5 Kreiselpumpen 10 m ³ /h, Förderhöhe H=30 m	3,6	1,5	1		Cu 15 Al 5		5		
	Baukosten-Anteil		20,0		6,0					
	Rohrleitungen	20,0	4,0	20,0	1,0					
	Meßinstrumente	8		2						
	elektrische Anlagen	4	1	0,1						
	Montage	16								
	Unvorhergesehenes	13,3	6,9	12,2	3,0					
		140,0	45,0	80,0	10,0	1100,0		33	12,0 m ³ /h H ₂ O 400 kg/h NH ₃	700 kg Heizdampf

Gesamtkosten RM 185 000
Eisen 90,0 to
Blei 1025,0 kg
Aluminium 8,0 kg
Kupfer 67,0 kg

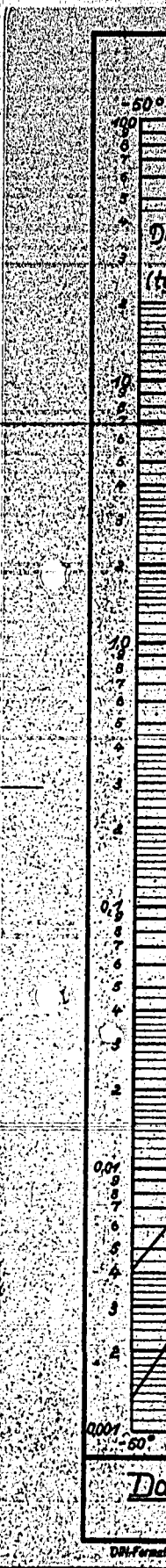
Stromverbrauch 33,0 kW/h
Kühlwasser 12,0 m³/h
Ammoniak 400,0 kg/h
Dampf 700,0 kg/h

30120

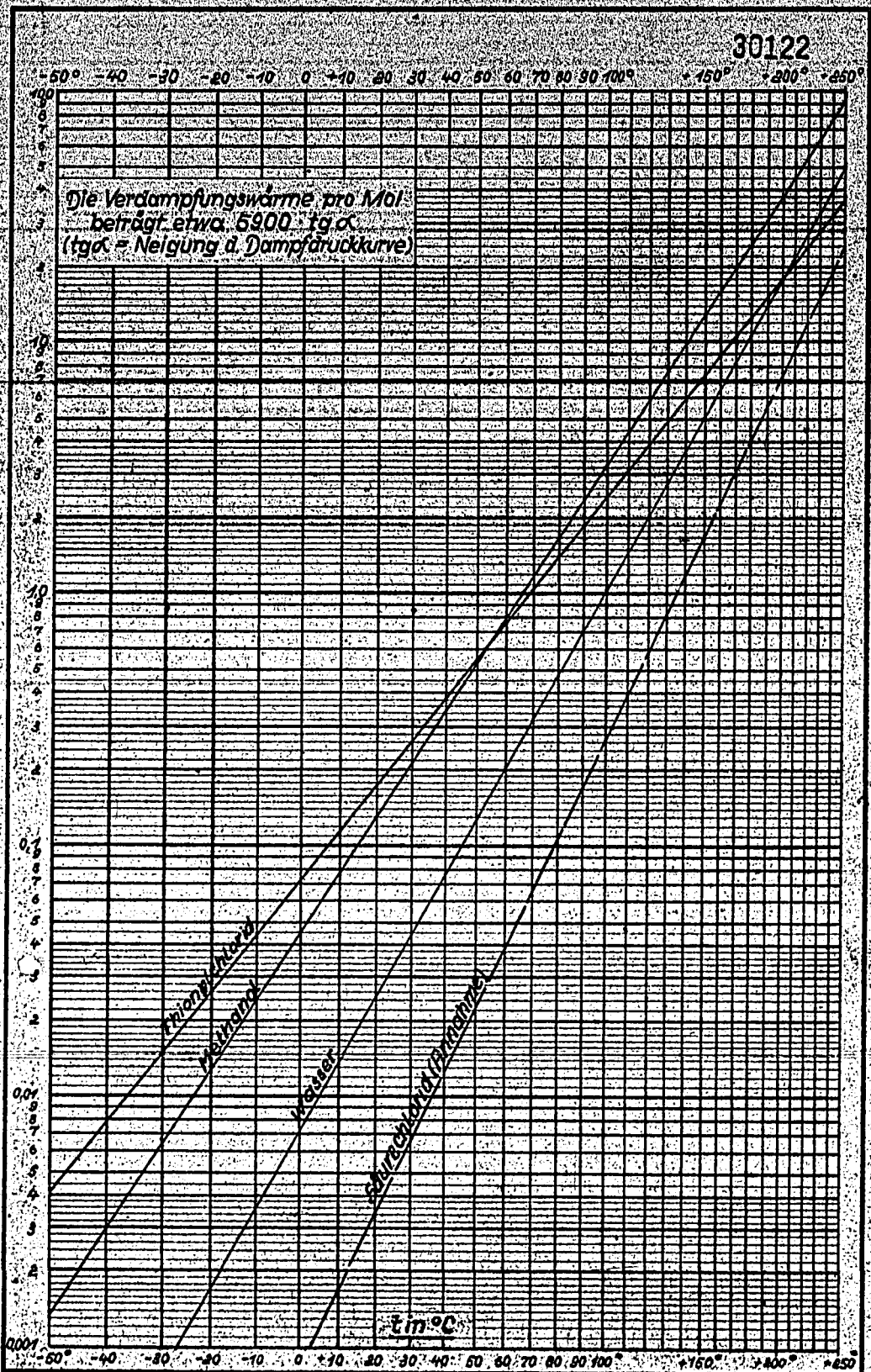
30121

Physikalische und chemische Daten.

1.)	Mittelöl	Siedebereich Molgewicht spez. Gewicht Verdampfungswärme spez. Wärme Aggregatzustand	140 - 180°C 120 - 150 0,78-0,80 kg/dm ³ 70 WE/kg 0,54 WE/kg flüssig
2.)	BPS	Aggregatzustand kann mit ND-Dampf geschmolzen werden. Sonstige Daten unbekannt	teigig
3.)	Ätznatron	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Lösungswärme in Methanol Aggregatzustand	NaOH 40 2,02 kg/dm ³ 10 000 WE/Mol fest
4.)	Methanol	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Siedepunkt Verdampfungswärme spez. Wärme Aggregatzustand	CH ₃ OH 32 0,79 kg/dm ³ 66° 0 262 WE/kg 0,6 WE/kg flüssig
5.)	Hexylsäure	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Aggregatzustand	R-COOH 120 ~1 kg/dm ³ angen. flüssig
6.)	Thionylchlorid	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Siedepunkt Verdampfungswärme Aggregatzustand	SOCl ₂ 119 1,68 kg/dm ³ 75,6° C 54,5 WE/kg flüssig
7.)	Säurechlorid	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Siedepunkt Verdampfungswärme Aggregatzustand	R-COCl 138,5 130 - 140°C 80 WE/kg angen. flüssig
8.)	Chlorwasserstoff	chem. Formel Molgewicht Dichte Neutralisationswärme in NaOH gelöst Aggregatzustand	HCl 36,5 1,77 kg/m ³ 30200 WE/Mol gasförmig
9.)	Schwefeldioxyd	chem. Formel Molgewicht Dichte Neutralisationswärme in NaOH gelöst Aggregatzustand	SO ₂ 64 1,46 kg/m ³ 36000 WE/Mol gasförmig
10.)	Zinnchlorid	chem. Formel Molgewicht spez. Gewicht Aggregatzustand	SnCl ₂ · 2H ₂ O 225,64 2,70 kg/dm ³ fest



30122



Dampfdruck - Temperatur - Diagramm

Chemisch-Techn. Merseburg
 Konstr. Büro Mfg.
 Datum: _____
 Blatt: SK 476 Bl. 1
 Gezeichnet: _____

DIN Format A 4

Reakti
Einste

ab
wei

Zur W
Also B

Zum Ab
und au
soll 90

Theore
Rückla
bei der

Aus k

1) Met
a) l

$P_1 =$

$k =$

$Q = F$

$G = 1,5$

Destill

Im Kon

30123

Berechnung zur Inhibitor-Anlage

(Periodische Fabrikation 3,2 Moto mit 3-Ansätzen)
Zeichnung B.Sk. 45

Reaktionsbehälter emalliert

Einsatz:	2500 kg Mittelöl	=	2,96 m ³	Bei der Lösung von
	825 kg BPS	=	0,85 m ³	NaOH mit BPS wird Wasser frei
	1300 kg Methanol	=	1,65 m ³	
	200 kg NaOH	=	0,10 m ³	
	4825 kg	=	5,56 m ³	
abdestillieren von	1300 kg Methanol	=	1,65 m ³	
	+ 90 kg Wasser	=	0,09 m ³	
	3435 kg Rest	=	3,82 m ³	
weiterer Einsatz	330 kg Säurechlorid	=	0,30 m ³	
	282 kg Zinnchlorür	=	0,18 m ³	
	425 kg wäss. Methan.	=	0,50 m ³	
	4472 kg	=	4,92 m ³	$\rho = 0,895$

Zur Wäsche werden etwa 5 m³ Wasser zugegeben.

Also Behälterinhalt etwa 10 m³ (Füllungsgrad 1 angenommen)

$$d = \sqrt{\frac{10 \cdot 4}{\pi}} = 2,34 \text{ etwa } 2,4 \text{ m}$$

Höhe 3 m

Zum Abtreiben des Methanols und des Mittelöls wird im Behälter eine Heizschlange und auf dem Deckel eine 80er Kolonne mit 15er Ringen vorgesehen. Die Sumpfmenge soll 90° nicht übersteigen. Es ist also bei Vakuum zu destillieren, 0,4 - 0,05 ata.

Theoretische Stufenzahl = 4 entsprechend 2 m Füllkörpersicht

Rücklaufverhältnis am Anfang 1:0,5
bei der Destillation am Ende 1:10

Aus $k = \frac{G}{v \sqrt{\rho_1 \cdot \rho_2}}$ wird mit $G = \frac{(v+1) \cdot G_2 \cdot \rho_2}{v}$; $k = \frac{(v+1) \cdot \rho_2}{v \sqrt{\rho_1 \cdot \rho_2}}$
 $k = \frac{(v+1) \cdot \rho_2}{v \sqrt{\rho_1}}$

1) Methanoldestillation	1300 kg Methanol	=	40,6 Mole	=	1,65 m ³
a) bei 0,4 ata t _k = 44°C	90 kg H ₂ O	=	5,0 "	=	0,09 m ³
	1390 kg	=	45,6	=	1,74 m ³
			$\rho_2 = 800$	m	= 30,3

$$\rho_1 = \frac{30,3 \cdot 0,4 \cdot 273}{22,4 \cdot 1,033 \cdot 317} = 0,45$$

$$k = \frac{1,5 \sqrt{800}}{0,5 \sqrt{0,45}} = 127 \quad q = 0,915 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ Std.}$$

$$Q = F \cdot q = 0,500 \cdot 0,915 \approx 0,46 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$G = \frac{1,5 \cdot 0,46 \cdot 800}{0,5} = 1110 \text{ kg/h davon sind } 1030 \text{ kg Methanol } 80 \text{ kg Wasser}$$

$$\text{Destillat} = \frac{1112}{1,5} = 741 \text{ kg/h}$$

Im Kondensator sind 1030 · 270 = 278.000
80 · 550 = 44.000
max. 322.000 Wh abzuführen.

30124

- 2 -

b) bei 0,05 ata $t_k = 4^\circ\text{C}$

$$\gamma_1 = \frac{30,3 \cdot 0,05 \cdot 273}{22,4 \cdot 1,033 \cdot 277} = 0,0645 \quad k = \frac{11 \sqrt{800}}{10 \sqrt{0,0645}} = 123$$

$$q = 0,92 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ Std.} \quad Q = 0,46 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$G = \frac{11 \cdot 0,46 \cdot 800}{10} = 407 \text{ kg/h} \text{ davon sind } \begin{matrix} 377 \text{ kg Methanol} \\ 30 \text{ kg Wasser} \end{matrix}$$

$$\text{Destillat} = \frac{407}{11} = 37 \text{ kg/h}$$

Im Tiefkühler sind abzuführen

$$377 \cdot 290 = 101\,000 \text{ WE/h}$$

$$30 \cdot 590 = 17\,700 \text{ WE/h}$$

$$118\,700 \text{ WE/h}$$

c) Heizung: Durch Abstrahlen gehen etwa 12 000 WE/h verloren.

Also müssen durch die Schlange 322 000

$$+ 12\,000$$

$$= 334\,000 \text{ WE/h}$$

hindurchgehen. Bei 10 m² und k = 500 würde

$$\Delta t = \frac{334\,000}{10 \cdot 500} = 67^\circ\text{C} \text{ und damit die Sumpftemperatur } 125 - 67 = 58^\circ\text{C}.$$

$$d) \text{ Destillationsdauer} = \frac{1390 \cdot 2}{742 + 37} = 3,57 \text{ Std.}$$

2) Mittelöldestillation.a) Fraktion 140°C $t_k = 90^\circ\text{C}$ p = 0,2 ata m = 122 $\gamma_2 = 780$

$$\gamma_1 = \frac{122 \cdot 0,2 \cdot 273}{22,4 \cdot 1,033 \cdot 363} = 0,793 \quad k = \frac{1,5 \sqrt{780}}{0,5 \sqrt{0,793}} = 94$$

$$q = 1,16 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h} \quad Q = 0,5 \cdot 1,16 = 0,58 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$G = \frac{1,5 \cdot 0,58 \cdot 780}{0,5} = 1355 \text{ kg/h}$$

$$\text{Destillat} = \frac{1355}{1,5} = 905 \text{ kg/h}$$

Im Kondensator sind abzuführen 1355 · 70 = 95 000 WE/h

b) Fraktion 180°C $t_k = 90^\circ\text{C}$ p = 0,05 ata m = 147 $\gamma_2 = 800$

$$\gamma_1 = \frac{147 \cdot 0,05 \cdot 273}{22,4 \cdot 1,033 \cdot 361} = 0,24 \quad k = \frac{11 \sqrt{800}}{10 \sqrt{0,24}} = 63,5$$

$$q = 1,7 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h} \quad Q = 0,5 \cdot 1,7 = 0,85 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$G = \frac{11 \cdot 0,85 \cdot 800}{10} = 747 \text{ kg/h}$$

$$\text{Destillat} = \frac{747}{11} = 68 \text{ kg/h}$$

c) Heizung: Die bei der Methanoldestillation vorzusehenden Flächen sind ausreichend.

$$d) \text{ Destillationsdauer} = \frac{2500 \cdot 2}{905 + 68} = 5,14 \text{ Std.}$$

- 3 -

Destill

905

Q =

Lösebeh

200

5 Mo

Wärmetö

Q

Erwärmu

Eingangs

Siedete

Demnach

D = 1200

Füllhöhe

Gesamthö

Rührbeh

370 kg E

Wärmetö

Die Umse

Behälter

d =

Wärmetö

HCl gas +

Na + 1/2

H₂ + 1/2