

180000155

Bericht Dr. Burger.

über die Entfernung der Kieselsäure aus der Rohbutindiollösung.

Die Butindiollösung, wie sie aus der Rohdestillationskolonne abläuft, enthält noch Kieselsäuremengen von rund 0,025 %. Diese verursachen nicht nur in den Kühlern im Verein mit organischen Verbindungen lästige Verkrustungen, sondern dürften auch ungünstig auf die Lebensdauer des Kontakts einwirken, auf dem sie sich vermutlich niederschlagen. Durch die vorgesehene Reinigung des Rohbutindiols mit Karboraffin werden wohl die färbenden organischen Kondensationsprodukte entfernt, nicht aber die Kieselsäure.

Wir suchten daher nach einer Methode, die lästige Verunreinigung zu beseitigen und glauben sie, angeregt durch einen Aufsatz von Dipl. Ing. Wesly⁺, in der Zugabe entweder von Magnesiumhydroxyd oder von Calciumhydroxyd bzw. von Gemischen beider⁺⁺ gefunden zu haben, die in genügender Menge zugesetzt, den Kieselsäuregehalt der Lösung nach vorgenommener Filtration auf wenige Procente des ursprünglichen Werts herunterdrücken.

Die Versuche wurden im allgemeinen so durchgeführt, dass im Reihenversuch je 1 l der nicht alkalisierten Butindiollösung (ca. 37 %ig) mit einem P_H von rund 4 mit den angegebenen Zusätzen versehen und dann 1 Stunde bei 75-85° unter gleichen Bedingungen gerührt wurde. Das Gemisch wurde hierauf filtriert, über Nacht stehen gelassen, nochmals filtriert und ein Teil des Filtrats zur Analyse gegeben. Die P_H -wertbestimmung wurde im allgemeinen mit der Antimonelektrode ermittelt.

-/-

+) Chem. Zeit. [1943] Nr. 24, 338 uf.

++) hiezu eignet sich das im Handel befindliche 'Magnohydrat', das durch Brennen von Dolomit erhalten wird.

Resultate:

- 1.) Karboraffin adsorbiert aus der analkalisierten Lösung keine Kieselsäure, wohl aber wird ein gewisser Prozentsatz aus der nicht analkalisierten Lösung zurückgehalten. Er beträgt ungefähr 10 % (s. Tabelle I!)
- 2.) Bei längerem Stehen analkalisierter Butindiollösung (7 Tage) bei Zimmertemperatur wird praktisch keine Kieselsäure ausgeschieden. $P_H = 6,8$.
- 3.) Magnesiumhydroxyd und ebenso "Magnohydrat" $[Ca(OH)_2 + Mg(OH)_2]$ in trockener Form zugegeben scheiden aus der Butindiollösung beträchtliche Mengen Kieselsäure ab. So werden bei einer Zugabe von 0,8 % zur Butindiollösung in beiden Fällen 87,5 % der vorhandenen Kieselsäure entfernt. (s. Tabelle II!)

Eine ähnlich gute Wirkung zeigt Kalziumhydrat techn. Dagegen fällt der Effekt bei Aluminiumhydroxyd wesentlich ab. $Ca(OH)_2$ bindet bei 8 % Zugabe 95,7 %; $Al(OH)_3$ dagegen nur 60 % der vorhandenen Kieselsäure (s. Tabelle II!)

- 4.) Eine wesentliche Steigerung erfährt die Wirkung von Magnesiumhydroxyd, wenn es nicht in fester gepulverter Form, sondern frisch gefällt, also mit grosser Oberfläche zur Anwendung kommt. Eine ähnliche Wirkung, die praktisch zwar nicht genügt, zeigt auch Aluminiumhydroxyd. Dagegen ist die Wirkung von frisch gefälltem Kalziumhydroxyd nicht besser wie die von festem.

frisch gefälltes Hydroxyd

entferntes SiO_2 $Mg(OH)_2$

98 %

 $Ca(OH)_2$

92 %

 $Al(OH)_3$

75 % (s. Tabelle III)

- 5.) Keines von den angeführten Hydroxyden adsorbiert in den angewandten Formen, die färbenden Bestandteile der Rohbutindiolösung, die bekanntlich von Carboraffin aufgenommen werden. Ihre Anwendung kann somit die Kohlereinigung nicht ersetzen.
- 6.) Durch gleichzeitige Zugabe eines der drei Hydroxyde und 0,3 % Carboraffin wird weder die Wirkung der betreffenden Base auf die Bindung der Kieselsäure noch der Entfärbungseffekt der Kohle nennenswert beeinflusst (s. Tabelle II!).
- 7.) In welcher Weise die Bindung der Kieselsäure geschieht (ob chemische Bindung, Adsorption oder Verdrängung) liess sich bisher nicht einwandfrei klären. Es steht jedoch fest, dass durch die Erhöhung des P_H -werts bei Zugabe von Natronlauge der Kieselsäuregehalt der hernach filtrierte Lösung herabgesetzt wird (beim Erhöhen von P_{H4} auf $P_{H6,8}$ um ungefähr 10 %). Im Einklang mit dieser Feststellung konnten wir bei Zugabe^{+) von Salzen eine Verringerung des Kieselsäuregehalts in der filtrierte Lösung entsprechend des P_H -werts aufzeigen. (s. Tabelle IV!).}

Auch durch Zugabe von gepulvertem Quarzsand, als Kristallisationsanreger gedacht, wurde eine gewisse Menge Kieselsäure gefällt (s. Tabelle I!).

Kritik an den Versuchen:

Der Maximalfehler der Kieselsäurebestimmung beträgt nach unseren Erfahrungen bei Werten in der Grössenordnung von etwa 0,003 % rund 10 % und dürfte bei niedrigeren Werten noch weiter ansteigen. Für die P_H -messung verwandten wir den P_H -Messer des Phys. Labors, der aber, wie sich später herausstellte, gegenüber einem gleichartigen Messinstrument eine Abweichung des P_H -werts von 2 Dezi-

^{+) Diese Zugabe erfolgte entsprechend der praktischen Aufgabestellung nicht in gleichen Molmengen sondern gleichen Gewichtsmengen.}

malstellen aufwies. Ausserdem war er während der Versuchszeit einmal in Reparatur, so dass wir in der Zwischenzeit die P_H -messung behelfsmässig mit Merck'schem Indikatorpapier durchführten. Die Dezimalstellen der angeführten P_H -werte sind also mit Vorsicht aufzunehmen.

Für die Zusätze verwandten wir Merck'sche Präparate für die Analyse mit Ausnahme des Calciumhydroxyds fest, das in reiner Form im Werk nicht mehr aufzutreiben war.

Alle 3 genannten Fehler dürften den praktischen Wert der Resultate nicht wesentlich beeinträchtigen.

Gegenüber der Kalkmilch ist Magnesiumhydroxyd durch eine sehr geringe Löslichkeit ausgezeichnet. Dies sei deshalb erwähnt, weil für die Darstellung von Hydrofuran-möglichste Freiheit der Lösung an Salzen erwünscht ist. Dagegen hat die Kalkmilch den Vorteil ohne weiteres greifbar zu sein, da techn. Kalk in grössten Mengen und dadurch billigst in unserer Karbidfabrik zur Verfügung steht.

Löslichkeit in Wasser:

$Mg(OH)_2$	bei $18^\circ C$	$11,8 \cdot 10^{-2}$ g/in 100 g Lösung
$Ca(OH)_2$	bei $20^\circ C$	$8,4 \cdot 10^{-4}$ g/in 100 g Lösung

Bindung der Kieselsäure in der destillierten Rohbutindiollösung
durch Zugabe fester Stoffe.

a) Carboraffin

Versuch Nr.		21 444		3444		
		nicht alkalisierte Lösung		analkalisierte Lösung		
Menge	P _H	SiO ₂ - gehalt d.Lösung	sonach restliche SiO ₂	P _H	SiO ₂ - gehalt d.Lösung	sonach restliche SiO ₂
%		%	%		%	%
0	4	0,030	100	6,1	0,010	100
0,3	4	0,026	87	5,7	0,010	100
1,5	4	0,027	90	6,4	0,010	100
3	4	0,027	90	6,9	0,010	100

b) gepulverter Quarz

Versuch Nr.		31 844	
		nicht alkalisierte Lösung	
Menge	P _H	SiO ₂ - gehalt d.Lösung	sonach restliche SiO ₂
%		%	%
0 ²	2,7	0,029	100
1	2,7	0,023	90

Tabelle II

1000000000

	Menge Basenzusatz	PH	SiO ₂ -gehalt d. Lösung	sonach restliche SiO ₂	PH	SiO ₂ -gehalt d. Lösung	sonach restliche SiO ₂	PH	SiO ₂ -gehalt d. Lösung	sonach restliche SiO ₂	PH	SiO ₂ -gehalt d. Lösung	sonach restliche SiO ₂
	%		%	%		%	%		%	%		%	%
Versuch Nr. verwandte Base			11 444			19 544 a			19 544 b			22 344	
			Mg(OH) ₂ fest			Mg(OH) ₂ gefällt			Mg(OH) ₂ gefällt + 3% Karboraffin			Magnohydrat fest	
	0	4,3	0,024	100	4,3	0,022	100	4,3	0,022	100	4,3	0,024	100
	0,08	5,0	0,023	95,8	6,0	0,013	59,1	6,0	0,012	54,5	8,0	0,010	42
	0,4	5,5	0,007	29,2	6,5	0,0004	1,8	6,0	0,001	4,6	8,5	0,004	16,7
	0,8	6,0	0,003	12,5	6,5	0,0004	1,8	6,5	0,0008	3,6	8,5	0,003	12,5
Versuch Nr. verwandte Base			2 544			4 544			22 544				
			Al(OH) ₃ fest			Al(OH) ₃ gefällt			Al(OH) ₃ gefällt + 3% Karboraffin				
	0	4,2	0,030	100	4,3	0,028	100	4,2	0,025	100			
	0,08	4,1	0,030	100	3,8	0,010	35,7	4,5	0,016	64			
	0,4	3,7	0,021	70	4,6	0,010	35,7	5,5	0,010	40			
	0,8	3,8	0,010	33	5,0	0,007	25,0	5,5	0,006	24			
Versuch Nr. angewandte Base			14 944			18 944			21 944			21 944	
			Ca(OH) ₂ techn. fest			Ca(OH) ₂ gefällt			Ca(OH) ₂ gefällt + 3% Karboraffin			Ca(OH) ₂ fest + 3% Karboraffin	
	0	4	0,023	100	3,6	0,040	100	3,5	0,040	100	3,5	0,033	100
	0,08	5	0,014	60,9	5	0,032	80	4,5	0,029	72,5	3,5	0,030	90,9
	0,4	6	0,005	21,7	7	0,009	22,5	7	0,009	22,5	6,5	0,008	24,2
	0,8	8	0,001	4,3	8	0,003	7,5	8	0,003	7,5	8,5	0,001	3,0

180000161

Abhängigkeit der SiO_2 -ausfällung mit $\text{Mg}(\text{OH})_2$ frisch gefällt 0,4 %
vom P_H -wert der Butindiollösung.

Versuch Nr. 25 744

	ohne Zu- satz	nach Zusatz von 0,4 % frisch gefälltem $\text{Mg}(\text{OH})_2$			
P_H -wert der ursprünglichen Butindiollösung	3,7	3,7	5,1	6	7
P_H -wert nach Versetzen mit $\text{Mg}(\text{OH})_2$	3,6	6	6,1	6	6,5
SiO_2 -gehalt der filtrierten Lösung	0,021	0,0024	0,0015	0,0022	0,0033
= % vom ursprünglichen SiO_2 -gehalt	100	11,4	7,4	10,47	15,7

Versuch Nr. 22 844

	Zusatz nur von Karbon- raffin	nach Zusatz von 0,4 % frisch gefällttem $\text{Mg}(\text{OH})_2$ und 0,3 % Karboraffin			
P_H -wert der ursprünglichen Butindiollösung	3,5	3,7	5	6	7
P_H -wert nach Versetzen mit $\text{Mg}(\text{OH})_2$	3,3	6,1	6,5	6,7	7
SiO_2 -gehalt der filtrierten Lösung	0,030	0,003	0,004	0,005	0,004
= % vom ursprünglichen SiO_2 -gehalt	100	10,0	13,3	16,6	13,3

180000162

Einfluss von Zusätzen verschiedener löslicher Salze
 auf den Kieselsäuregehalt von der rohen Butindiollösung.

Nicht alkalisierte rohe Butindiollösung vom P_H 2,7 wurde mit je 1 % verschiedener Salze versetzt und bei Zimmertemperatur 24 Stunden gerührt, dann filtriert.

Versuch Nr. 31 844.

Art des Salzes	P_H	SiO_2 -gehalt der Lösung	sonach restliche SiO_2
		%	%
0	2,7	0,029	100
Kochsalz	2,9	0,013	62,0
Ca-chlorid	2,9	0,021	72,4
Salmiak	2,8	0,019	65,5
Na-acetat	5	0,016	55,1
Na-bikarbonat	8	0,012	41,3

180000163

Zusammenfassung:

Zur Entfernung der geringen Mengen Kieselsäure, die in der wässrigen Butindiollösung enthalten sind, erweisen sich sowohl Magnesiumhydroxyd, vor allem in frisch gefällter Form, wie auch techn. Kalkmilch als geeignete Mittel.

Mit dem Zusatz wird zugleich eine Analkalisierung des Butindiollösung erreicht, wie sie z. Zt. im Betrieb durch Zugabe von Natronlauge bewirkt wird. Diese würde dadurch überflüssig.

Burger

2077

~~190000164~~

30/4.03

Manufacture and utilization

of propylalcohol.

(e)

1-Abteilung

Er., den 18. Febr. 1944
DRN/K

2077-19

Vertraulich

30/4.03

Ø an: Herrn Dir. Dr. Ambros
Dir. Dr. Reppe
" Dr. Jordan
" Dr. Brillwitz
" Dr. Steinhöfer
" Dr. Joost

Notiz

Betr.: Narkotikummittel Produkt PL.

Propargylalkohol besitzt nach Ansicht der Iare gute entrostende Eigenschaften, besitzt aber nicht den Versuch, das Nachresten zu vermindern, aber glaubt man, dass das Produkt einen verhältnismässig grossen Anwendungsbereich haben wird. Es wird in 1%iger Lösung mit 20%iger Salzsäure wesentlich besser hergestellt, als die herkömmliche Sparsäure. Sollte das Produkt wirklich Anlass zu dem beschriebenen geben, so wird in Aussicht genommen, hinsichtlich eines weiteren das weiter vorgehen ist, doch physiologisch praktisch unbedenklich und auch in der Wirksamkeit etwa dem handelsüblichen

Verfahren entsprechen.
Es wird vorgezogen, einen neuen Typ in Form einer 2,75%igen Propargylalkohol-Lösung herzustellen. Dr. Jordan und Dr. Brillwitz sind aus physiologischen Gründen keine Bedenken, diese Lösung zu verwenden. Es man den Transport von wässriger Salzsäure leicht nicht vermeiden kann, wäre davon abgesehen, das Propargylalkohol in Verbindung mit Salzsäure in den Handel zu bringen.
Das neue Produkt PL in der neuen Form wird 0,75 BA/kg verteilbar.

Handwritten signature

200000166

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Konstruktionsbüro Buna Diolfabrik
Herrn-Dipl. Ing. Schwab

2077-20

30/4.03

Herrn Dr. Faust

Dr. Jo/Kc.

15. Februar 1943

Wie bereits mündlich mit Ihnen besprochen, bitten wir Sie, die Einrichtung der P2-Kolonne als Vakuum-Kolonne unverzüglich in Angriff nehmen zu wollen. An der jetzigen Funktion der Kolonne als Reserve für die Butindiol-Druckdestillation soll sich nichts ändern. Als Vakuum-Destillation soll die Kolonne zwei zusätzliche Funktionen erfüllen. Erstens soll das in der Druckdestillation anfallende Gemisch von Propargylalkohol und Formaldehyd bei etwa 100 mm Hg in Propargylalkohol (30%ig) und wässriger Formaldehydlösung zerlegt werden. Zweitens soll die Kolonne eine Reserve für die Butandiol-Destillation darstellen, sodass die entsprechenden Verbindungsleitungen im Bau neu zu legen sind. Zur Speicherung des Propargylalkohols bitten wir, einen neuen Tank (100 m³) für das freie Feld neben Tank 90 zu bestellen. Die Rohrleitungen müssen gummiert sein. Als Flüssigkeitspumpen sind säurebeständige Pumpen zu verwenden. Für die notwendigen Nachforderungen bitten wir, ein Nachtragsprogramm einzureichen.

25 Faust
Vltk
Dr

Durchschlag

2077-21

210000167

Materialprüfungsbetrieb Lu 510

30/1/03

Hauptlaboratorium Lu

Auftrag Nr. 243 289.

Komm.-Nr. 62425/1401

Prüfungsbericht

Dr. Tr./Hr. 20.7.1943

TA/Mat-Lu 510 10. Nov. 1943. zi.

Angriff von wässrigem, Ameisensäurehaltigem Propargylalkohol auf Eisen (M I - Qualität).
Prüfungsbestellung des Herrn Dr. Trieschmann vom 20.7.43.

PH 5/5

Die Beständigkeit von Eisen (M I - Qualität) gegen eine 25 prozentige Lösung von Propargylalkohol in Wasser, die Spuren von Ameisensäure enthält, wurde bei 20°C und 100°C, die Beständigkeit gegen die Dämpfe dieser Lösung bei 110°C und 160°C untersucht; dabei wurden folgende Werte gefunden:

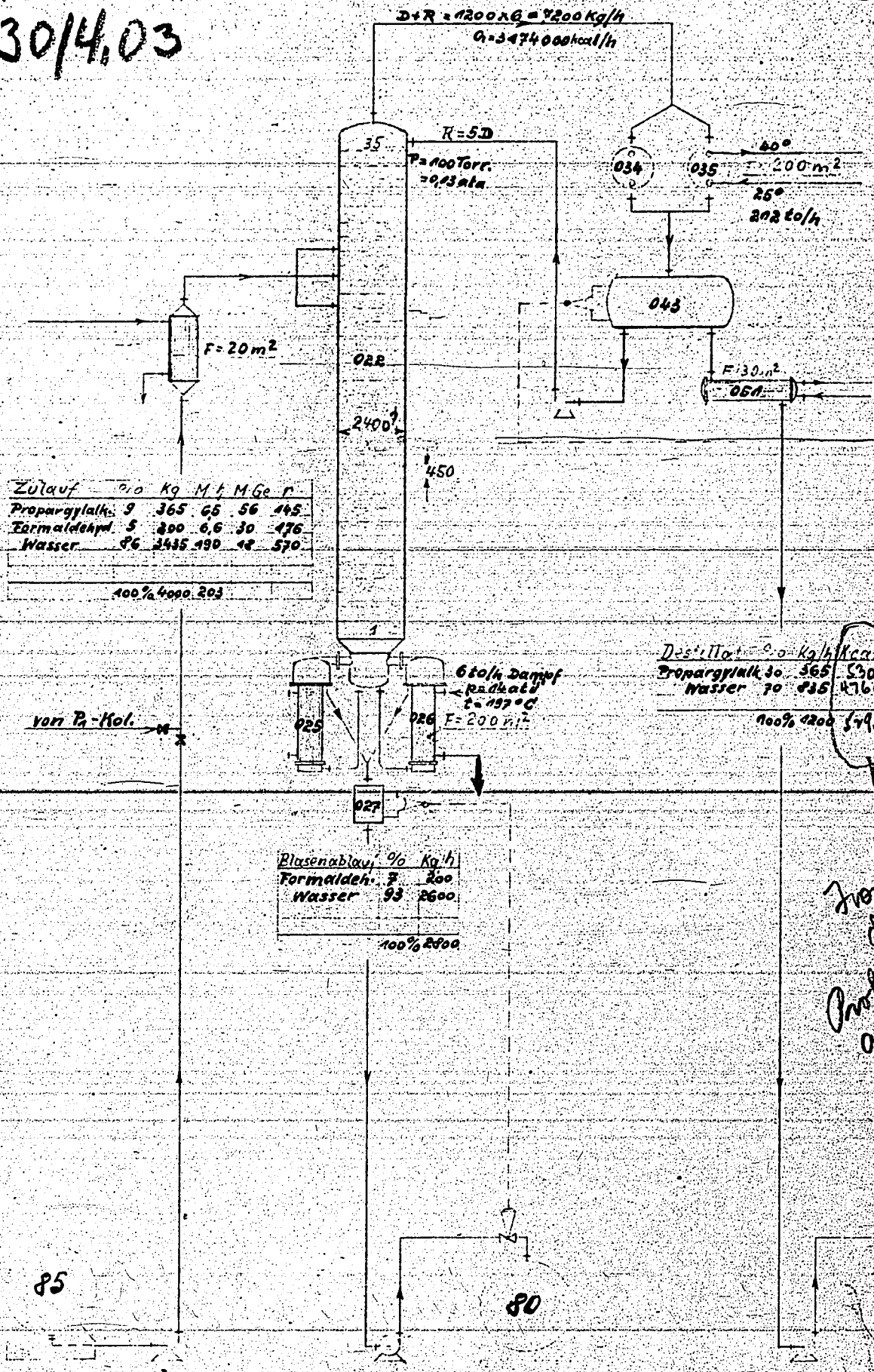
Werkstoff	<u>In der Lösung selbst</u>		<u>In den Dämpfen der Lösung</u>	
	Widerstandszahlen in Tage/mm			
	bei 20°C	bei 100°C	bei 110°C	bei 160°C
M I	5 000	800	1 700	2 250

gez. Schaaf.

2077-22
30/4.03

P₂-Vakuum-Kol.

220000168



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein

Maßst.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

2207-23

280000169

30/4/03

Dr. Bau/Hr.

10.12.42

Artemotis über die Besprechung betreffend die
Herstellung von Al ylkohol aus Propargylalkohol.

Anwesend waren die Herren:

Dr. Hagen, I.K.-Abteilung

Dr. Niemann

Dr. Schlichting

Dr. Büche

Dr. Pietsch

Dr. Klager

Dr. Joost

Dr. Bauer

Es war zu klären, welche Produktionsmittel zur Herstellung von Al ylkohol aus dem vor- handig vorhandenen Propargylalkohol vorhanden sind oder noch beschafft werden müssen.

Der Anteil an Propargylalkohol bei B 3 beträgt unter der Voraussetzung, dass 9 Retortlöfen betrieben werden, ~ 265 Mto bzw. 3 130 Mto. Bei der Hydrierung des Propargylalkohols zu Al ylkohol ist mit 82%iger Ausbeute zu rechnen, entsprechend 225 Mto Al ylkohol. Wird die Wasserstoffausbeute der Hydrierung mit 75% veranschlagt, ergibt sich ein Wasserstoffbedarf von ca. 10 Mto oder 110.000 kg³. Die Glycerinausbeute beträgt nach Dr. Fleming 30% des eingesetzten Al ylkohols, sodass aus 265 Mto Propargylalkohol 225 Mto Al ylkohol und daraus 321 Mto Glycerin erzeugt werden können.

Propargylalkoholdestillation:

Nach der Bruchdestillation fällt in B 3 ein 8-10% Propargylalkohol und 6-9% Formaldehyd enthaltendes wässriges Gemisch mit einem p_H von ungefähr 4 an. Die Hydrierung des Propargylalkohols ist für eine 25-30% Propargylalkohol neben Wasser enthaltende Lösung ausgearbeitet, sodass sich schon aus diesen Grund eine Aufkonzentrierung der übrigen Lösungen nicht ungenau lässt. Zudem muss der Formaldehyd abgetrennt werden. Für diesen Zweck steht in B 3 vorüber-

gehend die Reservekolonne zur Verfügung. In der Zwischenzeit muss eine Kolonne gleicher Bauart und Leistung erstellt werden.

Die Kolonnendaten sind nach Dr. Joost folgende: Φ 2,4 m, 450 mm Bodenabstand, 35 Böden, Kondensatorfläche 400 m², Heizfläche 400 m². Bei 120 mm Hg ist die zulässige Dampfgeschwindigkeit 2 m/sec., bei 2fachen Rücklauf beträgt der erforderliche Kolonnen Durchmesser 1,9 m.

Ferner sind anzuschaffen: 2 Tanks à 100 m³ für 30%igen Propargylalkohol, 5 VKA Pumpen mit 6 m³ Stundenleistung und 60 m Förderhöhe. Diese Förderhöhe errechnet mit Rücksicht auf die räumliche Entfernung der Hydrierung (800 m) reseau. Obgleich eine Korrosion der eisernen Äthylen-Hydrierungsapparaturen durch den 30%igen, von Formaldehyd weitgehend befreiten Propargylalkohol nicht sehr wahrscheinlich ist, soll aus Sicherheitsgründen eine Wofatierung aufgestellt werden.

Hydrierung des Propargylalkohols:

Herr Dr. Hagen teilt mit, dass die Hydrieranlage für Acetylen erst Ende 1943 anferbereitet ist. Der dann entsprechend dem in Arbeit befindlichen Projekt für Glycerin verfügbare Kontakttraum würde nicht ausreichen. Das Äthylenprojekt benötigt 6 Öfen die dauernd im Betrieb sind, 1 Ofen muss die Betriebsausfälle durch Kontaktwechsel kompensieren, sodass nur der Reserveofen vorübergehend bereitgestellt werden kann. Sollte die Δ -Anappheit ein Übergehen auf andere Kontakte mit geringerer Aktivität und Lebensdauer erzwingen, muss auch dieser Ofen für Äthylen eingesetzt werden. Der Äthylenreserveofen hat bei einem Ofenraum von 30 m³ 4 m³ Kontaktinhalt, was einer Monatsproduktion von 120 t Allylalkohol entsprechen würde (120 t kg/l/Tag). Obgleich die Wärmetönung der Allylalkoholreaktion nur 30 kcal/mol gegen 40 kcal/mol bei der Äthylenreaktion beträgt, könnte der Kontakttraum aus konstruktiven Gründen nicht wesentlich vergrößert werden. Der Betriebsausfall durch Kontaktwechsel nach 2 monatiger Laufzeit (Äthylen : 6 Monate) ist mit mindestens 5 - 10 Tagen zu veranschlagen. Daher müssen zusätzlich 2 Hydrieröfen aufgestellt werden.

Dr. Bau/Hr.

10.12.42

3

*gelöst durch
an Patent der Gebrüder*

Gewisse Unklarheiten bestehen über die Aufarbeitung der Rohlösung. Diese Frage konnte das Hauptlaboratorium nicht restlos klären, da die Versuche vorzeitig abgebrochen werden mussten. Insbesondere erscheint die Entfernung des Restpropargylalkohols, mit dem bei längerer Betriebsdauer zu rechnen ist, ungewiss. Zur Sicherheit soll ein Nachhydrierofen mit 15 m³ Ofenvolumen aufgestellt werden. Wahrscheinlich wird die Aufarbeitung der Rohlösungen folgendermaßen vorzunehmen sein:

in der ersten Kolonne wird der Propionaldehyd über Kopf destilliert, in der zweiten das 72% Allylalkohol, etwas Propanol und Wasser enthaltende Azeotropgemisch. Geringe Mengen Propargylalkohol werden mit dem Blasenablauf zu Verlust gegeben; möglich wäre die Hydrierung des Propargylalkohols Propanol mit Ni-Kontakt. Das den Allylalkohol verunreinigende, durch Destillation nicht abtrennbare Propanol (Azeotrope bei 37,5 und 37,7°C) würde die Chlorierung nicht beeinträchtigen und bei der Glycerin-gewinnung anfallen.

unmöglich

Für die Hydrierung sind daher anzuschaffen:

1. zwei Hydrieröfen, komplettiert entsprechend dem Apparateverzeichnis v.l.12.42 (Glycerin aus Allylalkohol)
2. ein Nachhydrierofen analog "1".
3. ein Tank V = 20 m³ für Propionaldehyd
4. ein Tank V = 100 m³ für Allylalkohol, Propanol, Wasser
5. 800 m Rohrleitung (von 3 3 zur Hydrierung).

Baulich ist der Raum für zwei Hydrieröfen vorhanden, für den Nachhydrierofen wird ein Bundfeld zusätzlich benötigt.

Da zur Chlorierung ein nur 10%iger Allylalkohol benötigt wird, wurde erörtert, ob die Konzentrierung von 30 auf 72% erforderlich ist. Mit Rücksicht auf den gegebenenfalls benötigten Transportraum (Heydebreck) und die zur chemischen Sicherstellung des Verfahrens erwünschte Destillation des Allylalkohols kann von dieser Massnahme nicht abgesehen werden.

*b. wie oben, zum
10.12.42, nach dem
Kauf von 20 m³ Hydrier-
ofen, 100 m³ Tank
für Glycerin*

Dr. Bau
R. H. H.

2077

30/4.03

~~240000172~~

Chemical engineering

- investigations

(f)

I. G. Ludwigshafen

2207-24

sm
Herrn Dr. Steinhofer Lu 330 d

30/4.03

240000173

Hinweise.

auf

Arbeiten und Einrichtungen *2077*

der

Technischen Versuchsgruppe

Nr. 11

März 1942

33

Dr.-Ing. Lüder, Ruf Nr. 3360

Technische Versuchsgruppe Lu 104a

17. März 1942
W 1933

Auf dem Destillationsgebiet führt die Technische Versuchsgruppe laufend die Untersuchung von neuen Destillationsvorrichtungen und Apparaten durch und prüft deren Anwendbarkeit auf die Probleme der Betriebe.

Insbesondere wurden eine Reihe von neuartig geformten Böden erprobt, die den Zweck haben, das Mitreißen von Flüssigkeitstropfen mit den aufsteigenden Dämpfen zu verringern, um dadurch entweder die grössere Belastbarkeit oder durch Verminderung des Bodenabstandes eine niedrigere Bauhöhe der Kolonne zu erzielen:

- 1.) Ueber jedem Glockenboden üblicher Bauart ist auf einem Rost eine Füllkörperschicht angeordnet, die die Flüssigkeitstropfen abfängt und auf den Boden zurückrieseln lässt (Abb. 1). Die Messungen ergaben, dass eine Kolonne mit Zwischenböden bei gleicher Trennwirkung doppelt so hoch belastet werden kann als ohne solche. Der Druckverlust ist jedoch wesentlich grösser, sodass die Verwendung bei Vakuum-Kolonnen nicht ratsam erscheint.
- 2.) Ueber jedem Boden sind Roste nach Fischgrätenmuster eingebaut, an denen die mitgerissenen Flüssigkeitsteilchen ausgeschieden werden. Diese Bauart Sigwart-Leverkusen zeigt Abb. 2. Das erzielte Ergebnis ist unter 7) aufgeführt.
- 3.) Eine ähnlich gute Wirkung bringt der Einbau von Prallblechen, die in zwei Höhenlagen und gegeneinander versetzt angeordnet sind. (Abb. 3).
- 4.) Die Bauart Röcke - Eberhardt - Bitterfeld hat niedrige Doppelböden, zwischen denen eingebaute Lenkbleche eine mehrfache Umlenkung des Dampfes und dadurch ein Ausschleudern der Flüssigkeit bewirken. (Abb. 4). Um den Druckverlust niedrig zu halten, müssen möglichst grobgelochete Siebböden benutzt werden, deren Verwendbarkeit bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten beschränkt ist, da die Flüssigkeit dann durch die Löcher durchregnet. Der Bitterfelder Boden wurde bei sehr hohen Belastungen geprüft; er zeigte im Bereich von 2 m/sec bis 4 m/sec, also bei weit über den z.Zt. bei anderen Bauarten üblichen Geschwindigkeiten eine gute Brauchbarkeit.

5.) Die von Heckmann entwickelten Doppelböden (Abb. 5) lenken den Dampf ebenfalls um und haben dadurch eine geringe Bauhöhe. Wegen des höheren Druckverlustes ist die Anwendung nur bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten möglich.

Beim Betrieb von Vakuumkolonnen ist zur Erzielung einer möglichst niederen Blasentemperatur ein geringer Druckverlust nötig, der bei Glockenböden üblicher Bauart oft nicht genügend erreicht wird; besser geeignet hierfür sind:

6.) Bauart Canzler (Abb. 6), bei der die Kamme der Glocken aus dem dünnen Boden durch Eindrücken geformt werden, sodass durch diese strömungstechnisch günstige Gestalt der Druckverlust z.B. bei $w_D = 0,6$ m/sec um 30 % gegenüber anderen Bauarten gesenkt wird. Diese Herstellungsart der Böden bedingt aber niedrige Kamme, so dass als Nachteil bei kleinen Belastungen unter 0,3 m/sec ein Durchregnen der Flüssigkeit stattfinden kann.

7.) Sigwart - Leverkusen hat Flachglocken (Abb. 7) angegeben, die ohne Benutzung von Kaminen als Flüssigkeitsabschluss den Dampf direkt durch die seitlichen Schlitzte ausströmen lassen. Die Glocke ist nur wenig höher als diese Schlitzte und kann leicht aus keramischem Werkstoff hergestellt werden. In Verbindung mit den unter 2.) erwähnten Rosten zeigte ein solcher Boden das sehr gute Verstärkungsverhältnis von 114 % bei 1 m/sec Dampfgeschwindigkeit und niedrigem Druckverlust. Nachteil: Durchregnen der Flüssigkeit bei kleinen Belastungen unterhalb etwa 0,1 bis 0,2 m/sec.

8.) Bamag - Kittel benutzen zur Destillation Doppelhorden aus Streckmetall (Abb. 8), deren Schlitzte für den Dampfdurchtritt so ausgebildet sind, dass auf dem Boden ein Wirbel entsteht, der die Verteilung und Bewegung der Flüssigkeit verursacht. Letztere braucht kein Fallrohr, sondern rieselt durch den Boden zum nächst tieferen ab. Hauptvorteil: Einfache Herstellung und kleiner Druckverlust; Nachteil: Bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten starkes und auch sonst unregelmässiges Durchtropfen. Die Bauhöhe des Bodens beträgt 100 bis 200 mm.

9.) Einen sehr geringen Druckverlust haben bekanntermassen Füllkörpersäulen, insbesondere bei Verwendung von Sattelkörpern. Störend machen sich bei allen Schüttungen die ungleichförmige Verteilung von Dampf und Flüssigkeit bemerkbar. Durch umfangreiche Versuche wurden in der Versuchsgruppe die Vorgänge bei den verschiedensten Schüttverfahren, ausgehend von dem nach Curtius (Abb. 9), untersucht.

Der Bau von Destillationskolonnen aus Glas und Porzellan machte die Entwicklung besonderer, durch die Art dieser Werkstoffe bedingter Formen der Glockenböden notwendig. Hiervon wurden untersucht:

10.) Glocken aus Glas Bauart Krekeler Op - Schott (Abb. 10), die aus einzelnen Glasteilen aufgebaut und mit der Grundplatte verschraubt werden. Die untersuchten Böden bis zu 1000 mm ϕ zeigten ein einwandfreies Arbeiten und ein sehr gutes Verstärkungsverhältnis. Lediglich der Zusammenbau der Glocken aus Glas brachte betrieblich einige Nachteile, die bei den

11.) Porzellan-glocken nach Kirschbaum - Hescho (Abb. 11) vermieden wurden. Diese sind durch ein anhängendes Porzellan-gewicht von fast kugelförmiger Form so schwer gemacht, dass sie nur in den Boden eingehängt werden und keiner Verschraubung bedürfen. Die Prüfung mit Pressluft und Wasser bei einem Vielfachen der üblicherweise verwendeten Kolonnengeschwindigkeit zeigte, dass kein Anheben oder Vibrieren der Glocken erfolgte.

Zum Zwecke der beschleunigten Ausarbeitung von Destillationsverfahren wurden in der Technischen Versuchsgruppe eine Reihe von Kleinapparaturen aufgestellt und betrieben. Im Gegensatz zu oft anzutreffenden Gepflogenheiten wird hier jede Laboratoriumsglaskolonne mit Meßeinrichtungen versehen, die gestatten, Belastung und Rücklauf richtig und entsprechend großtechnischen Apparaten einzustellen, sowie den wilden Rücklauf möglichst zu vermeiden. Im einzelnen werden verwendet:

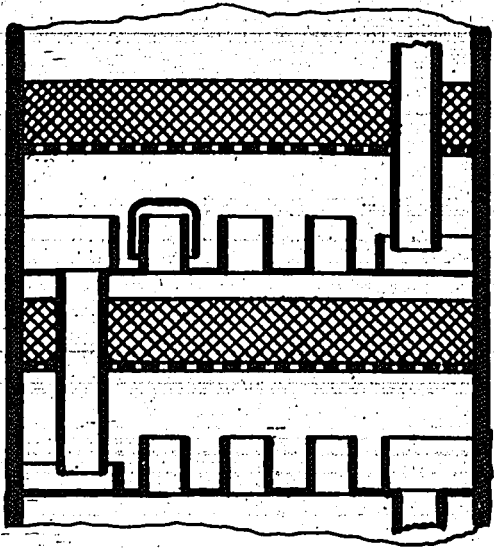
- 12.) Glaskolonnen mit Raschigschüttung. Diese Säulen sind bis zu 4 m Höhe aufgebaut, haben die Wirkung von etwa 40 bis 50 theoretischen Böden und werden zur Durchführung der gleichen Destillationen eingesetzt, wie sie in Grosskolonnen mit 60 eingebauten Böden erfolgen. Die Leistung der Versuchskolonnen würde bei durchlaufendem Betrieb etwa 2 Monatstonnen Destillat betragen. Die Hintereinanderschaltung mehrerer Säulen erlaubt die Durchführung der Trennung von Vielkomponentenmischungen.
- 13.) Verlangen betriebliche Gründe, den Destillationsversuch in einer Bodenkolonne durchzuführen, so wird eine Glasflachglockenbodensäule Bauart Sigwart - Leverkusen verwendet (Abb. 12). Je 5 Böden sind mit einem Abstand von 50 mm zusammengeblasen und diese Schüsse werden zu beliebiger Höhe aufeinander gesetzt. Die Trennwirkung ist sehr gut und entspricht etwa 20 theoretischen Böden auf 1 m Bauhöhe.
- 14.) Einfach aufzubauen ist die Laboratoriumskolonne nach Bitterfeld (Abb. 13). An einem Mittelträger sind die Böden befestigt. Der Durchtritt des Dampfes zum nächst höheren Boden geschieht nicht in Glocken, sondern in dem engen Spalt zwischen Bodenplatte und äusserem Glasrohr. Ein Umlenkblech zwischen den Böden besorgt die Abscheidung der mitgerissenen Flüssigkeitstropfen.
- 15.) Die Wittwer - Kolonne (Abb. 14), bei der sich die Rektifikation durch Entgegenströmen von Dampf und Flüssigkeit an einer Glasspirale vollzieht, hat keine überdurchschnittliche Trennwirkung gebracht. Insbesondere werden die mehrfachen äusseren Schutzmäntel in ihrer Wirksamkeit vielfach überschätzt.
- 16.) Die Laborkolonne nach Stern - Op (Abb. 15), die ebenfalls eine Glasspirale verwendet, scheint, abgesehen von ganz speziellen Fällen, ebenfalls die Leistung der sonstigen Apparaturen nicht zu übertreffen.
- 17.) Die höchste Trennwirkung zeigte bisher eine Laboratoriumskolonne, die in einem engen Glasrohr ein sich mit der Tourenzahl $n = 3000/\text{min}$ drehendes Metallband (vergl. Chem. Fabrik 1941) trägt (Abb. 16). Flüssigkeit und Dampf werden dadurch zu einem sehr inten-

siven, in Spiralforn laufenden Gegenstrom gezwungen. Die Trennwirkung dieser Säule entspricht bei 1 m Höhe mehr als 40 theoretischen Böden. In der Versuchsgruppe wurde eine solche Kolonne mehrere Meter hoch aufgebaut. Dies ergab Trennwirkungen, wie sie anderweitig bisher noch nicht annähernd erreicht wurden. Wegen des äusserst geringen Inhalts von Säule, Blase und sonstigem Zubehör ist die Benutzung für analytische Zwecke bei nur kleinen vorhandenen Mengen von grossem Vorteil.

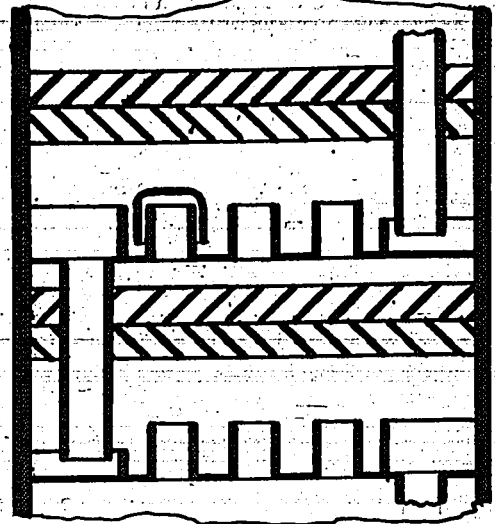
Alle Messungen zur Bestimmung des Verstärkungsverhältnisses der Böden wurden wegen der Vergleichsmöglichkeit mit den im Schrifttum veröffentlichten Angaben mit den Mischungen Wasser - Aethylalkohol, Wasser - Methanol und Benzol - Toluol durchgeführt.

Für die Versuche, die mit reinen Substanzen unternommen werden können, stehen Apparaturen zur Ermittlung und Ausmessung von Gleichgewichtskurven und Mischungslücken zur Verfügung. Diese dienen dazu, auch die theoretischen und rechnerischen Grundlagen der vorliegenden Probleme zu ermitteln, und den Entwurf von Grossanlagen zu erleichtern.

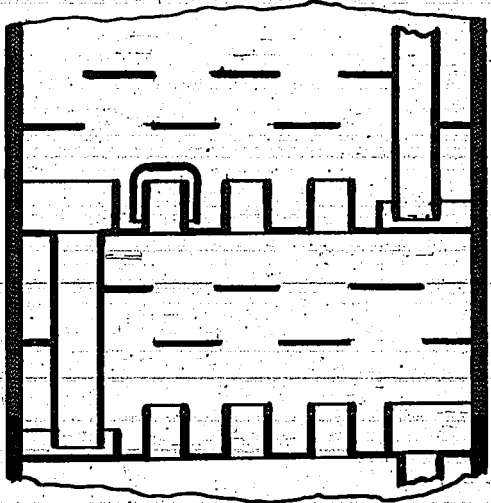
240000179



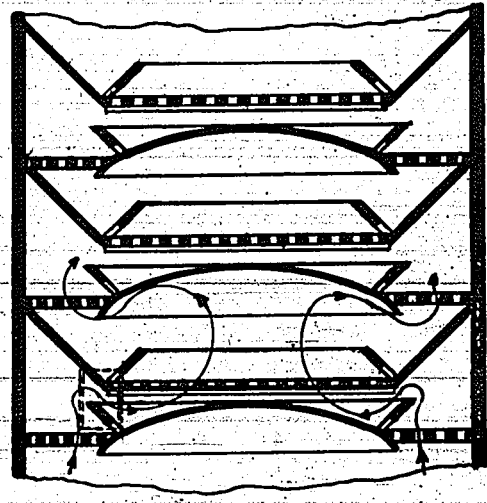
1



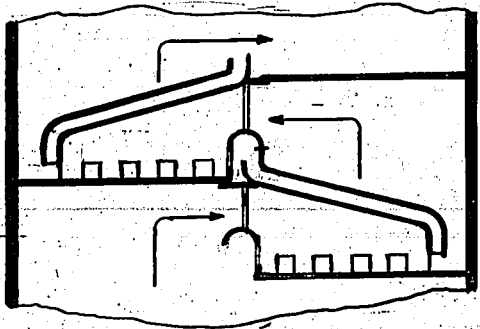
2



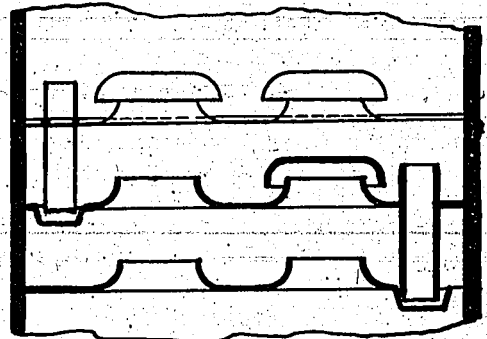
3



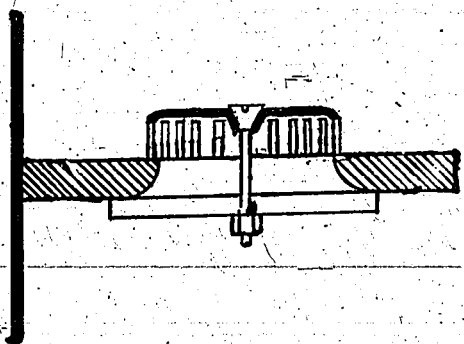
4



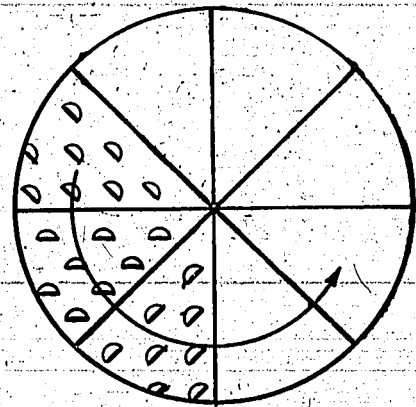
5



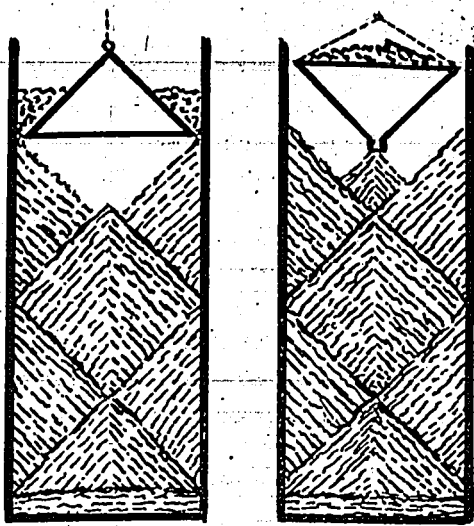
6



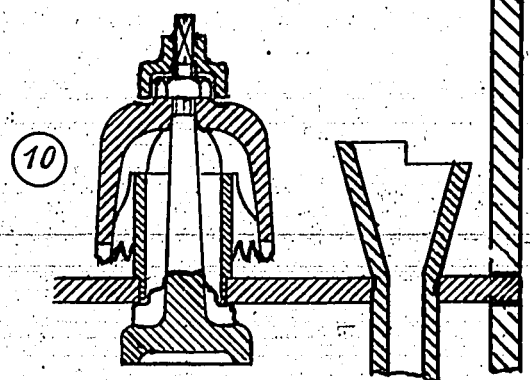
7



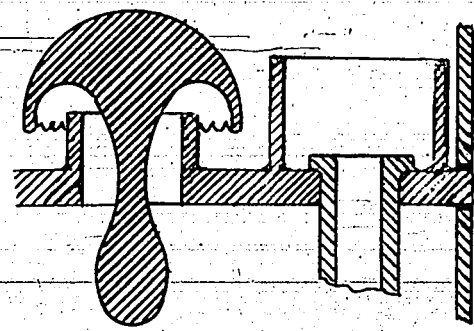
8



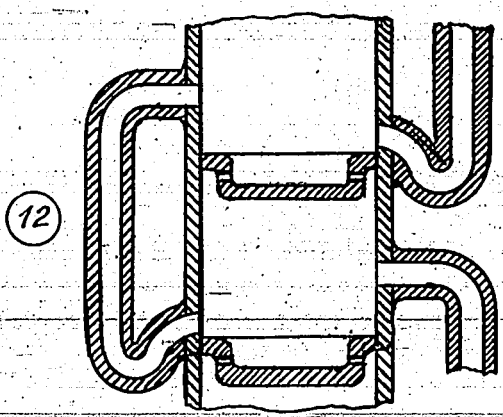
9



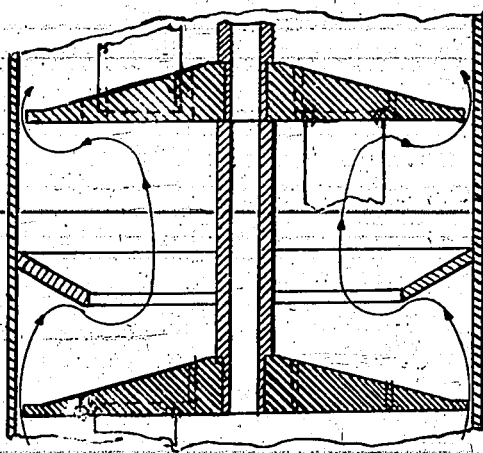
10



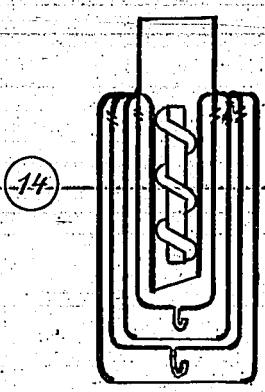
11



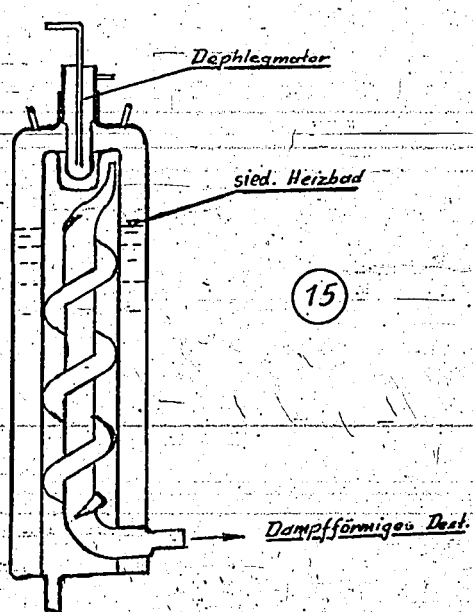
12



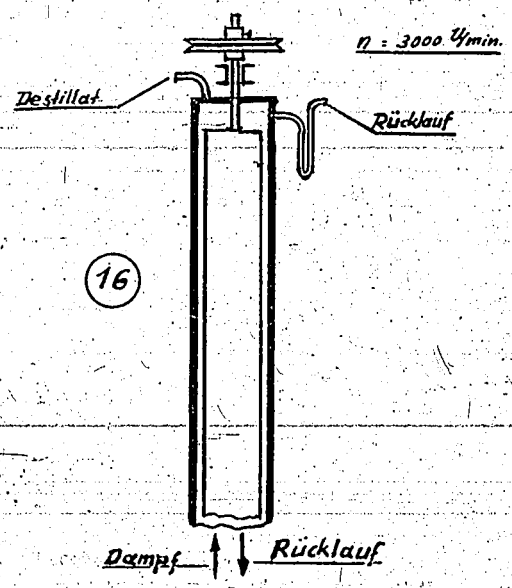
13



14



15



16

$n = 3000 \text{ U/min.}$

2077-25

Hauptlehrer

Herrn Dr. Steinhofer, Lu ~~330~~d.

30/4.03

Hinweise
auf
Arbeiten und Einrichtungen
der
Technischen Versuchsgruppe

Nr. 10

Januar 1941

33-2077

Dr.-Ing. Lüder, Ruf Nr. 3360

Technische Versuchsgruppe Lu 104a

82) Der Zerstäubungstrockner der Versuchsgruppe wurde fast ununterbrochen für Versuche eingesetzt. Der Aufbau, die Neben- und Meßapparate dieses Trockners sind so gewählt, dass alle auftretenden Wünsche durchgeführt und eingestellt werden können. Auf der Abbildung sind zu erkennen: Dampfbeheizter Luftvorwärmer, regelbarer Ventilator, elektrischer Luftherhitzer, Meßinstrumente, Zerstäubungsturm, Wirbelabscheider und Bethfilter.

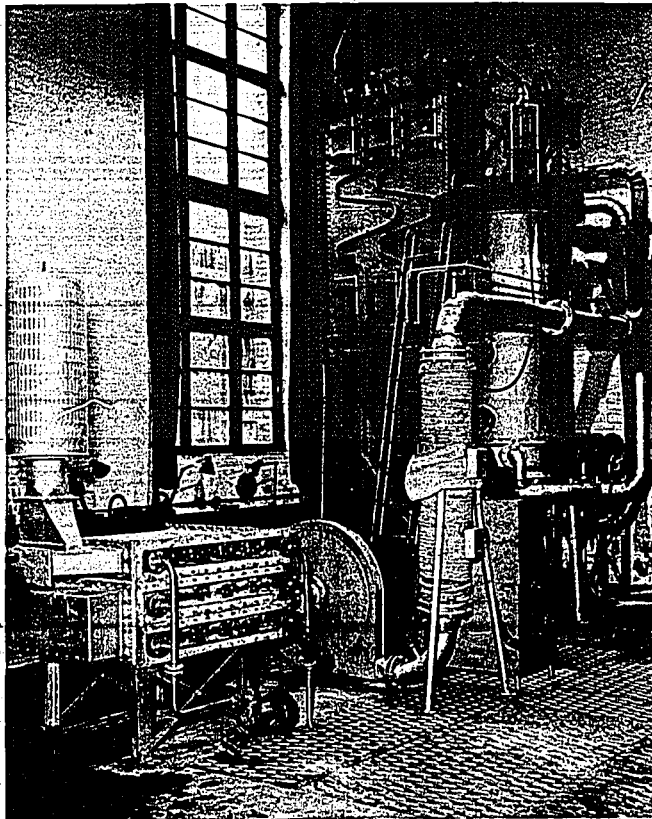


Abbildung 1

Besonderer Wert wurde auf die Auswechselbarkeit der Düsen gelegt; hierdurch ist es möglich, verschiedene Zerstäubungsverfahren, wie z.B. durch Flüssigkeitsdruck, Preßluft oder Dampf, und alle Düsenbauarten, wie z.B. die von Schlick, Nubilosa, die Schneidendüse (Cito) und die Ringschneidendüse, für jedes Produkt schnell zu erproben.

Die durchgeführten Versuche hatten meistens die Aufgabe, ein bezüglich Temperatur und Verweilzeit schonendes Trockenverfahren durchzuführen. Eine ganze Reihe von Emulsionen wurden auf diesem

Wege zu-Pulver getrocknet; hierunter befanden sich bei vergleichenden Versuchen Kunststoffe verschiedener IG.-Werke um festzustellen, ob sich auf der verschiedenen Art der Erzeugung beruhende Unterschiede zeigen.

83) Ein-neuartiges Zerstäubungsverfahren, wie es die Firma Escher-Wyss zum Aufsprühen des Produktes auf den Walzentröckner benutzt, und das darin besteht, die Lösung durch wenig Preßluft von der Aussenkante einer rotierenden Scheibe wegzuspritzen, wurde ausprobiert. Dabei zeigte sich, dass diese Art Zerstäubung gegenüber den Düsen den Vorzug hat, sich nicht zu verstopfen und gegenüber dem Krausetrockner die Anwendung hoher Drehzahlen vermeidet.

84) Da es sich als notwendig erwiesen hat, die Eignung eines Stoffes zur Trocknung nach dem Aeroformprinzip - Vortrocknung auf einer Rillenwalze und Weitertrocknung der dabei erzeugten Stäbchen auf einem Band in geheizter Umluft - besonders mit Rücksicht auf die möglichen Betriebschwankungen, die die Verformbarkeit des Materials und die Haltbarkeit der Stäbchen stark beeinflussen können, weitgehend zu untersuchen, wurde eine kleine Versuchsapparatur benutzt. Diese besteht aus einer dampfbeheizten Rillenwalze mit allem Zubehör und an Stelle des Bandes aus einem Schilde-Umluft-Trockenschrank, in dem durch laufende Anpassung der Betriebsbedingungen die Verhältnisse der Großapparatur nachgeahmt werden.

85) Das Aeroform-Verfahren wurde in der Versuchsgruppe in mehreren Fällen auf eine einfachere und billigere Art zurückgeführt: An Stelle der Rillenwalze übernimmt ein üblicher Doppelwalzentröckner mit grossem Walzenabstand die Vortrocknung, die nur soweit durchgeführt wird, dass das Produkt, z.B. ein Filterkuchen, den Haupttrockner nicht mehr verschmiert und verkrustet. Als solcher wird in diesem Falle eine dampfbeheizte Trockenschnecke verwendet. Diese hat die Eigenschaft, die un-

gleich grossen, von den Walzen vorgetrockneten Brocken so zu zerkleinern, dass eine annäherd gleichförmige Krümelgrösse entsteht und infolgedessen eine gute Durchtrocknung gewährleistet ist. Dieses vereinfachte Verfahren hat sich beispielsweise bei einem anorganischen Erzeugnis gut bewährt.

86) In mehreren anderen Fällen wurde folgende Anordnung mit dem Ziel, die infolge Ankrustens oft schwierige Trocknung eines Filterkuchens zu erleichtern, durchgeführt: Dieser wird vom Drehfilter mit einer Abnahmewalze, die jetzt dampfbeheizt ist, abgehoben. Auf diese Weise geschieht die Vortrocknung sinngemäss wie bei Abschnitt 85, jedoch ist die Abnahmewalze zu gleicher Zeit Trockenwalze. Die gleiche Möglichkeit ergibt sich für die Rillen-

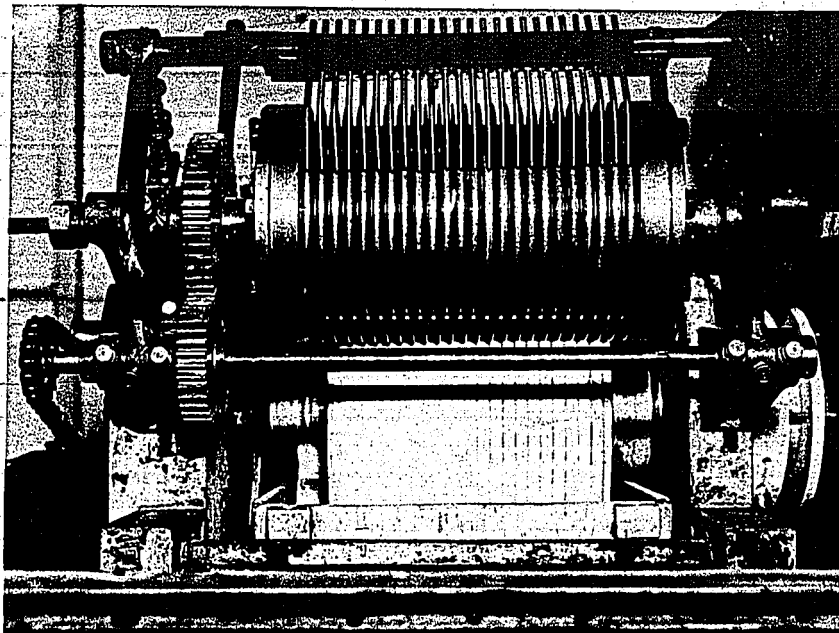


Abbildung 2

walze des Aeroformtrockners (Vergl. 84). Die Abbildung zeigt diese Anordnung am Imperial-Drehfilter der Versuchsgruppe. Die Stege zwischen den Rillen sind in diesem Falle scharfkantig ausgeführt und zerschneiden den Filterkuchen in Streifen, die anschliessend vorgetrocknet die Stäbchen ergeben.

87) Der Vakuumwalzentrockner der Technischen Versuchsgruppe lief fast täglich. Ausser den üblichen Trockenproblemen wurden in letzter Zeit eine Reihe von Versuchsarbeiten durchgeführt über die Ausdampfung von organischen Lösungsmitteln aus Kunststoffen. Die Feststoffe wurden teilweise bandförmig abgezogen, die Brüden in einem vorgeschalteten Kondensator wiedergewonnen. Um ein Niederschlagen der Dämpfe im Trockner zu verhindern, ist dessen Gehäuse elektrisch geheizt.

88) Ein Verfahren, das sich bisher ausnahmslos bei allen Versuchen bewährt hat, ist das kontinuierliche Abkühlen und Verfestigen von Schmelzen auf Kühlwalzen. Da nur die meist geringen spezifischen und Schmelzwärmen abzuführen sind, haben die benutzten kleinen Walzen bisher in jedem Falle erstaunlich grosse Leistungen gezeigt.

89) Auf dem kontinuierlich arbeitenden Büttner-Trockner wurde das Verhalten mehrerer Produkte untersucht. In einem Falle konnte durch Wahl der Betriebsbedingungen ausser der Trocknung auch noch das vorgegebene Schüttgewicht des Endproduktes durch leichtes Zusammensintern eingestellt werden.

90) Für die Weiterverarbeitung eines Stoffes wurde verlangt, dass nach dem Filtern des Schlammes dieser aussergewöhnlich trocken sein sollte und zwar soweit, dass er sich zerkrümeln liess. Die auf unseren verschiedenen Drehfiltern durchgeführten Versuche ergaben:

- 1.) Zellendrehfilter üblicher Bauart: Feststoffgehalt 56 %
- 2.) Zellenloses Filter : " " 58 %

- 3.) Zellendrehfilter mit Waschband um die Rißbildung im Kuchen zu vermeiden : Feststoffgehalt 59 %
- 4.) Der Filterkuchen wurde auf dem Drehfilter durch Anbringen eines magnetischen Vibrators zu Anfang der Trockenzone so beeinflusst, dass keine Rißbildung auftrat und der Kuchen sich besser entwässern liess
Feststoffgehalt 62 %
- 5.) Die Abnahme des Filterkuchens geschah mit der unter 86 beschriebenen dampfbeheizten Abnahmewalze
Feststoffgehalt 65 %

Die angeführten Meßergebnisse zeigen, dass es möglich war, den Trockengehalt des Kuchens zu erhöhen. Hierdurch konnte die gestellte Forderung erfüllt werden.

- 91) Haben die Schlämme eine geeignete Struktur, so ist die einfachste Entwässerung die auf einem Sieb. Ein solches wurde als Bandsieb aufgebaut und hat sich bei grobem Kristallbrei stets bewährt. In anderen Fällen wurde die Entwässerung durch verschieden

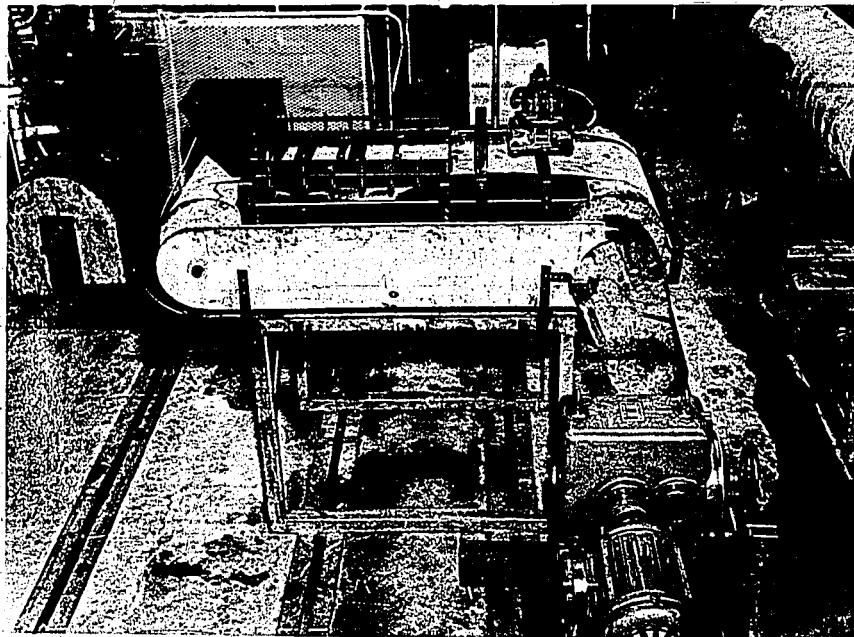


Abbildung 3

gewählte Aufbauten, wie sie die Abbildung 3 (von schräg oben aufgenommen) zeigt, verbessert. Der magnetische Vibrator eignete sich auch hierbei gut. Als letztes wurde ein seifenähnliches Zwischenprodukt in dieser einfachen Art konzentriert.

92) Für Schlämme mit grossen und spez. schweren Teilchen wird das Drehfilter in der Form des Planfilters verwendet. Der Filterkuchen muss nach dem Abheben vom Tuch auf einer Schurre etwas gehoben werden, um seitlich über den Rand gebracht werden zu können. Dieses Anheben klappt oft gerade infolge der schweren Kristalle nicht. Um die Betriebseignung trotzdem herbeizuführen, wurde die Bewegung des Kuchens durch Anbringen eines Zellenrades aus massiven Flächen oder einzelnen Fingern so unterstützt, dass die Abführung einwandfrei war.

93) Zur Bearbeitung von Destillationsaufgaben wurde eine kupferne Kolonne von 60 Glockenböden mit 350 mm ϕ aufgestellt. Die apparativen und meßtechnischen Einzelheiten sind so ausgestaltet, dass alle Versuchsbedingungen in passender Weise eingestellt bzw. durchgeführt werden können. Chargenbetrieb, kontinuierliche Arbeitsweise, beliebige Schaltung in Abtriebs- und Verstärkungssäule, Verwendung von Blase oder Verdampfer, Benutzung bei Vakuum, Heizung mit 20 atü Dampf u.a. ist möglich. Als grössere durchgeführte Versuchsarbeit sei die mehrwöchige kontinuierliche Destillation eines Mehrstoffgemisches aus dem Zwischenproduktengebiet erwähnt.

94) Für Destillationen von z.B. neu entwickelten Produkten, die noch nicht in beliebiger Menge vorhanden sind, wird seit längerer Zeit eine kleinere V2A-Kolonne betrieben, die auf der Abbildung 4 zu ersehen ist. Die Säule ist mit Berl-Körpern geschüttet, besitzt Verteilungsböden für die Flüssigkeit und ist z.Zt. für Versuche mit T.H.-Produkten wegen der nötigen hohen Siedetemperaturen mit feuerbeheizter Blase ausgerüstet.

95) Die Abbildung 4 zeigt rechts die für Extraktionsversuche benutzte Kolonne, die Raschig-Schüttung hat und aus Glasschüsseln besteht, um den Austauschvorgang beobachten zu können. Da die

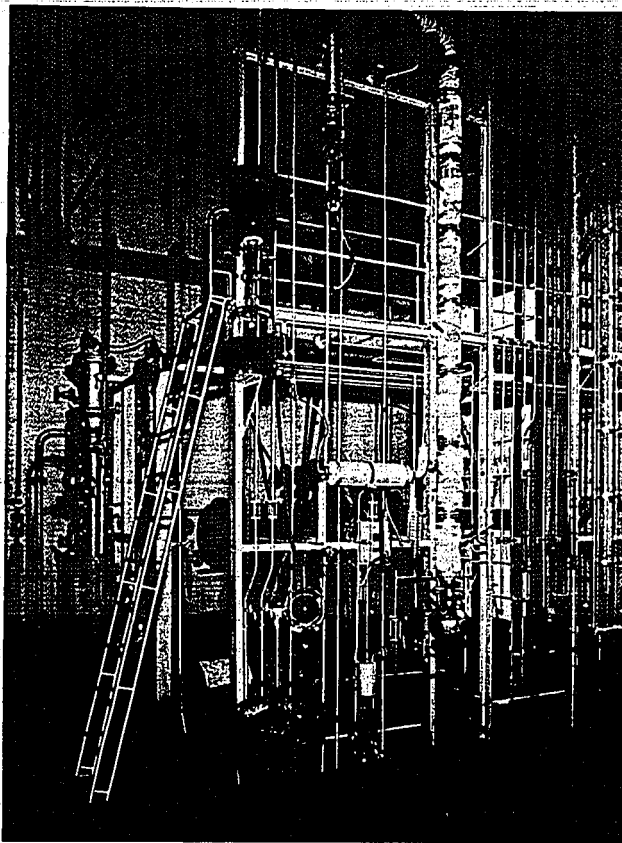


Abbildung 4

Extraktion einer Komponente eines Flüssigkeitsgemisches durch eine mit diesem nicht mischbare Extraktionsflüssigkeit wärmetechnisch den Vorzug hat, dass keine Verdampfungswärme für die Trennung aufgewendet zu werden braucht, wird oft die Möglichkeit ihrer Anwendung erörtert. Die Versuche sollen zeigen, in welchen Fällen dies anzuraten ist.

96) Im Gegensatz zu vielen von uns durchgeführten Eindampfversuchen in den verschiedenen Umlaufverdampfern der Versuchsgruppe, deren Ergebnisse im Rahmen des Erwarteten blieben, zeigten die Arbeiten zur Konzentrierung von Mischlauge (50 %) für Farbbetriebe insofern Neues, als durch die günstige Lage des

Schmelzpunktes die Lauge bei höheren Konzentrationen als dünnflüssige Schmelze im Verdampfer umläuft und hierbei das restliche Wasser ausgetrieben wird. In Dauerversuchen wurde bestätigt, dass ein Verkrusten nicht eintritt. Mit 20 atü Dampfheizung stieg die Konzentration auf 85 %. Darüber hinaus wurde ein elektrisch beheizter Umlaufverdampfer verwendet, der einwandfrei arbeitete und Mischlauge von 98 % gab.

97) Der Betrieb eines Umlaufverdampfers macht bei allen Lösungen Schwierigkeiten, die zur Verkrustung neigen. Bei einer Kochsalzlösung, die ausserdem noch andere Bestandteile enthielt, hatten sich im Versuchsverdampfer die Heizrohre in ganz kurzer Zeit zugesetzt. Von uns wurde folgender Weg vorgeschlagen und dessen einwandfreie Eignung durch Versuche belegt: Die Lösung wird durch eine Pumpe in Umlauf gebracht und durch ein Heizelement gefördert, in dem jedoch noch keine Verdampfung und im allgemeinen daher auch keine Verkrustung auftritt. Durch eine weite Düse tritt die Flüssigkeit in ein evakuiertes Gefäss. Hier setzt die Verdampfung jetzt so ein, dass die Kristalle nicht an den Wänden anwachsen, sondern in der Lösung schwimmen und mit dieser durch ein weites Fallrohr abgeführt werden. Die Brüden wurden mit einem Dampfstrahlsauger abgesaugt. Verkrustungen traten selbst bei langer Betriebszeit nicht auf.

98) Die Untersuchung eines Wiegand-4-Stufen-Verdampfers in einem Betrieb gab Veranlassung, allgemeine Ueberlegungen durchzuführen, wie die Aufteilung der einzelnen Stufen auf Grund der Stoffeigenschaften und der Wärmeverhältnisse vorgenommen werden muss, damit der Verdampfer seine beste Leistung erreicht. (Vergl. Bericht Nr. 209).

99) Bei der Verwendung von Kunststoffen (ähnlich auch bei Porzellan, Glas und Steinzeug) an Stelle von Metallen wird vielfach die Frage nach der Verschlechterung des Wärmedurchganges infolge des Wechsels der Werkstoffe gestellt. Falsch ist, als Maß für die Verminderung des Wärmedurchganges den Unterschied der Wärmeleitahlen zwischen Metall und Kunststoff anzunehmen. In bestimmten Fällen zeigt sich ein für den Kunststoff viel günstigeres Bild. Es wurden daher eine Reihe von Beispielen durchgerechnet und zusammengestellt, die die Verwendbarkeit von Kunststoffen unter wärmetechnischen Gesichtspunkten klären sollen. (Bericht Versuchsgruppe Nr. 207).

100) Die in den verschiedenen IG.-Werken entworfenen und hergestellten Absperr- und Regelventile aus Kunststoff wurden auf ihre strömungstechnische Eignung besonders den Druckverlust und die Regelfähigkeit hin untersucht. Wegen ihres niederen Druckverlustes war die Ausführung der Kunststoffwerkstätte Lu bei weitem die beste.

I.G. Ludwigshafen

260000191

2077-26

30/403

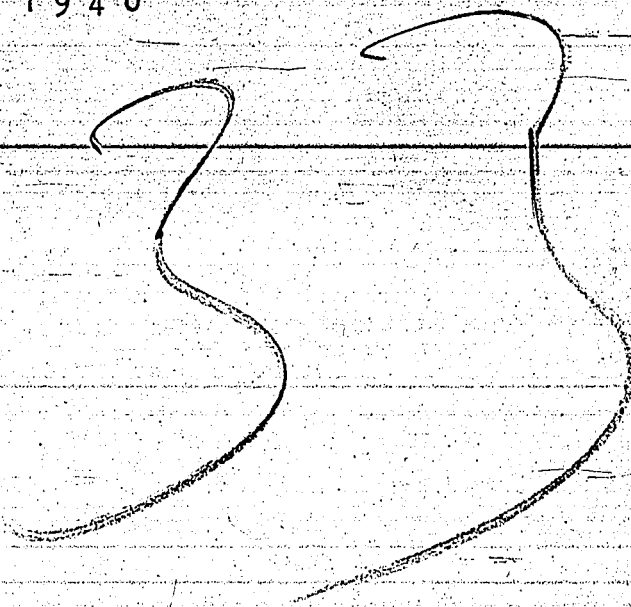
Herrn Dr. Steinhofer

Lu 330 d

Hinweise
auf
Arbeiten und Einrichtungen
der
Technischen Versuchsgruppe

Nr. 9

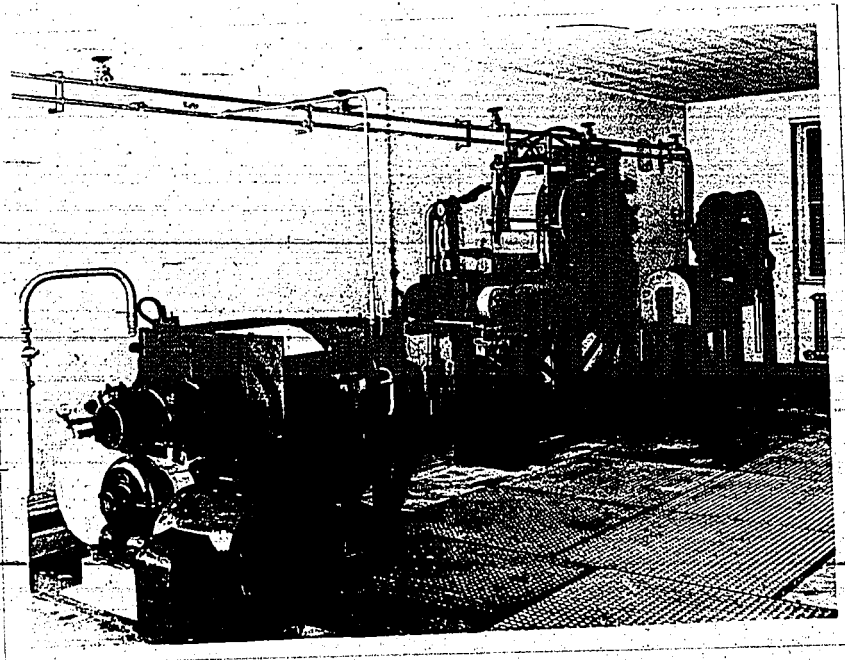
März 1940



Dr.-Ing. Lüder, Ruf-Nr. 3360

Technische Versuchsgruppe Lu 104a

(62) Der Filterraum der Technischen Versuchsgruppe wurde weiter ausgestattet. Der Aufbau ist so durchgeführt worden, dass alle Filter vollkommen frei und zugänglich sind, so dass beliebige Vorrichtungen und Apparate, z.B. für die Vorbehandlung des Filtergutes, zum Auswaschen und für die Abnahme des Kuchens, angebracht werden können. Die Vorlagen für Filtrat und Waschwasser, die Vakuum- und anderen Hilfspumpen stehen im Keller.



Auf dem Bild ist ein Teil des Raumes zu sehen und zwar ein zellenloses Trommelfilter mit hohem Trog $0,5 \text{ m}^2$
 ein Trommelaussenfilter $0,3 \text{ m}^2$
 ein Innenfilter $0,3 \text{ m}^2$

Weiter sind vorhanden:

ein Trommelfilter aus Porzellan $0,3 \text{ m}^2$

ein Planfilter $0,1 \text{ m}^2$

eine Filterpresse

zahlreiche Handfilterplatten für Kurzversuche.

Demnächst geliefert wird: ein Scheibenfilter.

(63) Um Verdampfer, Trockner und andere Apparate auch bei Temperaturen über 200°C , für die die Heizung mit 20 atü nicht mehr ausreicht, betreiben zu können, wurde eine Diphenyldampfheizung aufgebaut. In einem Kessel verdampft das eutektische Gemisch aus Diphenyl und Diphenyloxyd. Der Dampf strömt dem Heizapparat zu, kondensiert dort und wird mit einer Pumpe in den Kessel zurückgedrückt.

Die Heizung war bis 350°C in Betrieb.

(64) Die oben genannte Diphenylheizung macht bei der Dichtung der Stopfbüchse einige Schwierigkeiten. Um diese und andere Nachteile zu vermeiden, wurden in Gemeinschaft mit dem Elektro-Betrieb, Ing. Friedmann, eine Reihe von Apparaten mit elektrischer Heizung und Regelgeräten ausgerüstet und erprobt; z.B.:

1) Elektrisch betriebene Umlaufverdampfer

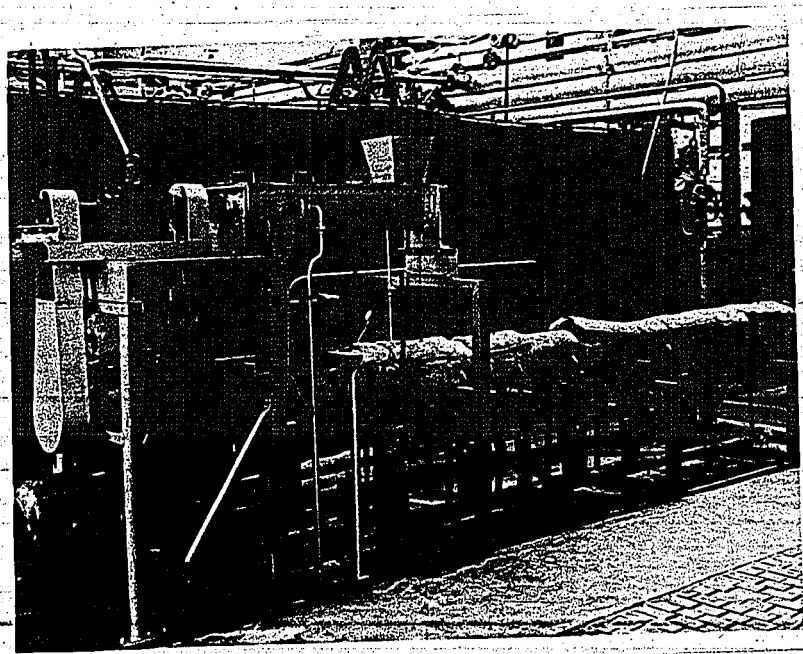
2) Elektrisch beheizter Walzentrockner.

Die hiermit gemachten Erfahrungen waren sehr gut.

(65) Beim Verdampfen von Lösungen bis zur Ausscheidung von Feststoffen macht oft die Verkrustung der Heizrohre Schwierigkeiten. Im Entspannungsverdampfer findet die Verdampfung kurz nach dem Austritt der hochoverhitzten und unter hohem Druck stehenden Lösung aus einer Düse statt. Ein Anwachsen der Kristalle geschieht hierbei nicht. Mit dem Produkt eines Farbenbetriebes wurde ein solcher Versuchsverdampfer erprobt. Bei der Gestaltung der Düsen haben sich noch einige Beanstandungen ergeben, die jetzt abgestellt werden.

(66) Ein vierstufiger Betriebsverdampfer der Zwipro-Abteilung wurde bezüglich seines Energie-Verbrauches und seiner Leistung untersucht.

(67) Für ein anorganisches Produkt wurde eine Trockenschnecke aufgebaut. Die Beheizung ist abteilungsweise veränderlich,



die Drehzahl mit einem Flüssigkeitsgetriebe regelbar. Vorgeschaltet sind eine Mischschnecke und ein Desintegrator zum Zerkleinern der Klumpen im Aufgabegut.

(68) Umfangreiche Versuche mit Gasbrennern von 800 000 kcal/h Leistung wurden gemeinsam mit dem Feuerungsbüro Lu, Dipl.-Ing. Funk, geplant und von der Versuchsgruppe durchgeführt. Die für einige angeschlossene Werke besonders wichtige Frage war, wie sich die Brenner beim Umschalten von einer Gasart auf eine andere verhalten; insbesondere bestand ein wesentlicher Teil der Versuchsarbeiten darin, beim Umschalten ein Zurückschlagen des Brenners zu verhindern. Die Arbeiten werden mit Brennern verschiedener Bauart fortgesetzt.

(69) In einem Schilde-Trockenschrank wurden eine Reihe von Trockenversuchen an einem neuen Kunststoff durchgeführt, um anhand der Trockenkurven und sonstigen Ergebnisse die nötigen Unterlagen für die Gestaltung der Fabrikationsapparate zu liefern.

(70) Der Aeroform-Trockner eines Kunststoffbetriebes zeigte eine Reihe von Unregelmässigkeiten. Zur Behebung sind Meß-, Regel- und Betriebsvorrichtungen entworfen und angebaut worden, die jetzt gestatten, Messungen über die Leistung der Einzelglieder dieses Trockners zu machen und diese aufeinander abzustimmen.

(71) Zwei vorhandene Traut-Wirbeltrockner, von denen der eine als Zerstäubungstrockner ausgebildet ist, dienten dazu, die Brauchbarkeit dieses Trockenverfahrens für eine Reihe von Zwischenprodukten zu prüfen.

(72) Die im Werk hergestellte Glysantinsole zeigte im praktischen Gebrauch geringe Unterschiede zu den sonstigen Kälteträgern. Die Versuchsgruppe prüfte an einer Kälteanlage das Verhalten des Glysantins und ermittelte Zahlenwerte für den Wärmeübergang in Kältesolen.

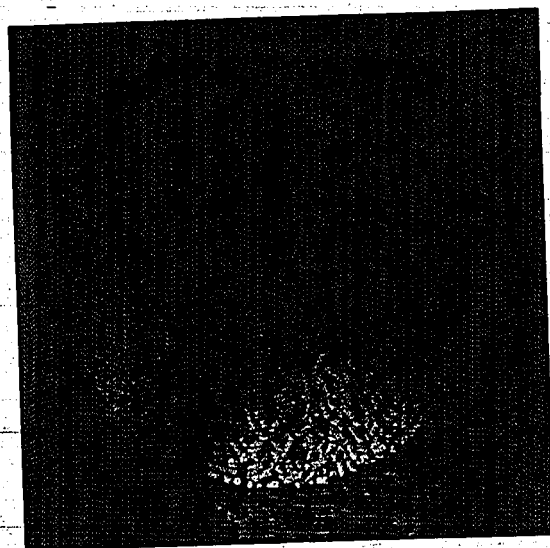
(73) Zur Verwendung in Tiefkühlanlagen kommen als Sole einige unserer Produkte in Frage. Die bei -50°C durchgeführten Versuche zeigten, dass Aethylglykol recht geeignet ist.

(74) Die in einem Betrieb der Farbengruppe aufgestellte Ahlborn-Kältemaschine, die sich von den sonstigen Kälteanlagen durch ihre 6-Zylinderanordnung, die hohe Drehzahl von 950/min und weitgehende automatische Sicherungen unterscheidet, wurde auf ihre Leistung und ihren Betriebszustand untersucht. Die Ergebnisse waren in jeder Weise gut.

(75) Die Linde-Kältemaschine eines Zwischenproduktenbetriebes wurde abgenommen.

(76) Ueber die gleichzeitige Strömung von Flüssigkeit und Gas durch geschüttete Kontaktträgerkörper wurden Versuche gemacht mit dem Ziel, die innige Vermischung beider Phasen am Kontakt zu verbessern und um zu verhindern, dass sich getrennte Flüssigkeitskanäle und Bahnen für den Gasdurchgang in dem Schüttvolumen ausbilden, und dass daher die chemische Ausbeute verringert wird. Die Art der Schüttung der Kontaktkörper übt hierauf einen grossen Einfluss aus. Die Wirkung.

einer Vorrichtung diese zu beeinflussen, z.B. der nach Dr. Lorenz, zeigt das nachfolgende Bild, das als Blick von oben in die Glas-
kolonne einen Querschnitt in der Mitte der Säule wiedergibt.



Durch Erzeugung von drei Schüttkegeln fliesst die angefärbte
~~Flüssigkeit jetzt auch in drei deutlich sichtbaren Bahnen ab.~~

(77) Eine in Amerika vielbenutzte Form eines schnellaufenden
Rührers ähnlich dem Hoeschrührer, genannt Nett-Co-Rührer,
wurde gebaut und in Versuchen untersucht.

Ein Vorzug dieses Rührers ist, dass seine Gestaltung aus
Porzellan leichter durchzuführen ist als die des Hoeschrührers,
dessen grosse Betriebsausführungen bisher alle versagt haben,
während die kleinen Modelle sehr brauchbar sind.

In Gemeinschaft mit den Hescho-Werken sollen Nett-Co-Rührer
aus Porzellan gebaut und erprobt werden.

(78) Bei einer Reihe von Kunststoff-Emulsionen sollte die Verwendungsmöglichkeit von Ausweichprodukten geprüft werden. Zu dem Zweck wurden in den verschiedensten Apparaten Emulgier-Versuche durchgeführt, die laufend durch mikrographische Aufnahmen überwacht wurden.

(79) Die zum Abfüllen von Emulsionen benutzten Pumpen sind bezüglich ihrer Einwirkung auf diese untersucht worden. Dabei zeigte sich, dass z.B. Zentrifugalpumpen nicht durch Ausschleudern störend wirken, sondern sogar den Dispersitätsgrad verbessern.

(80) Die Kondensations- und Siedekurven von Zweistoffgemischen, d.h. der Zusammenhang zwischen der stofflichen Zusammensetzung von Dampf und Flüssigkeit mit Druck und Temperatur, sind von der Versuchsgruppe in einer Reihe von Fällen aufgenommen worden. Bei anderen Mischungen wurden Kurzversuche über das Siedeverhalten und die Lage von azeotropischen Punkten durchgeführt. Für Mehrstoffgemische, z.B. für Textilhilfsmittelbetriebe, wurden Sonderapparaturen aufgebaut und geeignete Meßmethoden entwickelt.

(81) Im Jahre 1939 wurden von der Technischen Versuchsgruppe annähernd 200 Aufträge der Betriebe mit Versuchen und theoretischen Entwürfen bearbeitet. Die durchschnittliche Arbeitszeit für Versuchsaufbau, Messung und Auswertung betrug etwa eine Woche und konnte im allgemeinen nur durch Zuhilfenahme von Überstunden geleistet werden. Im gleichen Zeitraum wurden etwa 150 Angaben und Konstruktionsentwürfe über die zweckmäßige Wahl von Rührern an die Betriebe ausgegeben.

I.G. Ludwigshafen

270000199

2077-27

Herrn Dr. Steinhofer

ZK.-Labor. Lu 330 d

30/4.03

Hinweise
auf
Arbeiten und Einrichtungen
der
Technischen Versuchsgruppe

Nr. 8

J u l i 1 9 3 9

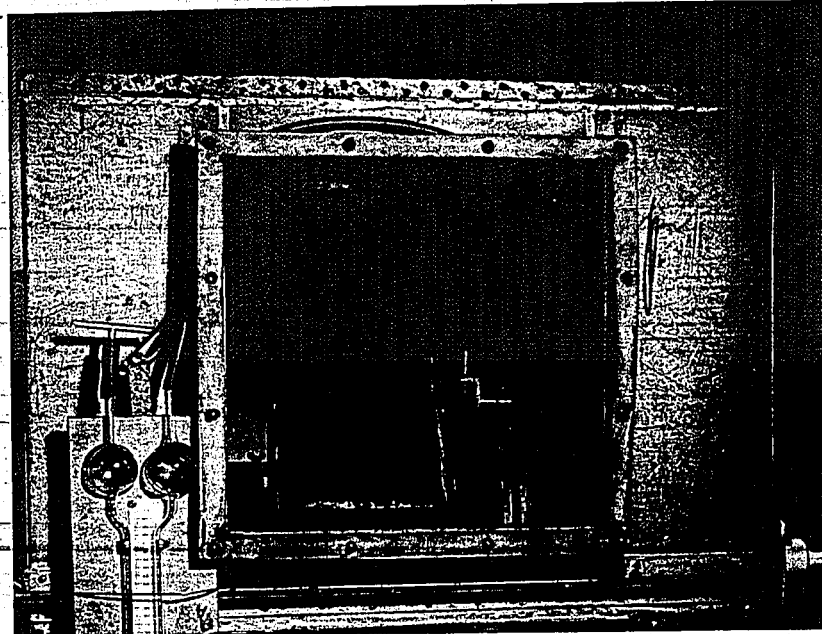
2077

33

Dr.-Ing. Lüder, Ruf. Nr. 3360

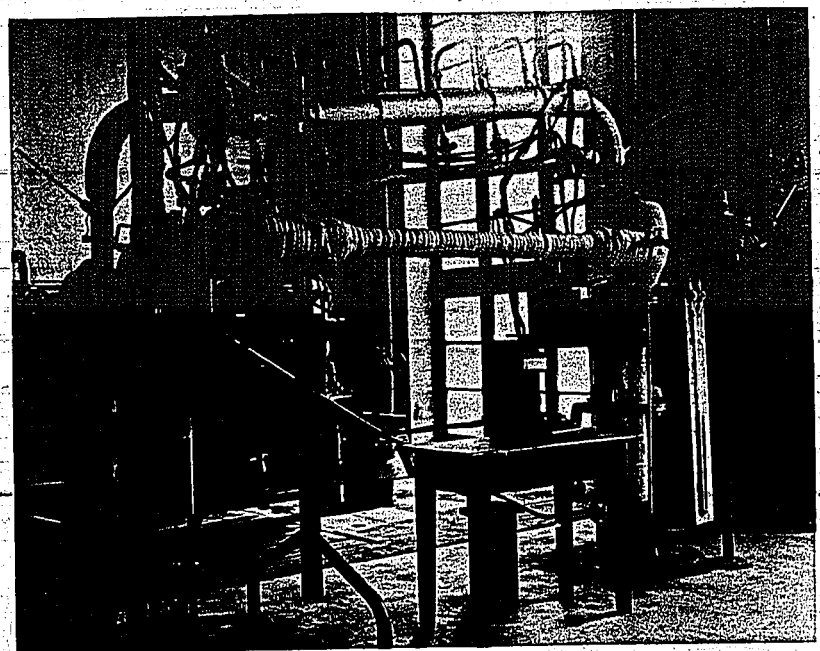
Technische Versuchsgruppe Lu 104a

(51) Die Filtration der reduzierten, unlöslichen Form eines Farbstoffes wurde kontinuierlich auf einem Trommelfilter durchgeführt, das zu diesem Zweck in einem luftdichten Behälter eingebaut war. (siehe Abbildung).



An Stelle der sonst angesaugten Luft wurde Kohlensäure benutzt, die im Kreislauf durch das Filter, die Vorlage, die Siphumpumpe und den Wasserabscheider zurück in den Behälter trat. Für die Abnahme des Filterkuchens eignete sich am besten ein Schaber, wobei zugleich die am Schaber befindliche Zelle der Filtertrommel über den Steuerkopf einen Kohlensäure-Überdruck aus einer Bombe bekam. Diese zugegebene Kohlensäuremenge bewirkte ausserdem im Behälter das Entstehen eines kleinen Überdruckes, der das Eindringen von Luft mit Sicherheit verhinderte.

(52) Der Wärmeübergang bei der Kondensation von Dämpfen im Beisein von nichtkondensierbaren Gasen wurde gemessen. Es zeigte sich, dass bereits sehr kleine Gasbeimengungen eine sehr starke Verminderung des Wärmeüberganges hervorrufen, während umgekehrt kleine Dampfmengen die Wärmeübertragung von Gasen an eine Austauschfläche fast garnicht beeinflussen. Die verwendete Apparatur wurde in Gemeinschaft mit der Betriebswerkstätte Hauptlabor Lu erstellt.



Sie ermöglicht einen vollkommen geschlossenen Kreislauf des Gas-Dampfgemisches und enthält eine Dampfstrahl-Umwälzpumpe, Meßvorrichtungen für Geschwindigkeit und Gemisch-Zusammensetzung sowie die eigentliche Meßstrecke für die Wärmeübertragung.

(53) Aus einem Polymerisationsprodukt wurde auf dem Vakuum-Zweiwalzentrockner der restliche monomere Anteil ausgedampft. Die Brüden wurden in einer Vorlage kondensiert und können erneut dem Polymerisationsgefäß zugeführt werden. Durch dieses Verfahren konnte die Viskosität bzw. die mittlere Kettenlänge der polymeren Moleküle gesteigert werden. Das erhaltene Produkt war sehr gut.

(54) Ein neuartiger Werkstoff der Hermsdorf - Porzellanwerke "Heschotherm" mit wesentlich besserer Wärmeleitfähigkeit als Porzellan wird zurzeit erprobt und zwar wird ein Umlaufverdampfer mit Siederohren aus diesem Material betrieben und hierbei besonders die Temperaturwechselbeständigkeit geprüft.

(55) Eine neu entwickelte Verbindung von Porzellanrohren, die durch geeignete Formgebung der Rohrenden und Verwendung einer Gummimanschette bewirkt, dass im Normalzustand Porzellan auf Porzellan dichtet, bei mechanischen Beanspruchungen dagegen ein elastisches Nachgeben stattfinden kann, wurde auf ihre Betriebseignung geprüft.

(56) Ueber die gleichzeitige Strömung von Flüssigkeit und Gas durch geschüttete Kontaktträgerkörper wurden Versuche gemacht mit dem Ziel, die innige Vermischung beider Phasen am Kontakt zu verbessern und um zu verhindern, dass sich getrennte Flüssigkeitskanäle und Bahnen für den Gasdurchgang in dem Schüttvolumen ausbilden und dass daher die chemische Ausbeute verringert wird.

(57) Die bei einer Reaktion in einem Betrieb freiwerdenden Gas-
mengen wurden in der Rohrleitung zwischen Ansaug-Venti-
lator und Kessel gemessen, um den Einfluss der Art der Führung
des Prozesses auf die Entwicklung des Abgases zu ermitteln.

(58) Bei Sihi-Luftpumpen zeigte sich ein sehr starker Ein-
fluss der Sperrwasser-Temperatur auf die abgesaugte Luft-
menge. Durch Versuche wurden Zahlenangaben beschafft, die es er-
möglichen für bestimmte Leistungen und Pumpentypen die höchstzu-
lässige Wassertemperatur anzugeben.

(59) Ein Büttner-Turbinentrockner steht zurzeit für Versuche
zur Verfügung.

(60) Eine Reihe von Versuchen wurden durchgeführt, um unter den
vom Betrieb gestellten Bedingungen Schwefelsäure so zu zer-
stäuben, dass die dabei gebildeten Tropfen anschliessend in einer
Brennkammer verdampfen und die Säure dissoziiert wird.

(61) Im ersten Halbjahr 1939 wurden von der Technischen Versuchs-
gruppe annähernd 100 Aufträge der Betriebe mit Versuchen
und theoretischen Entwürfen bearbeitet, wobei die durchschnitt-
liche Arbeitszeit jeweils etwa eine Woche betrug. Im gleichen
Zeitraum wurden etwa 75 Angaben über die zweckmässige Wahl von
Rührerform, Drehzahl und Antriebsleistung an die Betriebe ausge-
geben.

2077

30/4/03

~~270000204~~

Preparation of
organic chemicals
(g)

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2077-28

30/4.03

Unser Zeichen: O.Z.14573

Ludwigshafen a. Rh., 25. Januar 1944. Et/W

Verfahren zur Herstellung von Derivaten der Δ 3-Tetrahydrobenzoesäure.

Es ist bekannt, dass Butadien mit Acrylsäurenitril oder -estern kautschukartige Mischpolymerisate bildet, wenn man das Gemisch der genannten Ausgangsstoffe in Anwesenheit von Sauerstoff oder Peroxyden erwärmt, andererseits ist es bekannt, dass man Nitrile oder Ester der Δ 3-Tetrahydrobenzoesäure erhält, wenn man Butadien oder seine Homologen mit α . β -ungesättigten Carbonsäurenitrilen oder -estern in geeigneten Lösungs- oder Verdünnungsmitteln, erforderlichenfalls unter Zusatz von Emulgiermitteln und zweckmässig in Gegenwart von Stabilisatoren, längere Zeit auf mässig erhöhte Temperaturen erwärmt. Die Ausbeuten bei dieser Ausführungsform der Diensynthese befriedigen jedoch nicht.

Es wurde nun gefunden, dass man Nitrile bzw. Ester der Δ 3-Tetrahydrobenzoesäure in einfacher Weise mit vorzüglicher Ausbeute erhält, wenn man ungefähr äquivalente Mengen von Butadien oder seinen Homologen und α . β -ungesättigten Carbonsäurenitrilen bzw. -estern unter Ausschluss von Sauerstoff kurze Zeit auf Temperaturen über 100° erhitzt.

Geeignete Ausgangsstoffe sind z.B. Butadien, Isopren oder Piperilen einerseits, Acrylnitril, Methacrylnitril, Acrylsäuremethyl-, -äthyl-, -butyl- oder -cyclohexylester oder entsprechende Methacrylsäureester andererseits. Zur Vermeidung von Polymerisation setzt man zweckmässig Kupfer oder Kupfersalze, Mangansalze, mehrwertige Phenole, wie Hydrochinon, oder Aminophenole, wie N-Benzyl-p-aminophenol, hinzu. Man verwendet z.B. etwa 0,1% des Stabilisierungsmittels, berechnet auf die Gesamtmenge der Reaktionsteilnehmer.

Man kann die Umsetzung so ausführen, dass man das Gemisch der Umsetzungsteilnehmer kurze Zeit (z.B. 1 Stunde) im Autoklaven erhitzt. Zweckmässiger leitet man das Gemisch der Ausgangsstoffe durch ein von aussen geheiztes, gegebenenfalls in mehreren Windungen angeordnetes Rohr, das mit indifferenten oder aus stabilisierend wirkenden Metallen hergestellten Füllkörpern gefüllt sein kann. Auf diese Weise gelingt es, die gewünschten Derivate der Δ 3-Tetrahydrobenzoesäure

kontinuierlich herzustellen. Man erhält sie dabei in meistens über 90%iger Ausbeute und grosser Reinheit.

Gewünschtenfalls kann man dem Reaktionsgemisch unter den Umsetzungsbedingungen gasförmige, indifferente Verdünnungsmittel, wie Stickstoff, Methan oder Kohlendioxyd, zusetzen und unter erhöhtem Druck arbeiten.

Beispiel.

Durch ein senkrecht stehendes, leeres Hochdruckrohr aus Edelstahl von 3000 ccm Inhalt werden unter einem Druck von etwa 100 Atm. Stickstoff stündlich 300 g Butadien und 294 g mit 0,2% N-Benzyl-p-aminophenol stabilisiertes Acrylnitril gepresst. Die Temperatur im Inneren des Rohres wird durch Aussenheizung auf 160 bis 180° eingestellt.

Das kontinuierlich abfliessende Reaktionsprodukt ergibt bei der fraktionierten Destillation in einer Ausbeute von 95% der Theorie reines Δ 3-Tetrahydrobenzonitril ($K_p 760 \text{ mm} = 190-195^\circ$) und 1,25% Rückstand. Der Vorlauf besteht im wesentlichen aus nicht umgesetzten Ausgangsstoffen, die wieder verwendet werden können.

Patentansprüche.

1) Verfahren zur Herstellung von Derivaten der Δ 3-Tetrahydrobenzoesäure durch Diensynthese aus Butadien und seinen Homologen einerseits und α - β -ungesättigten Carbonsäurenitrilen bzw. -estern andererseits, zweckmässig unter Zusatz von polymerisationsverhindernden Mitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzungsteilnehmer in ungefähr äquivalenten Mengen unter Ausschluss von Sauerstoff kurze Zeit auf Temperaturen über 100° erhitzt.

2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Gemisch der Ausgangsstoffe durch ein auf Temperaturen über 100° geheiztes Rohr leitet und das Reaktionsprodukt laufend abfliessen lässt.

Diol-Abt

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2077-29

30/4.03

Unser Zeichen: O.Z. 14781.
Ludwigshafen/Rh., den 6. Juni 1944.
Rh/K.

280000207

Verfahren zur Herstellung von Salzen von Oxycarbonsäuren.

Es wurde gefunden, dass man Alkali- oder Erdalkalisalze von Oxycarbonsäuren in guter Ausbeute erhält, wenn man Diole, bei denen die Hydroxylgruppen an nicht benachbarte Kohlenstoffatome gebunden sind, bei erhöhter Temperatur mit Alkali- oder Erdalkalihydroxyd behandelt. Es ist überraschend, dass sich hierbei die beiden Hydroxylgruppen verschiedenartig verhalten und statt der zu erwartenden Dicarbonsäuren Oxycarbonsäuren entstehen.

Die Umsetzung wird vorteilhaft bei Temperaturen zwischen etwa 180 und 350°, gegebenenfalls unter Druck, kontinuierlich oder diskontinuierlich, zweckmässig in Gegenwart von Wasser oder in anderen Lösungsmitteln, wie Benzol oder Paraffinkohlenwasserstoffen, durchgeführt.

Die erhaltenen Salze lassen sich durch Erhitzen unmittelbar zu Oxadicarbonsäuren weiterverarbeiten oder durch Behandlung mit Säuren in Laktone umwandeln, die für die Kunstharzindustrie von Bedeutung sind. Verluste durch Polymerisation, die bei bekannten, unmittelbar zu Laktonen führenden Verfahren auftreten, werden bei dem Verfahren gemäss der Erfindung vermieden.

Die in den folgenden Beispielen angegebenen Mengen sind Gewichtsteile.

Beispiel 1.

90 Teile Butandiol-1.4 werden im eisernen Autoklaven 18 Stunden lang mit 40 Teilen Ätznatron und 250 Teilen Wasser auf 250° erhitzt. Die dabei entstehende ölige Flüssigkeit wird nach Abtrennung von 64 Teilen unverändertem Butandiol durch Extraktion mit Äther mit Salzsäure bis zur kongosauren Reaktion versetzt und erneut mit

1944

14781

- 2 -

Äther extrahiert. Aus dem zweiten Ätherextrakt erhält man durch fraktionierte Vakuumdestillation 20 Teile Butyrolakton, d.i. 80 % des umgesetzten Diols, und 1 Teil Bernsteinsäure.

Beispiel 2.

177 Teile Hexandiol-1.6 werden in der in Beispiel 1 angegebenen Weise mit 60 Teilen Ätznatron und 400 Teilen Wasser behandelt. Bei der Aufarbeitung nach Beispiel 1 erhält man 50 Teile ölige Flüssigkeit, die zum grossen Teil aus Caprolakton besteht. Durch Destillation im Hochvakuum erhält man daraus 20 Teile eines Gemisches von mono- und dimerem Caprolakton, das mit Hydrazin eine kristallisierte Verbindung liefert, die bei 120 bis 121° schmilzt und nach ihrer Zusammensetzung dem Hydrazid des Caprolaktons entspricht.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Alkali- oder Erdalkalisalzen von Oxy-carbonsäuren, dadurch gekennzeichnet, dass man Diöle, bei denen die Hydroxylgruppen an nicht benachbarte Kohlenstoffatome gebunden sind, bei erhöhter Temperatur mit Alkali- oder Erdalkalihydroxyden behandelt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT *R*

2077-30

30/4.03

Herrn Dr. Pistor

Ludwigshafen/Rhein, am 8. März 1944
Dr. Do/Gr.

Vertraulich

Das Rückbutadien der Buna Polymerisation als Basis

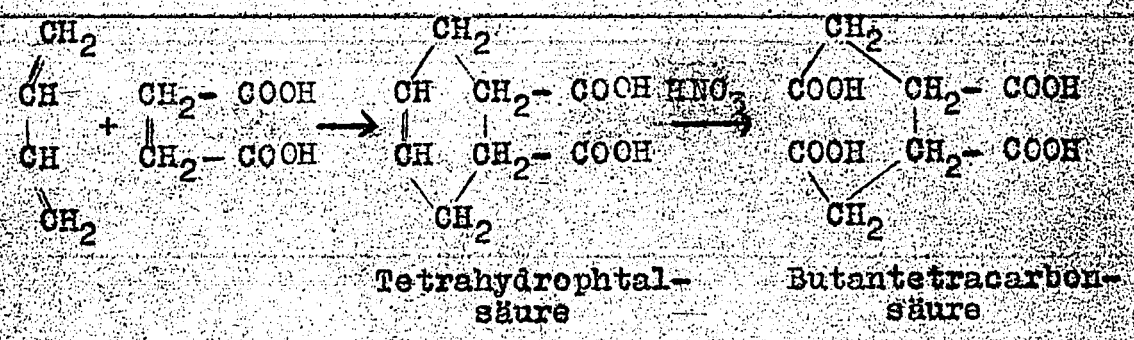
für neue Fabrikationen

300000209

Es soll untersucht werden, ob Butadien nach Diels-Alder mit Phildienen in neue chemische Fabrikationen eingesetzt werden kann und man damit evtl. auf eine Rückbutadienaufarbeitung der bisher vorgeschlagenen Art (z.B. Azeotropdestillation) verzichten könnte. Die Betrachtungen sind dabei der Übersichtlichkeit halber auf die Einheit 100 C₄H₆ rein (entsprechend beispielsweise 125 Teilen eines 80%igen Kreislaufbutadiens mit 25 Butylenen etc.) bezogen. Die Grössenordnung des bei Vollbetrieb der Polymerisation Lu aufzuarbeitenden Rückbutadiens liegt bei 50-100 moto.

Es interessieren dabei hauptsächlich folgende Umsetzungen:

1.) Umsetzung mit Maleinsäure zu Tetrahydrophthalsäure.



Die Reaktion geht nach Dr. Hopffund Dr. Rapp mit wässriger, ca. 30%iger Maleinsäure im Autoklaven unter Druck mit fast quantitativer Ausbeute. Man erhält demnach aus 100 kg C₄H₆ etwa 310 kg Tetrahydrophthalsäure und benötigt dazu 215 kg Maleinsäure (100%ig) in Form der wässrigen Rohsäure.

Maleinsäure wird durch Luftoxydation von Crotonaldehyd (aus Op und H₂), bis jetzt nur in Lu, in Mengen von etwa 45 moto hergestellt. Über die Produktion ist z.Zt. res.los verfügt. Ein Mehr von 10 moto Maleinsäure könnte nach Dr. Willi Schmidt durch geringfügige Abänderung der Apparatur mit wenig Maurer- und einigen hundert Schlosserstunden noch herausgeholt werden, wobei ein noch unterzubringender Mehrverbrauch von 15 moto Crotonaldehyd auftreten würde. Ohne Erstellung einer Neuanlage für Maleinsäure könnten folglich infolge des Engpasses Maleinsäure nur 4,65 moto C₄H₆ (=5,8 moto des 80%igen Kreislaufbutadiens) aufgearbeitet werden; hieraus wären erhältlich rund 14,5 moto Tetrahydrophthalsäure.

Tetrahydrophthalsäure lässt sich durch Oxydation mit HNO₃ in Butan-1,2,3,4-tetracarbonsäure umwandeln. Diese Säure ist nach Dr. Hopffrecht interessant, einmal als physiologisch indifferente und daher gut verdauliche Fruchtsäure als Ausweichprodukt für Zitronensäure (für Backpulver, Nährbier usw.), dann in Form ihrer Ester als Basis für hervorragende Weichmacher (Igamide und Kunststoffe) mit besseren Eigenschaften als Trikresylphosphat. Es sollen als Fruchtsäure zunächst Mengen bis zu 10 moto, für das geplante synthetische Nährbier evtl. bis zu 50-100 moto unterzubringen sein (für letzteres müsste allerdings noch Entwicklung des synth. Biers überhaupt abgewartet werden). Von den Estern interessieren besonders die Äthyl- und Butylester, ferner die Ester von Leunaalkoholen.

Die Oxydation der Tetrahydrophthalsäure geht nach Oppauer Befunden mit ca 80% d.Th. in VA-Apparaturen. Aus 100 kg C₄H₆ würde man erhalten: 345 kg Butantetracarbonsäure.

An Estern könnte man aus 100 kg C₄H₆ oder 345 kg Butantetracarbonsäure erhalten: (Veresterung mit 98% d.Th. Ausbeute gerechnet)

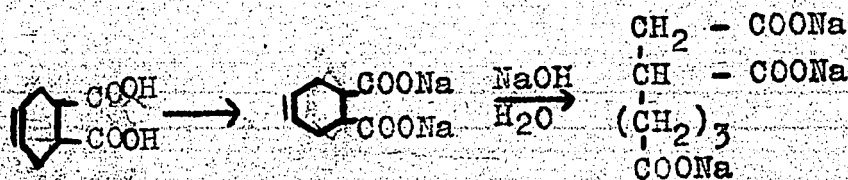
605 kg Tetraäthylester; benötigt würden hierbei 270 kg Äthylalkohol
oder 765 kg Tetrabutylester; benötigt würden hierbei 435 kg Butanol
oder 925 kg Tetra-Leunaester; benötigt würden hierbei 600 kg Leunaalkohole (ger. mit mittlerer Mol-Grösse C₆)

Dementsprechend könnten aus den infolge Maleinsäureengpass zunächst nur in Betracht kommenden rund 14,5 moto Tetrahydrophthalsäure (aus 4,65 moto C₄H₆) erhalten werden etwa:

16 moto Butantetracarbonsäure
oder 28 moto Tetraäthylester (Einsatz Äthylalkohol 12,5 moto)
" 35 moto Tetrabutylester (" Butanol 20 moto)
" 43 moto Tetra-Leunaester (" Leunaalkohol 28 moto).

Nach Hopff wären die Ester in einer Grössenordnung von einigen 100 moto als Weichmacher für Igelit unterzubringen. Bei einer technischen Entwicklung in dieser Richtung müsste man also frühzeitig in erster Linie die Basis Maleinsäure, ferner Salpetersäure, und die betreffenden Alkohole sicherstellen. Bei RM 1,-- Butadienpreis kämen Butantetracarbonsäure auf ca RM 1,40 - 1,50 und die Ester auf RM 1,-- bis RM 1,25 pro kg zu stehen.

Tetrahydrophthalsäure lässt sich nach Pistor und Plieninger auch durch Alkali in guter Ausbeute zu einer Pentan-1,2,5-tricarbonsäure aufspalten.



Ohne Neuausbau der Maleinsäurefabrikation wären mithin zunächst nur etwa 6 moto des 80%igen Kreislaufbutadiens mit Reaktion 1) zu verwerten.

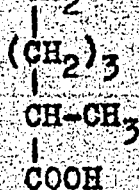
Die Reaktion ist bis zur Herstellung der Pimelinsäure von Dr. Pistor und Dr. Plieninger im Hauptlabor Lu. ausgearbeitet. Die Ausbeute an Cyclohexennitril beträgt über 95% d.Th., die Ausbeute an Pimelinsäure 92%.

Aus 100 kg C_4H_6 könnten somit unter Einsatz von rund 98 kg Acrylnitril etwa 260 kg Pimelinsäure hergestellt werden, wobei noch ein zusätzlicher Bedarf von NaOH und HCl, ferner zur Diensynthese selbst ein sehr kleiner Bedarf an Stabisol (p-Benzylaminophenol) auftreten würde. Kalkuliert wurde Pimelinsäure aus Butadien und Acrylnitril im Hauptlabor mit RM 1,66 (Butadien mit 1,30 Acrylnitril mit 1,95 eingesetzt). Bei Idealkalkulation mit 1,-- Butadien- und 1,-- Nitrilpreis ergab sich ein Pimelinsäurepreis von RM 1,17. (Aus Benzoesäure über Hexahydrobenzoesäure hergestellte Pimelinsäure mit RM 1,33 kalkuliert.)

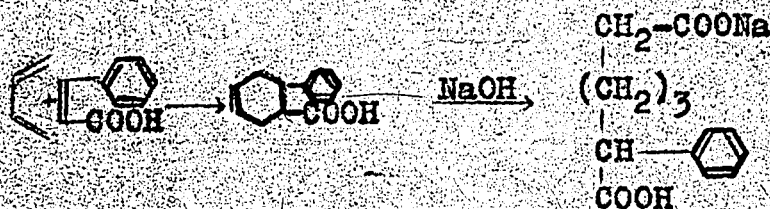
Pimelinsäure ist von ziemlichem Interesse für Polyamide, besonders für Borsten (Aceta und Wofi). Es dürften späterhin Mengen in der Grössenordnung von etwa 50 moto Pimelinsäure in Frage kommen und damit wären gegebenenfalls rund 20 moto C_4H_6 unterzubringen.

4.) Sonstige Umsetzungen.

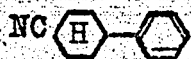
Das Dienaddukt aus Butadien + Crotonsäureester lässt sich durch Alkalisplaltung nach Pistor und Plieninger in α -Methylpimelinsäure CH_2-COOH und Wasserstoff spalten.



Entsprechend gibt das Addukt aus Butadien und Zimtsäure die α -Phenylpimelinsäure



Die (gegebenenfalls hydrierten) Dienaddukte aus Maleinsäure, Acrylnitril oder Acrylsäure bzw. Vinylmethylketon lassen sich nach Friedel-Crafts in glatter Reaktion in p-Stellung an aromatische Kohlenwasserstoffe anlagern, wodurch man zu aromatisch-cycloaliphatischen Körpern kommt (Dr. Hopff/Dr. Rapp). Es können die Dienaddukte mit den Kohlenwasserstoffen im Mol-Verhältnis 1:1 und 2:1 kondensiert werden. Man erhält z.B. auf diese Weise Körper der Art:



1 Acrylnitriladdukt + 1 Bzl



2 Addukt + 1 Bzl

Die Dimerisation von Butadien zu Vinylcyclohexen geht nach Arbeiten von Dr. Kröper mit 80-90% der Th. Ausbeute, wodurch über CO-Einlagerung evtl. Zutritt zu weiteren Dicarbonsäuren gegeben ist.

Man kommt mit allen diesen Umsetzungen zu Körpern, welche für THM-Chemie neue Carbonsäure, Amine und Alkohole, besonders aber für Polyamide interessante Amine und Carbonsäure (z.T. glasklare Polyamide!), ferner Ester für Weichmacher usw. erschliessen.

Aus den unter 4) angegebenen Reaktionen kann auf weite Sicht eine gewisse technische Entwicklung der Butadienverwertung entstehen, zunächst aber noch nicht.

5.) Butadienpolymerisation zu Bunol.

Zum Schluss sei noch eine Möglichkeit der Butadienverwertung ausserhalb der Diensynthesen erwähnt, die anwendungs-technisch eine gute Entwicklung verspricht und den Vorteil hat, weder grosse apparative Aufwendungen, noch Engpassprodukte zu be-

stigen. Es ist dies die von Otto Schmidt gefundene Butadienpolymerisation mit Na oder K in Gegenwart von etwa 10% Toluol. Anwesenheit von Butylen stört dabei nicht. Man erhält nach Hopff und Werner Wolff ein goldgelbes fettiges Öl, das beim Blasen mit Luft ein Produkt gibt, welches als Lederöl in Form von Degras oder Licker Anwendung finden kann. Solche Lederöle können über den auf Basis Tran mit RM 1,25 limitierten Ölen mit Speziallederölen zu RM 1,80 konkurrieren. Es könnten wahrscheinlich sofort Mengen bis zu 100 moto davon untergebracht werden, wenn die grundsätzliche Frage geklärt ist, ob das erforderliche Butadien auch für eine derartige Fabrikation aus dem Bunssektor abgezweigt werden kann. Nach Dr. Wolff kann man mit 100 kg C_4H_6 unter Einsatz von ca 10 kg Toluol und 0,2-0,5 kg Na etwa 100 kg geblasenes Bunol erhalten.

Für Bunolfabrikation könnten demnach 50-100 moto Rückbutadien der Polymerisation ohne grosse apparative Aufwendungen verwertet werden!

Dr. Ebert überprüft z.Zt. die Verwertungsmöglichkeit von Rückbutadien durch Buna 32-Polymerisation für Pervinan.

Zusammenfassung.

Für die chemische Verwertung des PM-Rückbutadiens kommen z.Zt. in erster Linie in Frage: Bunol und Pervinan, also Natriumpolymerisation unter verschiedenen Bedingungen. Darüber hinaus ist vielleicht von einigem Interesse, durch Schaffung der zusätzlichen Maleinsäurekapazität ca 16 moto Butantetracarbonsäure zur Verwendung als solche oder für Veresterung zu fabricieren.

Es ist dabei jedoch in der Dielabteilung zu prüfen, ob das Fabrikationsprogramm für Buna S III in Lu durch Abzweigung von 50-100 moto Rückbutadien ohne Reduktion durchgeführt werden kann. Das PM-Rückbutadien wird allerdings nur mit einem wenig niedrigeren Einstandspreis als Frischbutadien in die chemische Verwertung eingehen.

gez. Dorrer

30/4.03

310000215

Entwurf für eine Neuanmeldung.Verfahren zur Herstellung von Umwandlungsprodukten von Diolen

Es ist bekannt, dass man durch Erhitzen von Alkoholen mit Alkali oder Erdalkalihydroxyden unter Dehydrierung Salze der entsprechenden Karbonsäuren erhält. Weiterhin ist schon vorgeschlagen worden, durch katalytische Dehydrierung von Diolen Lactone herzustellen.

Es wurde nun gefunden, dass wenn ^{gesättigte} Diole einer milden Oxydation mit wässrigen oder konzentrierten Alkali oder Erdalkalihydroxyden bei erhöhter Temperatur und gegebenenfalls erhöhtem Druck unterworfen werden, in sehr guten Ausbeuten die Salze der den Diolen entsprechenden Oxycarbonsäuren erhalten werden. Diese können durch Ansäuern in an sich bekannter Weise in die freien Oxycarbonsäuren respektive unter Wasseraustritt in die Lactone übergehen.

Dieses Ergebnis war nicht ohne weiteres vorauszusehen, da angenommen werden musste, dass die beiden an sich gleichwertigen Alkoholgruppen der Diole gleichzeitig oxydiert werden unter Bildung von Dicarbonsäuren.

Für das Verfahren werden zweckmässig Temperaturen zwischen 180 und 350°C angewandt. Die Reaktion erfolgt in An- oder Abwesenheit von Wasser oder auch in Gegenwart von indifferenten Lösungsmitteln wie z.B. Benzol oder Paraffinkohlenwasserstoffen. Auch kann die Umsetzung gegebenenfalls im fortlaufenden Betrieb durchgeführt werden in dem die Ausgangsstoffe zusammen mit den Alkalien oder Erdalkalien durch ein auf die gewünschte Temperatur erhitztes Gefäss leitet.

Die primär erhaltenen Salze der Oxycarbonsäuren lassen sich ohne Isolierung der freien Carbonsäuren direkt zu technisch wertvollen Produkten weiterverarbeiten. Andererseits sind auch die hieraus durch Ansäuern erhältlichen Lactone wertvolle Zwischenprodukte für die Kunstharzindustrie, usw.

310000216

Patentansprüche

- 1) Verfahren zur Herstellung von Alkali- oder Erdalkalisalzen von Oxycarbonsäuren, dadurch gekennzeichnet, dass man Diole bei erhöhten Temperaturen und gegebenenfalls unter erhöhtem Druck mit Alkali- oder Erdalkalihydroxyden behandelt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzung in Anwesenheit von Wasser oder einem indifferenten Lösungsmittel durchführt.

Beispiele.

(die im folgenden angegebenen Teile sind Gewichtsteile.)

Beispiel 1

90 Teile Butandiol-1.4, 40 Teile Ätznatron, 250 Teile Wasser werden in einem Eisenautoklaven während 18 Stunden auf 250° erhitzt.

Der Reaktionsanstrag ist eine ölige Flüssigkeit, aus welcher durch erschöpfende Extraktion mit Äther nicht verändertes 1.4-Diol extrahiert wird. (Es werden 64 Teile wiedergewonnen). Die so vom Butandiol befreite wässrige alkalische Lösung wird mit Salzsäure kongosauer angesäuert und hierauf wiederum erschöpfend mit Äther extrahiert.

Der Rückstand dieses Ätherextraktes (25 Teile) wird im Vakuum fraktioniert, wobei 20 Teile Butyrolacton und 1 Teil Bernsteinsäure erhalten wird.

Ausbeute an Butyrolacton = 90 % des umgesetzten Diols.

Beispiel 2

177 Teile Hexandiol 1-6, 60 Teile Ätznatron, 400 Teile Wasser werden wie im Beispiel 1 beschrieben angesäuert und erschöpfend mit Äther extrahiert. Es werden auf diese Weise 50 Teile einer öligen Flüssigkeit isoliert, welche zum grossen Teil aus Caprolacton besteht.

Durch Destillation im Hochvakuum werden hieraus 20 Teile mono - resp. Dimeres Caprolacton isoliert, während der Rest infolge Kettenkondensation nicht destillierbar als Rückstand verbleibt. (Aus dem mono - und dimeren Caprolacton lässt sich durch Behandlung mit Hydrazinhydrat das kristallisierte Hydrasit des Caprolactons gewinnen)

Schmelzpunkt = 120-121°

	C	H	N
Gef.:	48,86	9,5	18,55
Ber.:	49,3	9,59	19,20

Beispiel 3

180 Teile Butandiol-1.4, 100 Teile Ätznatron, 20 Teile Wasser werden während 4 Stunden im Autoklaven bei 280° zur Reaktion gebracht. Nach Aufarbeitung nach Beispiel 1 werden erhalten:

- 110 Teile unverändertes Butandiol-1.4
- 40 Teile Bernsteinsäure
- 5 Teile Butyrolacton

2077-32

Ludwigshafen, 24.11.43 He

30/4.02
Auszug aus der Patentanmeldung 73 428 IVc 12 o
von Leverkusen vom 19. Oktober 1942.

Verfahren zur Herstellung von Nitrilen.

320000218

Beispiel:

44 Gew. Teile Butendiol werden mit 94 Gew. Teilen Kupfercyanür und 100 ccm konz. Salzsäure langsam auf 90^o erwärmt und 2 1/2 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Das Reaktionsgemisch wird kontinuierlich mit Benzol extrahiert. Nach Verdampfen des Benzols gewinnt man das Dihydromuconsäuredinitril in guter Ausbeute. Verringert man die Menge an Kupfercyanür und Salzsäure, so sinkt die Ausbeute an Dihydromuconsäuredinitril zu Gunsten des 4-Oxybuten-(2.3)-cyanid-(1).

Ludwigshafen, 24. Nov. 1943 He

Auszug aus der Patentanmeldung 73 281 IVc 12 o
von Leverkusen vom 28. September 1942.

Verfahren zur Herstellung von Nitrilen.

Beispiel 1:

40 Gewichtsteile ca. 70%igen Allylalkohols, 14,5 Gewichtsteile wasserfreier Blausäure, 4,5 Gewichtsteile Kupferchlorür und 2,6 Gewichtsteile Ammonchlorid werden im Bombenrohr 16 Stunden auf 90 bis 100° erwärmt. Danach wird die obere Schicht in Äther aufgenommen, die Ätherlösung mit Wasser gewaschen und getrocknet. Der Äther wird abdestilliert und der Rückstand fraktioniert. Nach einem geringen Vorlauf geht bei 112 - 118° Allylcyanid über. Die Ausbeute beträgt über 65%.

Beispiel 2:

Setzt man im Beispiel 1 statt Kupfer- und Ammonchlorid 7,5 Gewichtsteile Kupferbromür und 4,9 Gewichtsteile Ammonbromid ein, so beträgt die Ausbeute an Allylcyanid über 75%.

Beispiel 3:

44 Gewichtsteile 1.4-Butendiol, 38 Gewichtsteile wasserfreier Blausäure, 6 Gewichtsteile Wasser, 7 Gewichtsteile Kupferbromür und 5 Gewichtsteile Ammonbromid werden 15 Stunden im Bombenrohr erwärmt. Das Reaktionsprodukt wird dann vom Salz befreit und destilliert. Nach einem geringen Vorlauf geht zwischen 140 und 145° 14 mm ein farbloses Öl über, das das 4-Oxybuten-(2)-cyanid-(1) darstellen dürfte. Danach geht bei 160 - 165° 14 mm eine in der Vorlage bald erstarrende Substanz über. Sie schmilzt nach Umkristallisieren bei 74° und stellt das Dihydromusonsäuredinitril dar.

2077-33

330000220

30/4,03

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O. Z. 14370

We/Hö

Ludwigshafen a. Rh., den 19. August 1943.

Verfahren zur Herstellung von Carbonsäuren.

Es wurde gefunden, dass man Carbonsäuren in einfacher Weise gewinnen kann, wenn man aliphatische oder cycloaliphatische Dioxyverbindungen, die mindestens 3 Kohlenstoffatome enthalten, und in denen die Oxygruppen an benachbarten Kohlenstoffatomen sitzen, mit Alkalien oder Erdalkalien in der Wärme behandelt. Hierbei tritt eine oxydative Spaltung ein, bei der die Bindung zwischen den die Oxygruppen tragenden Kohlenstoffatomen gelöst wird. Dementsprechend erhält man, wenn man von aliphatischen Dioxyverbindungen ausgeht, aus einem Molekül des Ausgangsstoffes zwei gleiche oder verschiedene Monocarbonsäuremoleküle, während bei der Behandlung von Dioxyverbindungen der cycloaliphatischen Reihe unter Aufspaltung des Ringes Dicarbonsäuren gebildet werden.

Die Oxyde oder Hydroxyde der Alkalien oder Erdalkalien können in fester Form bzw. trocken oder auch als konzentrierte Lösungen oder Suspensionen in Verdünnungsmitteln, wie Wasser, Alkoholen oder Paraffinkohlenwasserstoffen, verwendet werden. Die anzuwendenden Temperaturen richten sich nach der Art der jeweils verwendeten Alkalien oder Erdalkalien und nach der Beständigkeit der behandelten Dioxyverbindungen. Sie liegen im allgemeinen zwischen etwa 200 und 600°, vorteilhaft zwischen etwa 250 und 350°. Das Verfahren kann unter gewöhnlichem Druck durchgeführt werden, doch ist es häufig vorteilhaft, unter erhöhtem Druck zu arbeiten, der durch inerte Gase, z. B. Stickstoff oder Wasserstoff, erzeugt werden kann. Die Umsetzung kann in eisernen Gefäßen durchgeführt werden, wobei praktisch keine Korrosionen auftreten, und erfordert daher keine besonderen Vorrichtungen. Das Verfahren kann auch im fortlaufenden Betrieb durchgeführt werden, indem man die Ausgangsstoffe zusammen mit den Alkalien oder Erdalkalien durch ein auf die gewünschte Temperatur erhitztes Gefäß leitet.

Die in den nachstehenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1.

100 Teile Hexahydrobrenzcatechin werden mit 220 Teilen Ätzkali in einem eisernen Rührdruckgefäß 8 Stunden lang auf 320° erhitzt, wobei beträchtliche Mengen Wasserstoff entstehen. Die Masse wird in Wasser gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Hierbei fallen aus der wässrigen Lösung 54 Teile Adipinsäure aus, welche nach einmaliger Umkristallisation aus Wasser schmelzpunktsrein erhalten wird. Die Ausbeute beträgt 43 % der theoretischen.

Beispiel 2.

20 Teile Phenylglykol, 23 Teile technisches Ätznatron und 100 Teile Wasser werden in einem Schüttelautoklaven 6 Stunden lang auf 320° erhitzt. Das Reaktionserzeugnis ist eine hellgelbe wässrige Lösung, auf welcher sich ein hellbraunes Öl befindet. Dieses wird durch zweimaliges Ausschütteln mit Äther entfernt und hierauf die wässrige Phase mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Hierbei werden beträchtliche Mengen Kohlendioxyd frei. Beim weiteren Ausäthern der sauren Lösung und Abdampfen des Äthers werden 5 Teile schmelzpunktsreine Benzoesäure erhalten.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Carbonsäuren, dadurch gekennzeichnet, dass man aliphatische oder cycloaliphatische Dioxyverbindungen mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen, deren Oxygruppen an benachbarten Kohlenstoffatomen sitzen, bei erhöhter Temperatur mit Alkalien oder Erdalkalien, gegebenenfalls in Anwesenheit von Verdünnungsmitteln behandelt.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2207-34

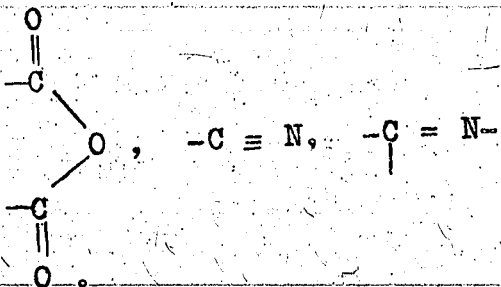
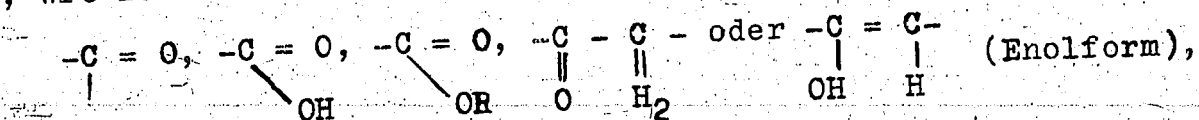
Unser Zeichen : O.Z.14 272

Ludwigshafen a.Rh., 28. Juni 1943 J/Zi.

30/403

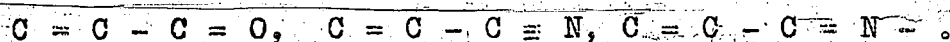
Verfahren zur Herstellung von Carbonsäuren.

Es wurde gefunden, daß man aus aktivierende Gruppen enthaltenden cyclischen Olefinen mit sechsgliedrigen Ringen, insbesondere wenn sich die aktivierenden Gruppen in α -Stellung zum Ring befinden, durch Behandlung mit Alkalien oder Erdalkalien unter Ringsprengung wertvolle Carbonsäuren in sehr guter Ausbeute erhalten kann. Vor allem kommen solche substituierten cyclischen Olefine in Betracht, deren in α -Stellung zum Ring befindliches Kohlenstoffatom entweder durch eine Doppelbindung mit einem weiteren (in β -Stellung zum Ring befindlichen) Kohlenstoffatom oder mit einem anderen Atom oder einer Atomgruppe verbunden ist, die dem Olefin einen polaren Charakter erteilt, wobei wieder diejenigen Gruppierungen bevorzugt sind, bei denen das Kohlenstoffatom an das andere Atom oder die Atomgruppe mindestens doppelt gebunden ist, wie z.B. bei den folgenden Gruppierungen :



Geeignete Verbindungen sind z.B. Tetrahydrobenzaldehyd oder seine

ringsubstituierten Alkylderivate, Cyclohexenylalkylketone oder deren Abkömmlinge, Tetrahydrobenzoesäure oder deren Ester, Tetrahydrobenzocnitril, Tetrahydrophthalsäure oder Tetrahydrophthalsäureanhydrid oder deren Abkömmlinge, Cyclohexenylmethylchlorid, Tetrahydrobenzylalkohol, Cyclohexenyläthylalkohol, ferner auch Nitro- oder Chlorcyclohexylen. Die genannten Verbindungen können leicht durch die Dien-synthese oder auch auf anderem Wege erhalten werden. Es ist hierbei gleichgültig, in welcher Ringstellung sich die olefinische Doppelbindung befindet. Werden die substituierten cyclischen Olefine durch die Dien-synthese hergestellt, so gelangt man zu den erwähnten bevorzugten Olefinen, wenn man bei dieser Synthese als Olefinkomponente eine solche verwendet, die durch eine konjugierte Doppelbindung eine gesteigerte Polarisierbarkeit aufweist oder eine solche, die durch einen an der C=C-Doppelbindung haftenden oder in deren Nähe befindlichen Substituenten einen polaren Charakter hat, wobei im letzten Fall wieder solche Substituenten besonders vorteilhaft sind, durch die eine konjugierte, mindestens doppelte Bindung hergestellt wird, wie z.B. durch die folgenden Gruppierungen :



Die durch das Verfahren gewonnenen Carbonsäuren können vorteilhaft zur Herstellung von Kunststoffen oder Weichmachern verwendet werden.

In manchen Fällen kann bei der alkalischen Behandlung der genannten cyclischen Olefine (z.B. der Additionsverbindung von Butadien an Maleinsäureanhydrid) Kohlendioxyd abgespalten werden, wobei ebenfalls wertvolle Zwischenprodukte für Kunststoffe und Weichmacher erhalten werden.

Die Umsetzung kann auch in Gegenwart von Lösungs- und

Verdünnungsmitteln ausgeführt werden, wie z.B. Wasser, Äther, bei den Umsetzungsbedingungen flüssigen Paraffinkohlenwasserstoffen oder Benzol oder seinen Homologen. Im allgemeinen führt man die Umsetzung bei Temperaturen oberhalb 100° , insbesondere zwischen 250 und 400° aus.

Ferner kann man die Umsetzung sowohl kontinuierlich wie in einzelnen Ansätzen durchführen, ersteres z.B. dadurch, daß man das der Umsetzung zu unterwerfende Gemisch nach und nach durch einen auf die Umsetzungstemperatur gebrachten Behälter leitet.

In den folgenden Beispielen sind die angeführten Teile Gewichtsteile.

Beispiel 1.

150 Teile des Cyclohexenylmethylketons, das durch Kondensation von Butadien mit Vinylmethylketon erhalten wird, werden mit 150 Teilen Ätzkali in einem Eisenautoklaven 12 Stunden auf 300° erhitzt.

Das dabei erhaltene Erzeugnis ist eine zum grössten Teil durch Polymerisation des Ketons entstandene Masse, Sie wird mit Wasser behandelt, in dem das Polymerisationsprodukt unlöslich ist. Nach Abtrennung und Ansäuern der alkalisch-wässrigen Schicht mit Schwefelsäure (wobei Kohlensäure in geringer Menge entweicht) und darauffolgender Ätherextraktion und Reinigung durch Vakuumdestillation werden 8 Teile Pimelinsäure vom Schmelzpunkt 106° erhalten.

Beispiel 2.

50 Teile des Kaliumsalzes der Δ^3 -Tetrahydrobenzoesäure werden mit 50 Teilen festem Kaliumhydroxyd und 10 Teilen Wasser zur Umsetzung gebracht. Das erhaltene Erzeugnis wird in Wasser gelöst; es entwickelt beim Ansäuern mit Schwefelsäure

keine Kohlensäure. Nach Aufarbeitung wie nach Beispiel 1 werden 35 Teile einer bei 2 mm Quecksilberdruck von 200 bis 220° siedenden Fraktion erhalten, die zum grössten Teil (86 %) aus Pimelinsäure besteht. In geringer Menge sind dieser Fraktion Isomere der Pimelinsäure, wie Methyladipinsäure und Äthylglutarsäure, beige-mischt. Nach einmaliger Kristallisation aus Benzol lassen sich diese wegen ihrer leichteren Löslichkeit im Benzol abtrennen. Es werden so 30 Teile Schmelzpunkts-reine Pimelinsäure isoliert. Etwa die gleichen Ausbeuten werden erhalten, wenn statt Kaliumhydroxyd Natriumhydroxyd angewandt wird.

Wenn bei der beschriebenen Behandlung statt 20 Teilen Wasser 100 Teile Wasser zugesetzt werden, wird in sehr guter Ausbeute eine bei 2 mm Quecksilberdruck von 200 bis 220° siedende Fraktion erhalten, in der etwas mehr Isomere der Pimelinsäure enthalten sind.

Beispiel 3.

100 Teile $\Delta 3$ -Tetrahydrobenzonnitril werden mit 100 Teilen festem Kaliumhydroxyd und 40 Teilen Wasser in einem Eisenautoklaven 6 Stunden auf 350° erhitzt.

Nach Aufarbeitung des erhaltenen Erzeugnisses wie nach Beispiel 2 werden 111 Teile Pimelinsäure (= 75 % der Theorie) isoliert.

Beispiel 4.

60 Teile des Kaliumsalzes der $\Delta 4$ -Tetrahydrophthalsäure (durch Kondensation von Butadien mit Maleinsäure erhalten) werden mit 60 Teilen Ätzkali gemischt und in einem Eisenautoklaven 6 Stunden auf 350° erhitzt.

Das Umsetzungsprodukt ist eine weisse Masse, die sich leicht in Wasser löst. Die alkalische wässrige Lösung wird mit

30 %iger wässriger Schwefelsäure angesäuert, wobei viel Kohlensäure entweicht, und hierauf erschöpfend mit Äther extrahiert.

Der Extraktionsrückstand ist ein Kristallbrei, der zur weiteren Reinigung der Vakuumdestillation unterworfen wird. Dabei werden 20 Teile Pimelinsäure vom Schmelzpunkt $104-105^{\circ}$ gewonnen (Säurezahl 695), die einer Ausbeute von 51 % entsprechen.

Patentansprüche.

- 1) Verfahren zur Herstellung von Carbonsäuren, dadurch gekennzeichnet, daß man aktivierende Gruppen enthaltende cyclische Olefine mit sechsgliedrigen Ringen, bevorzugt solche, in denen sich eine aktivierende Gruppe in α -Stellung zum Ring befindet, einer Behandlung mit Alkalien oder Erdalkalien unterwirft.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man von cyclischen Olefinen mit einem in α -Stellung zum Ring befindlichen Kohlenstoffatom ausgeht, das mit einem anderen, den Olefinen einen polaren Charakter erteilenden Atom oder mit einer entsprechenden Atomgruppe durch eine mindestens doppelte Bindung verbunden ist.
- 3) Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung in wässriger Lösung oder in Verdünnung mit einem organischen Lösungsmittel durchführt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

~~340000227~~

2077

30/4.03

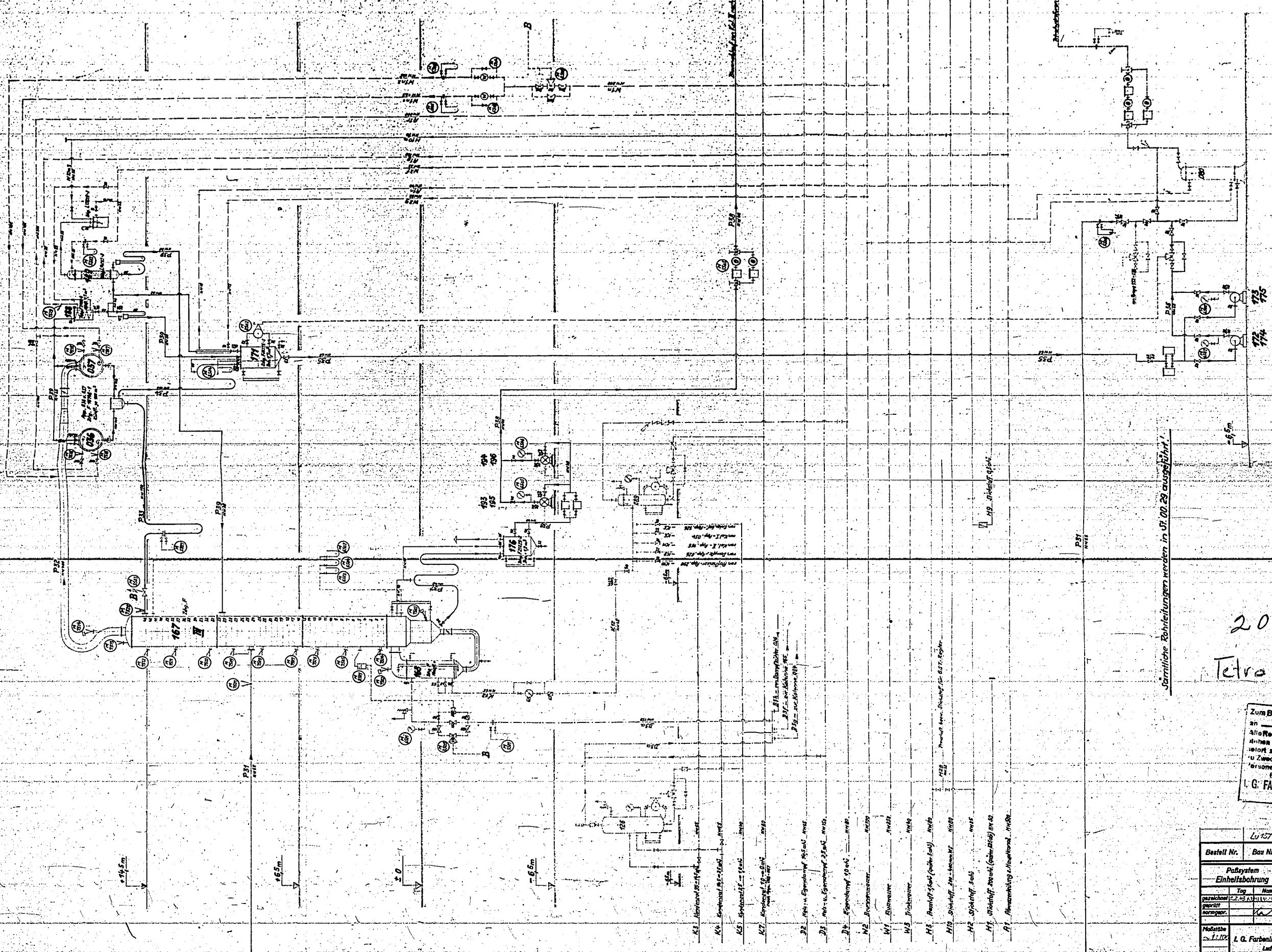
Drawings on
Manufacture of
Chemicals for
Synthetic Rubber
(h)

~~340000228~~

2077

30 / 4.03

Tetrahydrofuran



Änderungen: a. Rücklaufleitung P33 - Siphon eingebaut - 25.10.5.

Sämtliche Rohrleitungen werden in 01.00.29 ausgeführt!

350000229

2077-30/4.03-35
 Tetrahydrofuran
 Distillat

Zum Brief vom
 an
 Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz v. 19.6.1901
 dieses Gesetzes zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch
 nicht zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt
 zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet werden, noch an dritte
 Personen mitgeteilt werden.
 (Gesetz vom 7.6.1909 § 18). Siehe auch DIN 54.
 I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
 LUDWIGSHAFEN a. Rh.

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Lu 157				1952-42-45
Paßsystem Einheitsbohrung		Probendruck In K.B. Dünn-einheitsbohrung	Probendruck a10	
Tag		Nr. 147/192, Dat. 24.2.52		
Empfänger		H. B. D. K. K. K.		
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein		L 15175a-2		

Zugabe der Zeichnung	Zug. N.
Oper. des Bauwerks	16120-1
Zu Geänd. d. Bauw.	15716-1

1200m O.K. 1901

~~370000232~~

2077

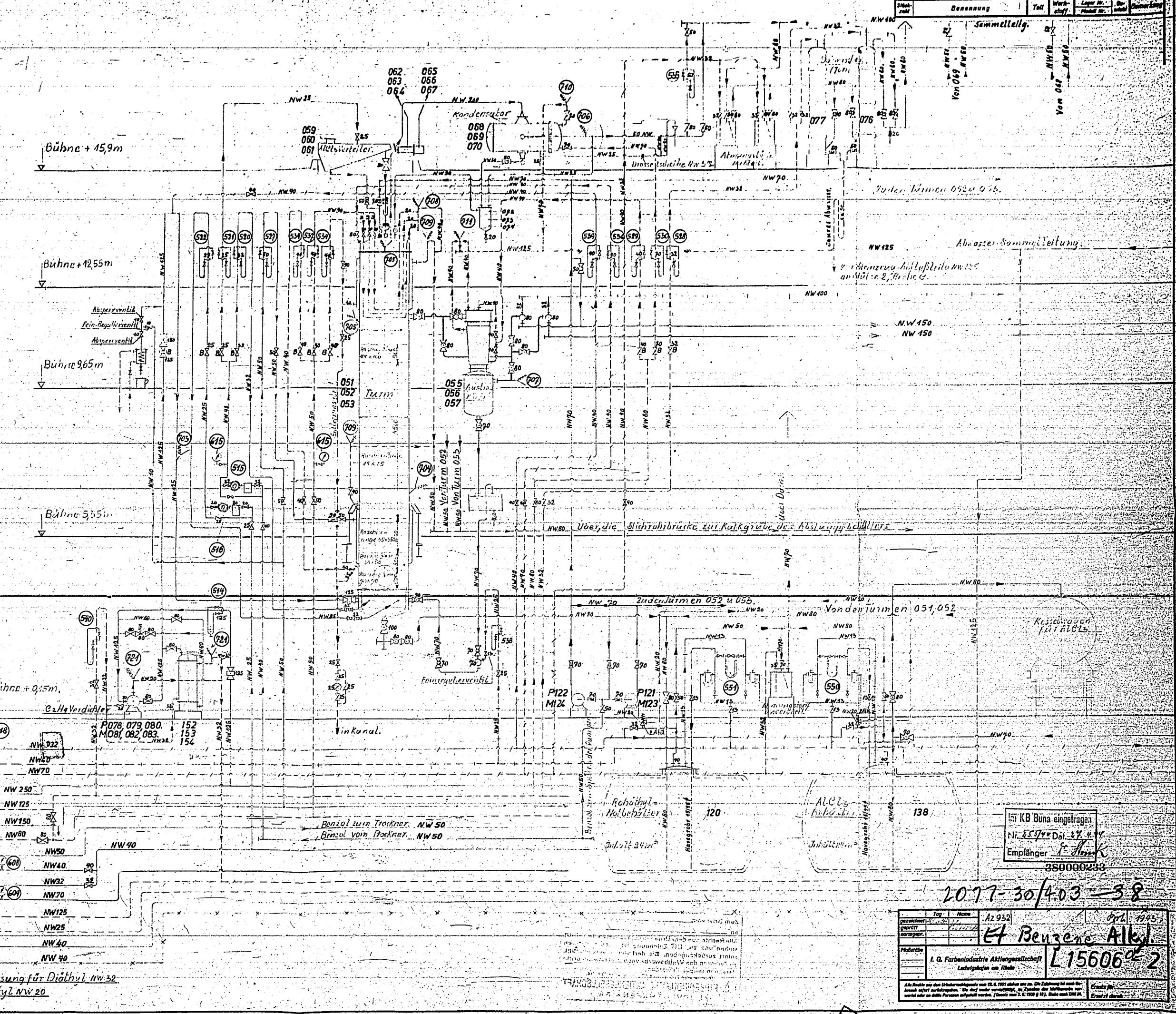
30/4.03

Ethyl Benzene

Styrene

Zugehörige Zeichnungen	Zugh. Nr.
051/052	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
053/054	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
055/056	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
057/058	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
059/060	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
061/062	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
063/064	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
065/066	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
067/068	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
069/070	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
071/072	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
073/074	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
075/076	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
077/078	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
079/080	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
081/082	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
083/084	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
085/086	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
087/088	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
089/090	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
091/092	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
093/094	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
095/096	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
097/098	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400
099/100	3. Motor-Öl-... 1500, n=1400

Sinnbild	Benennung	Sinnbild	Benennung
	Durchgangsventil		Schieber
	Dampf		Drosselklappe
	Flüsswasser		Druckminderventil
	Abwasser		Stoßventil
	Saure-Abfluß		Überstromventil
	Luft		Drosselklappe
	Stickstoff GAlu		Konduktionsventil
	Stickstoff 200 mm		Rückschlagventil
	Entlüftung		Wassermesser
	Natronlauge		Gasmesser
	Stopfbuchs ausgleichend		Ovalrad-Steuer
	Meßblende mit Differenzmanometer		Arzeiter Gasmesser
	Meßblende mit Ringwaage u. Zählwerk		Filter
	Meßblende mit Ringwaage		Widerstands-Thermometer
	Pneim. Standmesser bei Überdruck		Plattenfeder-Manometer
			Plattenfeder-Manometer mit hinterrück-Kontakt
			Druckstreiber und Temperaturstreiber
			geschloss. Sicherheitsventil



N ₂ GAlu	N ₂ 1,5 Atm	NW 222
Aethylen 300 mm WS	N ₂ 6 Atm	NW 250
Flüsswasser 2 Alu	N ₂ 200 mm WS	NW 125
Rückkühlwasser Vorlauf		NW 150
Dampf 2,5 Atm		NW 80
Kondensat 5 Atm		NW 50
Reinbenzol		NW 40
Diäthyl od. Triäthyl		NW 32
Rohäthyl		NW 70
Abwasser zum Kanal		NW 125
Rückkühlwasser zum Kühlum		NW 25
Trinkwasser		NW 40
Druckluft 6 Atm		NW 40
Natronlauge		NW 40
Gas- u. Wassermesser 503, 504, 505 u. 506 werden verläufig nicht eingesetzt.		

Az-932 Betrieb Alkylierung Gegenstand Schema der Alkylierungstürme

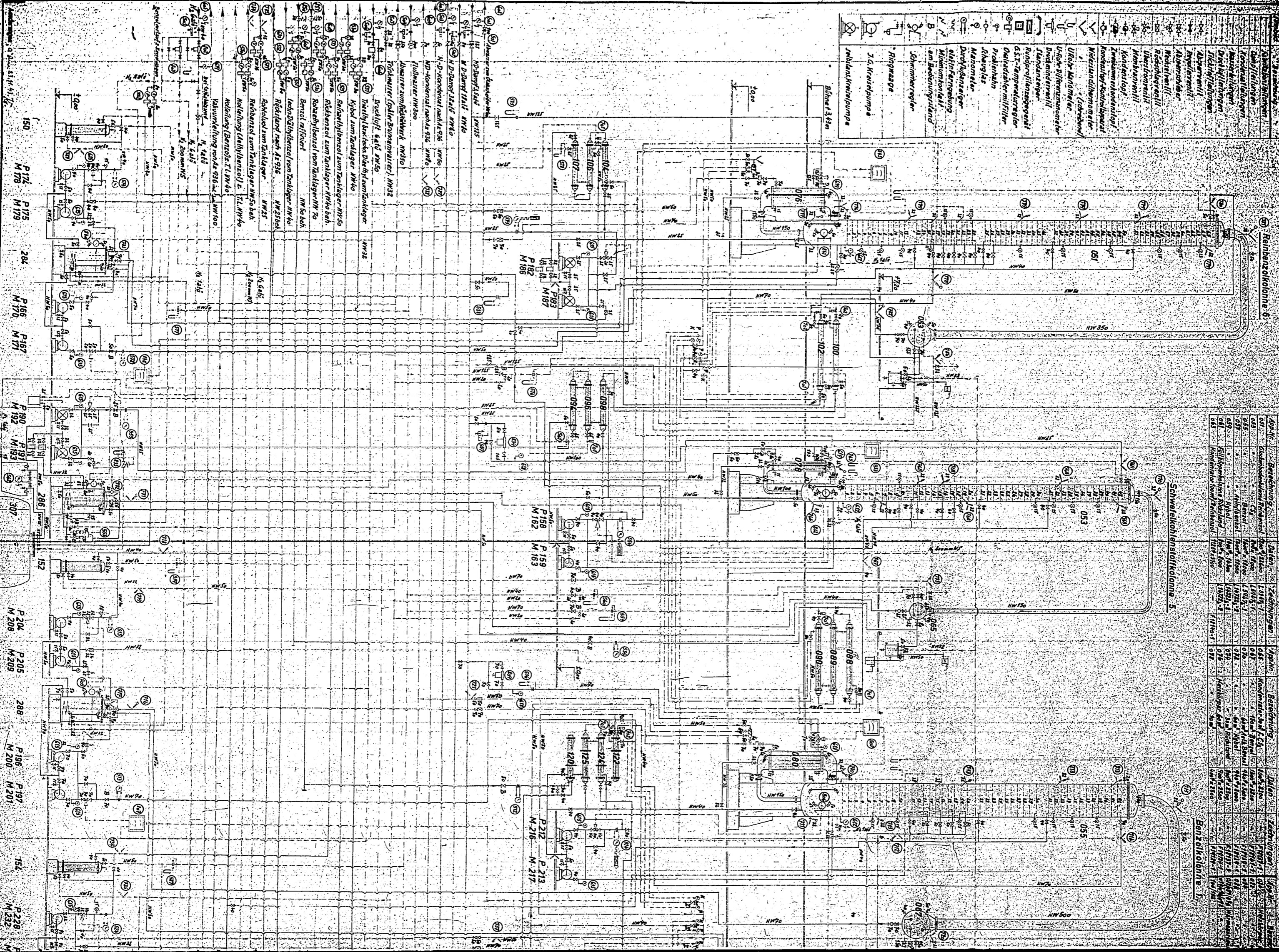
im KB Buna eingetragen
Nr. 5577 Del. 27. 4. 44
Empfänger: E. Frank
380000233

2077-30/4.03-38

Zurück	Von	Nr.	Datum
gezeichnet		Az 932	1943
geprüft			
freigegeben			

Et Benzene Alkyl
L 15606-2
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Lehringen am Rhein

1	Abwasserkanal
2	Abwasserkanal
3	Abwasserkanal
4	Abwasserkanal
5	Abwasserkanal
6	Abwasserkanal
7	Abwasserkanal
8	Abwasserkanal
9	Abwasserkanal
10	Abwasserkanal
11	Abwasserkanal
12	Abwasserkanal
13	Abwasserkanal
14	Abwasserkanal
15	Abwasserkanal
16	Abwasserkanal
17	Abwasserkanal
18	Abwasserkanal
19	Abwasserkanal
20	Abwasserkanal
21	Abwasserkanal
22	Abwasserkanal
23	Abwasserkanal
24	Abwasserkanal
25	Abwasserkanal
26	Abwasserkanal
27	Abwasserkanal
28	Abwasserkanal
29	Abwasserkanal
30	Abwasserkanal
31	Abwasserkanal
32	Abwasserkanal
33	Abwasserkanal
34	Abwasserkanal
35	Abwasserkanal
36	Abwasserkanal
37	Abwasserkanal
38	Abwasserkanal
39	Abwasserkanal
40	Abwasserkanal
41	Abwasserkanal
42	Abwasserkanal
43	Abwasserkanal
44	Abwasserkanal
45	Abwasserkanal
46	Abwasserkanal
47	Abwasserkanal
48	Abwasserkanal
49	Abwasserkanal
50	Abwasserkanal
51	Abwasserkanal
52	Abwasserkanal
53	Abwasserkanal
54	Abwasserkanal
55	Abwasserkanal
56	Abwasserkanal
57	Abwasserkanal
58	Abwasserkanal
59	Abwasserkanal
60	Abwasserkanal
61	Abwasserkanal
62	Abwasserkanal
63	Abwasserkanal
64	Abwasserkanal
65	Abwasserkanal
66	Abwasserkanal
67	Abwasserkanal
68	Abwasserkanal
69	Abwasserkanal
70	Abwasserkanal
71	Abwasserkanal
72	Abwasserkanal
73	Abwasserkanal
74	Abwasserkanal
75	Abwasserkanal
76	Abwasserkanal
77	Abwasserkanal
78	Abwasserkanal
79	Abwasserkanal
80	Abwasserkanal
81	Abwasserkanal
82	Abwasserkanal
83	Abwasserkanal
84	Abwasserkanal
85	Abwasserkanal
86	Abwasserkanal
87	Abwasserkanal
88	Abwasserkanal
89	Abwasserkanal
90	Abwasserkanal
91	Abwasserkanal
92	Abwasserkanal
93	Abwasserkanal
94	Abwasserkanal
95	Abwasserkanal
96	Abwasserkanal
97	Abwasserkanal
98	Abwasserkanal
99	Abwasserkanal
100	Abwasserkanal

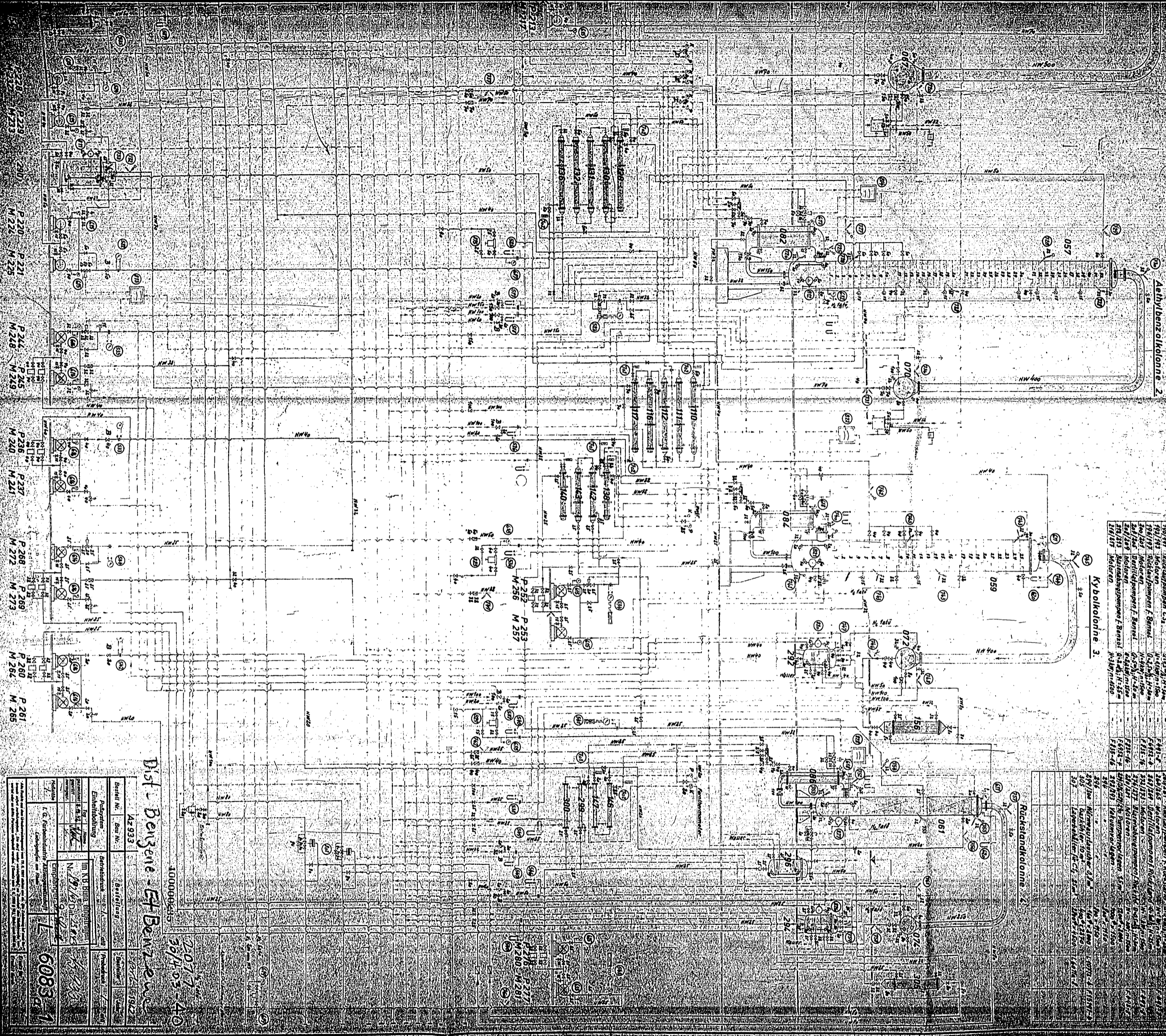


Opf.	Bezeichnung	Daten	Zählungswert	Opf.	Bezeichnung	Daten	Zählungswert
01	Reinigungsanlage	1000	1000	01	Reinigungsanlage	1000	1000
02	Benzolkolonne 1	1000	1000	02	Benzolkolonne 1	1000	1000
03	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	03	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
04	Benzolkolonne 6	1000	1000	04	Benzolkolonne 6	1000	1000
05	Reinigungsanlage	1000	1000	05	Reinigungsanlage	1000	1000
06	Benzolkolonne 1	1000	1000	06	Benzolkolonne 1	1000	1000
07	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	07	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
08	Benzolkolonne 6	1000	1000	08	Benzolkolonne 6	1000	1000
09	Reinigungsanlage	1000	1000	09	Reinigungsanlage	1000	1000
10	Benzolkolonne 1	1000	1000	10	Benzolkolonne 1	1000	1000
11	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	11	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
12	Benzolkolonne 6	1000	1000	12	Benzolkolonne 6	1000	1000
13	Reinigungsanlage	1000	1000	13	Reinigungsanlage	1000	1000
14	Benzolkolonne 1	1000	1000	14	Benzolkolonne 1	1000	1000
15	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	15	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
16	Benzolkolonne 6	1000	1000	16	Benzolkolonne 6	1000	1000
17	Reinigungsanlage	1000	1000	17	Reinigungsanlage	1000	1000
18	Benzolkolonne 1	1000	1000	18	Benzolkolonne 1	1000	1000
19	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	19	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
20	Benzolkolonne 6	1000	1000	20	Benzolkolonne 6	1000	1000
21	Reinigungsanlage	1000	1000	21	Reinigungsanlage	1000	1000
22	Benzolkolonne 1	1000	1000	22	Benzolkolonne 1	1000	1000
23	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	23	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
24	Benzolkolonne 6	1000	1000	24	Benzolkolonne 6	1000	1000
25	Reinigungsanlage	1000	1000	25	Reinigungsanlage	1000	1000
26	Benzolkolonne 1	1000	1000	26	Benzolkolonne 1	1000	1000
27	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	27	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
28	Benzolkolonne 6	1000	1000	28	Benzolkolonne 6	1000	1000
29	Reinigungsanlage	1000	1000	29	Reinigungsanlage	1000	1000
30	Benzolkolonne 1	1000	1000	30	Benzolkolonne 1	1000	1000
31	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	31	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
32	Benzolkolonne 6	1000	1000	32	Benzolkolonne 6	1000	1000
33	Reinigungsanlage	1000	1000	33	Reinigungsanlage	1000	1000
34	Benzolkolonne 1	1000	1000	34	Benzolkolonne 1	1000	1000
35	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	35	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
36	Benzolkolonne 6	1000	1000	36	Benzolkolonne 6	1000	1000
37	Reinigungsanlage	1000	1000	37	Reinigungsanlage	1000	1000
38	Benzolkolonne 1	1000	1000	38	Benzolkolonne 1	1000	1000
39	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	39	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
40	Benzolkolonne 6	1000	1000	40	Benzolkolonne 6	1000	1000
41	Reinigungsanlage	1000	1000	41	Reinigungsanlage	1000	1000
42	Benzolkolonne 1	1000	1000	42	Benzolkolonne 1	1000	1000
43	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	43	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
44	Benzolkolonne 6	1000	1000	44	Benzolkolonne 6	1000	1000
45	Reinigungsanlage	1000	1000	45	Reinigungsanlage	1000	1000
46	Benzolkolonne 1	1000	1000	46	Benzolkolonne 1	1000	1000
47	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000	47	Schwefelkohlenstoffkolonne 5	1000	1000
48	Benzolkolonne 6	1000	1000	48	Benzolkolonne 6	1000	1000
49	Reinigungsanlage	1000	1000	49	Reinigungsanlage	1000	1000
50	Benzolkolonne 1	1000	1000	50	Benzolkolonne 1	1000	1000

Benzol-Benzol-Abtrennung, Destillation

Gesamt-Schema

Objekt	Bezeichnung	Datum	Zustimmung	App. Nr.	Bezeichnung	Datum	Zustimmung
057	Aethylenzolklappe 2	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
059	Kyholklappe 3	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
070		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
072		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
081	Rückstankklappe 2	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
082		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
083		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
084		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
085		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
086		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
087		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
088		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
089		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
090		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
091		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
092		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
093		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
094		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
095		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
096		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
097		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
098		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
099		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10
100		1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10	1941.11.10



Dist. Bergene - Ef Benzene

100000-43

2077

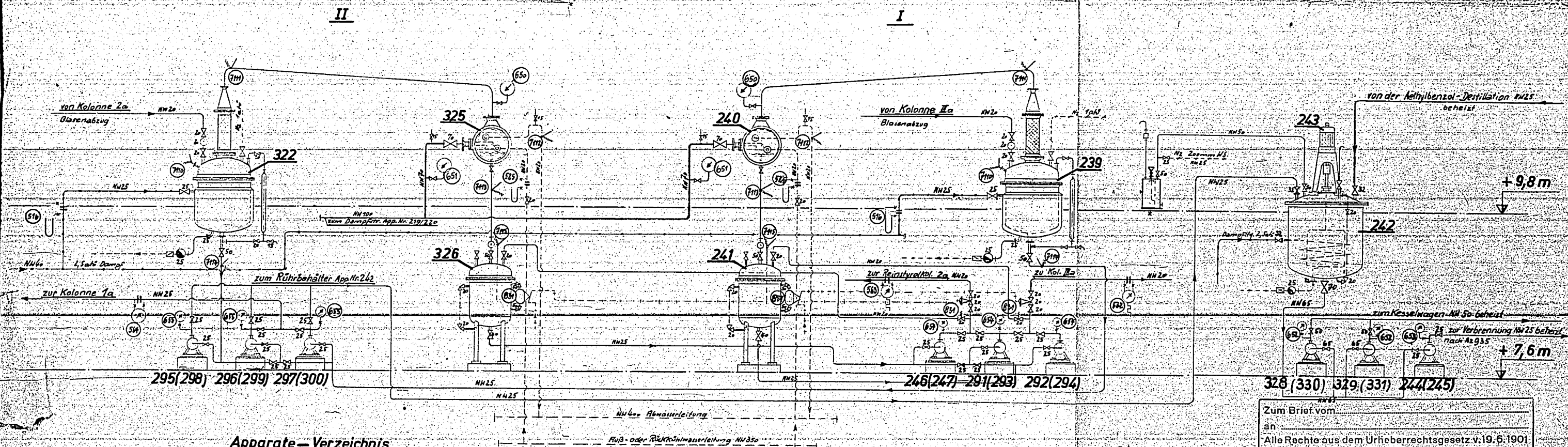
30/11-03-40

Bezeichnung	Einzelbezeichnung	Material
Dist. Bergene - Ef Benzene	100000-43	
2077	30/11-03-40	
6083		

Zugehörige Zeichnungen	Zchg. Nr.
Schema der Styrol-Dest.	L 4225-1
• Rückstyrol-Dest.	L 14407-2

Stückzahl	Benennung	Teil	Werkstoff	Lager Nr. Modell Nr.	Gewicht	Bemerkung
-----------	-----------	------	-----------	----------------------	---------	-----------

Schema der Rückstand - Aufarbeitung Iu. II



Apparate - Verzeichnis

App.	Gegenstand	Daten	Zchg.	App.	Gegenstand	Daten	Zchg.
239	1 Destillierblase (verzinkt)	7 Teile, 4000 mm	291/292	2 Sili-Pumpen D 711 KK	Ø=0,3m ^{1/2} , H=15m	L 6410-B	
240	1 Kondensator 15m ² (verzinkt)	F 15917-7	293/294	2 Motoren OR 27c-4B ₃	N=0,8KW, n=1450	F 5551-16	
241	1 Vakuumvorlage (verzinkt)	800 Ø x 1000 tief	295-297	3 Sili-Pumpen D 112 KK	Ø=0,3m ^{1/2} , H=25m	F 41222-16 L 6713-B	
242	1 Rührbehälter	1600 Ø x 1600 tief	298-300	3 Motoren OR 27c-4B ₃	N=0,8KW, n=1450	F 5551-16	
243	1 Antriebsmotor	N=3KW, n=1000/50	F 5863-16				
244	1 Sili-Pumpe D 712 KK	Ø=0,3m ^{1/2} , H=20m	F 41222-16 L 6713-B				
245	1 Motor OR 27c-4B ₃	N=0,8KW, n=1450	F 5551-16				
246	1 Sili-Pumpe D 711 KK	Ø=0,3m ^{1/2} , H=15m	F 41222-16 L 6713-B				
247	1 Motor OR 27c-4B ₃	N=0,8KW, n=1450	F 5551-16				
322	1 Destillierblase (verzinkt)	7 Teile, 4000 mm					
325	1 Kondensator 15m ² (verzinkt)						
326	1 Vakuumvorlage (verzinkt)	800 Ø x 1000 tief					
328/229	2 Sili-Pumpen D 712 KK TE	Ø=0,3m ^{1/2} , H=25m					

Änderungen

Styrene
430000239

Zum Brief vom
an
Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz v. 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet oder an dritte Personen mitgeteilt werden.
(Gesetz vom 7. 6. 1900 § 18). Siehe auch DIN 34.
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
LUDWIGSHAFEN a. Rh.

Az 00936

1942

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck KB Buna eingetrag.	Probedruck	atü.
gezeichnet	Tag	Name	Nr. 579/42 Dat. 5. 6. 42	
geprüft			Empfänger	
normgepr.				
Maßstäbe	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein		L 11574 ^a -4	
Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1900 § 18). Siehe auch DIN 34.				Ersatz für Ersatz durch

~~430000210~~

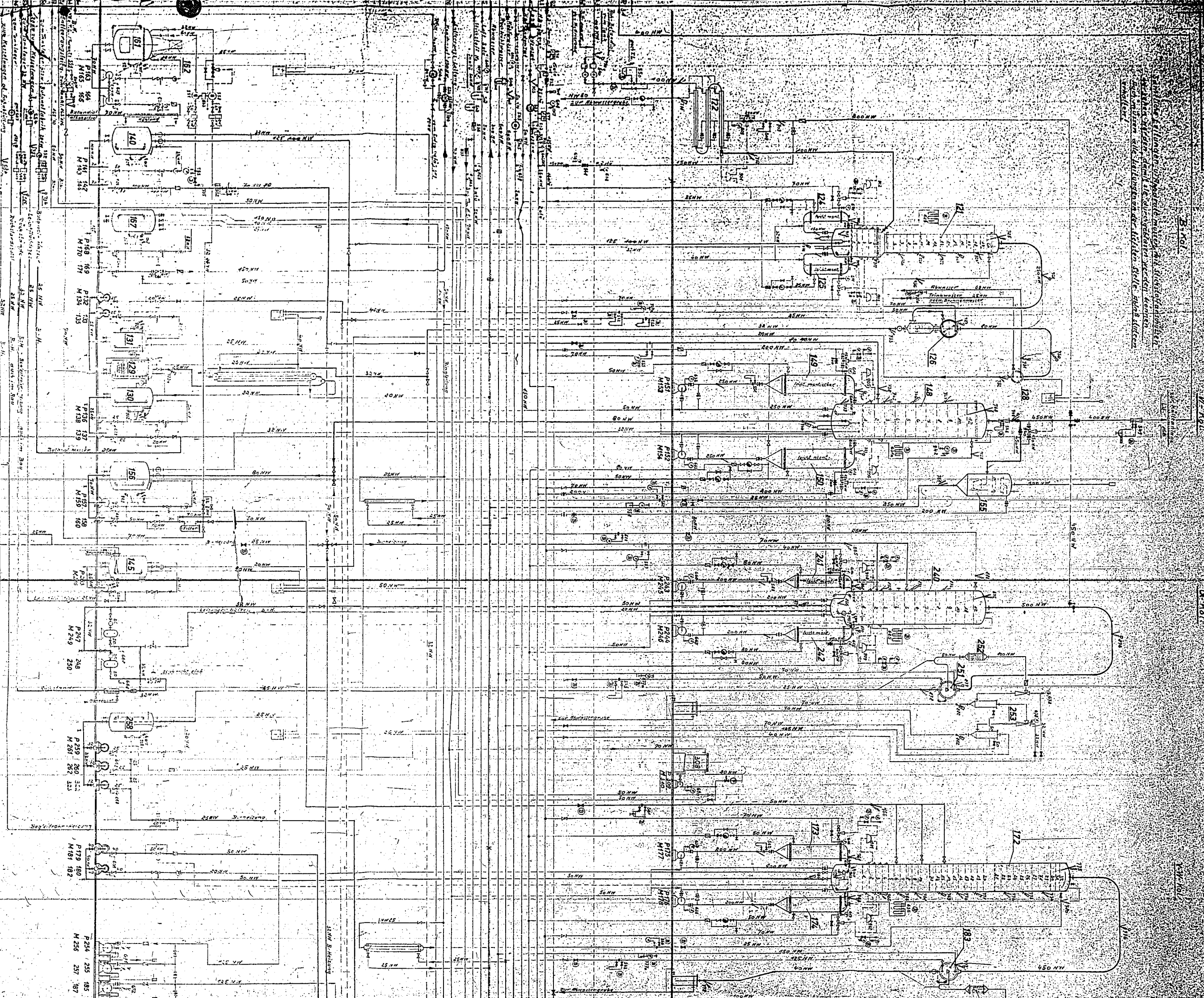
2077

30/4.03

Butane diol

Distillation

Die hier gezeichneten Schaltpläne sind die verbindlichen Unterlagen für die Herstellung der Baugruppe. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen.



Betriebsanleitung: Gegenstand: Apparate: Gezeichnet: 1948

Die hier gezeichneten Schaltpläne sind die verbindlichen Unterlagen für die Herstellung der Baugruppe. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen.

Die hier gezeichneten Schaltpläne sind die verbindlichen Unterlagen für die Herstellung der Baugruppe. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen. Die Baugruppe ist nach diesen Schaltplänen herzustellen.

