

Tabelle 28

Übergang °C	Menge g	J.Z.	C.Z.	S.Z.	OH.Z.	C	H	O	Summenformel
26 - 85°	60,4	19	185	149	440	-	-	-	-
87 - 90°	55,5	14	15	304	476	54,93	8,4	36,4	2,01:3,68:1
90°	102,7	11	3	357	480	53,06	8,44	37,8	1,9 :3,54:1
90,5 - 91°	101,6	8	8	356	507	53,55	8,29	37,7	1,9 :3,48:1
91 - 95°	55	14	7	260	609	54,13	8,9	37	1,95:3,81:1
95 - 100,5°	62	14	9	39	246	53,03	9,89	37	1,91:4,2 :1
100 - 102°	74,7	10	3	0	1033	53,29	10,16	36,8	1,94:4,4 :1
102 - 103°	111,7	9	5	0	946	54,45	10,53	35,5	2,04:4,5:1
104 - 105°	114	9	2	0	825	56,66	10,7	32,5	2,54:5,23:1
105 - 106°	108	9	2	0	602	57,98	10,26	32,2	2,59:5,03:1
109 - 110°	96	10	1	0	481	57,79	10,07	32,4	2,53:4,93:1
110 - 112°	110	16	2	0	440	56,65	10,36	33	2,29:4,99:1
114 - 117	54	20	4	11	452	59,82	10,02	30,2	2,66:5,32:1
119 - 132	65	32	17	75	624	62,28	9,8	26,3	2,66:5,47:1
132°	53	20	57	27	645	58,09	10,5	31,7	2,44:5,25:1
132 - 134°	103	5	98	3,4	960	56,61	10,8	33,2	2,84:5,1 :1
134,5°	103	3	40	0	1094	54,72	10,97	34,3	2,12:5,06:1
134,5 - 135°	127	2	23	0	1140	-	-	-	-
135°	24	1	22	0	1136	-	-	-	-

Die Fraktionen 114 - 117°, 119 - 132° und 132° enthalten geringe Mengen einer wasserlöslichen Substanz.

Aus der Fraktion 102 - 103° wurde mit Phenylisocyanat eine Hydroxyverbindung isoliert, die einem $C_7H_7O_2$ -Körper entspricht.

Analyse der Ausgangssubstanz:

OH.Z. C H O
 945 54,45 10,53 35,5 $C_{2,04}H_{2,5}O$

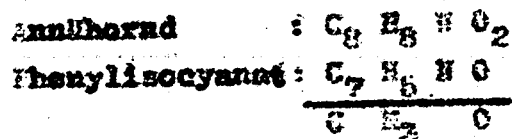
mit Phenylisocyanat umgesetzt:

Kristalle von P.F. = 165°

C H N O
 63,31 5,35 2,48 21,9 $C_{7,76}H_{7,69}N_1O_2$

-/-

170000190



Technisches destilliertes Butandiol enthält früher zeitweise Spuren einer wasserunlöslichen Substanz. Durch Ausschleichen der wässrigen Lösung wurde ein Produkt erhalten vom Siedepunkt: $Kp_{30} = 90 - 175^\circ C$ H O
 $78,51$ $10,87$ $12,3$ $C_{8,4}$ $H_{14,2}$ O

Destillation in einer Sternkolonne.

p = 11 mm Hg Tabelle 29

Übergang $^\circ C$	Menge g	J.Z.	C.Z.	S.Z.	F.P.
$60^\circ C$	7	13	74	380	-
$60-70^\circ C$	21	15	90	360	-
$71-75^\circ C$	26	16	42	385	-
$77-82^\circ C$	45	15	16	300	-
$83-85^\circ C$	30	16	7,5	285	-
$89-94^\circ C$	87	15	5	86	-
$95-99^\circ C$	96	16	5	45	-
$100-104^\circ C$	119	16	4	61	-
$105-110^\circ C$	29	17	5	52	-
$111-115^\circ C$	39	16	7	58	-
$116^\circ C$	78	8	16	22	110°
$117-118^\circ C$	104	5	17	13	114°
$119-120^\circ C$	576	1	11	4,5	$118,2^\circ$

Äthylacetat 102 g Butandiol.

Vorlauf La 332 vom März 1941 P.70

J.Z. = 8,8, C.Z. = 30, S.Z. = 90, H_2O = 0,5%

Auf 68 801 kg Reinbutandiol wurden 85 kg Vorlauf = 1,2% erhalten. Butandiolgehalt = 45%.

-/-

Tabelle 30

p = 21 mm Hg

2 m Raschigkolonne

Übergang	Menge g	J.Z.	C.Z.	OH.Z.	S.Z.	C	H	O	Summenformel	F.P.
1 70-87°	98	21,8	334	379	124	55,6	8,9	35,4		-
2 87-90°	69	15	20	477	324	54,67	8,46	36,6		-
3 88-90°	56	14	20	482	397	54,29	8,8	37,2		-
4 90-92°	97	10	5	595	359	54,0	8,47	37,8		-
5 93°	122	6	4	517	388	53,2	8,49	38,3		-
6 93°	110	4	4	456	400	53,3	8,5	38,4		-
7 92°	96	4	4	421	368	53,47	8,57	38,4		-
8 93-94°	90	6	5	311	436	54,7	9,0	35,5		-
9 94-99°	45	11	15	321	324	55,86	8,8	38,6		-
10 100-104°	84	12	18	606	99	56,67	9,9	32,9		-
11 106-108°	94	9	9	569	56,5	57,8	10,1	31,7		-
12 109-110°	116	9	5	478	19	57,55	10	32,7		-
13 110-111°	112	9	5	443	16	58,47	10,24	33,3		-
14 110-111,5°	111	8	4	400	22	58,62	10,3	34,4		-
15 111,5°	84	8	4	395	5	58,06	10,4	35		-
16 111-116°	91	10	3	406	3	54,6	10,5	34,7		-
17 118°	121	16	5	415	11	55,4	10,2	34,1		-
18 118-121°	47	23	13	447	67	57,1	10	33,2		-
19 121-123°	47	27	28	499	68	61,44	10	28,3		-
20 125-131°	84	21	66	655	66	59,56	10,2	30		-
21 131-136°	114	5	97	939	8	56,3	10,5	33,1		+5
22 136-137°	93	2	98	943	16	55	11	33,3		+5
23 135,5°	116	1	98	960	5	55,5	10,97	33,6		+5
24 135,5°	94	1	96	988	0	55,35	10,9	33,4		+6
25 135,5°	110	1	74	1031	0	54,65	10,75	34,3		+9
26 135,5°	125	24	47	1101	0	53,8	11,0	35,5		+14

Fraktion 121-123° und 125-131° enthält 25-30% einer wasserunlöslichen Substanz.

-/-

Eingefüllt : 4 000 g
 Destillat : 2 596 g
 Rückstand : 1 314 g (Butandiol)

Frakt. 6 - 7, E.Z. = 580 C = 53,3 H = 8,5 O = 36,4 $KP_{21} = 92-93^{\circ}$
 300 g wurden mit KOH verseift.

Nicht verseifbarer Anteil: 39% $KP_{13} = 83 - 88^{\circ}$ (gefast wurden nur 27%)

Tabelle 31

75 g des unverseifbaren Anteils destilliert

KP_{13}	Menge	OH.Z.	C	H	O	Summenformel
83 - 84 $^{\circ}$	33 g	857	56,38	9,8	34,2	4,4:9,1:2
84 - 85 $^{\circ}$	18 g	963	54,85	10,15	34,7	4,2:9,2:2
85 - 88 $^{\circ}$	22,6 g	1151	51,42	10,65	37,8	3,6:9:2

Verseifbarer Anteil = 61 %

$KP_{17} = 85 - 89^{\circ}$, C = 64,88, H = 7,32, O = 37,8

Butyrolacton $C_{4,9}H_{8,19}O_2$

γ -Oxybutyraldehyd

Butandiol in wässriger Lösung lagert sich bei Gegenwart von Hydrierkatalysatoren (besonders Nickel, in geringerer Maß auch Kobalt) in γ -Oxybutyraldehyd um. Schon mäßig erhöhte Temperaturen genügen um beträchtliche Mengen des Aldehyds zu bilden. Im diskontinuierlichen Rührversuch bei 100 $^{\circ}$ wurden hierbei 50 - 55% d.Th. nach einer Versuchsdauer von 30 Stunden erhalten. Die Anwesenheit von geringen Mengen CO wirkt auftrags stark beschleunigend auf die Umagerung. Anstelle von CO kann man auch geringe Mengen Formaldehyd einsetzen, der unter diesen Bedingungen in CO und H_2 aufgespalten wird. 10 - 15% des Butandiols gehen hierbei in einen hochsiedenden Rückstand über, wie er auch z.T. im techn. Butandiolrückstand enthalten ist. 5 - 10% niedrig siedende Substanzen, darunter Furan, werden hierbei gebildet. Durch Wasserdampfdestillation im Vakuum kann man eine verdünnte Lösung des Aldehyds gewinnen, der bei 70 $^{\circ}$ mit einem Nickelkontakt hydriert 90,81% Butandiol, 4,2% d.Th. Butanol und 5% d.Th. Rückstand liefert.

Der Aldehyd wurde in reiner Form noch nicht hergestellt.

Siedepunkt eines 80%igen butandiolhaltigen Aldehyds: $KP_{13} = 76 - 85^{\circ}$. Der γ -Oxybutyraldehyd kann durch Destillation nicht vollkommen von Butandiol getrennt werden.

Beim kontinuierlichen Hydrierprozeß wird der γ -Oxybutyraldehyd in der Butandiolzone, d.h. im oberen Drittel des Kontaktofens gebildet und anschließend zu Butandiol hydriert. Butanol und Rückstände als Nebenprodukte. Die Aldehydbildung ist zu Beginn einer Kontaktperiode gering und steigt in den ersten 3 Wochen auf etwa 20 - 25% d.Th. an, um dann bis Ende der Kontaktperiode nahezu konstant zu bleiben. Geringe Kontaktgifte wie Cl und S. (im Acetylen der Vorstufe enthalten) sowie CO hemmen jedoch um die Aldehydbildung schlagartig auf 35 - 45% zu steigern. Die Hydrierung des Aldehyds wird mit zunehmender Kontaktaktivierung schwieriger bis schließlich erhöhte Mengen des Aldehyds in Ofenausstrag auftraten. Die Abspaltung der Acetylen- und Athylenbindung vollzieht sich offenbar im oberen Drittel des Ofens, während die übrigen 2/3 des Ofens, d.h. 12 m Kontaktfläche ausschließlich

von 40 - 100 $^{\circ}$

Für die Hydrierung des Oxybutyraldehyds benötigt werden.

Die Aldehydbildung im Hydrierofen läßt sich mit Hilfe der Zapfproben leicht verfolgen. Als Beispiel seien hier die Werte der ersten Kontaktperiode der Kammer 1 im 126 angeführt. (Tab.)

Tabella 32

Arbeits- tag	Bisheriger Durchsatz Butin 100%	% d.Th. Oxybutyraldehyd							
		1	2	3	4	5	6	7	8
8	60 t	9	8,7	6,3	0	0	0	0	0
13	130 t	8,5	17	19	2,8	1	0	0	0
30	230 t	5	9	24	20	11,5	7,5	3,5	2,7
41	385 t	7	20	31	28	21	7,5	3,7	2,5
65	630 t	4,5	5,6	13	28	20	11	3,3	1,7
72	870 t	5	10	33	36	29	16	12,3	4,3

Der Aldehyd liegt nach der einzigen spärlichen Literaturangabe z.T. als Oxytetrahydrofuran vor. (Z,25,1,74) Die C.Z. Bestimmung in neutraler oder alkalischer Lösung ergibt zu niedrige Werte.

1.) Rückstände und Butanolbildung in Abhängigkeit von P, der Butindiolbildung bei der diskontinuierlichen Hydrierung mit Kupfer-Chromkontakt (B.B.B.).

In Kollbombenversuchen, die bei 90 - 100° und 200 Atm H₂ durchgeführt wurden, zeigte sich, daß bei Anwendung eines Kupferkatalysators auf Silbergel entgegen den Erfahrungen mit Nickelkatalysatoren, bei saurer Hydrierung weniger Butanol und mehr Rückstand, im alkalischen Gebiet dagegen bedeutend mehr Butanol und weniger Rückstand gebildet wurde. Die Versuchsreihe wurde allerdings nur einmal durchgeführt.

P ₁	Ansatz Butandiol	% d.Th. Butanol	% d.Th. Rückstand	Carb.Zahl	Jodzahl
2	78,2	9,5	2	6,5	34
4	80,4	9,5	3,8	1,6	9,6
6	75	18,6	6,1	3,0	5,6
8	73	17,4	5,6	1	5,6
9	68,4	21,3	4,6	1,7	6,0

wässrige Butindiollösung 32%ig (techn.)

2.) Formaldehyd und Verlaubbildung.

Beim Erwärmen einer 10%igen wässrigen Formaldehydlösung mit Ni-Saney-Kontakt unter 100 atm H₂ und 125°C in der Kollbohle wurden 10 - 20% d.Th. einer wasserlöslichen Substanz erhalten vom Siedepunkt:

$$Kp_{20} = 50 - 50^{\circ}$$

für die Hydrierung des Oxybutyraldehyds benötigt werden.

Die Aldehydbildung im Hydrierofen läßt sich mit Hilfe der Zapfproben leicht verfolgen. Als Beispiel seien hier die Werte der ersten Kontaktperiode der Kammer 1 im 125 angeführt. (Tab.)

Tab. 32

Arbeits- tag	Bisheriger Durchsatz Butin 100%	% d.Th. Oxybutyraldehyd Schüsse							
		1	2	3	4	5	6	7	8
8	60 t	9	8,7	6,3	0	0	0	0	0
13	130 t	6,5	17	19	7,6	1	0	0	0
30	290 t	5	9	24	20	11,5	7,5	3,5	2,7
41	385 t	7	20	31	28	21	7,5	3,7	2,5
65	680 t	4,5	5,6	13	23	20	11	3,3	1,7
72	870 t	5	10	33	36	29	16	12,5	4,3

Der Aldehyd liegt nach der einzigen spärlichen Literaturangabe z.T. als Oxytetrahydrofuran vor. (Z,25,1,74) Die C.Z. Bestimmung in neutraler oder alkalischer Lösung ergibt zu niedrige Werte.

1.) Rückstände und Butanolbildung in Abhängigkeit von P₂ der Butindiollösung bei der diskontinuierlichen Hydrierung mit Kupfer-Chromkontakt (S.B.S.).

In Rollbockenversuchen, die bei 90 - 100° und 200 Atm H₂ durchgeführt wurden, zeigte sich, daß bei Anwendung eines Kupferkatalysators auf Silicagel entgegen den Erfahrungen mit Nickelkatalysatoren, bei saurer Hydrierung weniger Butanol und mehr Rückstand, im alkalischen Gebiet dagegen bedeutend mehr Butanol und weniger Rückstand gebildet wurde. Die Versuchreihe wurde allerdings nur einmal durchgeführt.

P ₂	Ansatz Butandiol	% d.Th. Butanol	% d.Th. Rückstand	Card.Zahl	Jodzahl
2	78,2	9,5	7	5,6	21
4	80,4	9,5	6,8	1,6	9,6
6	75	18,6	6,1	2,9	6,6
8	73	17,6	5,6	1	5,6
9	68,4	21,3	4,6	1,7	6,0

wässrige Butindiollösung 32%ig (techn.)

2.) Formaldehyd und Verlauffbildung.

Beim Erwärmen einer 10%igen wässrigen Formaldehydlösung mit Ni-Saney-Kontakt unter 100 atm H₂ und 125° C in der Rollbocke wurden 10 - 20% d.Th. einer wasserlöslichen Substanz erhalten vom Siedepunkt:

$$K_{20} = 50 - 60^{\circ}$$

-/-

analyse der roh destillierten Substanz:

170000194

C H O C_{1,28} H_{2,7} O

44,5 7,94 47,2

3.) Vorlaufanreicherung aus technischem Butandiol durch Wasserdampfdestillation.
Ein destilliertes Rohbutandiol mit der Carbonylnahl 77 wurde mit Wasserdampf behandelt, wobei ein Produktgemisch mit folgender Zusammensetzung Übergang:

Kp.	J.Z.	C.Z.	C	H	O
78-94	54	255	61,99	9,2	28,9
81-110	57	178	62,15	8,95	28,8
110-121	53	220	60,13	9,93	29,9
121-130	49,9	236	59,17	9,9	29,6
130-166	52,2	230	60,28	9,15	30,2

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die Entwicklung und Zusammensetzung der bei der katalytischen Butandiolhydrierung (Butandiolfabrikation) anfallenden Nebenprodukte wird beschrieben. Als Nebenprodukte kommen hauptsächlich Butanol, γ -Oxybutyraldehyd und hochsiedende Rückstände in Betracht, die alle aus dem intermediär auftretenden Butandiol entstehen.

Butanol, das mit Hilfe von Kupferkatalysatoren mit 70 - 80% Ausbeute hergestellt werden kann, fällt hier zu Beginn einer Kontaktperiode mit 2% der Theorie, gegen Ende mit 8 - 9% d.Th. an. Die Hauptmenge des Butanols entsteht aus Butandiol, über die Crotonaldehydstufe, ein geringer Teil aus Oxybutyraldehyd. Die Butanolbildung wird bei saurer Fahrweise stark begünstigt, wobei bis zu 100% mehr Butanol gebildet werden. Das Rohbutanol enthält an Verunreinigungen geringe Mengen Furan, Tetrahydrofuran, Butyraldehyd, Methanol, Propanol und höher siedende Anteile (darunter C₅-Alkohole). Der Anteil der Dehydrationsprodukte steigt mit zunehmendem Betriebsalter des Kontaktes.

γ -Oxybutyraldehyd entsteht bei Einwirkung von Hydrierkatalysatoren aus Butandiol durch Umlagerung. Im Rührversuch wurden hierbei 55% d.Th. an Aldehyd neben 15% an hochsiedenden Rückständen gewonnen. Beim kontinuierlichen Hydrierprozeß bilden sich im oberen Drittel des Ofens nach einer Laufzeit von 2 - 3 Wochen 20 - 25% d.Th. Oxybutyraldehyd, der im weiteren Verlauf hauptsächlich zu Butandiol hydriert wird. Bei Kontaktvergiftungen durch Einwirkung von Cl₂, S oder CO, steigt die Oxybutyraldehydbildung schlagartig auf 35 - 40% an. An den ersten Betriebstagen einer Kontaktperiode ist die Aldehydbildung bei der hohen Anfangsaktivität des Kontaktes gering. Die Hydrierung des Oxybutyraldehyds bereitet bei der Butandiolherstellung die größten Schwierigkeiten. Während Butandiol schon nach 4 m und Butandiol nach 7 m Kontakthöhe im Hydrierofen praktisch nicht mehr vorhanden ist, wird der Oxybutyraldehyd nur langsam hydriert, bis er schließlich in erhöhtem Maße im Ofenausstrag austritt und eine Erhöhung der Reaktionstemperatur bzw. nach einer bestimmten Laufzeit das Abstellen des Ofens bedingt.

Wässriger Oxybutyraldehyd bei 70° mit Nickelkontakt hydriert ergibt 90,8% d.Th. Butandiol, 4,2% d.Th. Butanol und 5% d.Th. Rückstand.

Der beim Hydrierprozeß neu gebildete Rückstand (2,3 - 2,5% d.Th.) entsteht hauptsächlich aus Butandiol und Oxybutyraldehyd, wobei unter dem Einfluß von Hydrierkatalysatoren ätherartige, hochsiedende Produkte entstehen. Die Rückstandsbildung steigt bei erhöhter Reaktionstemperatur, besonders im diskontinuierlichen Verfahren an. Inaktive Katalysatoren erzeugen, wie besonders im Bombenversuch festzustellen ist, erhöhte Rückstände. Beim kontinuierlichen Verfahren tritt diese Abhängigkeit infolge der günstigen Temperaturverteilung (Kreisgaskühlung) innerhalb der üblichen Hydriertemperaturen kaum oder nur wenig in Erscheinung. Die Rückstandsbildung ist bei stark alkalischer Hydrierung wesentlich erhöht. Die Analyse des aus reinem Butandiol hergestellten Hydrierückstandes wie auch die Untersuchung techn. Rückstandsdestillate zeigt, daß es sich hier um $C_8H_{16}O_2$ und $C_8H_{14}O_2$ -Körper handelt. Die OH-Zahl läßt auf ätherartige Verbindungen des Butandiols schließen. Die bei der Hydrierung mit inaktiven Katalysatoren, wie auch bei der Butandiol-Oxybutyraldehydmlagerung stark erhöht anfallenden Rückstände (10-15% d.Th.) haben die gleiche Zusammensetzung $C_8H_{16}O_2$.

25% des beim Hydrierprozeß gebildeten Rückstandes entstehen durch Verunreinigungen der Butandiollösung, wobei hauptsächlich Formaldehyd als Rückstandsvermehrer wirkt und zu einer C_5 -Körperbildung Anlaß gibt.

Wasserunlösliche Harze treten besonders gegen Ende der Kontaktperioden auf und konnten als Crotonaldehydharze bestimmt werden.

Das techn. Butandiol enthält ca. 1% Vorlauf, der zum Teil in ungesättigter Form im Butandiol enthalten ist. (Acetale). Weitere geringe Vorlaufsubstanzen entstehen im Hydrierofen, wo durch Dehydrierung geringe Mengen Butyrolakton und durch Anlagerung von Formaldehyd an Butandiol und anschließender Wasserabspaltung Substanzen mit niedrigeren Siedepunkt gebildet werden. (C_5 -Aldehydbildung). Acetalbildung möglich.

Unter dem Einfluß von Dehydrier- und Hydrierkatalysatoren werden aus Butin- und Butandiol Carbonylverbindungen gebildet, die durch weitere Umsetzungen zu Vor- oder Nachlaufprodukten führen können. Aus Butin wird Vinylacetylmethylketon, eine C_6 -Carbonylverbindung und Propionaldehyd, aus Butandiol Crotonaldehyd, Oxybutyraldehyd, Acetaldehyd und ein höher siedender C_6 -Aldehyd hergestellt.

Propargylalkohol, der als Nebenprodukt im Butandiol enthalten ist, liefert bei der Hydrierung 86% Propanol, 10% Hexandiol und 4% Harze. Kupferkatalysatoren erzeugen stark erhöhte Rückstände. Aus Propargylalkohol wurde durch Einwirkung von Dehydrierungs- und Dehydratisierungskatalysatoren Acrolein gewonnen. Bei Gegenwart von Wasserstoff wurde Propionaldehyd erhalten.

gez. Jutz

gez. Steinhofer

190000197

2078-19

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHOFEN

Coloristische Abteilung

Papiertechn. Abt. Lu Herrn Dr. Niemann Herrn Dr. Steinhofen den 4.5.1944. Wl/Sp.

Prüfung von Sucol DB als Weichmacher für Papier

Sucol DB ist der 4,4'-Dioxydibutyläther und wurde von der Diol-Abteilung bemastert.

Aussehen: Gelbe, viskose, glycerinartige Flüssigkeit mit intensivem Eigengeruch.

Viskosität: Auslaufzeit im Fordbecher bei 20°C. 75 Sek.

Physiologische Eigenschaften wurden nicht geprüft, da das Produkt schon wegen seines Geruches nur für technische Papiere in Frage kommt.

Korrosionen von Leichtmetall:

Die Korrosionsprüfung ergab, dass Aluminium und Silumin nicht wesentlich von Sucol DB korrodiert werden.

Der papiertechnische Effekt:

Sucol DB in wässriger Lösung zur Papierimprägnierung angewandt, macht dieses sehr gut weich. Anliegend Proben eines mit 150 g/l, 300 g/l und 500 g/l imprägnierten Papiers. Wirkungsmässig liegt das Produkt günstiger als der zum Vergleich herangezogene Weichmacher 102a 75%.

Prüfung auf Faserschädigung:

Um etwaige faserschädigende Eigenschaften festzustellen, wurden Proben eines mit Sucol DB imprägnierten Papiers im Trockenschrank 8 Tage auf 70°C gehalten und Rohpapier, imprägniertes Papier vor und nach der Alterung auf Berstdruck und Falzzahl geprüft. Nachstehend die Ergebnisse. Als Vergleich wurde der Weichmacher 102a 75% herangezogen.

	Mittel aus längs & quer			
	Berstdruck kg/cm ²		Falzzahl	
	v. d. Alt.	n. d. Alt.	v. d. Alt.	n. d. Alt.
Rohpapier *	1,2	1,50	44	27
300 g/l Weichmacher 102a 75%	1,1	1,14	17	18
500 g/l "	1,14	1,22	16	21
150 g/l Sucol DB	0,98	1,00	13	10
300 g/l "	0,54	0,76	4	7
500 g/l "	0,42	0,76	2	7

* 80% gebil. Sulfitzellstoff) 65 g/m²
20% Aspenzellstoff

Abt. Laro-Lu

Durchschlag

8.5.44
1028

190000198

Auf Grund der Prüfungsergebnisse kann festgestellt werden, dass Socol DB die Faser nicht schädigt, wohl aber setzt es die Festigkeit der damit behandelten Papiere weitgehender herab als z.B. Weichmacher 102a 75%.

Zusammenfassung:

Socol DB eignet sich sehr gut zum Weichmachen technischer Papiere, sofern man einen Rückgang der Festigkeitswerte in Kauf nehmen will. Da das Produkt Leichtmetall nicht korrodiert, eignet es sich dazu, Firmen angeboten zu werden, welche Lichtungen für Flugmotoren damit herstellen (Rich. Berger-Wolkenburg, Papierfabrik Unterkochen-Unterkochen).

*902. Prüfung
F. 102a*

Besprechungsprotokoll zwischen den Herren Krieger, Abtlg. L, I.G. Frankfurt
 Dr. Krsikalla,)
 Dr. Blickinger,) I.G. Ludwigshafen
 Dr. Steinhefer,)
 und
 Dr. Leitz,
 Prok. Stöcker,
 Dr. Neuroth,
 Dr. Fuchs,
 Langhard,

Über die Verwendung von Butandiolrückstand als Kernbindemittel
 am 21.3.1944

Über den inhaltlichen Teil der Besprechung wird Herr Prok. Stöcker berichtet. Die wesentlichen technischen Fragen wurden wie folgt behandelt:

Zunächst klärte Herr Langhard die Herren von Lu darüber auf, dass wir durch die fehlende Nachschaffung des uns im Jahr 1944 bisher gelieferten Butandiolrückstandes in Betracht zu den Ende 1945 erhaltenen Proben große Schwierigkeiten bei unseren Versuchen zu verzeichnen hatten. Dass die zuletzt erhaltene 500 kg-Lieferung befriedigte in diesem Hinsicht nicht ganz, weist also ebenfalls eine höhere Viskosität besitzt.

In Lu besonders über den Verlauf der Viskositätsmessungen noch Schwierigkeiten hat, was von Herrn Langhard in der Ansicht, dass die Viskositätsmessung des Produktes infolge seines dunkelbraunen Farbtones und seiner zähen Beschaffenheit schwierig ist. In Lu wurden hierzu Versuche mit dem Fordbecher gemacht, doch ergaben diese keine brauchbaren Resultate, da die Düsenweite nicht ausreichte. Die Versuche sollen nun mit weiteren Düsen fortgesetzt und eine Methode zur Festung der Viskosität von Lu ausgearbeitet werden. Damit wir ebenfalls in der Lage sind, mit der gleichen Methode Viskositätsmessungen durchzuführen, wird uns Lu einen solchen Fordbecher zur Verfügung stellen. Die Bestimmung des Wasserhaltes soll in Zukunft nach der Toluolmethode erfolgen, da die Bestimmung der flüchtigen Anteile bei 105°C, wie wir inzwischen feststellten, zu ungenauen Resultate ergibt. Herr Dr. K. wird uns von beiden Methoden eine genaue Anweisung bekommen lassen, so dass in Zukunft die Prüfung des Butandiolrückstandes nach einheitlichen Gesichtspunkten erfolgt.

Die Viskositätsanstellung des Butandiolrückstandes ist deshalb mit Schwierigkeiten verbunden, da das Produkt in der Kälte dickflüssiger wird. Es ist empfehlenswert, die Viskositätsanstellung so vorzunehmen, dass eine Fütterung eines Kesselwagens bei -5° ohne Beheizung noch möglich ist.

Bei weiteren Versuchen und bei den Mustern, die bereits an einige Erzeugnisse von Festand kamen, wurden dem Butandiolrückstand 7,4 bis 8,0% Ammoniumchlorid zugesetzt. Hierbei wurde das trockene Ammoniumchlorid in den flüssigen Butandiolrückstand eingebracht. Herr Dr. K. war der Ansicht, dass dies in Lu technisch schlecht durchführbar sei. Außerdem vertritt er, dass das Ammoniumchlorid bei längerer Lagerung bereits auf den Butandiolrückstand wirkt. Man will

chlorid

versuchen, den Butandiolrückstand neutral einzustellen, um auf diese Weise an Ammoniumchlorid zu sparen. Der verbleibende Rest an Ammoniumchlorid soll in dem Verdünnungswasser, welches dem Butandiolrückstand zugesetzt wird, vorher gelöst werden. Da diese Verdünnung des Butandiolrückstandes in kaltem Zustand erfolgt, besteht allerdings die Gefahr, dass das Ammonium hierbei dissoziiert und vorzeitig wirksam wird. Bei unseren Versuchen hatte sich das Neutralisieren oder das Sauerstellen des Butandiolrückstandes mit Salzsäure besser erwiesen als mit Schwefelsäure. Es wurde daher vorgeschlagen, in Lu den Butandiolrückstand mittels Salzsäure auf pH 6 bis 7 einzustellen. Herr Dr. K. und Herr Dr. Stegemann haben hiergegen Bedenken, da dies zu den bekannten apparativen Schwierigkeiten führt. Es wurde daher abgesprochen, zunächst nochmals genau zu überprüfen, ob Salzsäure oder Schwefelsäure für diesen Zweck in Zukunft verwendet werden soll. In wird uns hierzu je 5 kg Butandiolrückstand mit Salzsäure bzw. Schwefelsäure neutralisiert für Versuche zur Verfügung stellen. Ausserdem sollen wir weitere 5 kg erhalten, dem ausserdem die erforderliche Menge Ammoniumchlorid zugesetzt ist.

Sofern der Ammoniumchloridzusatz zu Schwierigkeiten führt, wurde in Aussicht genommen, das Ammoniumchlorid als Härter gesondert in den Handel zu bringen, da der Zusatz auch beim Mischvorgang in der Seidmischmaschine (wie wir bereits feststellten) beigelegt werden kann.

In wird in nächster Zeit einen grossen Butandiolrückstand für uns einstellen und in einem entsprechenden Lagerkessel einlagern. Wir erhalten von diesem Rest zur Prüfung und als Abstellmuster eine Probe und soll der Versand der Ware an unsere Kunden erst nach unserer Prüfungsergebnisse erfolgen. Für die erste Zeit will sich In ausserdem bemühen, uns mit Kesseln, Kesselwagen usw. auszuheifen.

Aus der Unterredung mit den hiesigen Herren war zu entnehmen, dass das uns zuerst in grösserer Menge zur Verfügung gestellte Produkt Butandiolrückstand 50 kg-Lieferung vom 19.11.43 (I.G. 87 8785) bei dem wir 6.5% feuchte Bestandteile bei 105° festgestellt hatten, weniger schnell ausdestilliert war als dies bei den letzten Lieferungen der Fall ist. Da uns bestimmte Eigenschaften dieses Produktes jedoch interessieren, will uns In zur nochmaligen Überprüfung 100 kg dieses Produktes, ausserdem 20 bis 25 kg Rohbutandiol zur Verfügung stellen.

Als Kernbindemittel I wurde uns ein festes, harzartiges Produkt von In bemustert, welches für uns recht interessante Eigenschaften hat. Die Herren wurden darauf hingewiesen, dass dieses Produkt allerdings noch etwas zu hygroskopisch war, und zwar sehr wahrscheinlich infolge seiner alkalischen Einstellung. Herr Dr. K., der an diesem Produkt sehr stark interessiert ist, erklärte zwar, dass sich dieses Produkt erheblich teurer stellen würde als der übliche Butandiolrückstand, dass jedoch die Preisabnahme evtl. durch Gewinnung verschiedener Destillationsprodukte, die bei der Adestillierung des Butandiolrückstandes anfallen, gesenkt werden könnte, so dass anzunehmen sei, dass im Endeffekt doch ein erträglicher Preis für dieses feste Produkt herauskommen könne. Herr Dr. K. war der Ansicht, dass dieses Produkt in Stückchen sehr schwer zu lösen sei und dass man diesen Vorteil der Klarschmelzen kaum zunutzen könne, doch wurde durch Herrn Langhans darauf hingewiesen, dass dieses Produkt leicht pulverförmig zu verreiben ist und dass in dieser Form dann 20%ige Lösungen innerhalb weniger Minuten aus dem pulverisierten Produkt herzustellen sind. An den weiteren Ausbau, den Butandiolrückstand

in diese Form zu bringen, soll in Lu gearbeitet werden. Diese Entwicklungsarbeit soll jedoch unabhängig von der Einführung des flüssigen Butandiolrückstandes vor sich gehen, da neue Apparaturen dazu erforderlich sind.

Wie aus vorstehenden Ausführungen zu entnehmen ist, wird uns also das Hauptlaboratorium in Lu folgende weitere Proben zur Verfügung stellen:

1. 5 kg mit Schwefelsäure auf pH 6-7 eingestellter Butandiolrückstand
2. 5 kg mit Salzsäure auf pH 6-7 eingestellter Butandiolrückstand
3. 5 kg neutralisierter Butandiolrückstand mit Ammoniumchloridzusatz
4. 100 kg Butandiolrückstand mit 6,5% flüchtigen Bestandteilen bei 100°
5. 100 kg fester, hartartiger, neutralisierter Butandiolrückstand
6. 1 Formbecher
7. Eine genaue Beschreibung über die Bestimmung der Viskosität und des Wassergehaltes.

Insbesondere an die Beauftragten wurden den Besuch unsere Versuchslaboratorien und die von uns angewandten Prüfmethoden gezeigt.

Herr Dr. K. wünscht zu dem Wunsch, dass von allen Schreibern, die zum Butandiolrückstand beitragen, eine Zeitschrift für die Abhandlung der Ergebnisse veröffentlicht wird, Dr. K. sonst von den Vorarbeiten der Versuchsanstalt Kenntnis erhält.

In Bezug auf die Lu-Fachkommission hat Herr Dr. K. um Abänderungs-, Verbesserungs- und Prüfungsvorschläge.

Dr. K. / Lu / Kd.
28.1.1962

Herrn Dr. K.
Techn. Sekretariat
Abtlg. Gasanalyseinstrumente
Alkylchemie

210000202

2078-21

20.3.44

Abschrift/Kr.

30/4.03

Auszug aus der Aktennotiz über die
Besprechung der Sucole am 25.2.1944

Anwesend: Prokurist Krieger, Abt. L, Frankfurt

Dr. Baur } L.K.Abtteilung.
Dr. Pardon }

Dr. Pesta ✓ } Diol-Abteilung
Dr. Steinhofer }

Dr. Krzikalla } Hauptlabor.
Dr. Flickinger }

Dr. Ertel } Ammoniaklabor.

Dr. Jordan } Iero
Dr. Prillwitz }

3.) Sucol B (Butandiolrückstände)

Das Produkt fällt in einer nicht mehr fließfähigen, klebrigen Form an, die durch 10-20 % Wasser genügend fließfähig gemacht werden kann. Der Betrieb ist in der Lage, diese Verdünnung vorzunehmen. Gesamtanfall 80-100 Moto ab sofort, später auf 250-300 Moto steigend. Beim Verdünnen mit saurem Ester ist die Gefahr von Ausflockungen gegeben, doch glaubt Kalle, dass das saure Produkt besonders für Kernbinder eingesetzt werden könne.

Der Betrieb kann durch bessere Destillation bzw. fraktionierte Aufarbeitung das Produkt zerlegen in einen wasserlöslichen Polyalkohol, der vorwiegend Dioxydibutyläther enthält, hellfarbig und für Veresterungszwecke gut voraussichtlich gut geeignet ist, sowie in einen pechartigen, stark hygroskopischen Rückstand, der voraussichtlich für Kernbinder und in der Lackindustrie unterzubringen sein könnte.

Es wird vereinbart, folgende Typen zu führen:

Sucol B (Normale Ware, ohne weitere Bezeichnung) für Veresterungszwecke der Lackindustrie.

Sucol B "flüssig" mit einem zwischen 10 und 20 % schwankenden Wassergehalt, ohne Zusatz von Mineralsäure oder Ammonchlorid, deren Zusatz den Kernbinderherstellern überlassen bleiben soll.

Sucol DB: Die wasserlöslichen, hellfarbigen, im wesentlichen aus Dioxy-dibutyl-äther bestehenden Produkte, welche in einem 250 ltr.-Kessel zurzeit in einer Menge von etwa 500 kg monatlich anfallen, später zu etwa 10 to. Da schlazfrei, ist Sucol DB voraussichtlich für die Zwecke der Papierindustrie geeignet. Sein Einsatz als Veresterungsmittel soll vorerst intern geprüft werden.

Vor einer Abgabe wird die Diolabt. den Gestehpreis noch mitteilen und den vorläufigen Typ an Papiertechn.Abt. und Iero bestimmen. Verkaufspreis f. Sucol B etwa RM 70.-

Sucol B "flüssig" wird sich voraussichtl. zum gleichen Preise absetzen lassen.

gez. Jordan.

Abschrift/kr.

I.G. Ludwigshafen a.Rh.
Hauptlaboratorium

2078-22
30/4.03

Color. Abteilung
Iaro

220000203

Dr. Krz/He.

15. März 1944

Betreff: Verwertung der 1.4-Butandiolrückstände.

Wie wir bereits früher schon festgestellt hatten (vgl. unser Memo an Iaro vom 3.3.1942) lässt sich aus dem 1.4-Butandioldestillationsrückstand noch ein Nachlauf (Kp.₂=100-200°) herausdestillieren, der als Glycerinersatz im Gummiwalzendruck und zum Geschmeidigkachen von Papier geeignet war.

Die jetzt grosstechnisch bis 180° bei ca. 15 mm ausdestillierten Rückstände ergeben bei einer Nachdestillation bei 5-6 mm noch bis ca. 20 % Nachlauf Kp.₅₋₆=110-200°), der eine OH-Zahl von 500-600 besitzt und als Glycerinersatz wie oben angegeben, und als Veresterungskomponente verwendbar ist. Eine grössere Menge dieses Destillates wird gemäss Absprache der Betrieb herstellen, nachdem sich gezeigt hat, dass auch der verbleibende Rückstand noch als Kernbindemittel brauchbar ist. Bei genügendem Ausdestillieren ist der harzartige Rückstand Klinghart (OH-Zahl ca. 300) und kaum hygroskopisch. Eine Probe von 500 g Rückstand, der noch ca. 10% Asche enthält, fügen wir bei (J.2135/172b I).

Wir werden gemäss Absprache Ihnen das acetylierte Destillat nach Wegnahme eines grösseren Vorlaufes zur Prüfung zusenden, worin das Acetat des Dioxydibutyläthers wegen seiner zu grossen Flüchtigkeit (Kp.₂=139-140°) nicht enthalten ist.

Zu bemerken ist, dass der Dioxydibutyläther nicht ein Hauptbestandteil, sondern nach OH-Zahl und Siedepunkt nur in einer ziemlich beschränkten Menge im Destillat enthalten ist. Im Übrigen ist ja der ωω'-Dioxydibutyläther auch synthetisch nach unserer Anmeldung O.Z.14 603 über Tetrahydrofuran technisch ziemlich leicht zugänglich. Eine grössere Anzahl von Estern und Alkydaten ist bereits bei Ihnen geprüft bzw. noch in Prüfung (vgl. unsere Memos vom 6.12.1943 und 8.2.1944).

Einen ganz anderen Weg zur Aufarbeitung des Butandiolrückstandes haben wir mit dem Ansäuern der wässrigen Lösung des Rückstandes besprochen, der nach dem Absaugen eines harzigen Anteils und Eindampfen der wässrigen Lösung ca. 40 % eines nur z.T. noch destillierbaren Oles liefert, das wahrscheinlich ebenso wie das obige Destillat zu verwenden ist.

Eine Probe von 500 g dieses als Butandiolöl bezeichneten Produktes (J.2135/172a I) mit der OH-Zahl 653 übersenden wir Ihnen anbei. In der Hauptsache dürfte es sich bei diesem um ein Gemisch von Polybutylen-glykolen handeln. Wir werden es als Veresterungskomponente etc. noch näher prüfen. Der ausgefällte Harzanteil ist nach Überführung in das Na-Salz ebenfalls noch als Kernbindemittel geeignet.

Wir bemerken aber, dass diese neue Methode der Aufarbeitung des Butandiolrückstandes erst eine Entwicklung auf längere Sicht darstellt.

gez. Krzikalla
" R(eppe)

2078-23
30/4.03 Bitte abgeben an Diol-Abtg.

I. G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung

Empfänger **A K T E N N O T I Z I** Unsere Zeichen **Laro-Dr. Jdn./Wn.** 29.2.44 Blatt **I**

Betreff **Besprechung der Sucole am 25.2.1944** **230000204**

Anwesend die Herren:

Prokurist Krieger	/Abt. L, Pfm.
Dr. Bauer	} LK-Abteilung
Dr. Pardon	
Herrn Dr. Niemann	} Diol-Abteilung
Dr. Pesta	
Dr. Steinhofer	} Hauptlab.
Dr. Kritikalla	
Dr. Flickinger	} Ammon.-Lab.
Dr. Ertel	
Dr. Jordan	} Laro
Dr. Prillwitz	

*Ne Frey
f. Kaiser*

1.) Glycerinrückstände (Sucol GP)

Das Produkt fällt in ganz verschiedener Qualität an. Nur die in Mannheim in geringen Mengen anfallende Ware war noch genügend dünnflüssig, um ohne weiteres verarbeitbar zu sein. Die von Stramm anfallende Ware - ca. 20% der Gesamtzeugung, ist stückig und enthält bis 50% Aschegehalt (Salze); die von Aldag erhaltene Ware (über 50% der Produktion) ist bei Zimmertemperatur kaum mehr fließend und klebrig, läßt sich auch nicht einfach durch Röhren mit Wasser verdünnen. Die von den übrigen Erzeugern anfallende Ware zeigt ähnliche Beschaffenheit.

Der Aschegehalt schwankt zwischen 7 - 10%.

Gesamtanfall etwa 500 - 700 tato, später evtl. bis 2000 tato Rückstände. Zurzeit sind etwa 250 to Vorrat vorhanden.

Es herrscht Übereinstimmung, daß die anfallende Ware bei Temperaturen von über 135°C aufgeschmolzen werden muß, und die überwiegende Zahl der Abnehmer hierauf nicht eingerichtet ist.

Die Destillateure, die nach wie vor große Geheimniskrämerei treiben, sowie Oppau sind nicht in der Lage, die Ware mit Wasser soweit zu verdünnen, daß sie genügend fließfähig und verarbeitbar ist.

Da Hüttenes für Kernbinder Interesse gezeigt hat, besteht die Möglichkeit, daß er die Ware telquel verarbeiten kann. Es wird infolgedessen folgendes abgesprochen:

- a) Sucol GP "fast" (stromm) wird für Hüttenes und Kernbinderherstellung evtl. unter Preisnachlaß wegen hohen Salzgehaltes bereitgestellt.
- b) Sucol GP "normal" mit maximal etwa 10% Kochsalz, kann der Lackindustrie angeboten werden, welche über Aufschmelzvorrichtungen verfügt und dieses Produkt verestern kann.
- c) Sucol GP "normale" (durch 10-20% Wasser fließbar gemacht): Laro wird klären, ob an der I.G. ein Rührkessel mit Dampfheizung zur Herstellung dieser Ware vorhanden ist.

Abteilung L, Pfm.	Ammonlab.-Op.
LK-Abteilung, Lu.	Papiertechn. Abt.-Lu.
Hauptlab.-Lu.	Schkepan
Diolabteilung, Lu.	

Durchschlag

2.2.44
487

Empfänger A K T E N N O T : Z I

Unsere Zeichen Laro-Dr. Jdn./Wn. vom 29.2.44. Blatt 2

Betreff Besprechung der Sacole am 25.2.1944.

Da salzfreie Ware nicht hergestellt werden kann, fällt Sacol GP für die Imprägnierung von Papier und Pappe für Oelpackungen und dergleichen aus, soweit Metallkorrosion vermieden werden muß.

Als Verkaufspreis für Sacol GP "normal" wird etwa RM -.70 in Aussicht genommen.

2.) Sacol T (Trimethylolpropanrückstände)

Dieses Produkt ist nur begrenzt wasserlöslich. Anfall telquel 25 mote. Daraus lassen sich etwa 10 - 12 mote wasserlöslicher hochviskoser Substanz extrahieren, wobei ein öliges, wasserunlöslicher Rückstand verbleibt. Eine Anlage hierfür besteht jedoch noch nicht.

Das Produkt erscheint vor allem einsatzfähig im Schmelzfluß, für benzin- und benzol-feste Dichtungen, soweit völlige Salzfreiheit nicht verletzt wird, im übrigen könnte es für die Zwecke der Lackindustrie noch Interesse bieten.

Es wird vereinbart, Sacol T telquel mit etwa RM -.70 der Industrie anzubieten. Die LF-Abteilung wird im übrigen prüfen, ob sich das Produkt auf einfache Weise in einen wasserlöslichen und wasserunlöslichen Bestandteil trennen läßt, von denen der erstgenannte wahrscheinlich zu einem Preise von etwa RM 1.20 für Veresterungszwecke unterzubringen sein dürfte, während der ölige Rückstand zu einem noch befriedigenden Preise für Lackzwecke unterzubringen sein dürfte. Ergänzung des Sortimentes durch diese Produkte für später in Aussicht genommen.

3.) Sacol B (Butandiolrückstände)

Das Produkt fällt an einer nicht mehr fließfähigen, klebrigen Form an, die durch 10-20% Wasser genügend fließfähig gemacht werden kann. Der Betrieb ist in der Lage, diese Verdünnung vorzunehmen. Gesamtanfall 80 - 100 mote ab sofort, später auf 250 - 300 mote steigend. Beim Verdünnen mit saurem Wasser ist die Gefahr von Ausflockungen gegeben, doch glaubt Kalle, daß das saure Produkt besonders für Kernbinder eingesetzt werden könne.

Der Betrieb kann durch bessere Destillation bzw. fraktionierte Aufarbeitung das Produkt zerlegen in einen wasserlöslichen Polyalkohol, der vorwiegend Diäryldibutyläther enthält, hellfarbig und für Veresterungszwecke voraussichtlich gut geeignet ist, sowie in einen pechartigen, stark hygroskopischen Rückstand, der voraussichtlich für Kernbinder und in der Lackindustrie unterzubringen sein könnte.

Es wird vereinbart, folgende Typen zu führen:

Sacol B (normale Ware, ohne weitere Bezeichnung) für Veresterungszwecke der Lackindustrie.

Sacol B "flüssig" mit einem zwischen 10 und 20% schwankenden Wassergehalt, ohne Zusatz von Mineralsäure oder Ammonchlorid, deren Zusatz den Kernbinderherstellern überlassen bleiben soll.

Betreff Besprechung der Sucole am 25.2.1944.

*W. J. Pöschel
zu Laro*

Sucol DB: Die wasserlöslichen, hellfarbigen, im wesentlichen aus Dioxy-dibutyl-äther bestehenden Produkte, welche in einem 250 Ltr.-Kessel zurzeit in einer Menge von etwa 500 kg monatlich anfallen, später zu etwa 10 to. Da salzfrei, ist Sucol DB voraussichtlich für die Zwecke der Papierindustrie geeignet. Sein Einsatz als Veresterungsmittel soll vorerst intern geprüft werden.

Vor einer Abgabe wird die Diol-Abteilung den Gestehpreis noch mitteilen und den vorläufigen Typ an Papiertechnische Abteilung und Laro bemustern.

Verkaufspreis für Sucol B etwa RM -.70,
Sucol B "flüssig" wird sich voraussichtlich zum gleichen Preise absetzen lassen.

4.) Sucol TL (Tetrol I salzhaltig, Schkopau)

Da dieses Produkt vorerst nur in Mengen von wenigen hundert Kilo hergestellt werden kann, wird Abteilung L sich darauf beschränken, es für die Herstellung von Kaseinpapieren ausprüfen zu lassen.

5.) Weichmacher 102, 102 a und PHW:

Diese Produkte haben bei Junkers bzw. Berger-Wolkenburg besonderes Interesse erregt. Krieger teilt jedoch mit, daß die bisherige Produktion für Verwendungen in den besonderen Dringlichkeitsstufen restlos vergeben ist, und daß eine Steigerung der Produktion an mangelnder Rohstoffzuteilung scheitert. Solange in der Rohstoffzuteilung keine Änderung erfolgt, können daher beide Produkte nicht zusätzlich geliefert werden, wozu bei Weichmacher PHW noch die Formamid-Lage für die nächsten Monate kommt.

Aufgrund dieser Lage werden die Wünsche der Papiertechnischen Abteilung für Öl- und benzinfeste Dichtungen besprochen, wobei sich folgendes Bild ergibt:

Weichmacher 102 und 102 a, sowie PHW können in größeren Mengen nicht geliefert werden. Sucol GP scheidet infolge hohen Salzgehaltes, Sucol T infolge ungenügender Wasserlöslichkeit aus. Sucol T kann nur eingesetzt werden im Schmelzfluß, soweit die Benzolempfindlichkeit nicht stört. Es ist ~~max~~ nicht völlig salzfrei.

Sucol DB kann eingesetzt werden, sobald über seinen Gestehpreis Klarheit besteht und der endgültige Typ vorliegt, wobei jedoch vorerst nur Versuchsmengen zur Verfügung stehen.

Da Hexantriol vorerst nicht in genügenden Mengen zur Verfügung steht und erst eingesetzt werden kann, wenn größere Mengen auf bisherigen Verwendungsgebieten durch eines der Sucole an anderer Stelle ersetzt worden sind (ein Ansatz dafür zeigt sich bei der Herstellung von Glycinal), so verbleibt vorerst für die Zwecke der Papiertechnischen Abteilung nur Glycerogen, welches streng bewirtschaftet ist, von dem jedoch Herr Krieger der Meinung ist, daß zurzeit eine genügende Vorratswirtschaft getrieben worden ist, und einige Tonnen für neue Verwendungszwecke der Kriegsdringlichkeitsstufen von der Rlf zugeteilt werden könnten. Die Papiertechnische Abteilung wird deshalb

Durchschlag

I. G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung

230000207

Empfänger A K T E N N O T I Z !

Unsere Zeichen Laro-Dr. Jän./Wn.

Tag 29.2.44 Blatt

Betreff Besprechung der Succole am 25.2.1944.

gebeten, zusammen mit Verkaufsabteilung L diese Einsatzmöglichkeiten zu prüfen. Da der gesamte Bedarf für Papierzwecke voraussichtlich 30 - 50 moto beträgt, muß jedoch festgestellt werden, daß eine annähernd volle Bedienung dieses Bedarfes für die nächsten Monate mit salzfreier Ware ausgeschlossen ist.

Das Merkblatt für die Succole wird Laro aufgrund der Besprechung neu fassen.

gez. Jordan

2078-224

205000023

30/4.03

Lu, den 28. Februar 1944 Dr. Stb/kr.

240000208

Aktennotiz.

Befr. Besprechung über Sucol-Gebiet am 25.2.1944

bei Dr. Jordan, Color. Abt. in

anwesend: Krieger, Pfm., Jordan, Prilikalla, Pesta, Steinboer

Jordan hatte zu der Besprechung gebeten, um mit Krieger Pfm. einer-

seits und den Sachbearbeitern andererseits das weitere Vorgehen und

die Preisentwicklung auf dem Sucol-Gebiet zu besprechen.

Sucol T Trimethylolpropan-Rückstände (Anfall ca. 25 Tono)

Sucol GP Glycerin-Rückstände (Anfall ca. 700-2000 Jato)

wurden zunächst behandelt.

Unser Rückstand aus der Butandiol-Destillation, bisher Sucol B ge-

nannt, ist eine dunkelbraune ausserordentlich zähe Masse. Da das Pro-

dukt in kaltem Zustand nicht mehr fliesst, bestünden grosse Emballagen-

schwierigkeiten, wenn es, so wie es anfällt, verkauft werden sollte.

Die meisten Verbraucher (ausser der Lackindustrie) die für das Pro-

dukt in Frage kommen, sind nicht eingerichtet, das Material bei

90 - 100° aufzuschmelzen. Deshalb soll eine mit 10-20% Wasser auf

noch gute Fließbarkeit eingestellte Ware als Sucol B conc. für

Textil-, Papier-, Lederpflege-, Presskorke-Industrie angeboten

werden.

Das Gebiet, in das jedoch am schnellsten eingestiegen werden könnte,

und wo sich, wie Dr. Krzikalla feststellte, die Butandiolrückstände

auch gut eignen, ist das Kernbindemittel-Gebiet. Hier besteht ein

grosser Bedarf und es könnte unser Anfall gegebenenfalls sofort unter-

gebracht werden. Zunächst ist Sucol B conc. mit Schwefelsäure neutra-

lisiert, als Kernbindemittel angeboten worden. Da die Neutralisation

im Betrieb nicht sofort ausgeführt werden kann, ~~zunächst~~

zunächst soll versucht werden, das Sucol B conc. als solches

anzubieten, was nach Untersuchungen von Krzikalla ebenfalls aussichts-

reich wäre. Wir sind soweit eingerichtet, dass wir sofort ca. 100 t

Sucol B conc. abgeben könnten, was in geheizten Kesselwagen abgelie-

fert werden müsste. Wir machten Krieger darauf aufmerksam, dass uns

allerdings z.Z. Kesselwagen fehlen und er will sich bei vorliegenden

Bestellungen um diese bemühen.

Krieger berichtet, dass Kalle durchblicken liess, dass ein Preis von

40 Pfg./kg tragbar wäre, womit Kalle zugibt, dass das Produkt brauch-

bar ist. Nach Absprache soll versucht werden, das Sucol B conc. für

70 bis 80 Pfg. anzubieten, wobei ein Gestehpreis von ca. 40 bis 50 Pfg.

für uns herauskäme. Nach Ansicht von Krieger könnte dieser Kerbinder

auch im Frieden ca. 30 bis 40 Pfg. bringen.

Jordan meint, dass dem Käufer gegenüber als Wassergehalt des Sucol B

nur der Lindampfverlust auf dem Wasserbad bei 100°, angegeben werden

soll.

2000000

20/102

240000009

in dem ... 1944 ...

240000009

Die Entwicklung soll vorläufig so weitergetrieben werden
 - der Betrag stellt sich ausschließlich als Batandiol-Rückstände zunächst abdestilliert werden, wobei ca. 20 - 25 % eines hochwertigeren Destillats anfallen, mit dem gesondert vorgegangen wird. Der Rückstand aus dieser Destillation soll gegebenenfalls wieder als Kernbinder Verwendung finden. Im Zuge der weiteren Entwicklung sollen dann aus dem Destillat wertvollere Produkte isoliert werden, die z. Z. auf ihren Verwendungszweck untersucht werden.
 Dr. Kalla, Flickinger und Pesta werden der Col. Abt. für diese letztgenannten Produkte in grösseren Mengen beauftragt.

(2000 240000009) (2000 240000009)
 (2000 240000009) (2000 240000009)

Dr. Pesta
 Dr. Moller
 Dr. Steinhofer

Das Gebiet, in dem sich ein ...
 und wo sich, wie Dr. Kalla ...
 nach gut eignen, ist das ...
 grosser Bedarf und es ...
 gebracht werden ...
 ist, in ...
 in Betrieb nicht ...
 gewaschen ...
 anzuhängen, was nach ...
 reich wäre ...
 2000 ...
 fert werden ...
 allerdings ...
 Bestellungen ...

Krieger berichtet, dass ...
 40 Pfg. ...
 der ist. Nach ...
 70 bis 80 Pfg. ...
 für uns ...
 auch ...
 Jordan ...
 nur ...
 soll.

A k t e n n o t i z .

250000210

Ergebnis einiger Versuche zur Ermittlung der Konstitution der destillierbaren Anteile des bei der Destillation von Butandiol-1.4 anfallenden Rückstandes. (Stand 15. Januar 1944)

Von dem im Bau Lu 158 in der Ausquetschkolonne (Q-Kolonne) anfallenden Rückstand (5-8 % bezogen auf Reinbutol) wurden zunächst die destillierbaren Anteile abgetrennt.

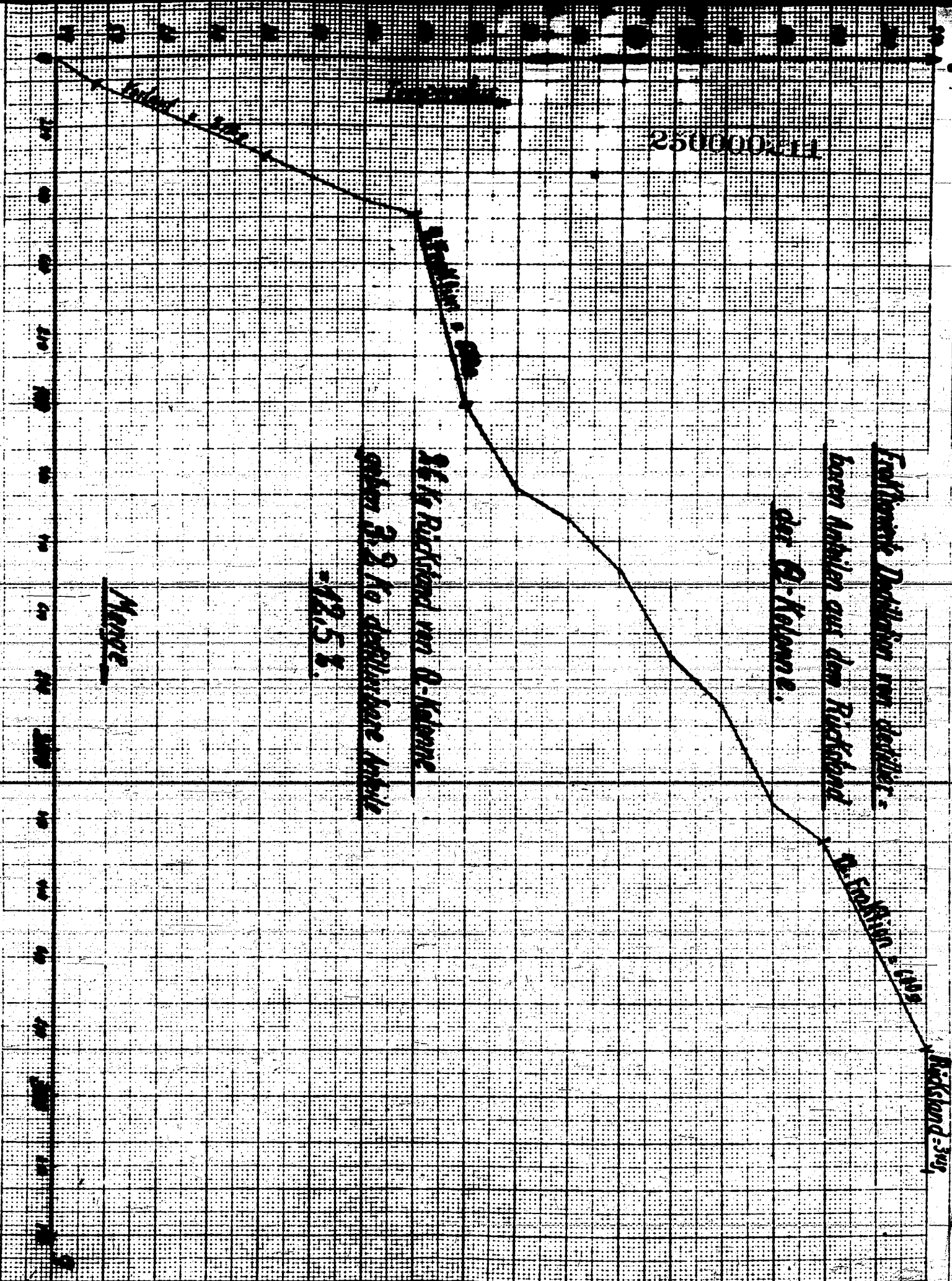
26 kg Rückstand der Q-Kolonne lieferten bei der Destillation im Öl-vakuum 3,2 kg Destillat, das sind 12,5 % der Ausgangsmenge. (Der hierbei anfallende Rückstand enthält immer noch ca. 25 % dest. Anteile.) Die genannten 3,2 kg wurden einer Fraktionierung unterzogen. Über das erhaltene Resultat unterrichtet folgende Tabelle, sowie beiliegende Kurve.

Tabelle I

	Druck mm	Temp. be- reich	Menge Dest. g	Analytische Daten					Konsi- stenz	Errechnete Summen- formel
				C	H	OH	M.G.	C.Z.		
Wasser	9	25-40	80	-	-	-	-	-	-	-
Vorlauf	6	40-80	212	63.64	9.50	280	133	46	leicht beweglich	$C_8H_{14}O_2$ für was- serdampf. An- teile
1. Fr.	7	80-90	57	64.42	9.40	253	133	15	gut be- weglich	
2. Fr.	7	90-100	66	63.24	9.89	395	139	19	" "	
3. Fr.	7	100-110	43	61.47	10.20	589	134	37	beweglich	
4. Fr.	7	110-120	550	57.78	10.79	678	109	25	dickflüssig	ca. 50% $C_4H_{10}O_2$
5. Fr.	11	120-130	245	59.60	11.15	864	131	10	"	
6. Fr.	10	130-140	83	62.78	11.15	685	141	10	"	
7. Fr.	9	140-150	151	63.04	10.84	719	161	9	"	
8. Fr.	10	150-160	247	62.94	10.37	637	163	15	"	
9. Fr.	4	160-170	135	59.83	9.71	603	173	26	"	
10. Fr.	4	170-180	297	59.78	9.81	640	188	28	"	$C_8H_{18}O_3$
11. Fr.	4	180-190	102	59.62	9.72	668	188	28	"	
12. Fr.	12	190-210	600	60.90	9.64	611	192	19	sehr dick- flüssig	
Rückstand		-	342	60.80	8.24	318	+))	-	Harz, lös- lich in Wasser, Methanol	

+) Wert noch nicht eingetroffen

-/-



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
 Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Form A4 Z (210 X 297 mm)

Lu am 16.12.43 Nb.

Die Betrachtung der Tabelle I zeigt, dass die Frakt. 4 und 12 Hauptfraktionen sind. Die Fraktionen 9, 10, 11 und 12 weisen fast die gleichen analytischen Daten auf.

Die eben genannten Fraktionen, sowie der Vorlauf, wurden einer näheren Untersuchung unterzogen. Veresterungen mit p-Nitrobenzoesäure und Essigsäure, Oxydation mit Salpetersäure, Verseifung mit verd. Schwefelsäure dienten zur Konstitutionsaufklärung.

Fraktion 4.

Bei der Veresterung einer Probe dieser Fraktion mit p-Nitrobenzoylchlorid entstand in reichlicher Menge der p-Nitrobenzoesäureester von Butandiol-1.4 Fp. = 169°.

Somit enthält die Fraktion 4 grosse Mengen Butandiol (Butandiol konnte in geringen Mengen auch in anderen Fraktionen nachgewiesen werden) neben einer Verbindung, die eine weitaus niedrigere OH-Zahl aufweist, oder überhaupt keine Hydroxylgruppe enthält.

Fraktion 9, 10, 11, 12.

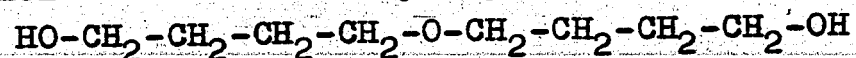
Aus den in Tabelle I für diese Fraktionen erhaltenen Analysenwerten errechnet sich eine Summenformel von $C_8H_{18}O_3$

Frakt.	Gefunden				berechnet für $C_8H_{18}O_3$			
	C	H	OH	M.G.	C	H	OH	M.G.
9	59.83	9.71	603	173	59.30	11.1	690	162
10	59.78	9.81	640	188				
11	59.62	9.72	668	188				
12	60.90	9.64	611	192				

Die Differenz von ca. 1% zwischen berechnetem und gefundenem Wasserstoffwert erklärt sich vielleicht durch die zur Destillation notwendigen hohen Temperaturen die eine geringe Wasserabspaltung verursachen.

Zur Zeit wird mit einer grösseren Menge dieser Fraktionen versucht, diese Verbindung in reinerem Zustand zu erhalten.

Die zunächst für diese Fraktionen als Arbeitshypothese aufgestellte Strukturformel eines 4.4-'Dioxybutyläthers



konnte durch folgende chemische Veränderungen des Moleküls wahrscheinlich gemacht werden:

- 1.) Fraktion 11 ergab bei der Oxydation mit HNO_3 Bernsteinsäure und Oxalsäure. Da bei der Verseifung mit verd. H_2SO_4 Butandiol-1.4 aber kein Glykol gefasst werden konnte, scheint das Vorliegen einer Gruppierung $-CH_2-CH_2-O-(CH_2)_6-$ ausgeschlossen.
- 2.) Durch Acetylierung mit Essigsäureanhydrid wurde ein Diessigsäureester von der Summenformel $C_{12}H_{22}O_5$ erhalten.
- 3.) Bei der Behandlung von Fraktion 12 mit 10%iger H_2SO_4 wurden neben Tetrahydrofuran erhebliche Mengen Butandiol-1.4 gebildet, das durch Überführung in den p-Nitrobenzoesäureester identifiziert wurde.

Neben Butandiol entsteht noch eine weitere Verbindung der Zusammensetzung $C_8H_{14}O_2$, die zur Zeit näher untersucht wird.

Eine Verbindung gleicher Zusammensetzung findet sich auch im "Vorlauf" (siehe Tabelle I) und zwar in den wasserdämpfflüchtigen Anteilen desselben.

- 4.) Ein Gemisch der Frakt. 10, 11, 12 gibt mit Hexamethylen-diisocyanat ein Polyurethan. C = 58.39, H = 8.55, N = 8.80 Mg = +)
- 5.) Behandlung von Frakt. 10 mit HCl-Gas siehe S. 7

Vermutliche Einsatzmöglichkeiten des isolierten 4,4'-Dioxydibutyläthers.

Aufgrund seiner Bauart und seiner chemischen Eigenschaften könnte der genannte Stoff sich zu folgenden Verwendungszwecken eignen:

- 1.) Lösungsmittel, Glycerinersatz, Weichmacher.
- 2.) In Form seiner Ester. Z.B. mit Thiodibuttersäure, Phtalsäure, Bernsteinsäure u.s.w. als Weichmacher für verschiedene Kunststoffe, wie: Igamide, Polyvinylchlorid.
- 3.) Als Komponente für Polyurethane, als Kunststoff oder Weichmacher (Weichharz).

Überblick über die anfallenden Mengen des 4,4'-Dioxydibutyläthers.

Bei einer Produktion von stündlich 6000 kg Reinbutol würden stündlich 12 kg Dioxydibutyläther, das sind 8,6 Moto, anfallen.

Experimenteller Teil zu I

Nachweis Butandiol-1.4 in Fraktion IV.

4.75 Teile Fr. IV wurden mit 5 Teilen Pyridin versetzt und mit einer Lösung von 10 Teilen p-Nitrobenzoylchlorid gelöst in 20 Teilen Benzol (wasserfrei) zur Reaktion gebracht. Die erhaltenen Kristalle zeigten Schwerlöslichkeit in Äther und Methanol; aus Tetrahydrofuran umgelöst wiesen sie einen Fp. von 168.5-169.5° auf. Der Mischschmelzpunkt mit dem p-Nitrobenzoesäureester des 1.4-Butandiols zeigte keine Depression.

Analysen: gefunden : C = 55.79%, H = 4.38%, N = 6.71, Mg = 310
berechnet: C = 55.8 %, H = 4.14%, N = 7.2 , Mg = 380

Oxydation von Fraktion 11 mit Salpetersäure.

10 g von Fraktion 11 wurden mit 50 cm³ 63%iger Salpetersäure bei 35-60° oxydiert. Die nach dem Abdampfen der überschüssigen Salpetersäure erhaltenen Kristalle wurden aus Wasser fraktioniert, kristallisiert und dabei Oxalsäure und Bernsteinsäure erhalten. Die beiden Säuren wurden durch Mischfließpunkte identifiziert. Aus 50 g Fr. 11 wurden z.B. 5 g reine Bernsteinsäure und 4 g reine Oxalsäure abgetrennt.

Analysen: a) Bernsteinsäure;
gefunden : C = 40.56%, H = 5.30%, Mg = 141
berechnet : C = 40.7%, H = 5.2%, Mg = 118

+) Wert noch nicht eingetroffen.

-/-

b) Oxalsäure;

gefunden: C = 25.06%, H = 3.37%, Mg = 88

berechnet: C = 26.6%, H = 2.2%, Mg = 90

Acetylierung von Fr.11

198 Teile Fr.11 wurden mit 153 Teilen Essigsäureanhydrid 2 Std. unter Rückflusskühlung gekocht. Nach dem Erkalten wurde mit Wasser versetzt und die Lösung mit Na-bicarbonat alkalisch gemacht. Durch Ausäthern dieser Lösung konnte ein Öl gewonnen werden. Die bei 15 mm Hg und bei 160-170° übergehenden Anteile zeigten die analytischen Daten des zu erwartenden Esters.

Analysen: gefunden: C = 58.72%, H = 8.22%, Mg = 248

C₁₂H₂₂O₅ berechnet: C = 58.5%, H = 8.9%, Mg = 246

Weitere Ester z.B. von α, α'-Thiodibuttersäure, Phtalsäure und Bernsteinsäure sind z.Zt. in Arbeit.

Behandlung von Fraktion 12 mit verdünnter Schwefelsäure.

500 Teile von Fraktion 12 wurden mit 300 Teilen 10%iger Schwefelsäure 8 Std. unter Rückfluss gekocht. Nach dem Erkalten wurde 2mal ausgeäthert und die so gewonnenen ätherlöslichen Anteile frakt. destilliert.

Vorlauf (Furan?)

Fr. 1 760 mm Hg 216-226° 20 Teile;

gefunden: C = 67.03%, H = 10.03%, Mg = 147

berechnet f.

C₈H₁₄O₂ C = 67.7%, H = 9.8%, Mg = 142

Fraktion 1 dürfte ein durch Wasserabspaltung und Cyclisierung aus dem Ausgangsmaterial entstandenes ungesättigtes Produkt darstellen (siehe allgemeiner Teil.) Fraktion 1 entfärbt eine verdünnte Kaliumpermanganatlösung.

Bei einem weiteren Versuch, bei dem ^{300g} Fr.12 4 Stunden lang mit 10% H₂SO₄ gekocht worden war, wurden zunächst die ätherlöslichen Anteile abgetrennt. Die in der wässrigen Lösung verbliebenen hydroxylgruppenhaltigen Körper wurden durch Aussalzen mit K₂CO₃ abgetrennt und fraktioniert destilliert.

Fr. A 15-20 mm Hg 16 Teile 110-140° gefunden: C = 58.65%, H = 10.17%, OH = 375

Fr. B " " " " 5 " 150-170° " nicht analysiert

Fr. C " " " " 40 " 190-210° " C = 60.62%, H = 10.04%, OH = 594

Fraktion C ist Ausgangsmaterial

" A enthält Butandiol (nachgewiesen als p-Nitrobenzoesäureester)

Behandlung des "Vorlaufs" mit Wasserdampf.

195 Teile "Vorlauf" geben 71 Teile mit Wasserdampf flüchtige Anteile und 120 Teile mit Wasserdampf nicht flüchtige Anteile.

Wasserdampf flüchtiger Anteil:
760 mm Vorlauf 6 Teile

I 190-210° 60 " gef. C=68.58, H=9.70, OH=99, Mg=140,
HJZ = 177

ber. f. C₈H₄O₂ C=67.7, H=9.8, OH=0, Mg=142,
HJZ = 189

Rückstand 4 Teile

I wird zur Zeit näher untersucht

Wasserdampf nicht flüchtiger Anteil:

760 mm Vorlauf 26 Teile
I 195-210° 53 Teile C=60.90, H=9.81, OH=359, Mg=116
geringer Rückstand

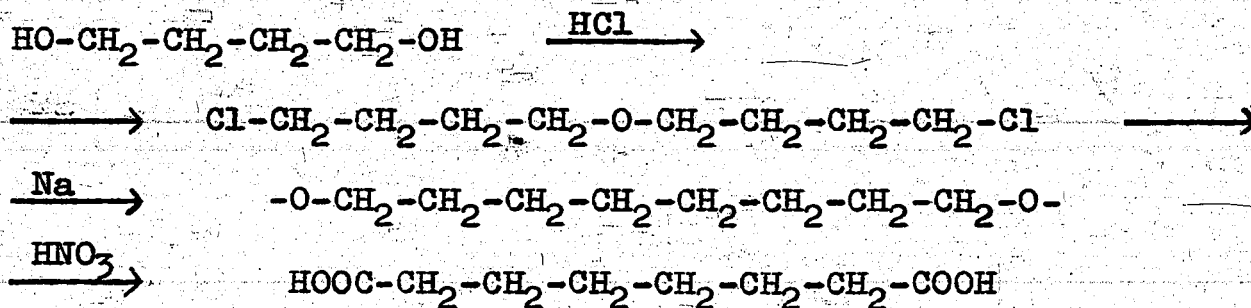
Im folgenden seien noch einige aus Butandiol-1.4 hergestellte Verbindungen beschrieben, die im Zusammenhang mit dem oben beschriebenen 4,4'-Dioxybutyläther von Interesse sind.

4,4'-Dichlordibutyläther

Durch Einwirkung von HCl-Gas auf Butandiol-1.4 wurde unter anderen Reaktionsprodukten ein Körper der Summenformel C₈H₁₆O Cl₂ isoliert.

Für diesen Stoff konnte durch folgende Eingriffe die Konstitution eines 4,4'-Dichlordibutyläthers wahrscheinlich gemacht werden.

Durch Behandlung des genannten Chlorkörpers mit metallischem Natrium konnte eine zähflüssige Verbindung vom Molekulargewicht 454 hergestellt werden, die bei der Oxydation mit Salpetersäure Korksäure lieferte. Die Bildung dieser Säure sei durch nachstehende Formel- folge veranschaulicht



Experimenteller Teil zu II

Einwirkung von HCl-Gas auf Butandiol-1.4:
und Behandlung des Chlorierungsproduktes mit Na-Metall.
Oxydation mit HNO₃.

Chlorierung:

In ein Gemisch von 1 kg Butandiol-1.4 und 10 g Buttersäure wurde bei 100° solange ein trockener HCl-Gasstrom eingeleitet, bis eine Gewichtszunahme von 460 g eingetreten war. Aus dem Reaktionsgemisch wurde bei 23 mm Druck ein bei 153° destillierender Stoff abgetrennt (90 g)

gefunden: C = 48.78, H = 8.14, O = 9.6, Cl = 33.8, Mg = 190
ber. f.
 $C_8H_{16}OCl_2$ C = 48.5, H = 8.08, O = 8.08, Cl = 35.2, Mg = 198

Behandlung mit Na-Metall.

150 g der bei 153° bei 23 mm Druck übergehenden Chlorverbindung wurden in 100cm³ Benzol bei Anwesenheit von Spuren Jod nach und nach mit 35 g Na-Metall versetzt. Nach dem Abklingen der Reaktion wurde noch 2 Stunden unter Rückfluss gekocht.

Nach dem Abtrennen von geringen Na-Resten wurden im Wasservakuum 10 g destillierbare Anteile entfernt und ein Rückstand von 50 g erhalten, der folgende analytische Daten zeigte:

C = 71.43, H = 11.1, Cl = 2.8, Mg = 454

Dieser Rückstand lieferte bei der Oxydation mit 65%iger HNO₃ bei 45° Korksäure (Identifiziert durch Mischfließpunkt)

Behandlung von Fraktion 10 mit HCl-Gas.

In 200 g von "Frakt. 10" wurde bei 100-120° 6 Stunden lang HCl-Gas eingeleitet. Es wurde die Bildung von Tetrahydrofuran beobachtet.

Aus dem Umsetzungsgemisch wurde eine bei 23 mm bei 155° übergehende Fraktion abgetrennt, die folgende Analysenwerte zeigte:

gefunden: C = 52.4, H = 7.61, Cl = 27.7, Mg = +)
ber. f.
 $C_8H_{16}OCl_2$ C = 48.5, H = 8.08, Cl = 35.2, Mg = 198

Die Behandlung dieses Chlorproduktes, das vermutlich 4,4'-Dichlor-dibutyläther ist, mit metallischem Natrium und Oxydation des hierbei erhaltenen Reaktionsproduktes zu Korksäure, wird zur Zeit durchgeführt.

+) Wert noch nicht eingetroffen

2078-26

30/4.03

I.G. LUDWIGSHAFEN
Color. ABTEILUNG

An die Herren Mitglieder der Lack-Kommission.

Herrn Dr. Os/DG.

20. Januar 1944. S

Betreff: Sucole.

Es ist beabsichtigt, unter dieser Bezeichnung die bei der Herstellung von synthetischem Glycerin, Trimethylolpropan und 1,4-Butandiol anfallenden Rückstände sowie Tetrol I salzhaltig von Schkopas zusammenzufassen, da sämtliche Produkte mehr oder weniger gleiche Eigenschaften haben.

Wir haben mit der Abteilung L abgesprochen,
Das Produkt GP nunmehr als Sucol GP zu bezeichnen.
Die Trimethylolpropan-Rückstände als Sucol T,
1,4-Butandiol-Rückstände als Sucol B
und Tetrol I salzhaltig als Sucol KL.

Zur Unterrichtung der Fachkreise soll ein kurzes Merkblatt herausgegeben werden, das sich im wesentlichen an das bereits vorgelegte Merkblatt über Produkt GP anlehnt. Wir übersenden Ihnen dieses in der Anlage zur Kenntnisnahme.

Falls von dem einen oder anderen Produkt Muster erwünscht sind, bitten wir, diese bei uns anzufordern.

Wittmann

1 Merkblatt-Entwurf.

§ Hauptlabor. Lu
IW-Abt. Lu
Anionlabor. Op.
Kunststoffe Schkopau
Verk. Chem. Abt. L, Pft.

Div. abt.

I.G. LUDWIGSHAFEN
Color-Abteilung

Merkblatt

Sucola

Unter dieser Bezeichnung bringen wir eine Reihe von Polyalkohol haltigen, mehr oder weniger stark braun gefärbten Produkten in den Handel, die, mit Ausnahme des Produktes Sucol T, wasserlöslich sind.

Die Sucole sind etwas hygroskopisch und eignen sich daher in manchen Fällen als Austausch für Glycerin oder dessen Ersatzprodukte.

Das Sortiment umfaßt zur Zeit folgende Produkte:

Sucol B,
Sucol GP,
Sucol T,
Sucol TL.

Sucol B ist eine zähflüssige, dunkelbraune Substanz, die frei von Wasser und Salzen ist und nur sehr geringe Flüchtigkeit aufweist. Es ist beliebig in Wasser sowie in Alkoholen und Glykollthern löslich und in Benzin- und Benzolkohlenwasserstoffen unlöslich.

Sucol GP ist von dunkelbrauner bis schwarzer Farbe und stellt eine hochviskose Flüssigkeit dar, die 10-15 % Wasser und kleine, etwas schwankende Mengen an Kochsalz enthält. Es löst sich außer in Wasser nur in niedrigen Alkoholen und Glykollthern und ist in Benzin- und Benzolkohlenwasserstoffen praktisch unlöslich.

Sucol T ist ein sirupartiges, dunkelbraun gefärbtes Produkt, das wasser- und salzfrei ist. Es löst sich in Wasser nur in der Wärme teilweise, während die Wasserlöslichkeit in der Kälte nur gering ist. Gute Löslichkeit besteht in niederen Alkoholen und Glykollthern, jedoch sind diese Lösungen nicht ganz trübungsfrei. In Benzin- und Benzolkohlenwasserstoffen ist es unlöslich. Infolge seiner geringen Wasserlöslichkeit wird das Produkt zweckmäßig im Schmelzfluß bei 100-120° verarbeitet.

Sucol TL ist eine hochviskose Flüssigkeit von orangegelber Farbe mit ca. 20 % Wasser, das kleine, etwas schwankende Mengen anorganischer Salze enthält. Es ist in Wasser, niederen Alkoholen und Glykollthern löslich und in Benzin- und Benzolkohlenwasserstoffen unlöslich.

Die Sucole B, GP, T können als Weichmachungsmittel für folgende Zwecke verwendet werden:

Textil-Gebiet (Textilhilfsmittel)
Papierfabrikation,
Lederpflegemittel,
Preßkorkindustrie,
Holzprägnierung usw.

Sucol T erscheint bei seiner Anwendung im Schmelzfluß besonders auch für die Herstellung benzin- und benzolfester Dichtungen geeignet. Nicht geeignet sind die Produkte für die Verarbeitung zu Erzeugnissen, welche mit Lebensmitteln in Berührung kommen. Auch für die Herstellung von Stempelfarben, Gelatinesalzen sind sie nicht geeignet. Für das Schönen von Farbstoffen und für die Herstellung von Gummidruckfarben kann gegebenenfalls Sucol TL herangezogen werden, während die übrigen Produkte hierfür nicht in Frage kommen.

- 2 -

Die die Beseitigung von Leuten und dergl. bitten die Duelle infolge ihrer
Abwesenheit (sollten sich) auszusprechen, können nicht (zum niedrigsten
Klassenstand) (sollten) sein, d.h. in der Praxis, die Namen lediglich
in demselben Sinne, die Beziehungen sind, für den jeweiligen Personal-
stand, der angeht, herangezogen werden.

- Ohne Verbindung -

aus Nummer 1 Müller/A. P. 1943
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2078-27

30/4.03

von Rückgabe
Unser Zeichen: O.Z. 14513

Ludwigshafen a. Rh., 13. Dezember 1943.
Et/W

Kernbindemittel.

270000220

Es wurde gefunden, dass Destillationsrückstände von Polyalkoholen, gegebenenfalls unter Zusatz von Kondensationsbeschleunigern, ausgezeichnet als Kernbindemittel geeignet sind. Als Destillationsrückstände von Polyalkoholen seien z.B. genannt die Rückstände von Glycerin, Methylglycerin, 1,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, 1,2,4-Butantriol, Hexantriol oder Trimethylolpropan. Man kann die Rückstände für sich allein oder auch in Mischung, gegebenenfalls auch mit anderen bereits bekannten Kernbindemitteln, soweit sie miteinander verträglich sind, verwenden.

Als Kondensationsmittel kann man vorteilhaft z.B. Ammoniumsalze starker Säuren, wie Ammoniumchlorid, verwenden. Wenn die wässrige Lösung des Destillationsrückstandes alkalisch reagieren sollte, muss man sie vor der Verwendung neutralisieren oder schwach sauer einstellen.

Die günstigste Menge des anzuwendenden Rückstandes hängt von der Oberfläche des Formsandes ab und ist von Fall zu Fall durch Vorversuche leicht zu bestimmen. Ebenso hängt die Trockentemperatur und die Trockendauer von der Beschaffenheit, insbesondere dem Polymerisationsgrad des Rückstandes und des verwendeten Formsandes ab.

Beispiel 1.

6 kg Destillationsrückstand von technischem Butandiol-1,4 werden mit 4 kg Wasser verrührt. Die Lösung wird mit verdünnter Schwefelsäure neutralisiert und mit 150 kg Formsand gut vermengt. Man drückt in die Masse in üblicher Weise eine Form ein und trocknet etwa 4 Stunden bei 150°. Man erhält auf diese Weise eine harte Form von guter Standfestigkeit.

In der gleichen Weise lassen sich die Destillationsrückstände von Butandiol-1,3 oder 1,2,4-Trioxybutan verwenden.

Beispiel 2.

5 kg Destillationsrückstand von technischem Hexantriol werden mit 4 kg Wasser und 2 kg Ammoniumchlorid verrührt und mit 150 kg Formsand vermengt. Nach 4-stündigem Trocknen bei 150°

14513

- 2 -

erhält man eine harte Masse, die die vor dem Trocknen eingepressten Formen in scharfen Umrissen wiedergibt.

Patentanspruch.

Verwendung von Destillationsrückständen mehrwertiger Alkohole als Kernbindemittel.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I. G. Ludwigshafen

Hauptlaboratorium

2078-28

30/4.03

An

Einschreiben!

Diol-Abteilung

Vertraulich!

Herrn Dr. Niemann

280000222

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unser Hausruf

Nr. 21

Unsere Zeichen

Fa/P/Sch

Ludwigshafen a. Rh.

11. August 1943

Betreff

Konstitutionen.

Auf Wunsch des Herrn Dr. Steinhofer übermitteln wir Ihnen die Konstitutionen der nachstehenden Produkte:

Asfluidol B (Hö)

= 67 % Abfallöl von Gewerksch. Auguste Viktoria Hüls
19 % SX-Lack neu -Hö-
2 % Kobalt-Sikkativ 1:1 (Gr)
12 % Solventnaphta Sp. über 135°
100 %

Asfluidol C (Hö), wird allmählich gasförmig, dafür Ho 43

= 98.5 % Butadien-Heizöl von Schkopau
1.5 % Soligen-Blei-Mangan
100.-%

Asfluidol D (Hö)

= mit Überchlorsäure kondensiertes Butadien-Heizöl
(= Gemisch aus Aldehyden, Ketonen, Alkoholen und Kohlenwasserstoffen)

Asfluidol F (Hö)

= 39.0 % Paraffingatsch von Leuna
0.2 % Rohwollfettsaures Aluminium
4.0 % 20%ige Lösung von Oppanol B 20 in Naphta
36.8 % Naphta, Sp. über 135°
20.-% Toluol-Leger von Griesheim
100.-%

Isoliermittel TR (Oppau)

= 46 % oxydiertes Butadienöl
54 % Intrasolvan HS-W oder andere ähnliche Lösungsmittel

Karboresin B (Hö) = bisher: Olefinöl H (Hö-Le)

= erhalten aus Butadien-Heizöl (Sko) mittels Überchlorsäure bei 200

je nach Menge der Überchlorsäure und Dauer der Behandlung können verschiedene Viskositätsgrade erreicht werden

Karboresin A (Sko) = bisher: Olefinöl 100 (Hüls)

= Butadien-Heizöl
Hauptbestandteil: Gemisch polymerer Acroleine hergestellt aus den ungesättigten, öligen Nebenprodukten der Butadienfabrikation. Diese werden durch Vakuumdestillation in bestimmte Fraktionen zerlegt und anschliessend thermisch nachbehandelt

Karboresin C (Lu) = bisher: Olefinöl 14 H (Lu)

= Destillations-Rückstände aus Butadienöl (aus 1.4-Butan-

Karboresin D (Hö) (Hö) Heizöl + Öl aus Butadienwäsche (mit NatOH) mit CaO
bei 170° erhitzen. Überhören. CaO abtrennen! durch

Fahrenwald

AK

2078-29

30/4.03 I. G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung

Am
Vertraulich!



An I. G. Frankfurt

Verkaufsgemeinschaft Chemikalien, Abt. 1

Eriedigung

zu Auftrag

Bestellung an:	
Hauptlabor ✓	
Bestigt durch (Substanz)	Ludwigshafen 4. St.
Dr. Sauer/28.	8. August 1943

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT, FRANKFURT A. MAIN
Verkaufsgemeinschaft Chemikalien

An

Handwritten initials

Frankfurt (Main) 20

Bestand: Firma

Millinger Mitte, Millingen Fabr.

Herrn Dr. Niemann

Herrn Dr. Steinhof

In Nachtrag zu unserer Eriedigung vom 3.8. geben wir Ihnen vertraulich den Befund des Gewerbehygien.-Labors, Elberfeld, über toxiologische Vergleichsprüfung von 1.4-Daten-, 1.4-Daten- und 1.4-Datindiol:

Daneben ergeben die Inhalationsversuche, das Datindiol von allen Tieren gut vertragen wurde, diese am Gewicht zunehmen und auch in der Zeit nach den Versuchen gesund blieben.

In der Zusammenfassung wird angegeben, daß wie aus den Versuchen ersichtlich ist, sich Datindiol als giftigsten und am stärksten hautreizend erwies. Datindiol wurde am besten vertragen, und Datindiol stand in bezug auf Giftigkeit zwischen beiden Substanzen.

In Injektionsversuchen an der weißen Maus betrug die unabhöretliche Dosis von Datindiol 0,1 g/kg, von Datindiol 0,5 g/kg und die sichere tödliche Dosis von Datindiol 2,5 g/kg.

Mit den zur Verfügung gestellten ungerinigten Substanzen wurden die gleichen Ergebnisse wie mit den gereinigten Produkten erzielt.

Bei der Fütterung an Mäuseversuchen gingen die Tiere von einer einmaligen Gabe 0,05 g/kg Körpergewicht Datindiol ein, von Datindiol betrug die tödliche Menge 0,1 g/kg und von Datindiol 2,5 g/kg.

In Hautversuchen an Menschen war bei 24 Std. die Wirkung Datindiol praktisch frei von hautreizenden Eigenschaften. Datindiol verursachte leichte, schnell wieder zurückgehende Reizung, und durch Datindiol entwickelten sich bereits nach 8 Std. Versuchsdauer erhebliche Hautschäden.

In Inhalationsversuchen der durch Erhitzen verdampften Substanzen wurde festgestellt, daß diese von allen Tieren gut vertragen wurden.

Daneben ergibt die Beurteilung, daß die praktische Verwendung von Datindiol für unbedenklich gehalten wird. Bei Datindiol muß beachtet werden, daß es eventuell bei längerer Berührung mit der Haut leichtere Hautreizungen verursachen kann.

Datindiol ist als verhältnismäßig giftige Substanz vorsichtiger zu beurteilen. Die Verwendung in geschlossenen Apparaturen erscheint unbedenklich, auch wenn mit kleineren Unrichtigkeiten gerechnet werden muß. Eine Berührung dieser Substanz mit der Haut muß aber prinzipiell vermieden werden, da sonst leicht Hautschädigungen eintreten können.

Anlagen

Handwritten signature: V. G. G. G. G.

14.8.43
3665

14251

17. Juli 1943
 Dr. P/Ko.

Artennotiz.

2078-30

30/4.03

300000224

Betr.: Reinigung von technischem Butandiol-1,4 für besondere
 Verwendungszwecke.

Die in folgenden beschriebenen Versuche hatten zum Ziel, ein möglichst
 reines Butandiol-1,4 mit einer Carbonylzahl von 0 und einem möglichst
 hohen Erstarrungspunkt herzustellen. Die Versuche stützen sich auf An-
 regungen von Leverkusen und unserer Zw.-Abteilung. +)

Reinigung durch Kristallisation.

Techn. Butandiol-1,4 vom 26.5.43 aus dem Bau Lu 158 das folgende Ana-
 lysenwerte hatte:

Ep	D _H	C.Z.	J.Z.	H ₂ O	Acetale
18,6	8	3,5	0,4	0,33	1,3

wurde durch Kühlung mit Eis zur Kristallisation gebracht, abgeseugt
 und die erhaltenen Kristalle noch zweimal auf diese Weise umgelöst.
 Zur Abtrennung von Wasser wurde das Produkt schliesslich noch destil-
 liert. Das so gereinigte Butandiol-1,4 zeigte folgende Analysenwerte:

Ep	D _H	C.Z.	J.Z.	H ₂ O	Acetale
20°	6,8	0	0,2	0,1	0,5

Das gewonnene Produkt war also aldehydfrei und zeigte den gewünschten
 Erstarrungspunkt. Auch durch einmaliges Umkristallisieren kann man zu
 einem fast aldehydfreien Butandiol gelangen, wie dies folgenden Bei-
 spiel zeigt. Das Produkt wurde jedoch nach dem Kristallisieren nicht
 destilliert.

Analysen des Ausgangsproduktes (vom 13.5.43)

Ep	D _H	C.Z.	J.Z.	H ₂ O	Acetale	Farbe
18,2	7,15	2,6	0,7	0,34	0,6	gelblich

Analysen nach einmaligem Kristallisieren und Trennung in Kristalle
 und Mutterlauge durch Abschleudern (ohne darauffolgende Destillation).

	Ep	D _H	C.Z.	J.Z.	H ₂ O	Acetale	Farbe
Kristalle	18,5	7,0	0,1	0,2	0,62	0,6	farblos
Mutter- lauge	7,6	8,3	6,4	1,2	4,8	0,4	gelb

In diesem Zusammenhang wurde auch geprüft, wie sich der
 Gehalt an geringen Mengen Wasser auf den Erstarrungspunkt von
 reinem Butandiol auswirkt:

+) siehe Rückseite

-/-

Durchschlag

Leverkuser hat mit gutem Erfolg unser Butadiol durch
Auskristallisieren gereinigt; Herr Dr. Otto Müller/Dr. Körding
haben den gleichen Effekt durch Ausblasen mit H₂O-Dampf
erreicht.

- 2 -

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. M.

Diol-Abteilung
Analysen des eingesetzten Butandiol-1,4

300000/220

Ep	PH	C.Z.	J.Z.	H ₂ O	Acetale
20°	6,85	0	0,2	0,1	0,5

Erstarrungspunkte von Gemischen mit Wasser

	0,1 % H ₂ O	0,5 % H ₂ O	1 % H ₂ O	2 % H ₂ O	5 % H ₂ O
Ep	19,7	18,9	18	16	10,5

Reinigung durch Behandlung mit Wasserdampf.

In 1,5 kg technisches Butandiol-1,4 von Lu 158 vom 29.6.43 mit den Analysenwerten

Ep	C.Z.
18,1	2,1

wurde Wasserdampf eingeblasen

	Rückstand	Abnahme des Rückstandes	Destillat
nach 1 kg Destillat:	1 453 g	47 g	1 kg
	C.Z. = 1,0		C.Z. = 0,6
	Ep. = 9,7		

für Proben wurden ca. 250 g verbraucht und d.h. nur noch 1203 g zur weiteren Behandlung mit Wasserdampf eingesetzt.

	Rückstand	Abnahme d. Rückstandes	Destillat
nach einem weiteren Kilogramm Destillat (insges. 2 kg)	1 119 g	84 g	1 kg
	C.Z. = 0		C.Z. = 0,2
	Ep. = 11,6		

Nach Wegnahme von ca. 200 g für Analysen wurden 900 g des so mit 2 kg Wasserdampf behandelten technischen Butandiol destilliert

Wasser u. Vorlauf	85 g
Druck 25 mm, Butandiol	803 g
Rückstand	8 g

Diese 803 g Butandiol-1,4 zeigten folgende Analysenwerte:

Ep.	C.Z.
19,3	0

Zur Zeit werden 10.000 kg technisches Butandiol mit Wasserdampf behandelt. Es soll hierbei auch versucht werden die mit dem Wasser übergehenden Aldehyde abzutrennen.

Da die oben erwähnten 803 g Butandiol eine Carbonylzahl von 0 aufwies, wurden 552 g davon unter Durchschleusen

300000227

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

Röhren mit Eis gekühlt und die ausfallenden Kristalle (324 g, Ep = 18,5) nach dem Absaugen durch Destillation vom Wasser befreit und so 189 g reines Butandiol von der Carbonylzahl 0 und einem Ep von 19,7 erhalten. (Ein nochmaliges Kristallisieren brachte keine weitere Erhöhung des Erstarrungspunktes.) Die Mutterlauge (203 g, Ep = 16,2) wurde ebenfalls destilliert.

Vorlauf 106 g
VP-29 = 142° Butandiol 70 g Ep = 19,1

gez. Fests
" Sth

an Herrn Dr. Niemann
" Dr. Steinhofer
" Dr. Müller
" Dr. Jutz

Herrn Dr. Niemann / Herrn Dr. Steinhöfer

I. G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung

2078-31
30/9.03
28/3.43

Empfänger Diol - Abtlg., Lu.

Unser Zettel Laro-Dr. Os/Dü.

Prüfung von Produkten / Glycerinersatz.

Ihr Schreiben vom 19.2.44 Dr.P/Me.

Die uns mit Schreiben vom 6.1. bzw. 19.2.44 übersandten Proben von 4.4'-Dioxydibutyläther haben wir auf ihre Verwendbarkeit als Glycerinaustausch geprüft und dabei folgendes festgestellt:

Beide Proben sind schwach grünlich-gelb gefärbte, etwas viskose Flüssigkeiten mit brenzlichem Geruch. Sie sind in Wasser und Alkoholen beliebig löslich.

Die Flüchtigkeit ist gering, nach 20^h Erhitzen bei 100° verbleibt ein Rückstand von 88,7 %. Die Wasseraufnahme wurde im Vergleich zu Glycerin geprüft, wobei ca. 1 g in ein offenes Wäagegläschen von 5 cm Ø und in einem geschlossenen Exsikator, der unten mit Wasser gefüllt war, eingestellt wurde. Es ergaben sich dabei folgende Werte:

	Zunahme nach		
	24 ^h	48 ^h	72 ^h
4.4'-Dioxydibutyläther	15	30	39,6 %
Glycerin	40,5	80,8	105,5 %

Die Hygroskopizität ist somit wesentlich geringer wie bei Glycerin und beträgt nur ca. 1/3.

Ferner wurde die Verträglichkeit mit wasserlöslichen Bindemitteln, wie Kartoffelmehl, Kasein und Tierleim, geprüft. Dabei zeigte sich, daß die Verträglichkeit mit Kartoffelmehl und Kasein ebenso wie bei Glycerin nur sehr schlecht ist, während zu Tierleim bis zu etwa 20 % zugesetzt werden können, ohne daß der Film trübe wird. Bei Glycerin tritt bei diesem Zusatz schon eine schwache Trübung auf.

Außerdem prüften wir den 4.4'-Dioxydibutyläther noch auf seine Brauchbarkeit für die Veresterung von sauren Harzen, speziell Kolophonium. Dabei zeigte sich, daß selbst bei Zusatz von 40 % (bezogen auf Kolophonium) nach 8 Std. Veresterung bei 210-280° die Säuresahl noch 55,6 betrug. Wurde weitere 2 Std. bei 280° und 2 Std. bei 300° verestert, so ermäßigte sich die Säuresahl auf 50. Das erhaltene Harz hatte einen Erweichungspunkt von 62°C, die Ausbeute betrug 110 % des eingesetzten Glycerins.

Gegenüber Glycerin ist der Ester somit wesentlich weicher und darüber hinaus saurer, so daß er mit basischen Pigmenten nicht verwendet werden kann. Hinzu kommt, daß der Bedarf an 4.4'-Dioxydibutyläther etwa das 2 1/2fache des Glycerins beträgt, so daß das Produkt für Veresterungszwecke wenig interessant erscheint.

Zusammenfassend

ist also festzustellen, daß der 4.4'-Dioxydibutyläther in seiner Hygroskopizität das Glycerin nicht erreicht, mit Tierleim praktisch gleich gut verträglich ist und sich für die Veresterung von Harzen wenig eignet. Zum Weichmachen von Papier, die für Lebensmittelzwecke Verwendung finden können, scheidet er wegen seines Geruches aus; dahingegen dürfte er für Gummi-druckfarben und dergl. wahrscheinlich geeignet sein. Diese Prüfung werden wir bei unserer Lacktechn.Abt. noch veranlassen.

I. G. Ludwigshafen

Coloristische Abteilung

Kontremusterbuch
eingetragen 10. Juli 1941

An Hauptlaboratorium, Lu

Dr. Krzikalla

Dr. Müller

Freigegeben am 20.7.41
30/4.03

Ihre Zeichen
Ihre Nachricht vom
Dr. Dm/E. 6.6.1941

Unsere Nachricht vom
Ihrer Hinsicht

Ihre Zeichen
Ihrer Nachricht vom
Textil-Dr. Le/Ka.d. 9.6.41

Waren Glyzerinersatz 5641

Vorlauf von 1.4-Butandiol

Die Prüfung des obengenannten Glyzerinersatz-Produktes erfolgte in Anlehnung an die früher durchgeführte Prüfung der Nachdrucke von 1.4-Butandiol im Küpenfarbdruck im Vergleich zu Glycinal D, einerseits und in Mischung mit Harnstoff und Wasser im Vergleich zu Glycinal D andererseits vorgenommen.
Zur Prüfung wurden nachstehend genannte Indanthrenfarbstoffe herangezogen:

- Indanthrenbrillantrosa 3B dopp. Teil
- Indanthrendruckrotviolett RR Teil
- Indanthrenbrillantviolett RR dopp. Teil
- Indanthrendruckbraun RR Teil
- Indanthrendruckblau B Suprafix Teil
- Indanthrenblau GCB dopp. Teil
- Indanthrenbrillantgrün B Teil fein kons.
- Indanthrendruckschwarz BL Suprafix Teil

Bei Indanthrenbrillantrosa 3B, Indanthrendruckrotviolett RR, Indanthrendruckblau B erhält man mit dem neuen Produkt gegenüber dem Glyzerin mit der Harnstoff-Mischung auf Baumwolle und Viskosekrepp ein wenig ausgiebigere Drucke als mit Glyzerin bzw. Glycinal D. Bei Indanthrenbrillantviolett RR, Indanthrendruckbraun RR, Indanthrenblau GCB und Indanthrenbrillantgrün B sowie Indanthrendruckschwarz BL werden gegenüber Glyzerin ein wenig schwächere Drucke erhalten. Im Vergleich zu Glycinal D sind die mit der Harnstoff-Mischung hergestellten Drucke ein wenig farbstärker.

Zusammenfassung:

Der Glyzerinersatz 5641 liefert bei 3 von den zur Prüfung herangezogenen 8 Indanthrenfarbstoffen gegenüber Glyzerin und die Harnstoff-Mischung im Vergleich zu Glycinal D ein wenig farbstärkere Drucke.

Bei den restlichen 5 Küpenfarbstoffen erhält man im Vergleich zu Glyzerin ein wenig farbschwächere Drucke. Im Vergleich zu Glycinal D sind die Drucke mit der Harnstoff-Mischung dagegen ein wenig besser.

Man kann also sagen, dass der Glyzerinersatz 5641 nicht als Ersatz für Glyzerin allein in Frage kommt, dass dagegen die Mischung mit Harnstoff und Wasser im Verhältnis 1:2:3 gegenüber Glycinal D, dem zur Zeit in grossen Mengen gebrauchten Glyzerinersatz, gewisse Vorteile ~~verbunden sind~~ aufweist. Wir beabsichtigen daher, der Branche die Harnstoff-Mischung zur Nachprüfung zu bemustern und bitten zu diesem Zweck um Übersendung von weiteren 1000 g Glyzerinersatz 5641.

Restdrucke beiliegend.

Dr. Müller 20. Juli 1941

2078-38
F. G. Ludwigshafen

Coloristische Abteilung

330000230

30/4.03

Hauptlaboratorium, Lu.

Des Zähler
Dr. P/Sch

Des Nachschub von
30.10.42.

Unser Nachschub von

Unser Name

Labk-Dr.

Bezug Abfallprodukt aus der Erdniel-1,4-Desf.

Eigenschaften:

Farbe = dunkelbraun
Geruch = schwach
Konsistenz = sehr schlüssig
Löslichkeit in Wasser ist gut
Löslichkeit in Mineralöl ist schlecht

A) Prüfung als Weichmachungsmitel in Öl

1.) 100 Gwtl. Emulsion aus: }
4 " Prüfprodukt } 100 " Wasser
10 " Wasser

1a) mit Weichmacher 9.

Befund: Prüfprodukt Spur besser als Weichmacher 9.

2.) 100 Gwtl. Harzlösung aus: } 22 Gwtl. Prüfprodukt
4 " Prüfprodukt } 6 " Wasser
10 " Wasser } 72 " Wasser
12 " Wasser
10 " Wasser

2a) Dasselbe mit Weichmacher 9.

Befund: Prüfprodukt brauchbar, aber Weichmacher 9 besser.

3.) 100 Gwtl. Schellacklösung aus: } 20 Gwtl. Prüfprodukt
4 " Prüfprodukt } 75 " Wasser
10 " Wasser } 5 " Borax

3a) Dasselbe mit Weichmacher 9.

Befund: Prüfprodukt brauchbar, aber Weichmacher 9 besser.

4.) 50 Gwtl. Emulsion Nr. 1
50 " Lösung Nr. 3
4 " Prüfprodukt
10 " Wasser

4a) Dasselbe mit Weichmacher 9.

Befund: Prüfprodukt dunkelt die Appreturen ebenfalls
gleich gut.

I. G. Ludwigshafen

Coloristische Abteilung

Empfänger Hauptlaboratorium, Lu.

Unser Zettel

Lack-Dr. Bh./B.

Abfallprodukt aus der Butandiol-1,4-Destillation.

B) Tarnfarbenbindemittel.

Prüfvorschrift.

25 Gwtl. Prüfprodukt
75 " Wasser

Befund: Verhält sich ähnlich wie die Dekolmärke, nur in der Praxis zur genaueren Nachprüfung auf Eigenschaften zu den.

C) Wildleder dressing.

Prüfvorschrift.

300 Gwtl. Glycerin
150 " Alkohol
50 " Lösungsmittel GC
500 " kochend heißes Wasser
6 " Rhodamin B extra
2 " Auramin konz.
16 " Tannin X in Schuppen

Befund: unbrauchbar; Farbstoffe lösen sich schlecht, Lösung zu viskos.

Ergebnis:

Das Präparat ist schlecht löslich in Ölen, Fetten und Wasser. Es ist dieses Produkt nicht zusammen zu verarbeiten. Auch wenn diese Rohstoffe keine Emulgierwirkung, weder für sich selbst oder Verbindung mit Alkalien. Es ist deshalb zur Herstellung jeder Art ungeeignet.

Brauchbar ist es dagegen anstelle von Weichmachungsmit- derappretur und Dressings ~~anstrichmittel~~ (nur ein sehr kleines Gebiet).

ferner könnte es der Praxis zur Prüfung als Tarnfarben- suchsweise angeboten werden. Andere Verwendungsmöglichkeiten für das Produkt in der chemischen-technischen Branche nicht.

mu

2078-34
30/4.03

Am 18.1.1943
Ladungshafen a. Rh.
18.1.1943 Gr.

Kübi- oder Bohrmittel

50%
Das Produkt, das Sie als hochviskosen, hydroxylgruppenhaltigen Körper bezeichnen, wurde für die Verwendung als Bohrmittel geprüft. Die 5%ige wässrige Lösung ergab einen Reibungskoeffizienten von ca. 0,2 (siehe Anlage). Eine weitere Verdünnung auf 1% führte zu einer Erhöhung der Reibungszahl, wirkte sich also im günstigen Sinne aus. Zum Vergleich haben wir eine 10%ige Bohrmittellösung geprüft, die etwas höhere Reibungszahlen zeigte.

Aus dem Grund dieser Untersuchung dürfte eine Verwendung Ihres Produktes als Bohr - Mittel möglich sein.

TECHNISCHER PRÜFSTAND OPPAU

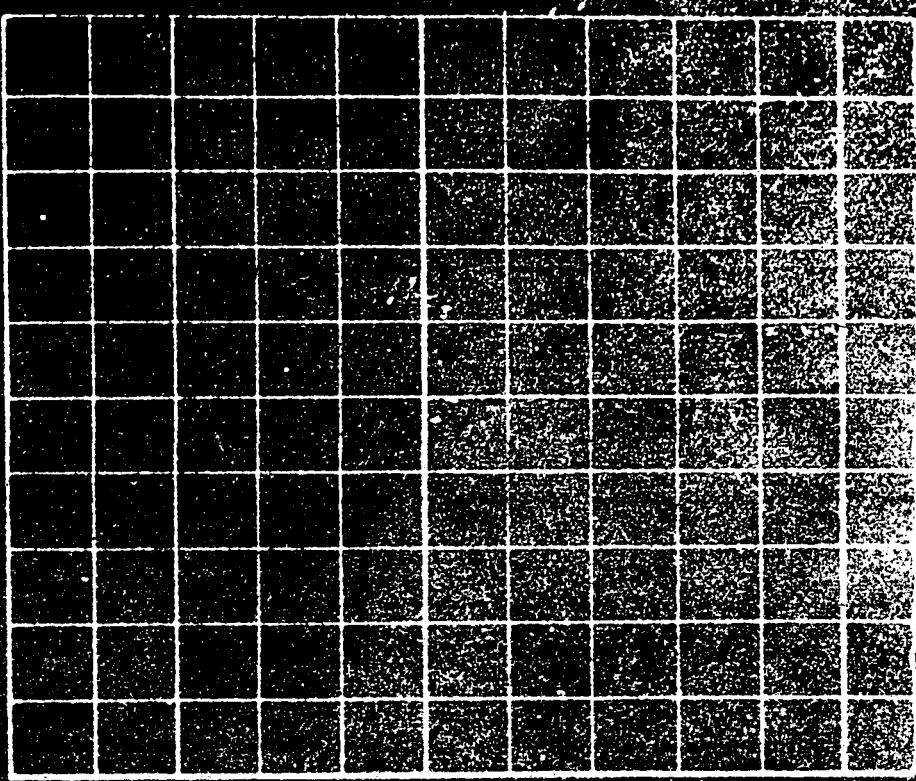
[Handwritten signature]

22 Jan. 1943

Techn. Prüfstand
Oppau

Versuche in der Kettenmaschine

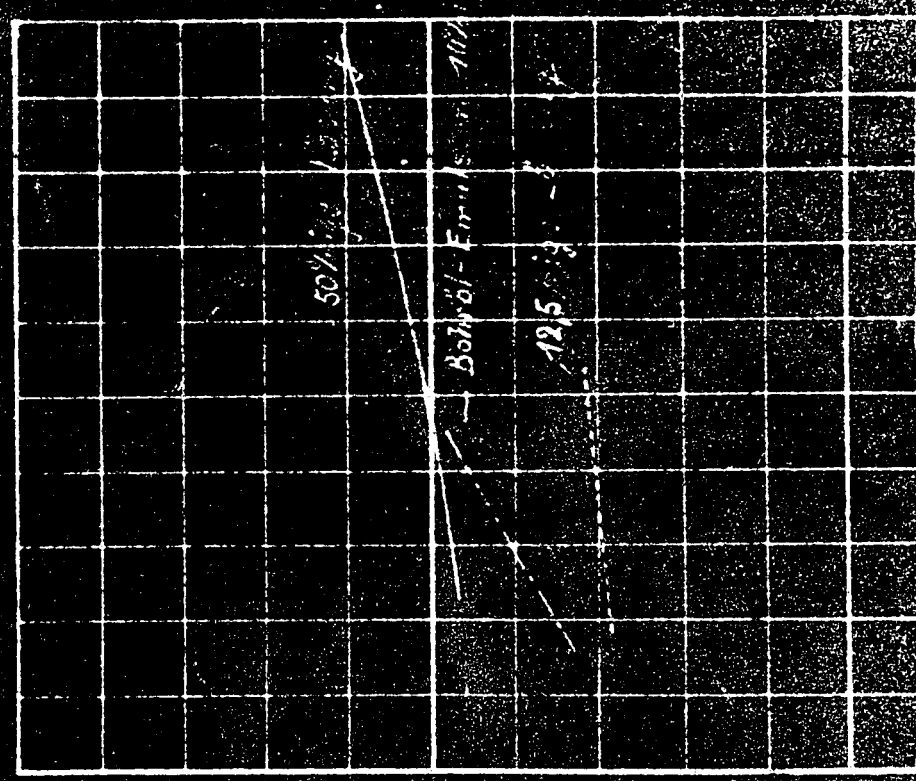
Reibungs-
zahl μ
0.3



0.2

0.1

Reibungs-
zahl μ
0.3



0.2

0.1

0.05
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0.7
0.8
0.9
1.0

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Zum Schreiben an Dr. Pestal v. 18.3.1933

1933

350000234

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Color-Abteilung Kuro

Diolefabrik
Diol-Abteilung

2078-35
30/4.03

Dr. P/He 3.1.44

Weichmacher, Lösungsmittel.

Anbei erhalten Sie ca 1 kg eines neuen Stoffes, den wir durch Destillation aus den Rückständen der Butandiol-Destillation (Lu 158) gewonnen haben.

Für diesen Körper haben wir die Formel eines 4.4'-Dioxydibutyläthers $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ wahrscheinlich gemacht.

Der Stoff siedet bei 7 mm Druck bei 200° und löst sich in Wasser.

Wir bitten Sie, mit der gesendeten Probe, die infolge geringer Verunreinigungen schwach grünlich gefärbt ist, zunächst orientierende Versuche über die Einsatzfähigkeit des Produktes als Weichmacher oder Lösungsmittel zu machen.

Die Acetylverbindung dieses Stoffes geht Ihnen nach Fertigstellung zu.

gez. Pesta

4346-10M-4102
P0267

Anlage, ging Ihnen **Durchschlag**
separat durch Boten zu.

N Ah

360000235

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Color-Abtlg. Kuro
Herrn Dr. Stastny

Diol-Abteilung

2078-36

30/4,03

h

Dr. F/Ks

15. Nov. 1943

Weichmacher für Polyamide.

In den letzten Tagen erhielten Sie einige Proben folgender Ester:

- 1.) Ester aus o-Oxybenzoesäure mit Butandiol-1.4
- 2.) Ester aus o-Oxybenzoesäure mit Butantriol-1.2.4

Entsprechende Verbindungen mit der p-Oxybenzoesäure und der 4-Oxyphthalsäure gehen Ihnen nach Fertigstellung zu.

Ich sende Ihnen die genannten Verbindungen mit der Bitte um Prüfung auf ihre Eignung als Weichmacher für Polyamide.

gez. Pesta

" N

hh

4346-10M-4102
P0267

Durchschlag

NeuerfindungVerfahren zur Gewinnung von 4,4'-Dioxydibutyläther.

Es wurde gefunden, dass man in technisch einfacher Weise 4,4'-Dioxydibutyläther gewinnen kann, wenn man die bei der Destillation von Butandiol-1.4 (aus Acetylen und Formaldehyd) anfallenden Rückstände durch fraktionierte Destillation von flüchtigen Anteilen trennt.

Die aus dem genannten Rückstand gewinnbaren destillierbaren Anteile enthalten ausser 4,4'-Dioxydibutyläther noch Butandiol-1.4 und geringe Mengen verschiedener anderer Verbindungen.

Die fraktionierte Destillation wird zweckmässig unter vermindertem Druck vorgenommen und kontinuierlich gesteuert.

Die im Beispiel genannten 3,2 kg Destillat stellen an sich schon einen wertvolle Veresterungskomponente von Polyalkoholen dar.

Die Fraktion 160-210° kann als hochsiedender Polyalkohol mit Erfolg z.B. als Lösungsmittel, Weichmacher oder als Veresterungskomponente oder zur Herstellung von Polyurethanen für sich oder im Gemisch verwendet werden.

Beispiel:

Aus 26 kg Rückstand der Destillation von Butandiol-1.4 werden bei einem Druck von 7-11 mm und einer Temperatur von 80-210° 3,2 kg Destillat erhalten.

Diese 3,2 kg werden einer fraktionierten Destillation unterworfen, wobei im wesentlichen Vorlauf, 1.4-Butandiol und Rückstand abgetrennt werden.

6-7 mm	40-110°	378 g	
7-10 mm	110-160°	1276 g	(enthalt Butandiol-1.4)
10-11 mm	160-210°	1134 g	

Rückstand 342 g (löslich in Wasser und Methanol)

Die Fraktion 160-210° besteht fast ausschliesslich aus 4,4'-Dioxydibutyläther.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von 4,4'-Dioxydibutyläther aus den Rückständen der Butandiol-1.4-Destillation, dadurch gekennzeichnet, dass man aus den genannten Rückständen durch Destillation die noch flüchtigen Anteile abtrennt und aus diesem Destillat durch Fraktionieren den 4,4'-Dioxydibutyläther gewinnt.

35000237

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Diol-Abteilung

2078-38

Color. Abteilung Kuro
Herrn Dr. Stastny

3014.03

Dr. P/He

2. März 44

Neuartiges Polyurethan.

Sie erhielten heute zur Ausführung von orientierenden Versuchen
ca. 700 g eines Polyurethans,

das aus den bei 190-210° bei 11 mm Druck siedenden Anteilen der
destillierbaren Produkte des Rückstandes der Butandiol 1,4-Destil-
lation (Lu 158, Q-Kolonne) und Hexamethylen-diisocyanat hergestellt
wurde. Die genannte Fraktion (190-210°) besteht größtenteils aus
4,4'-Dioxydibutyläther.

Das Produkt ist bezeichnet mit
Versuch 2652.

gez. Pesta

N *Mh*

Durchschlag

390000238
Diol-Abteilung

390000238
Indwighamfen/Rhein, den 2. März 44
Dr. P./Es

Herstellung von Polyurethanan aus den Rückständen der
Destillation von 1,4-Butandiol,

2078-39
30/4.03

Es wurde gefunden, daß man aus den destillierbaren Anteilen des bei der Destillation von Butandiol 1,4 (aus Formaldehyd und Acetylen) anfallenden Rückstandes Polyurethane mit technisch wertvollen Eigenschaften herstellen kann. Je nach den bei der Herstellung eingehaltenen Temperaturen kann man weiche oder feste Produkte erhalten. Man kann hierzu auch Mischungen mit anderen Polyalkoholen verwenden.

Die Herstellung erfolgt mit oder ohne Anwendung eines Lösungsmittels.

Man kann die gesamten destillierbaren Anteile des genannten Rückstandes oder einzelnen Fraktionen verwenden.

Je nach den Eigenschaften der gewonnenen Produkte können dieselben als Weichmacher, Harze oder Kunststoffe verwendet werden.

Beispiel 1:

26 kg Rückstand der Destillation von Butandiol-1,4 gibt bei der Destillation bei 9 - 11 mm Druck zwischen 80 und 210° 3,2 kg Destillat.

In ein Gemisch von 1000 Teilen Xylol und 456 Teilen der Fraktion 190-210°/11mm der oben genannten Destillation werden bei 130° im Laufe von 2 Stunden 504 Teile 1,6-Hexamethyldiisocyanat eingetropft. Hierauf wird noch 20 Minuten bei 130° gerührt und anschließend das eingeschlossene Lösungsmittel auf der Walze bei 130° entfernt.

Die so gewonnene körnige Masse ist z.B. in Aceton, Methanol, Essigester unlöslich. Sie kann bei 165° zu Platten verpreßt werden, die eine hohe Zerreißfestigkeit aufweisen.

Beispiel 2:

Zu 32,4 Teilen der in Beispiel 1 genannten Fraktion von 190-210°/11mm wird bei 100° innerhalb 35 Minuten 33,6 Teile 1,6-Hexamethyldiisocyanat zugegeben.

Hierauf wird 5 Stunden bei 100° und 4 Stunden bei 115-120° gerührt. Das erhaltene Produkt ist weich und löslich in Methanol. Es zeigt folgende analytische Daten:

C = 58,39, H = 8,55, N = 3,00.

Beispiel 3:

Ein Gemisch von 15 Teilen 1,6-Hexamethyldiisocyanat und 16,2 Teilen der in Beispiel 1 genannten Fraktion 190-210°/11mm werden 5 Stunden bei 100° verrührt. Das erhaltene Polyurethan zeigt ein Molekulargewicht von 3265.

I. G. Ludwigshafen

2078-40

~~Color.Abtteilung~~
Herrn Dr. Stastny

30/4.03

400000040

Dr. P/fr. den 6.3.44

Polyurethan aus Butandiolrückständen.
Prüfung von Produkten.

Anbei erhalten Sie ein Polyurethan, hergestellt aus Hexamethylen und destillierbaren Anteilen des Rückstandes der Butandiol-1.4-Destillation (Fraktion 190-210° / 11 mm), das in Methanol leicht löslich ist. Das Produkt ist bei Zimmertemperatur honigartig und fadenziehend.

Die Probe ist bezeichnet mit 2656a.

Anlage.

separat durch Boten.

gez. Pesta

Durchschlag

4346-10M 4102 P 0207

I. G. Ludwigshafen

2078-40

~~Color.Abtteilung~~
Herrn Dr. Jordan

30/4.03

400000041

Dr. P/fr. den 6.3.44

Polyurethan aus den Rückständen der Butandiol-1.4-Destillation. / Prüfung von Produkten.

Anbei erhalten Sie eine Probe (ca. 500 g) eines Polyurethans, hergestellt aus Hexamethylenisocyanat und der Fraktion 190-210°/11 mm der destillierbaren Anteile des Rückstandes der Butandiol-1.4-Destillation (im wesentlichen 4.4'-Dioxydibutyläther).

Das Produkt ist zähflüssig und fadenziehend. Es löst sich in Methanol.

Die Probe ist bezeichnet mit 2656b.

Anlage.

separat durch Boten.

gez. Pesta

Durchschlag

4346-10M 4102 P 0207

*Rückstand
Bismut*
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

~~Dialfabrik~~
Diol-Abteilung

2078-40

30/4.03

Color. Abteilung Kure
Herrn Dr. Stastny

400000242

Dr. B/Me

10. März 44

Prüfung von Polyurethanan.

Zur Ausführung von orientierenden Versuchen erhielten Sie heute Proben von zwei Polyurethanan:

- 1.) Probe 2657, hergestellt aus den gesamten destillierbaren Anteilen des Rückstandes der 1.4-Butandioldestillation und 1.6-Hexamethylen-diisocyanat.
- 2.) Probe 2658, hergestellt unter Verwendung der Fraktion 190 - 200°/11 mm der destillierbaren Anteile des Rückstandes der 1.4-Butandioldestillation und einem Gemisch von Desmodur T und H.

gez. Pesta

" N gez. Sth

Proben separat!

4346-10M-4102
0267

Durchschlag

Herstellung von Polyurethanan aus den Rückständen der

Destillation von 1,4-Butandiol

2078-39
30/4.03

Es wurde gefunden, daß man aus den destillierbaren Anteilen des bei der Destillation von Butandiol 1,4 (aus Formaldehyd und Acetylen) anfallenden Rückstandes Polyurethane mit technisch wertvollen Eigenschaften herstellen kann. Je nach den bei der Herstellung eingehaltenen Temperaturen kann man weiche oder feste Produkte erhalten. Man kann hierzu auch Mischungen mit anderen Polyalkoholen verwenden.

Die Herstellung erfolgt mit oder ohne Anwendung eines Lösungsmittels.

Man kann die gesamten destillierbaren Anteile des genannten Rückstandes oder einzelnen Fraktionen verwenden.

Je nach den Eigenschaften der gewonnenen Produkte können dieselben als Weichmacher, Harze oder Kunststoffe verwendet werden.

Beispiel 1:

26 kg Rückstand der Destillation von Butandiol-1,4 gibt bei der Destillation bei 9 - 11 mm Druck zwischen 80 und 210° 3,2 kg Destillat.

In ein Gemisch von 1000 Teilen Xylol und 486 Teilen der Fraktion 190-210°/11mm der oben genannten Destillation werden bei 130° in Laufe von 2 Stunden 504 Teile 1,6-Hexamethyldiisocyanat eingetropt. Hierauf wird nach 20 Minuten bei 130° gerührt und anschließend das eingeschlossene Lösungsmittel auf der Walze bei 130° entfernt.

Die so gewonnene krümelige Masse ist z.B. in Aceton, Methanol, Essigester unlöslich. Sie kann bei 185° zu Platten verpreßt werden, die eine hohe Zerreißfestigkeit aufweisen.

Beispiel 2:

Zu 32,4 Teilen der in Beispiel 1 genannten Fraktion von 190-210°/11mm wird bei 100° innerhalb 35 Minuten 33,6 Teile 1,6-Hexamethyldiisocyanat zugetropt.

Hierauf wird 5 Stunden bei 100° und 4 Stunden bei 115-120° gerührt. Das erhaltene Produkt ist weich und löslich in Methanol. Es zeigt folgende analytische Daten:

C = 58,79, H = 8,55, N = 8,80.

Beispiel 3:

Ein Gemisch von 15 Teilen 1,6-Hexamethyldiisocyanat und 16,2 Teilen der in Beispiel 1 genannten Fraktion 190-210°/11mm werden 5 Stunden bei 100° verrührt. Das erhaltene Polyurethan zeigt ein Molekulargewicht von 3265.

390000368

39000039

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung der destillierten Anteile des Rückstandes der 1,4-Dioxan-Destillation.

alisan

Fe

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Coloristische Abteilung

Hauptlaboratorium Lu.

§ H/Hr. Ir. Ambros, Lu
§ Iiol-Abteilung Lu ✓

Herrn Dr. Niemann

Herrn Dr. Steinbock

2078-41

20/4.03

Dr. Krz/Be.

15.5.44

3949

Laro-Lr. Gm/Lu.

6. April 1944

Verwertung der 1.4-Butandiolrückstände.

Vir haben die uns übersandten Produkte einer orientierenden Prüfung unterzogen und folgende festgestellt:

Der harzartige klingharte Rückstand (J.2135/172b I) lässt sich noch 70 % in Wasser lösen und bildet dann eine sähflüssige, sirupartige Masse, die unseres Erachtens noch als Kernbindemittel brauchbar ist. Als Glycerinersatz hingegen erscheint uns das Produkt ungeeignet.

Das weiterhin übersandte Butadienöl (J.2135/172a I) ist ein dunkelgefärbtes Öl, das in Wasser leicht löslich ist. Es ist noch ziemlich hygroskopisch und nimmt

nach 7 Stunden	4 %
" 24 "	14 %
" 48 "	24 % Wasser

auf. Die Hygroskopizität ist demnach wesentlich geringer als bei Glycerin, jedoch reicht sie für viele Zwecke noch aus. Für die Veresterung von Glycerin hingegen ist dieses Produkt ungeeignet, da man nur sehr weiche Harzester erhält und selbst nach 9-stündiger Veresterung bei Temperaturen bis zu 290° eine Säurezahl von 24 erzielt. Dabei ist der Verbrauch etwa dreimal so hoch wie bei Glycerin.

1944

1000000

Durchschlag

A K T E N N O T I Z .

Prüfung von 4.4'-Dioxydibutyläther als Glycerin-Austauschprodukt in Stempelfarben, Walzenmassen, sowie für Gummidruckfarben.

(Schr.d.Laro-Abtlg., Lu. v. 28.3.1944. Dr.Os/Dü.)

Es handelt sich um eine gelbliche, geringviskose Flüssigkeit, die sich mit Wasser in jedem Verhältnis mischt.

Geruch etwas stechend, jedoch für die evtl. in Frage kommenden Verwendungszwecke nicht störend.

Für die Herstellung von Gelatine, Walzenmassen kommt das Produkt infolge ungenügender Wasserlöslichkeit und nicht genügender Verträglichkeit mit Gelatine nicht in Frage. Für Stempelfarben ist die Löslichkeit von Farbstoffen genügend. Außerdem genügt das Produkt bezüglich Nichtaustrocknens der Stempelkissen nicht all zu hoch gestellten Ansprüchen. Gegenüber Glycerin schlägt das Produkt wesentlich stärker durch, bietet also für die Herstellung von Stempelfarben nur ein bedingtes Interesse. Für die Herstellung von Gummidruckfarben ist die Löslichkeit, sowie die Verträglichkeit mit Farbstoffen genügend. Bei langem Stehen zeigen sich keine Ausfällerscheinungen von Farbstoffen bzw. Tannin. Geprüft wurde das Produkt in einer Farbe, die mit Methylviolett N Blau hergestellt wurde, und zwar wurde die Farbe sowohl als reines Sprit also auch als Sprit-Wasserfarbe geprüft. Die Wasserlöslichkeit genügt in diesem Falle den dort zu stellenden Anforderungen.

Verfahren:

1.)	24	G.Fl.	Methylviolett N blau
	60	"	Glycerin
	120	"	Alkohol den.
	24	"	Tannin
	120	"	Alkohol den.
2.)	60	"	wie 1.) aber mit 4.4'-Dioxydibutyläther
3.)	24	"	Methylviolett N Blau
	60	"	Glycerin
	120	"	Alkohol den.
	24	"	Tannin
	120	"	Wasser
4.)	60	"	wie 3.) aber mit 4.4'-Dioxydibutyläther.

Zusammenfassung:

4.4'-Dioxydibutyläther kann in der vorliegenden Form für die Herstellung von Gummidruckfarben Verwendung finden. Für die Herstellung von Walzenmassen bietet er kein Interesse. Für Stempelfarben besteht nur bedingtes Interesse.

Ø Laro-Abtlg., Lu.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Diol-Abteilung

Inhalt B

2078-43

30/4.03

Direktionsabteilung T

450000245

Dr. MB/Ke

19. Mai 1944

Ammoniumchlorid für Alkylin (Kernbindemittel)

Die Butandiol-Destillation in Lu 158 gibt neuerdings ihren, beim 1.4-Butandiol anfallenden Destillationsrückstand als Kernbindemittel ab. Wie uns Kalle & Co mitteilt, handelt es sich bei dem Kernbindemittel, dem bei der Verwendung 10 % Ammoniumchlorid zugesetzt werden müssen, um ein besonders hochwertiges Produkt, das in Giessereien eingesetzt wird, die z.B. Güsse für Panzerwagen ausführen.

Infolge des dringenden Bedarfs an Alkylin wird sich in den nächsten Wochen die Produktion soweit steigern, dass mit einem Verbrauch von 10 Tons Ammoniumchlorid (roh) zu rechnen ist. Wir bitten, diese Menge bei der Reichsstelle für Chemie zu beantragen.

gez. Möller

ll N. gez. Möller

Durchschlag

50000246

(B) Plant Design for Butanediol
and Butyne Diol Manufacture

2078

30/4.03

Ludwigshafen

Destillation						
	Kol. 1	Kol. 2	Kol. 3	Vorlauf	Kol. 4	Kol. 5
Verdampfer:						
zuzuführende Wärme	306 000	4 800 000	1 200 000	406 000	1 140 000	71 5000
Fläche m ²	2 x 20 m ²	2 x 200	2 x 300	2 x 20	2 x 130	2 x 40
Dampftemp.	127	127	200	200	230	200
Produkttemp.	100	112	150	175	190	135
Wärme d.z. K	570	570	250	380	380	120
in Klammern bezogen auf m ²	20	400	100	40	150	40
Schleusen K	650-1350	-	300-500	400-600	400-600	-
Dampfverbrauch t/h	0,7 (2,5)	10,8(2,5)	3,1(16)	1,1(16)	3,0(16)	0,2(16)
Kondensatoren:						
abzuführende Wärme	306 000	-	1 200 000	337 000	1 000 000	60 000
Fläche in m ²	20	-	150	20	100	40
Wärme d.z. K	230	-	400	230	230	16
Schle: K	230-370	-	1500-3000	100-250	100-250	-
Nährwasserverbrauch	15	-	60	17	50	3

2078-44
 20/4/03

440000247

Destillation						
	Kol. 1	Kol. 2	Kol. 3	Vorlauf	Kol. 4	Kol. 5
	Butanol	1. Wasser	2. W.	Kol.	Reinbut.	W.
Gas-Geschwindigkeiten für 30 000 Benz						
Kopf der Kolonne	0,13(0,5)	1(0,1)	2,7(0,3)	2,3(15)	3,6	1,5
	0,17(1)	1,1				
berechnet nach NACH	0,55	0,7	2,0	1,5	2,1	4,5
" " KIRSCHBAUM	0,75	1,0	2,6	1,8	2,9	3,5
nach Schko. Versuch	1,00	1,0	2,5	3,0	3,0	-
Blase der Kolonne			2,0	1,2	0,8	0,25
berechnet nach NACH			2,0	1,1	1,1	1,9
" " KIRSCHBAUM			2,2	1,35	1,35	2,1
nach Schko. Versuch			1,7	1,7	1,7	-
Durchmesser	1200	2200	1800	1200	3000	2200
Fläche m ²	1,13	3,8	2,54	1,13	7,07	2,54
Bodenzahl	20	10	32	35	30	10
Bodenabstand	360	409	6,227	8,07	5,027	4,07
Druck Kopf	1,08	1,08	0,19	0,19	0,167	0,05
Temp. Kopf	92	100	50	148	128	118
Blase	70	12	150	175	180	135

440000248

Für 100 kg eind. Stoffe:

440000249

	Cl ₂ 98%	C ₂ H ₂ kg 96% dsm	C ₂ H ₂ kg	Buta. 93%	Butan. roh 98%	Butan. rein 91%	Tetra.	Buta- dien	Bum
Cl ₂	100	235,8	235,8	74,22	76,3	77,8	97,3	139,5	111,6
C ₂ H ₂ kg	42,5	100	108,9	31,48	32,35	33,0	41,3	59,1	47,2
C ₂ H ₂ dsm 15°/760 mm	38,9	91,8	100	28,90	29,89	30,3	37,88	54,3	43,4
Butandiol	134,7	317,5	316	100	102,75	104,8	131,0	187,89	150,3
H ₂ m ³ 99%	88,5	208,6	227,3	65,7	67,51	68,9	85,1	123,6	98,8
Butan. roh	131,0	309,1	336,8	97,3	100	102,04	127,6	182,87	146,2
Butan. rein	128,5	303,0	330,0	95,4	98,0	100	—	179,21	143,3
Tetra	102,7	242,3	263,9	76,3	78,4	—	100	143,37	114,6
Butadien	71,6	169,2	182,3	53,2	54,8	55,8	69,7	100	80
Bum	89,6	211,4	230,2	66,5	68,3	69,7	87,1	125	100

Aus 100 kg entstehen:

Für 100 kg eind. Stoffe:

440000250

	Cl ₂ 98%	C ₂ H ₂ kg 98%	C ₂ H ₂ kg	Butandiol 92%	Butan. roh 96%	Butan. rein 90%	Buta- dien	Bum
Cl ₂	100	216,0	235,1	77,5	80,6	83,8	155,0	124,0
C ₂ H ₂ kg	46,3	100	108,9	35,9	37,3	38,8	71,8	57,4
C ₂ H ₂ kg m ³ (15°/760 mm)	42,5	91,8	100	32,96	34,2	35,6	65,9	52,7
Butandiol	129,0	278,5	303,4	100	103,8	107,9	199,6	159,7
H ₂ m ³ 90%	88,5	191,0	208,1	68,6	71,2	74,08	136,5	109,2
Butandiol roh	123,9	268,0	292,4	96,3	100	104,1	192,6	154,0
Butandiol rein	119,3	257,7	280,9	92,7	98,0	100	185,1	148,0
Butadien	64,5	139,2	151,7	50,1	51,9	54,0	100	80,0
Bum	80,6	178,0	189,6	62,6	64,9	67,5	125	100

Aus 100 kg entstehen:

440000251

Anzahl %	Brot kg	Brot kg	Brot kg	Brot kg	Brot kg	Brot kg	Brot kg
100	100	60,0	75,0	100	166,7	100	208,3
95	•	57,0	71,3	•	175,5	•	220,4
94	•	56,4	70,5	•	177,3	•	221,6
93	•	55,8	69,7	•	179,2	•	224
92	•	55,2	69,0	•	181,2	•	226,2
91	•	54,6	68,4	•	183,5	•	229,4
90	•	54,0	67,5	•	185,2	•	231,3
89	•	53,4	66,7	•	187,5	•	234,4
88	•	52,8	66,0	•	189,5	•	236,9
87	•	52,2	65,3	•	191,6	•	239,4
86	•	51,6	64,5	•	193,9	•	242,4
85	•	51,0	63,6	•	196,2	•	245,6
84	•	50,4	63,0	•	198,5	•	248,1
83	•	49,8	62,4	•	200,8	•	250,2
82	•	49,2	61,4	•	203,4	•	253,3
81	•	48,6	60,7	•	205,9	•	257,2
80	•	48,0	60,0	•	209,3	•	261,6

	Fläche qm	13,6 g Brot pro 1 Kontakt pro h Wärmemenge	pro h K
Brot-Verheizer	50	578 000	110
Brot-Verdampfer	42	104 000	50
Tetra-Verdampfer	25	414 000	414
Wärmetauscher	405	220 000	15
Dampf-Verheizer	140	74 000	11
Elektr. Gas-Verheizer	80	100 200	18
Brotbackofen	200	127 000	45
100 % Q Wärme			

440000252

Brotback
Ofenbau

Butadien/
~~ampf-Verfahren des alten Kondensationsverfahrens~~ *Ofenbau*

1. Butadien-Dampf (von Butadiol)		
Furne-Verdampfer	8,45	to/h
2. 2,5 atü-Dampf		
Zweite-Dampf	3,60	"
Furne-Verdampfer	0,14	"
	3,74	to/h
3. 16 atü Dampf		
Butadi-Verheizer	0,70	to/h
4. 80 atü Dampf		
Butadi-Verdampfer	3,30	"
Ofen	3,00	"
	6,30	to/h
5. 100 atü Dampf		
13,6 g Bu/l/Dampf-Verheizer	2,60	"
20,0 g Bu/l/h	3,7	"

410000253

Kondensatorerwärmung (Rückgewinnung)

1. 16 atü Dampf	0,70	to/h
2. 2,5 atü Dampf	2,14	"
3. 6,0 to Hochdruck-Kondensat geht an Kesselhaus zurück		
Verdichtung: 0,37 RM		

Gaszulaufverbrauch

Lu-153

	Butadiol	P ₁ -Kol. Druck	P ₂ -Kol. Vakuum	Methanol Dest.	Vorw.-Abbau Spalte	Zusammen in t
10-Dampf 22 atü	-	-	-	-	-	1
10-Dampf 14 atü	6	6,5	7	-	-	21,5
10-Dampf 2,5 atü	14	-	-	-	2,5	19
Kesselhaus-Eingang	360	166	150	12	28	588
Kesselhaus-Abgang	200	150	150	12	28	78
Abwasser	180	16	-	-	-	178

Butadien/Dampf

Dampf/Kessel

Eff. Dampfverbrauch

1. Brücken-Dampf	8,45 t/h
2. 2,5 atü	1,60 "
3. 100 atü	8,90 "
(10,0 t/h bei 20 g But./l Kond./h)	

Elektr. Energie für Vorwärmer 1300 kWh

Dampfdr. ohne einen Kondensationsstrom

1. Brücken-Dampf (1. Brücken-Dampf)	Furnrohrwärmer	8,45 t/h
2. 2,5 atü Dampf	Zusteh-Dampf	3,60 "
	Furnrohrwärmer	0,45 "
3. 16 atü Dampf	Substanzwärmer	0,30 "
4. 80 atü Dampf	Substanzwärmer	3,30 "
	Ofen	3,00 "
		<hr/>
		8,41
5. 100 atü Dampf	13,6 g But./h Dampfverhölzer	2,60 "
	(20,0 g " ")	3,30 "

440000255

Kondensatorverteilung (Brücken-Dampf)

1. 16 atü Dampf	0,30 "
2. 2,5 atü Dampf	2,95 "
3. 6,0 to Hochdruckkondensat geht an Reservoir zurück	
Vergütung:	0,37 kWh

Butadien / Ofenbau
Energie

Effektive Dampfverbräuche

1. Brücken-Dampf	8,45 t/h
2. 2,5 atü	1,60 "
3. 100 atü	8,90 "
(10,0 t/h bei 20 g But. / l Kond. / h)	

Elektr. Energie

für Vorwärmer 1300 kWh

440000256

Zielherprodukte

440000257

Rohprodukte

	pro Stunde (720 Std t Mo)	(667 t Mo.)	pro Monat	für 100 kg
I. Butandiol 100%ig	5,215 t	5,63 t	3 756 t	
WAS 1 kg Lsg. 35,5				
ClO ₂ 100 %ig	3,83	4,13	2 760	73 kg
KOH	0,015	0,016	11	0,29 kg
-0,1 % d. B.Lsg.				
Carboparaffin	0,045	0,048	32,5	0,86 kg
0,3 % d. Lsg.				
Natriumbicarb.	0,0059	0,0064	4,3	0,11 kg
0,04 % auf ClO ₂				
Kontakt	0,09 m ³	0,15	70 m ³	1,8 m ³
II. Butandiol zsh.	5,0 t	5,4 t	3 656 t	
Wasserdampf	3 433 m ³	3 706	2 472 000 m ³	67 674 m ³
Kontakt	0,020	0,022	15 m ³	0,41 m ³
III. Butadien	32,74 t	3,00	2 000 t	
KOH fest	0,020	0,022	15 m ³	0,75 kg
0,3 Pf. KOH für 1 kg Butadien				
Kontakt	0,31	0,33	225 m ³	11,2

Anfahrspitzen, die zusätzlich bereitstehen müssen zum Anfahren

Kontakt	Butandiol	98 cbm
	Butandiol	25 cbm
	Butadien	110 cbm

Stufe	Nr	cbm	Auskleidung	Bezeichnung	Pumpen	Bemerkungen
4	180	15	Oppanel	Bisulfit	3	25
					3	25
4	183	15	-	Kali-Lauge	3	25

440000258

Tanklager

Stufe	Nr	cm	Ankleidung	Bezeichnung	Pumpen	Bemerkungen
1	80	50	gummiert n. Vorm.	Propargyl-Alk.	30	20
					30	20
1	85	30	Oppanel	Lösung v. Ausgas- kal. 2	4	30
					4	30
1	90	30	Vinidur	Reinmethanol	4	40
440000259						
2	126	50	Vinidur	alk. Lösung	10	40
					10	40
3a	131	50	"	Butanol	10	15
3b	139	50	"	Butandiol Rückst.	10	40
					3	40
3a	144	30	"	Rückstand	10	15
3a	145	30	"	Reinmethanol	10	15
3a	134	50	"	Rü - Butol	10	40
					3	40
4	148	100	"	Reinbutandiol	10	40
4	149	100	"	"	10	40
3	154	100	Oppanel n. Vorm.	Butandiol wafattert	15	40
					15	40

Tanklager

Stufe	Nr	cm	Ankleidung	Bezeichnung	Pumpen	Bemerkungen
					l = cm/h	H
1	108	200	Opp. n. Vorm.	Butindiol neutr.	25	40
1	109	200	"	Butindiol	25	40
					25	40
2	116	200	Vinidur	Reinbutandiol	25	40
					25	40
3	117	200	Opp. n. Vorm.	Butandiol alkoholfrei	20	100
					20	100
1	51	8	Gummi	Mischbehälter	-	-
1	50	8	"	"	45	35
					35	30
					35	30
1	62	100	"	Reservetank	5,5	10
1	70	100	gummiert n. Vorm.	Anfahrstank	5,5	10
1	65	100	"	Butindiol entgast	35	70
					35	70
1	75	50	"	Zwischenlösung	35	30
					35	30
					45	35

440000250

(Netzstrom)

Tanklager

Stufe	Nr	ctn	Anschaffung	Bestandorten	Platz	Barwert
4	159	100	-	Tetrahydrofuran	8	35
4	160	100	-	"	8	35
4	166	50	-	Kreislauf Tetra	28	35
4	167	50	-	"	28	35
4	168	30	-	"	28	35
4	165	30	-	Schäl	1,5	15
4	168	30	-	80 - 01	10	15
3a	165	30	-	80 - von Furan	10	10
4	274	50	-	"	15	20
440000261						
4	169	50	-	Reinbottlen	30	42
4	169	50	-	"	30	42
4	170	50	-	"	30	42
4	171	50	-	"	30	42
4	263	50	-	"	30	42
4	178	60	-	Kompressor	15	45

Taschlager

Handbuch der Hilfs-Richtlinien für Erzeugnisse 20 000 k und/oder

1. Abschleppanlage
 Preis ohne Montage $100 \cdot 100 \cdot 0,175 = 17,50$
 (Anschaffung)
 Strom 50 kWh $45 \cdot 0,02 = 0,90$
 Brutto 1 ct/h $2,5$
 Kältemittel 2°C $270 \cdot 0,08 = 21,60$
22,00
 22,00/50kWh

2. Dampfheizanlage
 Preis ohne Montage $100 \cdot 40 \cdot 0,15 = 6,00$
 (Anschaffung)
 Strom 50 kWh $45 \cdot 0,02 = 0,90$
 Brutto 1 ct/h $6,7$
 Kältemittel 2°C $200 \cdot 0,08 = 16,00$
 2,5 ct/h Dampf $10 \cdot 3,00 = 3,00$
25,90
 25,90/50kWh

3. Kompressoranlage
 siehe Schätzung
 Preis ohne Montage $100 \cdot 100 \cdot 0,16 = 16,00$
 Strom 50 kWh $45 \cdot 0,02 = 0,90$
 Kältemittel 2°C $200 \cdot 0,08 = 16,00$
 0,2 ct/h Dampf $2,00$
34,90
 34,90/50kWh

440000262

Destillation

Dampfverbrauch: 2,5 abh 11,5 to
16 " 7,5 "

Rückstand:
zurückgewonnen 7,6 "
davon im eigenen Betr. 2,0 "
zur Versäuerung verbraucht 5,4 "
Abziehen

Kühlwasserverbrauch: 146 abh

4 10000263

Fig. 22 in Handbuch der Physik

Anteil	kg CO ₂	kg C ₂ H ₂	m ³ CO ₂ 20°/760	m ³ C ₂ H ₂ 15°/760
90	65,8	34,2	28,21	27,38
88	71,2	28,8	28,78	28,08
87	71,8	28,2	28,88	28,03
86	72,7	27,3	28,98	28,08
85	73,4	26,6	29,08	28,18
84	74,3	25,7	29,18	28,28
83	75,0	25,0	29,28	28,38
82	75,8	24,2	29,38	28,48
81	76,6	23,4	29,48	28,58
80	77,5	22,5	29,58	28,68
79	78,4	21,6	29,68	28,78
78	79,3	20,7	29,78	28,88
77	80,2	19,8	29,88	28,98
76	81,1	18,9	29,98	29,08
75	82,1	18,0	30,08	29,18
74	83,0	17,1	30,18	29,28
73	84,0	16,2	30,28	29,38
72	85,0	15,3	30,38	29,48
71	86,0	14,4	30,48	29,58
70	87,5	13,5	30,58	29,68
69	88,3	12,7	30,68	29,78
68	89,4	11,6	30,78	29,88
67	90,6	10,4	30,88	29,98
66	91,8	9,2	30,98	30,08
65	93,0	8,0	31,08	30,18
64	94,5	6,5	31,18	30,28
63	96,2	3,8	31,28	30,38
62	98,1	1,9	31,38	30,48

440000264

Umrechnung Von kg in m³:

- 1 kg C₂H₂ = 0,923 m³ (100 %ig, bei 20°/760 mm)
- 1 kg " = 0,932 m³ (99 %ig " ")
- 1 kg " = 0,938 m³ (" " " 15°/760 mm)
- 1 m³ " = 1,083 kg (100 %ig " 20°/760 mm)
- 1 m³ " = 1,072 kg (99 " " ")
- 1 m³ " = 1,069 kg (" " " 15°/760 mm)

440000265

Aus 100 m³ C₂H₂ können gemischt werden:

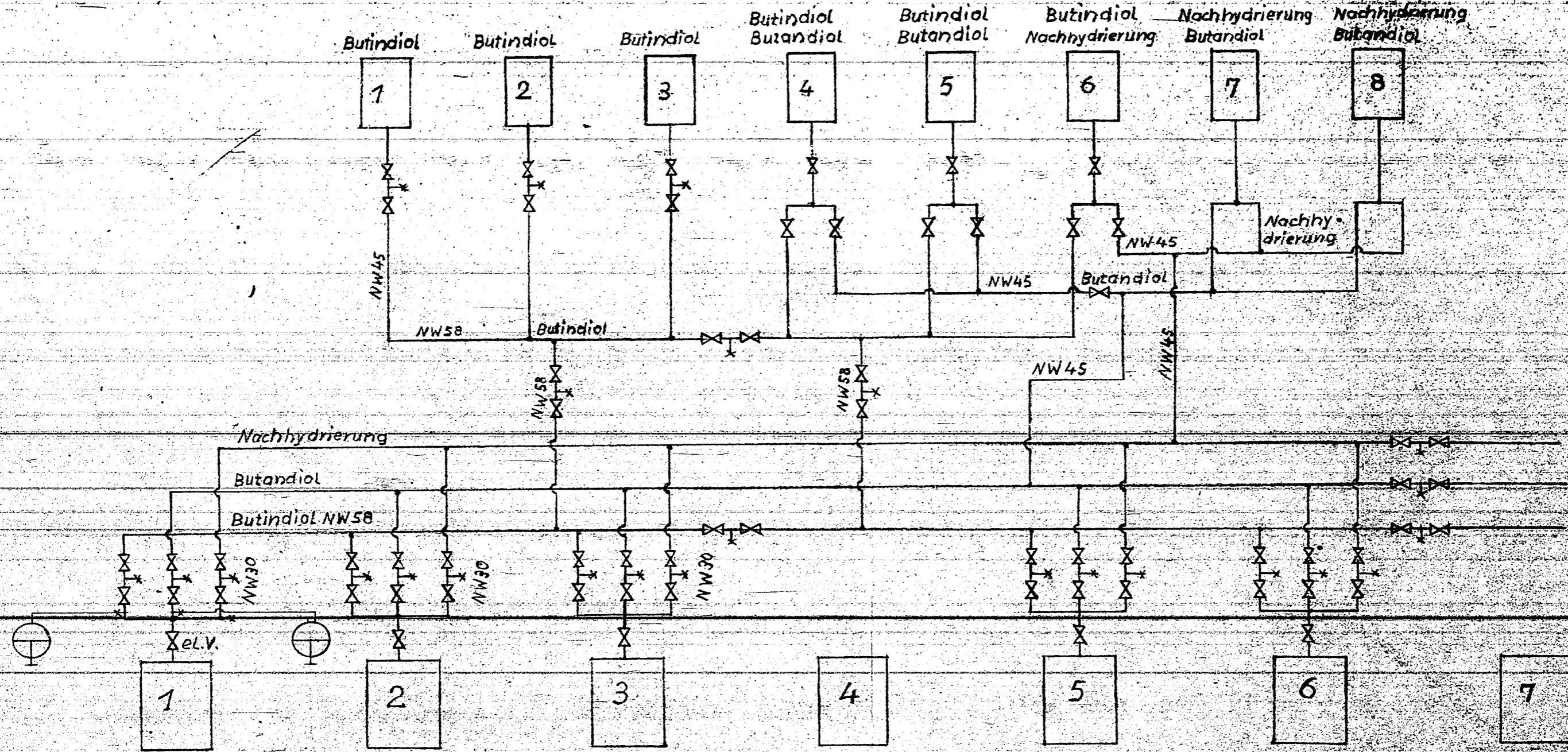
Ausbeute	Formaldehydverbrauch			Butin kg	Butadien 93% Benz kg		Butadien 94% Benz kg	
	9%	9%	8%		kg	kg	kg	kg
100	267,9	276,8	285,3	350,8	191,7	238,3	180,4	226,4
96	255,6	260,1	264,7	344,9	185,9	228,8	172,3	217,2
95	252,8	263,5	260,1	341,8	181,1	226,3	171,0	215,3
94	250,5	260,2	277,5	337,9	179,0	223,7	168,7	212,6
93	247,3	257,8	274,6	334,1	177,1	220,8	166,8	210,6
92	244,8	254,9	271,2	331,1	175,5	218,9	165,1	208,0
91	242,2	251,7	268,3	327,2	173,2	216,7	163,5	206,0
90	239,8	248,5	265,3	323,7	171,2	214,2	161,4	203,8
89	236,5	246,8	262,2	320,5	169,3	211,7	159,8	201,0
88	234,1	243,8	259,5	316,1	167,8	209,5	157,5	199,2
87	231,5	240,8	256,1	312,2	165,7	207,1	155,0	196,3
86	229,2	238,1	252,8	309,5	163,8	204,9	153,3	194,4
85	226,1	235,8	250,2	305,9	161,7	202,5	152,1	192,5
84	224,4	232,1	247,5	301,7	160,3	200,4	150,5	189,9
83	220,8	229,7	244,5	298,7	158,1	197,5	149,2	188,0
82	218,0	227,1	241,9	294,5	156,1	195,1	147,5	185,6
81	215,8	224,3	238,5	290,5	154,1	193,0	145,1	183,0
80	212,8	221,2	235,8	287,9	152,5	190,7	143,0	180,7
79	210,5	218,3	233,3	283,9	150,5	188,0	141,5	178,8
78	207,6	215,9	229,8	280,1	148,5	185,7	139,8	176,0
77	205,1	213,1	226,9	277,3	146,4	183,3	138,0	173,0
76	202,0	210,2	224,0	273,1	144,8	181,0	136,4	172,0
75	199,5	207,5	221,8	269,9	142,8	178,8	134,8	170,0
74	196,9	205,1	218,0	266,1	141,1	176,2	133,0	167,9

440000266

Aus 100 kg C₂H₂ können gemischt werden:

Ausbeute	Formaldehydverbrauch			Butin kg	Butadien 93% Benz kg		Butadien 94% Benz kg	
	9%	9%	8%		kg	kg	kg	kg
100	244,8	254,7	271,2	330,76	178,3	219,13	165,7	208,4
96	234,9	244,5	260,3	317,47	168,3	210,38	158,8	199,8
95	232,5	241,9	257,6	314,77	166,5	208,13	157,1	198,0
94	230,0	239,4	254,9	310,86	164,8	205,95	155,1	195,6
93	227,6	236,8	252,2	307,55	163,0	203,75	153,5	193,4
92	225,1	234,3	249,5	304,24	161,3	201,56	152,0	191,5
91	222,7	231,7	246,8	300,94	159,5	199,38	150,5	189,5
90	220,3	229,2	244,1	297,63	157,7	197,18	148,5	187,3
89	217,8	226,6	241,3	294,3	155,9	194,99	147,0	185,2
88	215,4	224,1	238,6	291,02	154,2	192,80	145,5	183,0
87	212,9	221,5	235,9	287,71	152,5	190,61	143,5	180,6
86	210,5	218,9	233,2	284,40	150,7	188,41	142,0	179,0
85	208,0	216,4	230,5	281,09	148,9	186,23	140,0	177,1
84	205,6	213,9	227,8	277,80	147,2	184,04	138,6	174,6
83	203,1	211,4	225,1	274,49	145,47	181,84	137,4	173,0
82	200,7	208,8	222,4	271,17	143,7	179,75	135,5	170,8
81	198,2	206,3	219,7	267,87	141,9	177,46	133,7	168,3
80	195,8	203,7	216,9	264,56	140,2	175,28	131,8	166,1
79	193,3	201,2	214,2	261,25	138,5	173,08	130,2	164,4
78	190,9	198,6	211,5	257,95	136,7	170,9	128,7	162,0
77	188,4	196,1	208,8	254,6	134,9	168,70	127,1	160,1
76	185,9	193,5	206,1	251,3	133,2	166,50	125,6	158,2
75	183,5	190,9	203,4	248,03	132,46	164,33	124,0	156,7
74	181,1	188,4	200,7	244,72	129,7	162,13	122,5	154,2

440000267



8 Pumpen

Butindiol max.

Butandiol (Krstf.) max.

Nachhydrierung u. Sonderprodukt

$a = 6,5 \text{ m}^3/\text{h} = 52 \text{ m}^3/\text{h}$

$\sim 15 \text{ m}^3/\text{h} = 3 \text{ Pumpen u. } 3 \text{ Reserve} = 6 \text{ anzuschließen}$

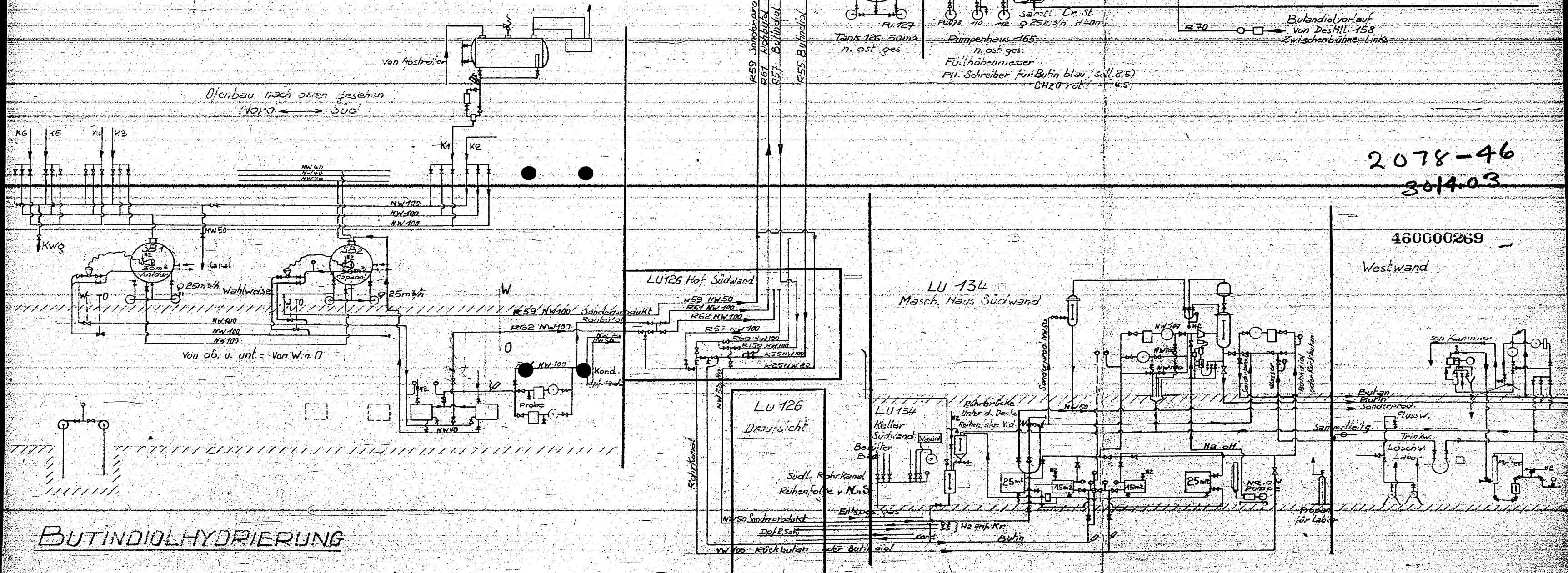
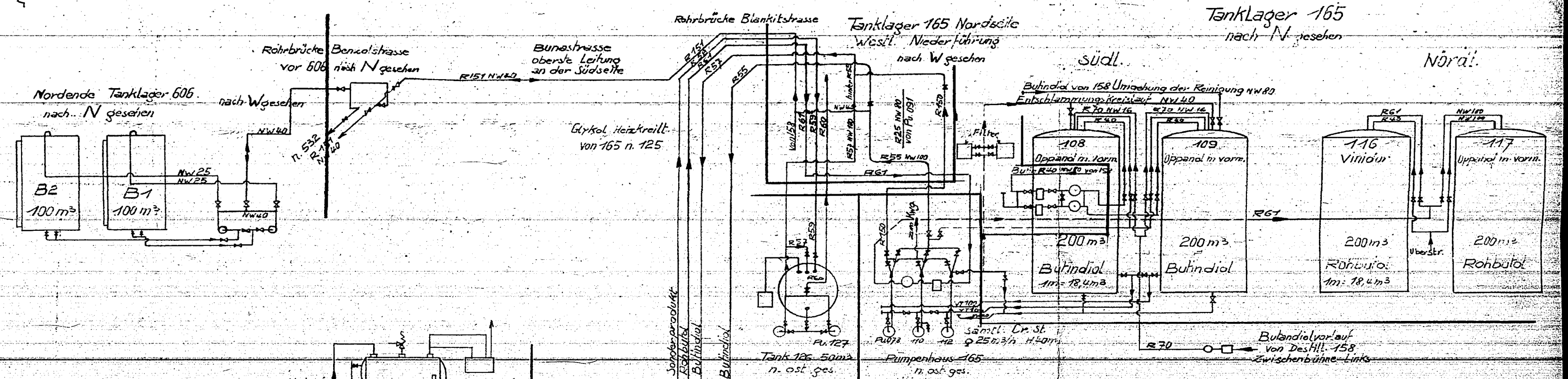
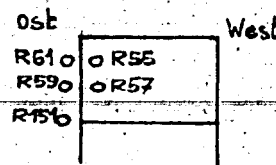
$\sim 10 \text{ m}^3/\text{h} = 2 \text{ " u. } 2 \text{ Reserve} = 4 \text{ anzuschließen}$

$\sim 10 \text{ m}^3/\text{h} = 2 \text{ " u. } 1 \text{ Reserve} = 3 \text{ anzuschließen}$

2078-45

30/4.03

450000268



2078-46
30/4.03

46000269
Westwand

BUTINDIOLHYDRIERUNG

AS 1251a 14.12.1943

207847
30/4.03

An A-Abteilung
 An K-Abteilung

470000271

A-Abtlg. Dr. Ad/La. 4. Juni 1943

Verunreinigungen im Acetylen im Monat Mai 1943

1. Rohacetylen

Datum	Phosphor mg/m ³	Schwefel mg/m ³	Kohlensäure mg/m ³	Ammoniak mg/m ³
5.5.43	528,5	185,6	-	7,1
12.5.43	472,1	409,0	185,0	-
13.5.43	-	-	134,8	-
14.5.43	-	-	124,0	-
20.5.43	-	-	191,0	10,9
21.5.43	456,0	403,0	-	-
26.5.43	391,2	262,8	79,4	9,5
27.5.43	-	-	-	5,8

2. Reiacetylen: A = Allgemeine Reinigung für P 44 etc.
 S = Sondereinigung " P 30 "

Datum		Phosphor mg/m ³	Schwefel mg/m ³	Kohlensäure mg/m ³	Ammoniak mg/m ³
11.5.43	A	54,9	73,1	-	16,7
13.5.43	A	Spuren	54,6	503,0	-
24.5.43	A	14,3	70,2	468,0	5,2
28.5.43	A	33,4	-	-	3,9
4.5.43	S	Spuren	33,2	-	3,1
18.5.43	S	"	38,3	478,0	10,9
31.5.43	S	-	-	514,0	-

		Geb. Chlor mg/m ³		Akt. Chlor mg/m ³		
3.5.43	S	31,3	A	0	S	6,3
4.5.43	S	22,5	A	0	S	3,6
5.5.43	S	33,8	A	0	S	2,1
6.5.43	S	40,1	A	0	S	0
7.5.43	S	28,7	A	0	S	0
8.5.43	S	15,3	A	0	S	3,0
10.5.43	A	10,4	A	0	S	6,7
11.5.43	A	22,5	A	0	S	8,9
12.5.43	A	35,9	A	0	S	7,3
13.5.43	A	14,9	A	0	S	8,2
14.5.43	A	29,6	A	0	S	14,2
15.5.43	A	13,6	A	0,2	S	12,3
17.5.43	S	14,4	A	0	S	1,3
20.5.43	S	4,5	A	2,6	S	4,6

Mai 1943

⊕

470000270

Rohacetylen		461,9	Phosphor
		315,1	Schwefel
		142,8	Kohlensäure
		8,3	Ammoniak
Reinacetylen	A	34,2	Phosphor
	S	----	"
	A	65,9	Schwefel
	S	35,8	"
	A	485,0	Kohlensäure
	S	496,0	"
	A	8,6	Ammoniak
	S	7,0	"
Geb. Chlor	A	23,7	
	S	25,3	
Akt. Chlor	A	1,6	
	S	6,6	

470000272

BUNAWERKE

19.5.43	B	17,2	A	0	B	8,0
20.5.43	B	22,3	A	0	B	2,6
21.5.43	B	11,6	A	0	B	3,7
22.5.43	B	21,8	A	1,2	B	7,9
24.5.43	A	26,3	A	2,2	B	5,9
25.5.43	A	36,9	A	0	B	7,5
26.5.43	A	20,0	A	0,8	B	7,4
27.5.43	A	32,4	A	0	B	3,5
28.5.43	A	13,6	A	0	B	2,6
29.5.43	A	28,7	A	0	B	10,4
31.5.43	B	29,3	A	0	B	12,5

Acetylen - Fabrik

J. G. ...

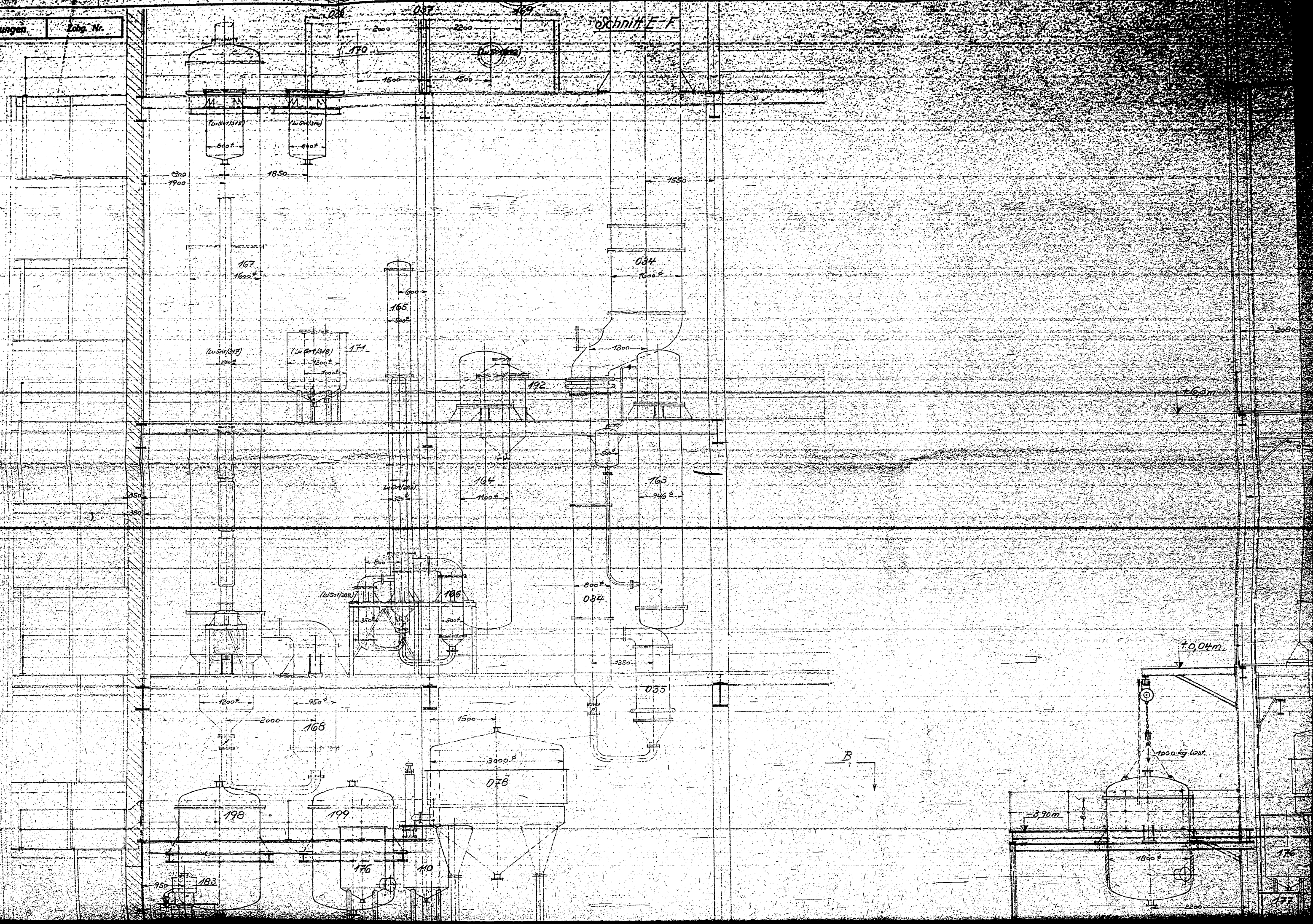
Zugehörige Zeichnungen Zeich. Nr.

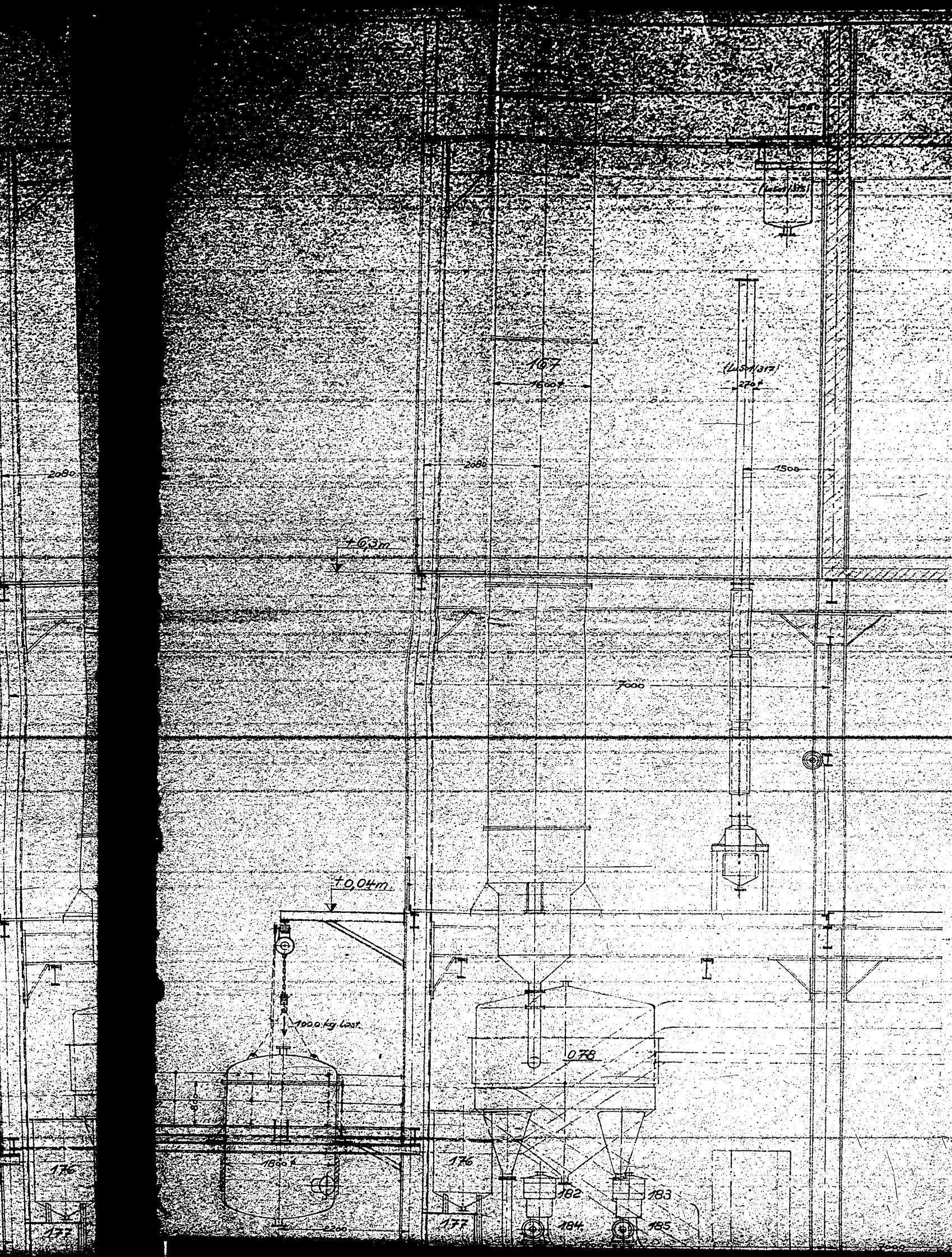
Schnitt E-F

F

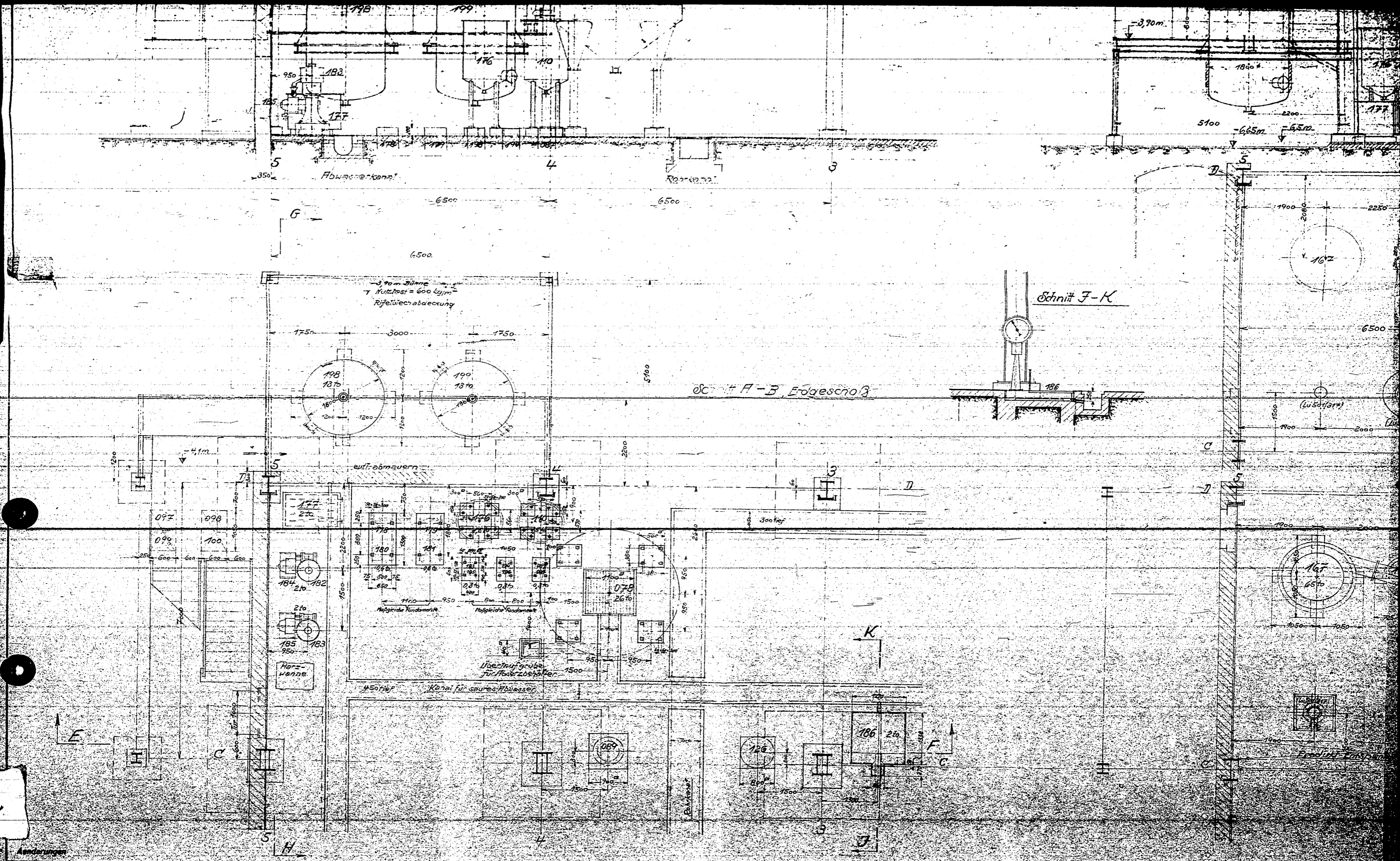
B

A



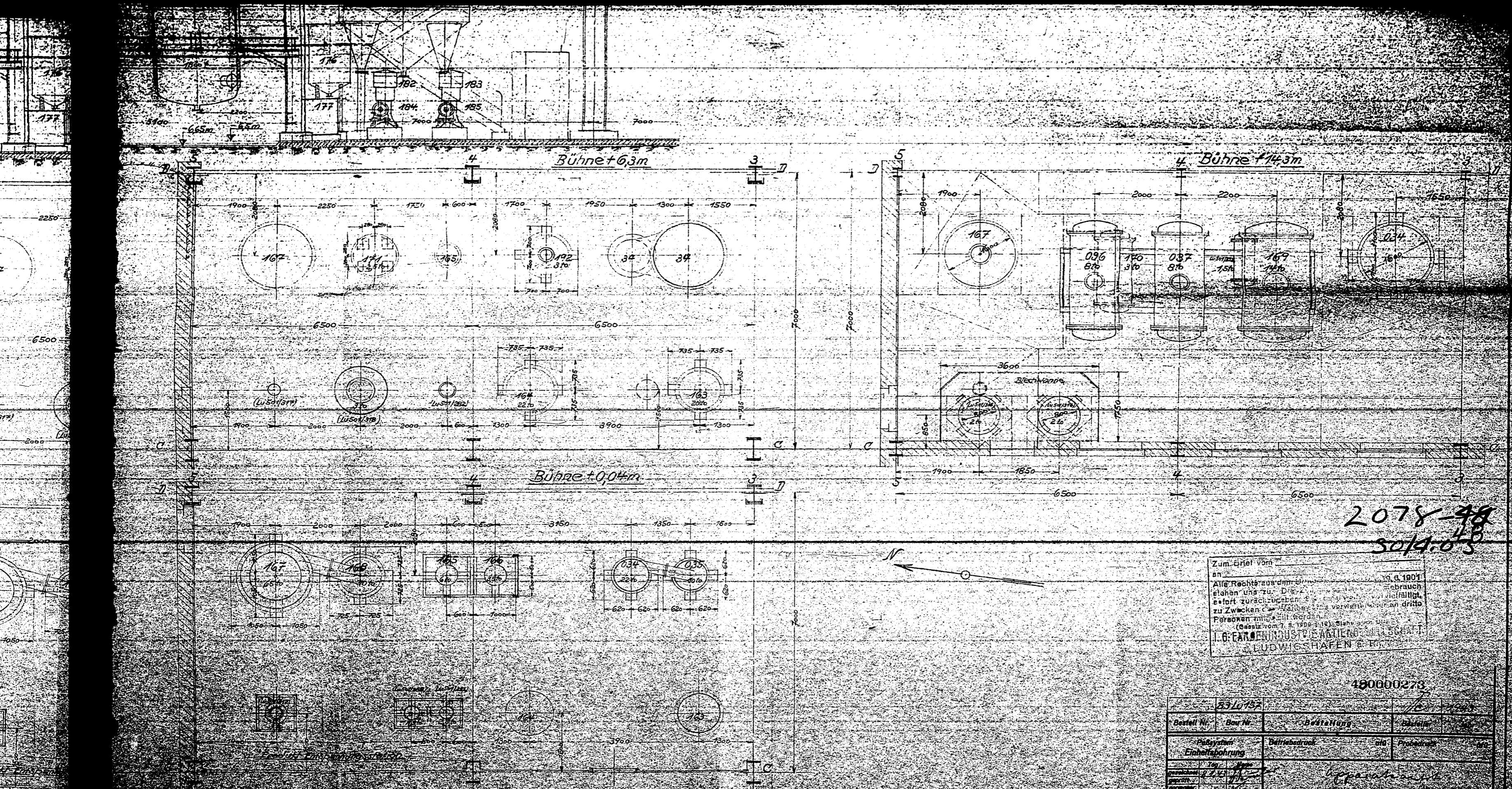


B



C

Änderungen



2078-48
30/4.05

Zum Brief vom
an
Alle Rechte aus dem
elassen uns zu. Die
sodort zurückgeben,
zu Zwecken der
Perfection mit
(Gesetz vom 7. 5. 1908
I. G. FARBEINDUSTRIE-WERKE
LUDWIGSHAFEN & RHEIN

48000273

Bestell Nr.	23 Lu 157		
Bau Nr.			
Bestellung			
Datum			
Preis			
Einheitsbohrung			
Druck			
Material			
Produkt			
L 6140			

D

Zugehörige Zeichnungen	Zchg. Nr.
Offenrohr-Desublimation I.	L6119-1

+ 20 m O.K. Dach

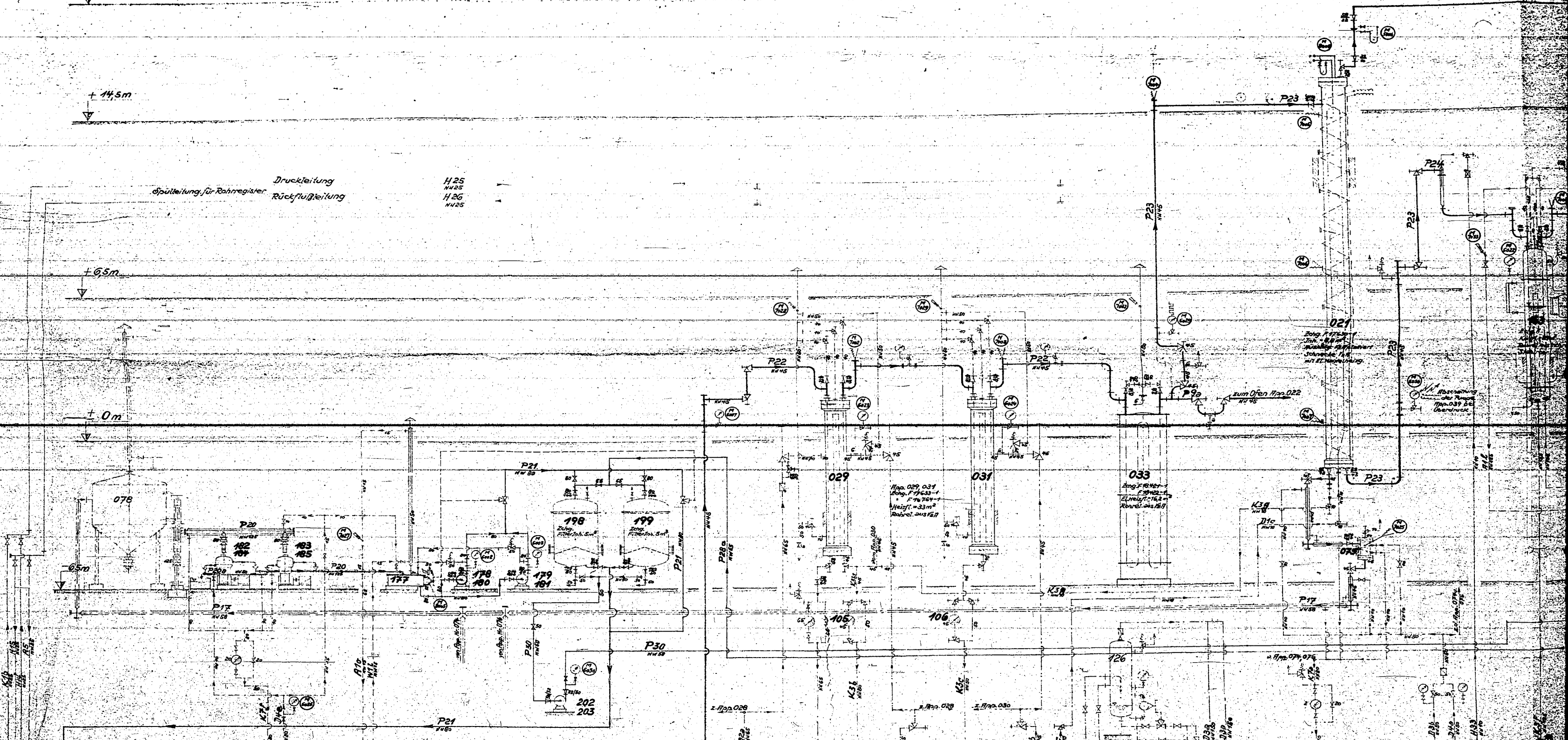
+ 14,5 m

+ 6,5 m

+ 0 m

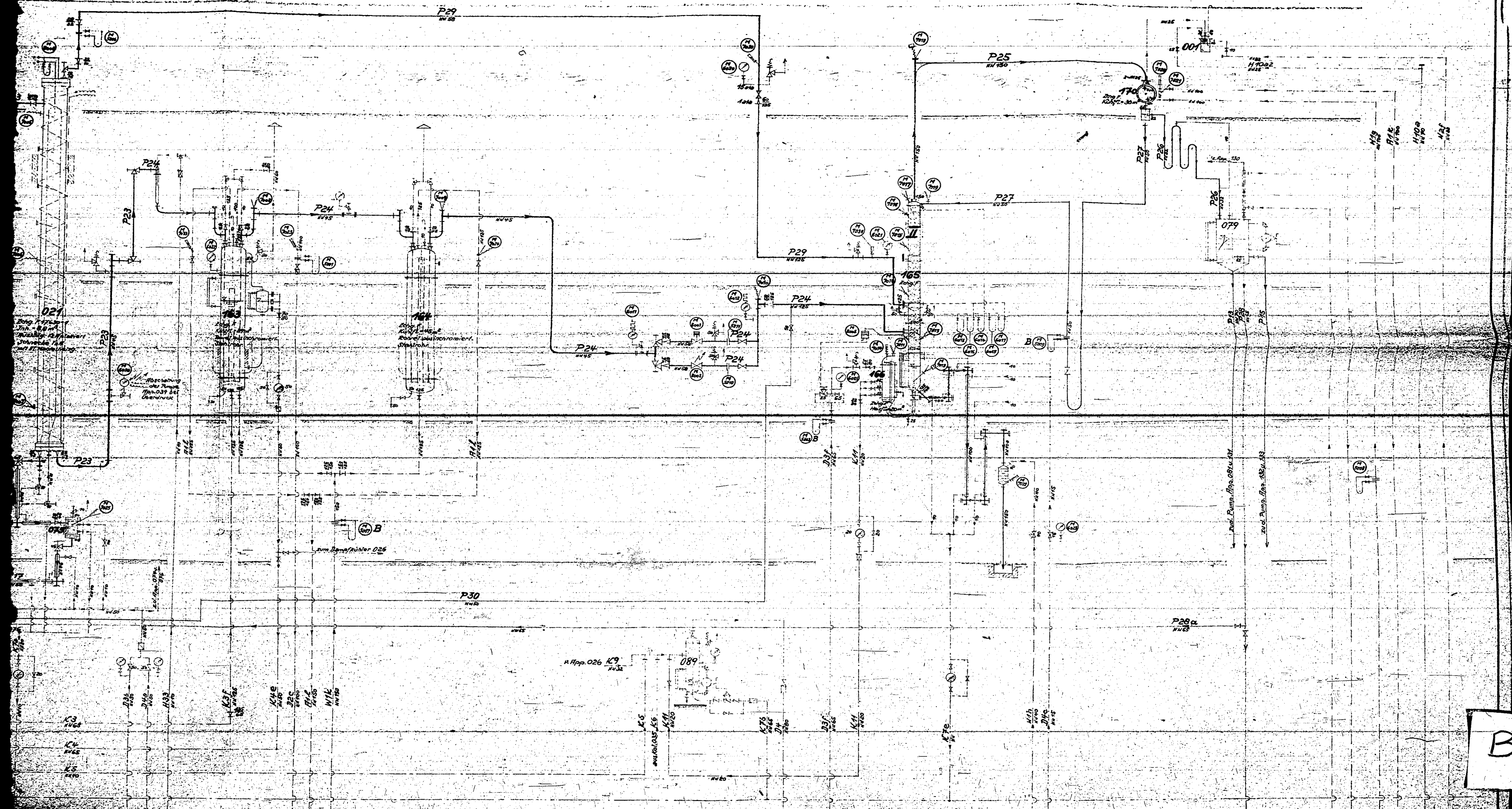
Spülleitung für Rohrregister
Druckleitung
Rückflußleitung

H 25
H 26
H 25



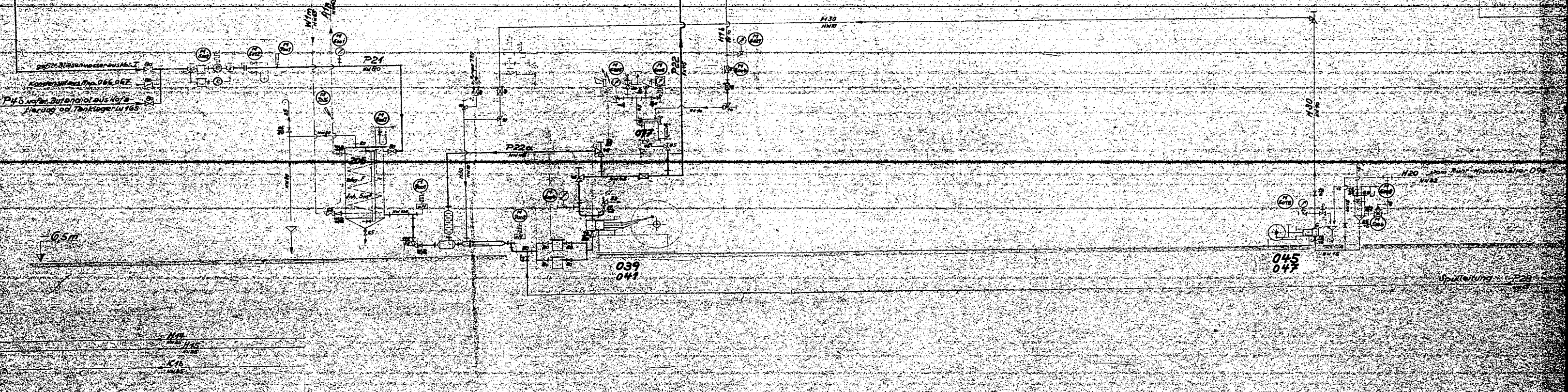
- K3 Kondensat 75 - 16,5 m² MWG
- K4 Kondensat 115 - 2,5 m² MWG
- K5 Kondensat 25 - 1,0 m² MWG
- K7 Kondensat 10 - 0,4 m² MWG
nach App. 066, 067

A



B

- K₃ Kondensat 2,5 - 10 a¹⁰ MW8
- K₄ Kondensat 1,5 - 2,5 a¹⁰ MW8
- K₆ Kondensat 2,5 - 10 a¹⁰ MW8
- K₇ Kondensat 1,0 - 0 a¹⁰ MW80
nach App. 066, 067
- R₁ D₁ Nebeldampf 95 a¹⁰ MW8
- R₂ D₂ Netz-u. Eigendampf 1,5 a¹⁰ MW8
- R₃ D₃ Netz-u. Eigendampf 2,5 a¹⁰ MW 150
- D₄ Eigendampf 10 a¹⁰ MW80
- W₂ Brunnenwasser MW 100
- W₄ Flußwasser MW 250
- W₃ Trinkwasser MW 40
- R₅ W₃ Preißluft (Später 3 a¹⁰) MW 80
- H₁₀ Stickstoff 200 (Später 100 a¹⁰) MW 80
- R₆ W₃ Stickstoff 3 a¹⁰ MW 25
- R₇ W₃ Stickstoff 200 (Später 325 a¹⁰) MW 30
- R₁ Rohwasserleitg. zum Hauptkessel MW 500
- R₂ Kessel zur Sammelgrube



039
041

045
047

Spektrolung

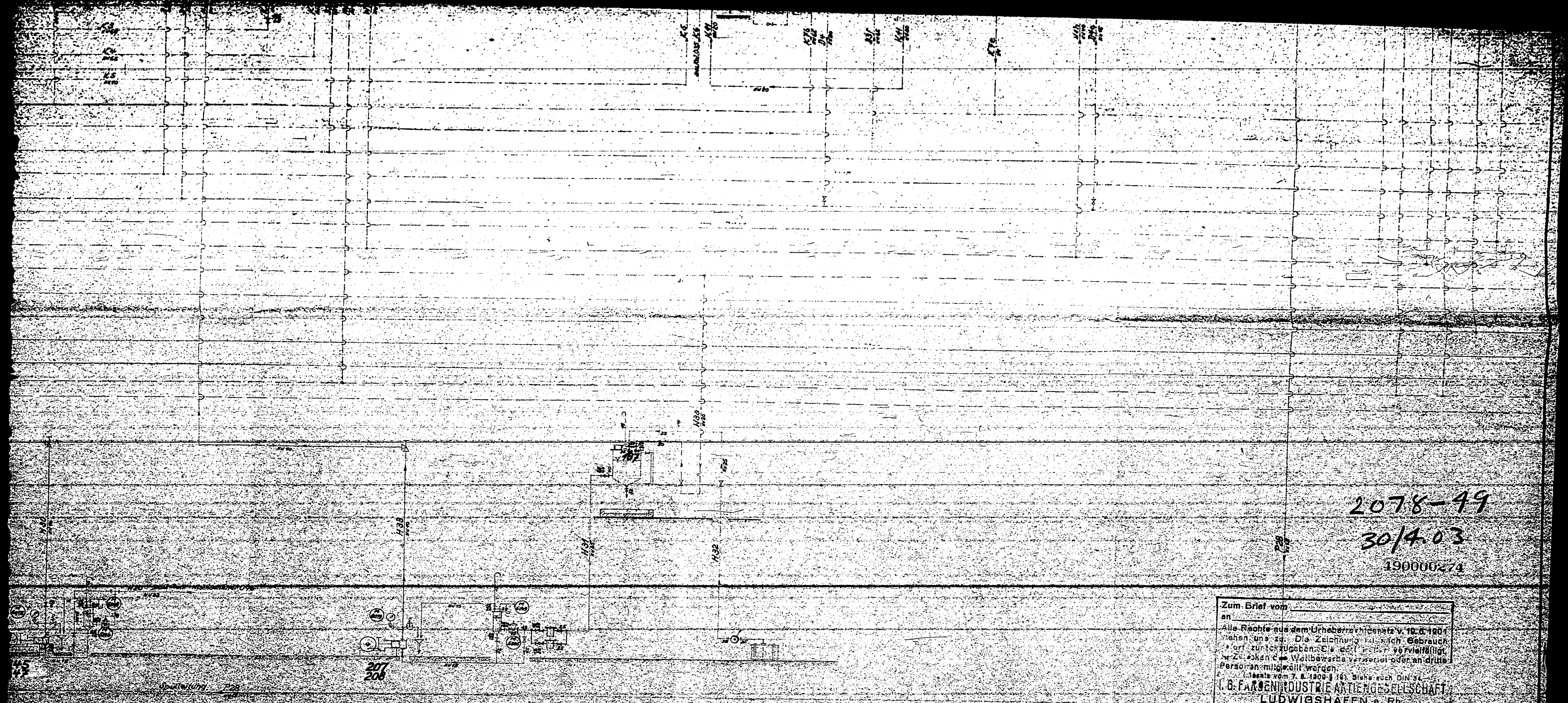
W₂
W₃
W₄

K₃
K₄
K₆
K₇

R₁
R₂
R₃
R₅
R₆
R₇

P21
P22
P23
P24
P25
P26
P27
P28
P29
P30
P31
P32
P33
P34
P35
P36
P37
P38
P39
P40
P41
P42
P43
P44
P45
P46
P47
P48
P49
P50
P51
P52
P53
P54
P55
P56
P57
P58
P59
P60
P61
P62
P63
P64
P65
P66
P67
P68
P69
P70
P71
P72
P73
P74
P75
P76
P77
P78
P79
P80
P81
P82
P83
P84
P85
P86
P87
P88
P89
P90
P91
P92
P93
P94
P95
P96
P97
P98
P99
P100

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



2078-49
 30/4.03
 19000274

Zum Brief vom _____
 an _____
 Alle Rechte aus dem Urheberrechtssatz v. 10.6.1901
 gehen unausgesprochen an den Erfinder über.
 Die Zeichnung ist nicht für den Gebrauch
 der Öffentlichkeit bestimmt. Sie darf nicht vervielfältigt
 oder in irgendeiner Weise verbreitet oder an dritte
 Personen mitgeteilt werden.
 (Gesetz vom 7. 6. 1900 § 16). Siehe auch DIN 34
 I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
 LUDWIGSHAFEN a. Rh.

Bestell-Nr.	Best-Nr.	Bestellung	Bestellen
Dr. 10 257			
Einheitsbohrung	Einheitsbohrung		
Tag	Miner		
gezeichnet	gezeichnet		
geprüft	geprüft		
normiert	normiert		
Maßstab	1:1		
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT		L 6120 ²	

D

2078-50
30/4.03

500000275

Für 100 kg sind nötig:

	CH ₂ O 90%	C ₂ H ₂ kg 84%	C ₂ H ₂ m ³	Butindiol 92%	Butandiol roh- 96%	Butandiol rein 90%	Tetra	Butadien	Buna
CH ₂ O	100	216	235,1	77,5	80,6	83,8	-	155,0	124,0
C ₂ H ₂ kg	46,3	100	108,9	35,9	37,3	38,8	-	71,8	57,4
C ₂ H ₂ m ³ (15°/760 mm)	42,5	91,8	100	32,9	34,2	35,6	-	65,9	52,7
Butindiol	129,0	278,5	303,4	100	103,8	107,9	-	199,6	159,7
H ₂ m ³ 88%	88,5	191,0	208,1	68,6	71,2	74,0	-	136,5	109,2
Butandiol roh	123,9	268,0	292,4	96,3	100	104,1	-	192,6	154,0
Butandiol rein	119,3	257,7	280,9	92,7	96,0	100	-	185,1	148,0
Butadien	64,5	139,2	151,7	50,1	51,9	54,0	-	100	80,0
Buna	80,6	174,0	189,6	62,6	64,9	67,5	-	125	100

Aus 100 kg entstehen:

2078-5
30/4/53

Für 100 kg sind nötig:

	CH ₂ O 94%	C ₂ H ₂ kg 96%	C ₂ H ₂ m ³	Butindiol 93%	Butandiol roh 98%	Butandiol rein 90%	Tetra	Butadien	Buna
CH ₂ O	100	235,6	256,8	74,22	76,3	77,8	97,3	139,5	11,6
C ₂ H ₂ kg	42,4	100	108,9	31,49	32,35	33,0	41,26	59,1	47,2
C ₂ H ₂ m ³ 150/760 mm	38,9	91,8	100	28,90	29,69	30,3	37,88	54,3	43,4
Butindiol	134,7	317,5	346	100	102,75	104,8	131,0	187,89	150,3
H ₂ m ³ 99%	88,5	208,6	227,3	65,7	67,51	68,85	85,07	123,6	98,8
Butandiol roh	131,0	309,1	336,8	97,3	100	102,04	127,55	182,86	146,2
Butandiol rein	128,5	303,0	33,0	95,4	98,0	100	--	179,21	143,3
Tetra	102,7	242,3	263,9	76,3	78,4	--	100	143,37	114,6
Butadien	71,6	169,2	182,3	53,2	54,6	55,8	69,7	100	80
Buna	89,6	211,4	230,2	66,5	68,3	69,7	87,1	125	100

Aus 100 kg entstehen:

9

Zusammenstellung der Kostenschätzung
für Entwurfs-Anlage

2078-51
30/4-2

Fall Ort Größe Anzahl Pumpen Einschaltpumpe Erzeugung Butendiol (100%) Einschalt Butendiol (100%)	1 Besondere Anlage 600φ x 18m 2 x 40000 m ³ /h 2 x 4m ³ /h 400 1,84	2 in der Buna-Anlage Lu 1260 600φ x 18m 1 x 4m ³ /h 400 1,84	3 Buna-Anlage Lu 1260 800φ x 18m 1 x 6m ³ /h 800 3,22	4 Lu 1260 1000φ x 18m 1 x 8m ³ /h 1100 5,1
Kammer m. Bedienungshaus	930000.-	730000.-	950000.-	1130000.-
Maschinenhaus	780000.-	80000.-	100000.-	1100000.-
	1.710000.-	810000.-	1050000.-	1.2400000.-

Die Kosten für die Zuführung der Pumpen zu den Anlagen
Anzahl der Pumpen sind bei (Besondere Anlage) in der Tabelle
aufgeführt

30/4-2

Zusammenstellung der Feststellungen
für die Anträge

2078-51

30/4/53

Ort	A Besondere Befunde	B in der Anlage	C Befunde	D Befunde
1. Ort	2. 10. 1953	3. 10. 1953	4. 10. 1953	5. 10. 1953

1. Ort

2. Ort

	1	2	3	4
Montage	501600	33100	30100	45000
<u>1+1 Gasumlaufpumpe</u> je 4000 m ³ h 30 1/2 satü	50000			
Montage	8000			
Fundamente	10000			
<u>2 Elektr. Heizer explosions</u> 300 KW	16000			
Montage	2000			
<u>2 Elektro-Heizer explosions</u> je 300 KW	18000			
Montage	4000			
Fundamente	4000			
<u>Geiselpumpen</u>				
2 mit je 4 m ³	24000			
1 " 4 "		12000		
1 " 6 "			14000	
1 " 8 "				16000
Montage	2000	1000	1000	1500
<u>Elektr. Heizer</u>				
2 je 1	8000	4000	5000	6000
Montage	1000	500	700	800
gemeins. Fundament	10000	5000	2000	2000
<u>1 Maschinenlaufpumpe</u> 100 m ³ h 1/2 satü	12000			
<u>2 Pufferbehälter</u> 500 x 2000 je 1 m ³ Druckhöhe & Umlaufpumpe	20000			
Partienpreise	2400			
Montage	1600			
Fundamente	1000			
<u>2 Krantgas - Abscheider</u> 710 l x 4000 325 satü	38000			
Einbau	1600			
Fundamente	1400			
	647600	55500	66700	77300

	1	2	3	4
Startwert	889000	33000 -	39000 -	45000
<u>1. Grundstücksgewinn</u> 2/3 40000 mit IV 310/34000	56000 -			
Honorare	8000 -			
Zuschüsse	10000 -			
<u>2. Grundstücksgewinn</u> 1/3 40000 mit IV 310/34000	16000 -			
Honorare	8000 -			
<u>3. Grundstücksgewinn</u> 1/3 40000 mit IV 310/34000	18000 -			
Honorare	4000 -			
Zuschüsse	4000 -			
<u>4. Grundstücksgewinn</u> 1/3 40000 mit IV 310/34000	14000 -			
Honorare		12000 -		
Zuschüsse			1000 -	
Honorare	2000 -	1000 -	1000 -	
Zuschüsse				
Honorare	8000 -	4000 -	8000 -	
Zuschüsse	1000 -	500 -	700 -	
Honorare	10000 -	5000 -	8000 -	
<u>1. Grundstücksgewinn</u> 100 Kaufpreis / 1/3	12000 -			
<u>2. Grundstücksgewinn</u> 11 5000 x 2000 für Struktur d. Umlaufvermögen	10000 -			
Honorare	2000 -			
Honorare	1600 -			
Zuschüsse	1000 -			
<u>2. Grundstücksgewinn - Abschleifer</u> 10000 x 4000 325000	38000 -			
Honorare	1600 -			
Zuschüsse	1000 -			
	889000 -	55500 -	66000 -	100000

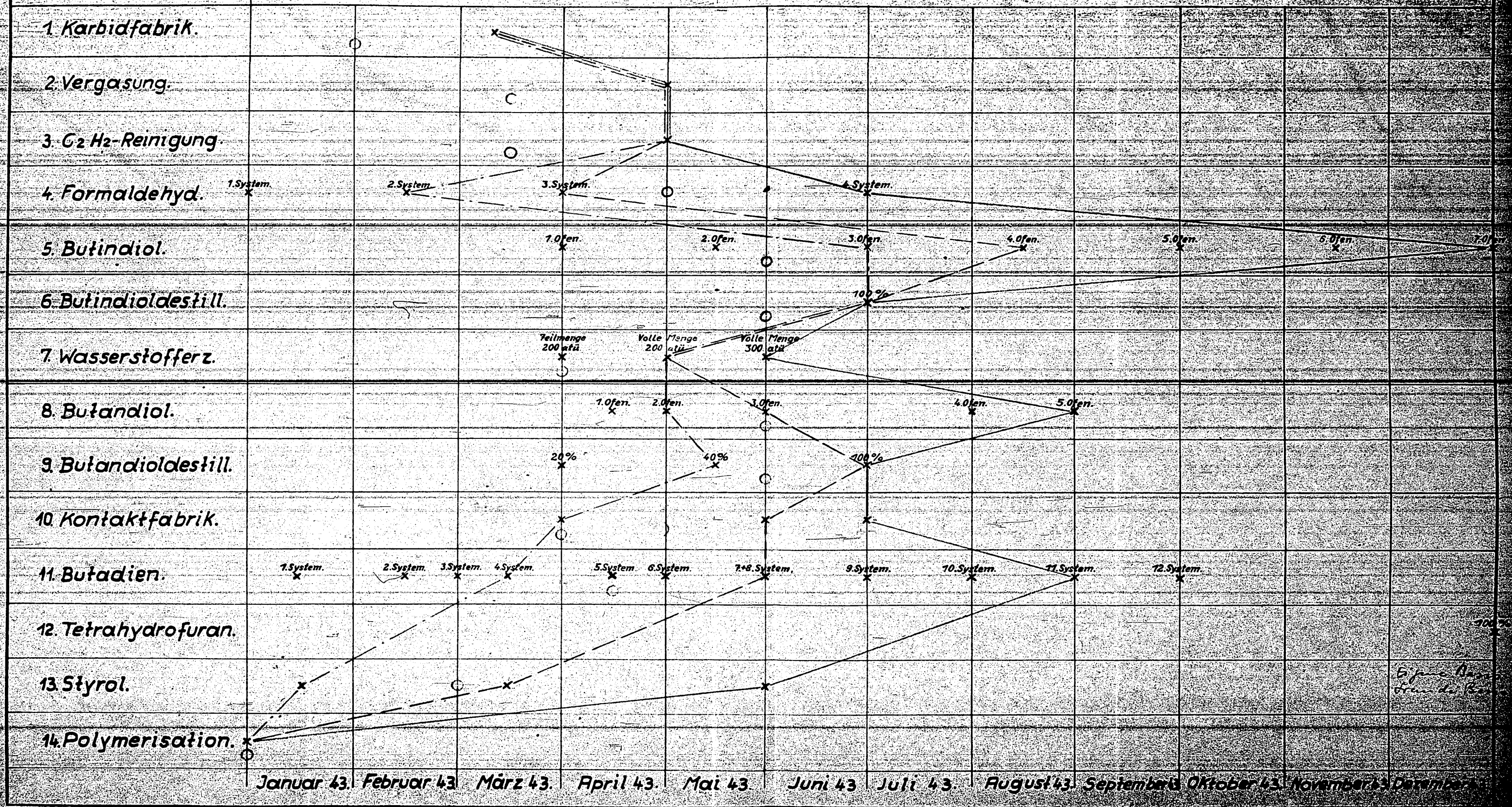
	1	2	3	4
Montage	647 000	55 500 -	66 500 -	77 500 -
2 <u>Werkzeuge für K u L</u> 5000 x 4000	11 200			
Vorfingerring	2 500			
Montage	1 500			
Grundausrust.	1 500			
1 <u>Sammelgerät für</u> Werkzeuge für d. Ausrichtung	800			
Montage	100			
Grundausrust. in Größe	600			
1 <u>Werkzeugausstattung</u> für Umlaufmaschinen u. Ausrichtmaschinen	30 000 -	5 000 -	5 000 -	5 000 -
1 <u>Pickstoff-Puffbehälter</u> 500 Ø x 1500 10 Liter	800 -			
Montage	100			
2 <u>Werkzeuge - Ausrichtung</u> Behälter 500 Ø x 800 10 Liter	1 000 -			
Montage	200 -			
1 <u>Werkzeug 500 Ø x 1500</u> 10 Liter	800 -			
Montage	100 -			
2 <u>Werkzeuge - Spielölmaschinen</u> u. Umlaufmaschinen	800 -			
Montage	400 -			
	707 000 -	60 500 -	71 800 -	82 300 -
<u>Werkzeuge</u>	33 000 -	19 500 -	28 300 -	27 800 -
	780 000 -	80 000 -	100 000 -	110 000 -

	1	2	3	4
Handy	657600 -	55500 -	66700 -	83300 -
3. Aufwandsstellen für die HZ	19000 -			
5000 x 4000				
Reparaturen	2400			
Handzettel	1600			
Investitionen	1000			
1. Lohnkosten für				
Handzettel	800			
Handzettel	100			
Handzettel	800			
1. Lohnkosten für	20500 -	5000 -	5000 -	5000 -
Handzettel				
Handzettel				
Handzettel	8000			
Handzettel	100			
Handzettel	1000			
Handzettel	70			
Handzettel	800			
Handzettel	100			
2. Lohnkosten für	800			
Handzettel	400			
Handzettel	80000 -	60500 -	21700 -	21700 -
Handzettel	83000 -	19500 -	28300 -	28700 -
Handzettel	880000 -	80000 -	100000 -	110000 -

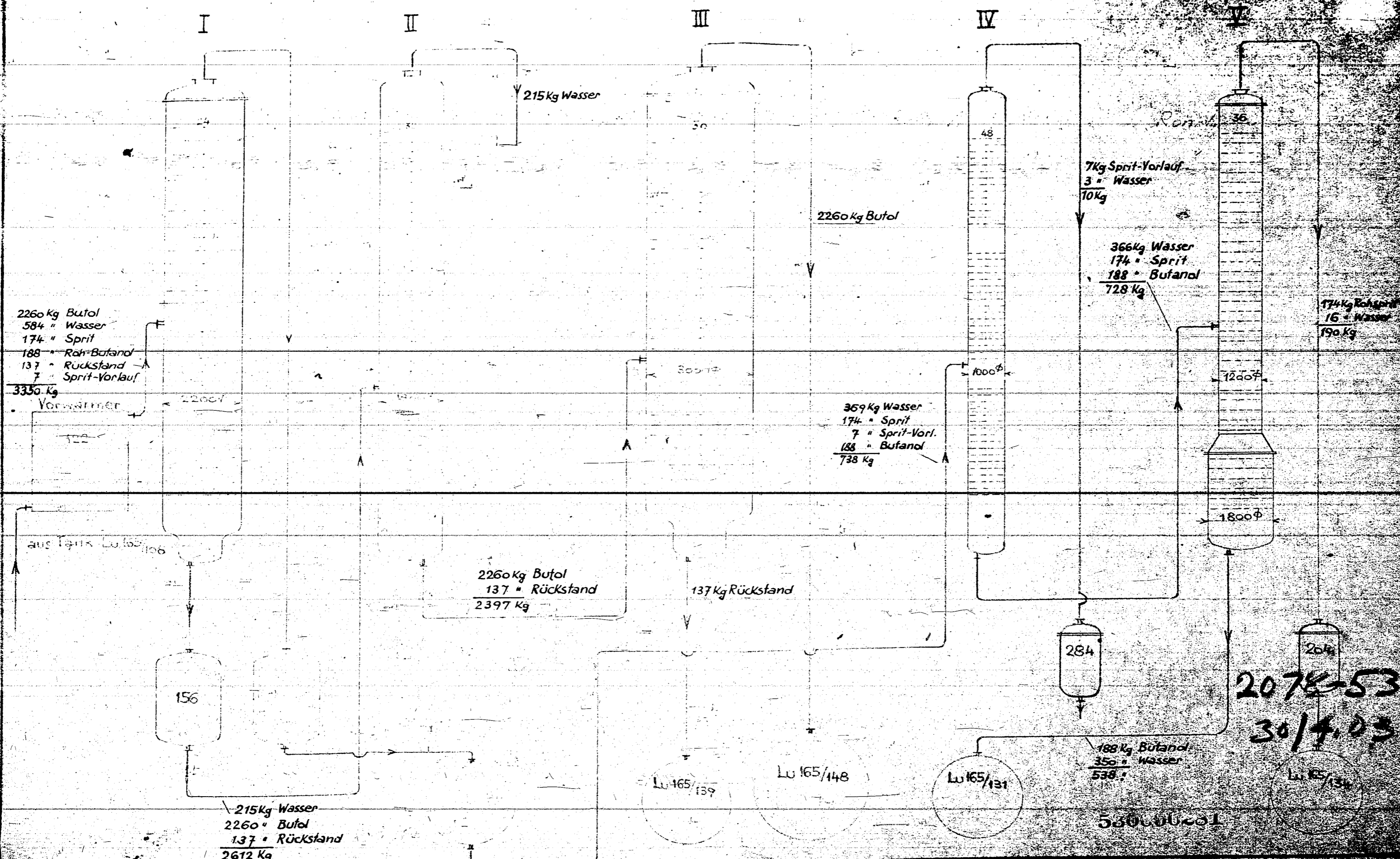
Terminplan für die Inbetriebsetzung des Bunawerkes Ludwigshafen

2078-52
30/9/43
240000-30

- - - - zu 40% im Betrieb bzw. betriebsbereit,
 - - - - zu 60%
 - - - - zu 100%
 o zu 100% betriebsbereit lt. Notprogramm vom 27.11.42.



Eigene Nachtragsarbeiten



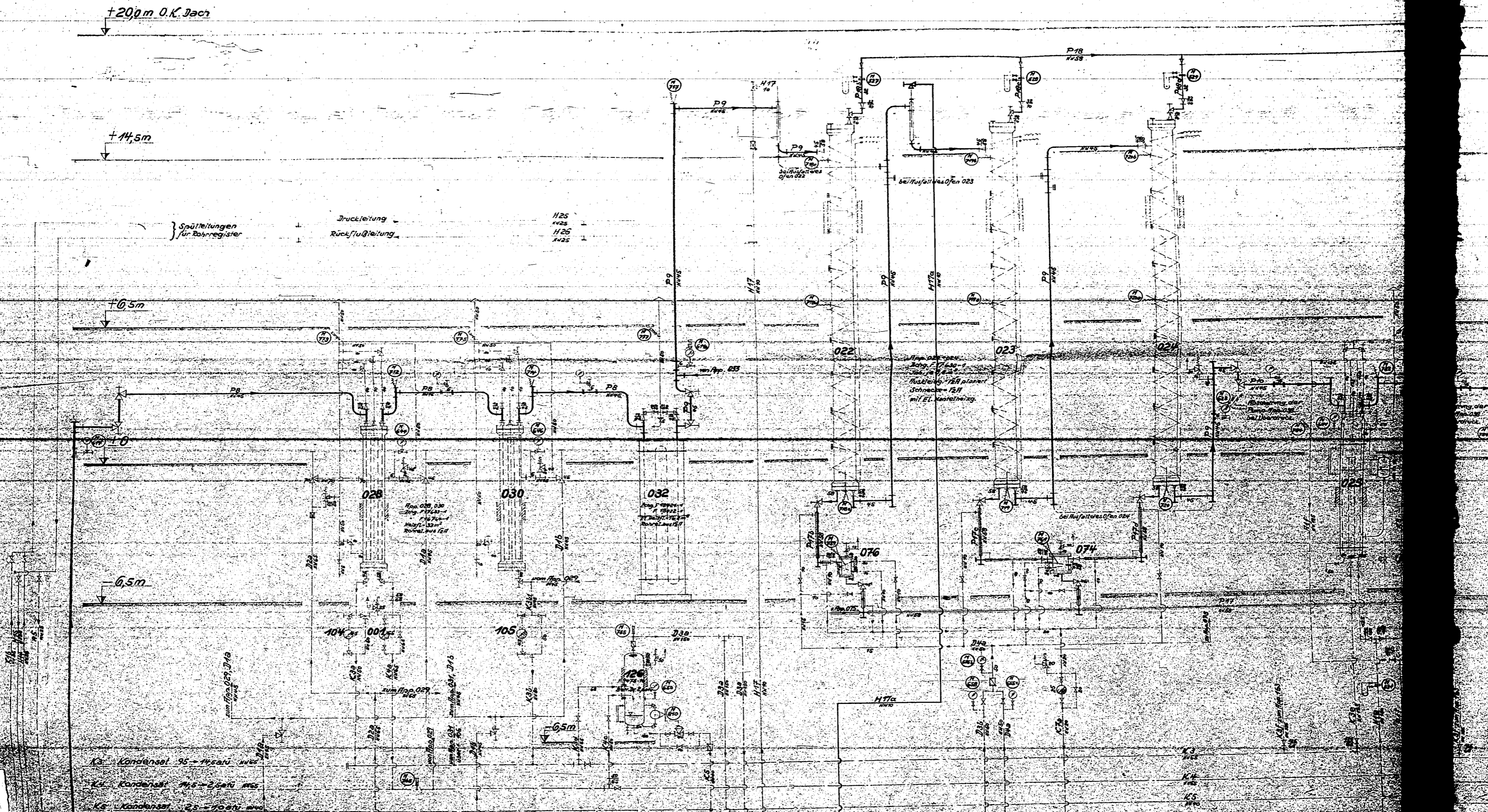
2078-53
30/4.03

Mengen auf Stunde bezogen.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

MENGENSUEHNA 10 BUTOL

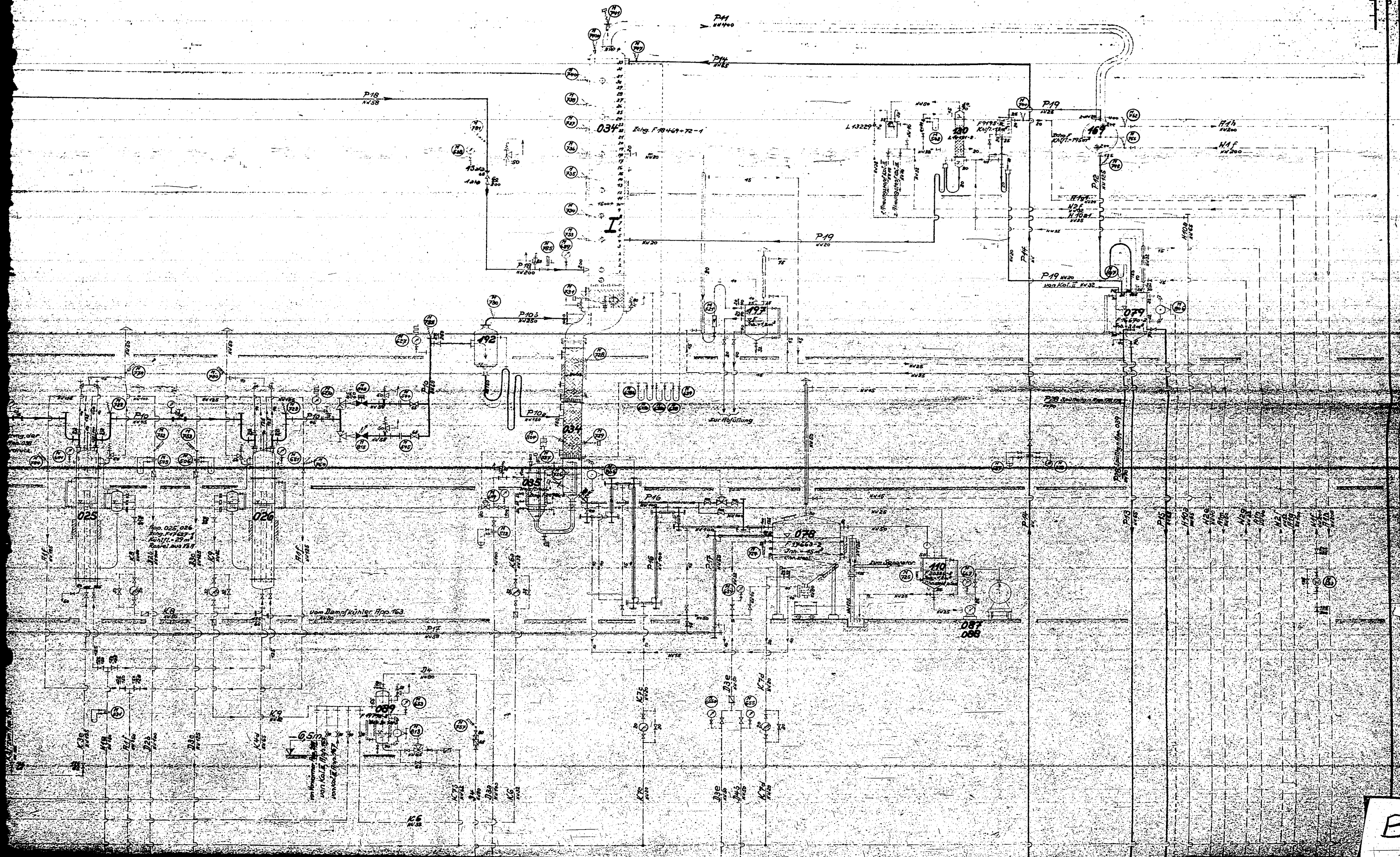
Zugehörige Zeichnungen	Zchg. Nr.
Ofen mit Desulfemur II	L 6120-1
Noterleuchtung	L 5716-1



A

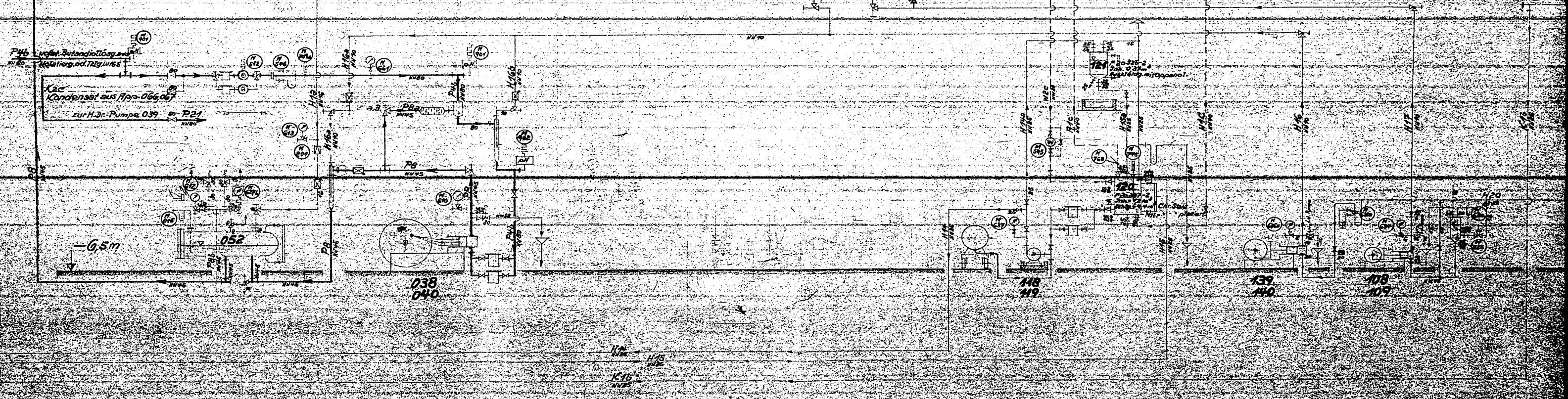
- K3 Kondensat 95-11,5 m H₂O
- K4 Kondensat 71,5-2,5 m H₂O
- K5 Kondensat 25-10,5 m H₂O

Stückzahl	Benennung	Teil	Werkstoff	Lager Nr. / Modul Nr.	Gezeichnet	Bemerkung
-----------	-----------	------	-----------	-----------------------	------------	-----------



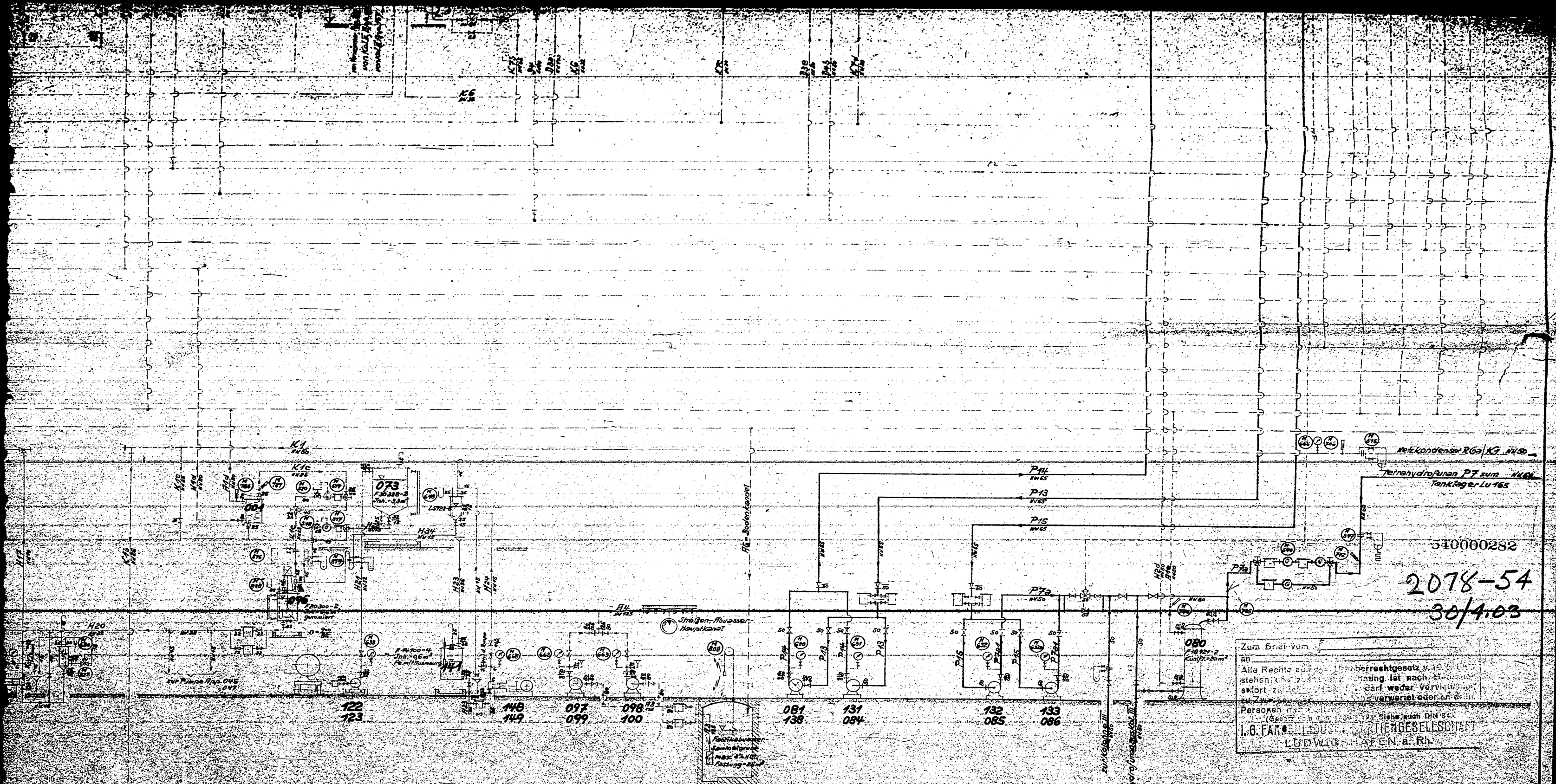
C

- K1 Kondensat 95-11500 m³
- K4 Kondensat 11,5-2,500 m³
- K5 Kondensat 2,5-10000 m³
- K7 Kondensat 10-000 m³
nach 1190, 066, 067
- R1, D1 Netz- u. Eigendampf 9500 m³
- R2, D2 Netz- u. Eigendampf 11,500 m³
- R3, D3 Netz- u. Eigendampf 2,500 m³
- D4 Eigendampf 10 000 m³
- N2 Brunnenwasser 11100 m³
- N1 Flußwasser 11250 m³
- N3 Trinkwasser 11410 m³
- R5, D5 Preißluft 1,500 (später 3000) m³
- H10 Stickstoff 200-400 m³
- R6, H2 Stickstoff 300 m³
- R7, H1 Stickstoff 200 m³ (später 300 m³)
- F1 Flußwasserleitung zum Hauptkanal 11500
- F6 Kanal zur Sammelgrube



B

C

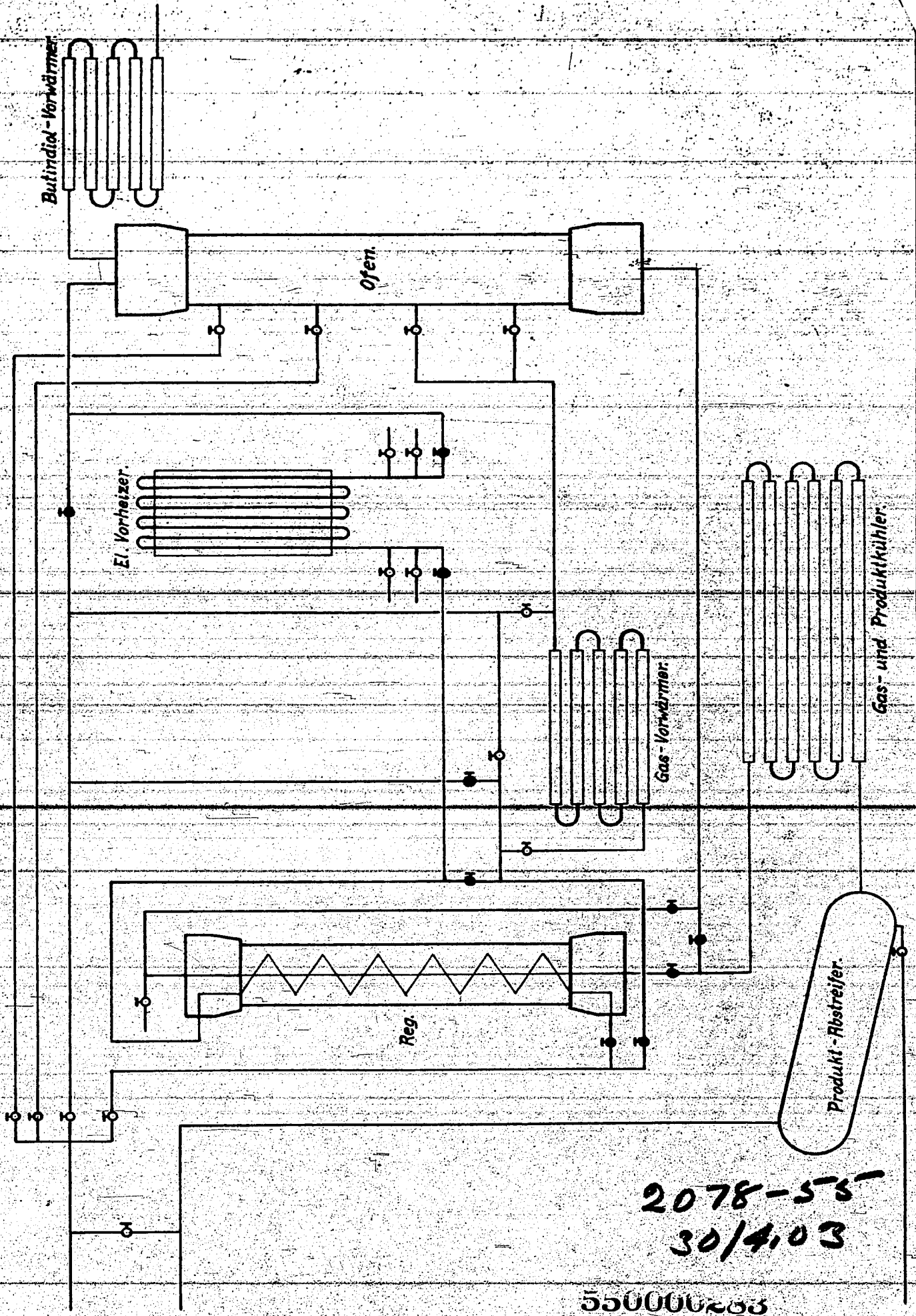


510000282
 2078-54
 30/4.03

Zum Brief vom
 an
 Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz Nr. 19
 stehen, ohne 2. Annahme, dem Verfasser
 sofort zu, wenn er nicht anders
 zu dem Verleger oder in dem
 Personen
 (Siehe auch DIN 5008)
 I. G. FARN...
 LUDWIGSHAFEN a. Rh.

No. Lu 157		6. 1942	
Bestell-Nr.	Best-Nr.	Bestellung	Bereiter, Jahr
Polysystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck 11,3 KSB-Duna eingetrag.	Prüfstück aus
gezeichnet geprüft konstruiert	Tag Name	Dat. 19.1.42	Verfasser K. Müller
Platznr. 7100		Empfänger I. G. Farn... L 6119-1	

D



2078-55
30/4.03

550000203

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Schema d. Butyriol-Hydrat

Sk 4642 *gr*

Schnitt A-B

N

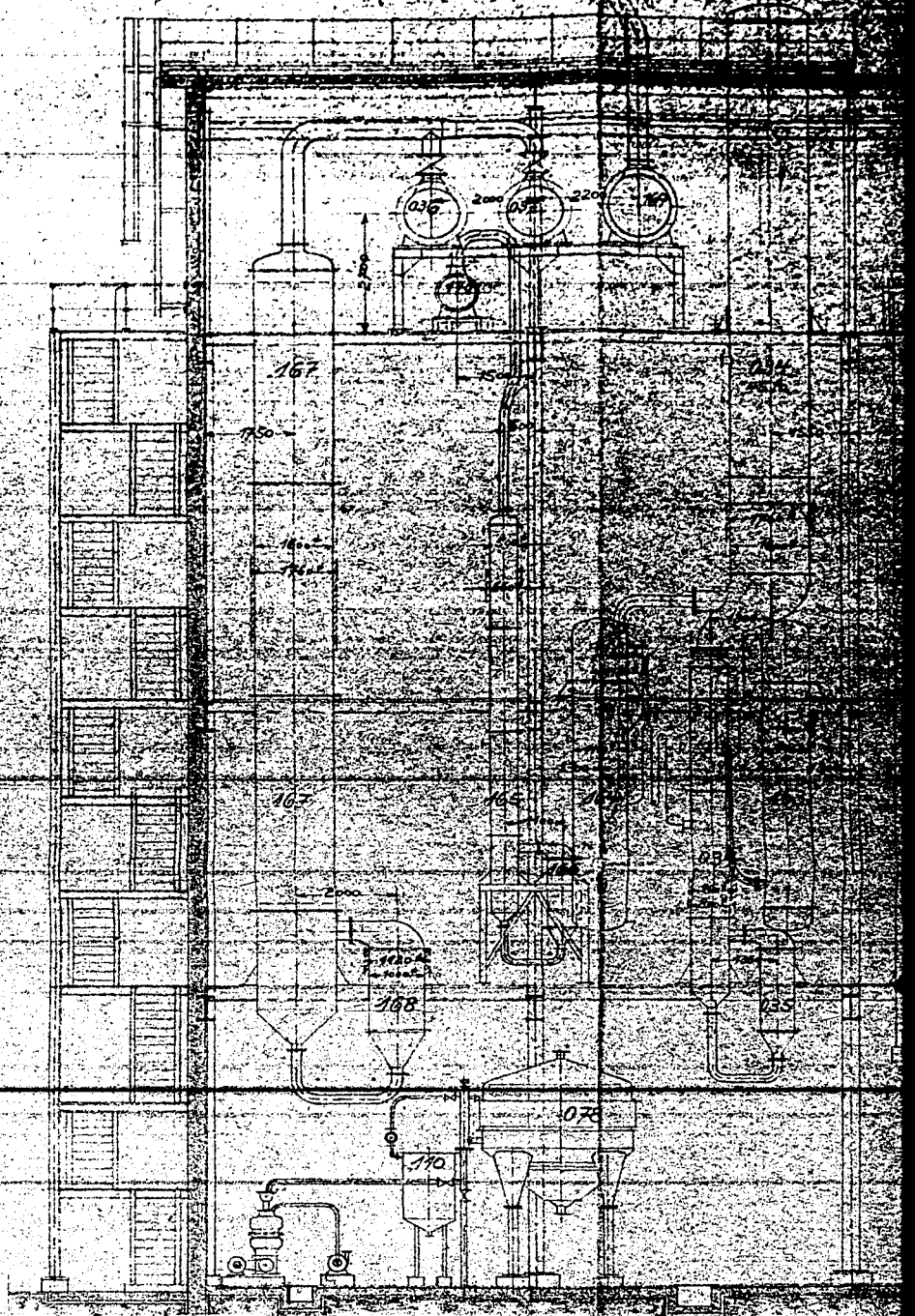
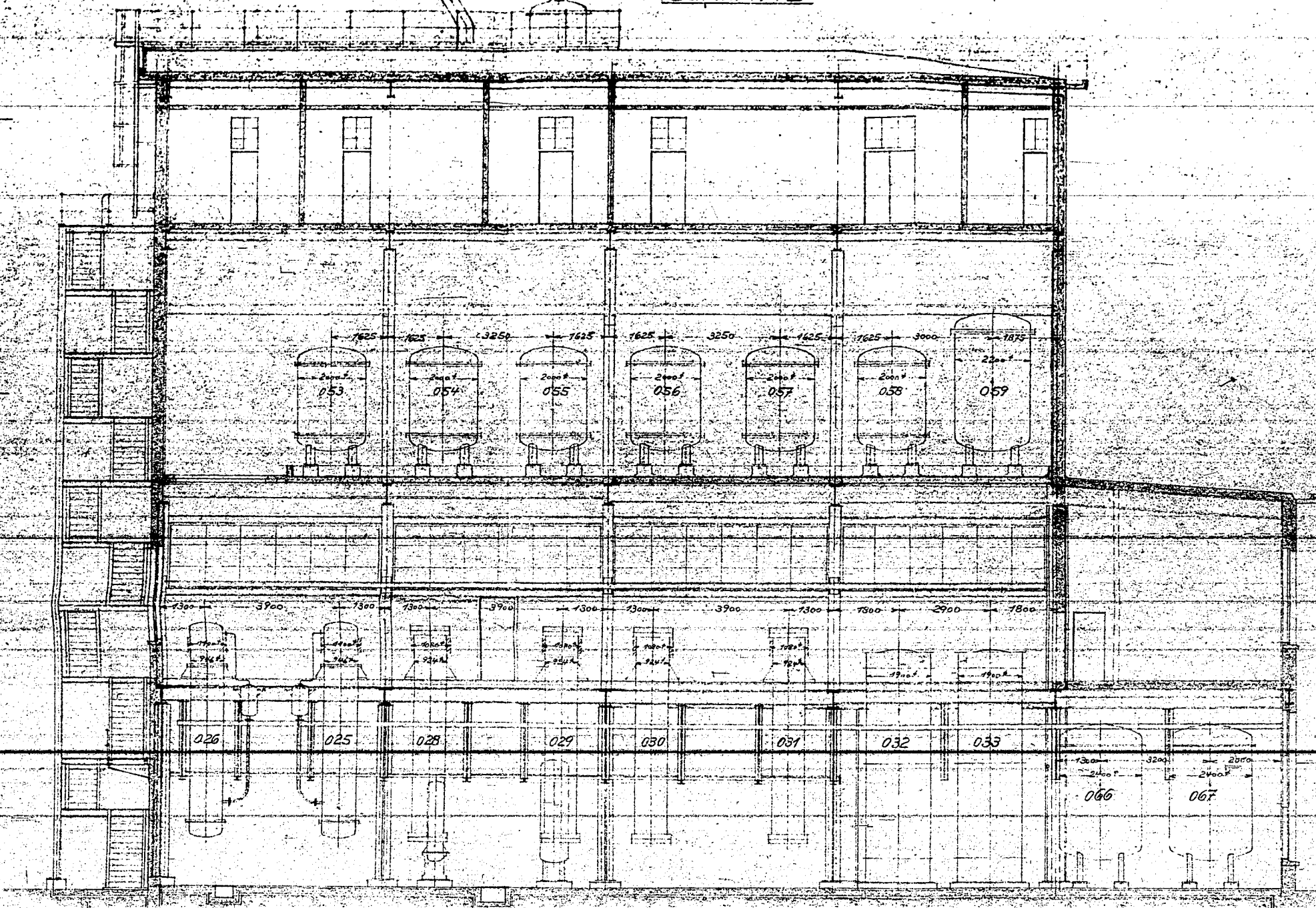
O

L

M

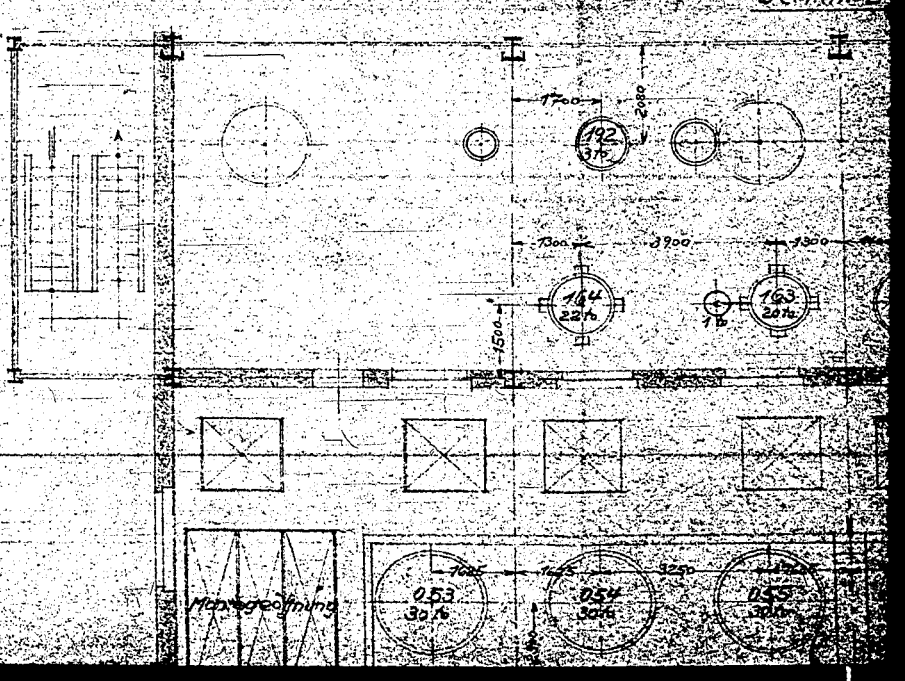
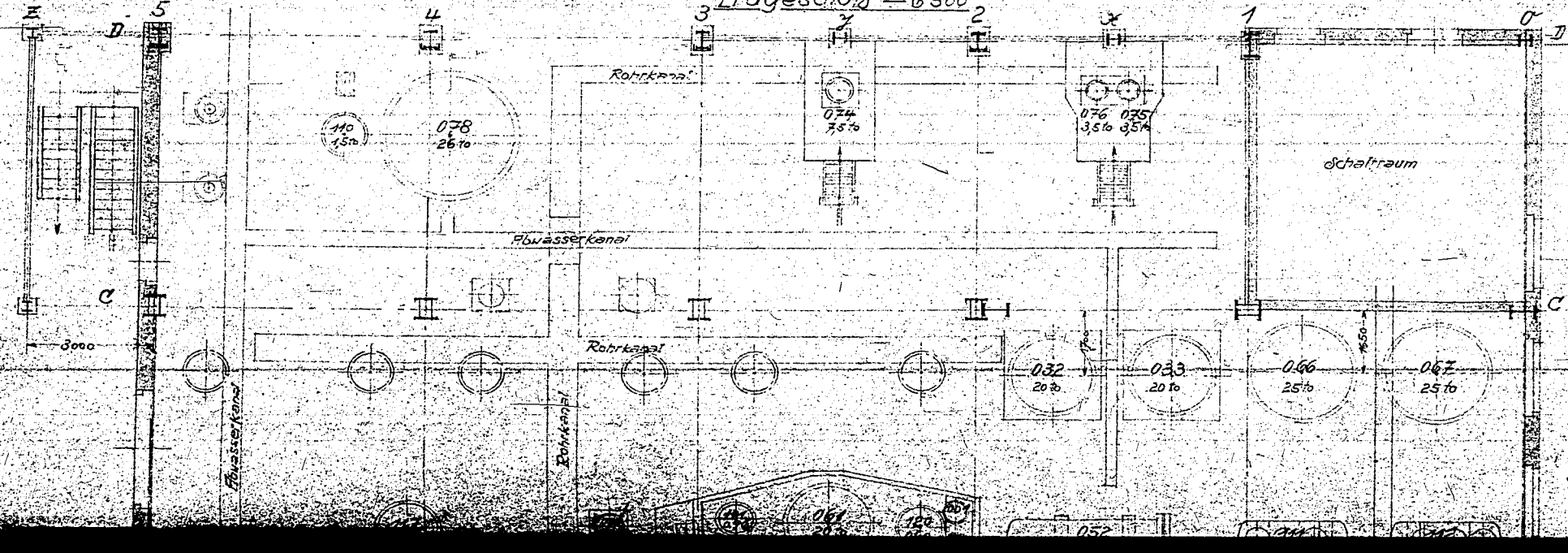
J

K



Erdgeschoß - 6.500

Schnitt C-D

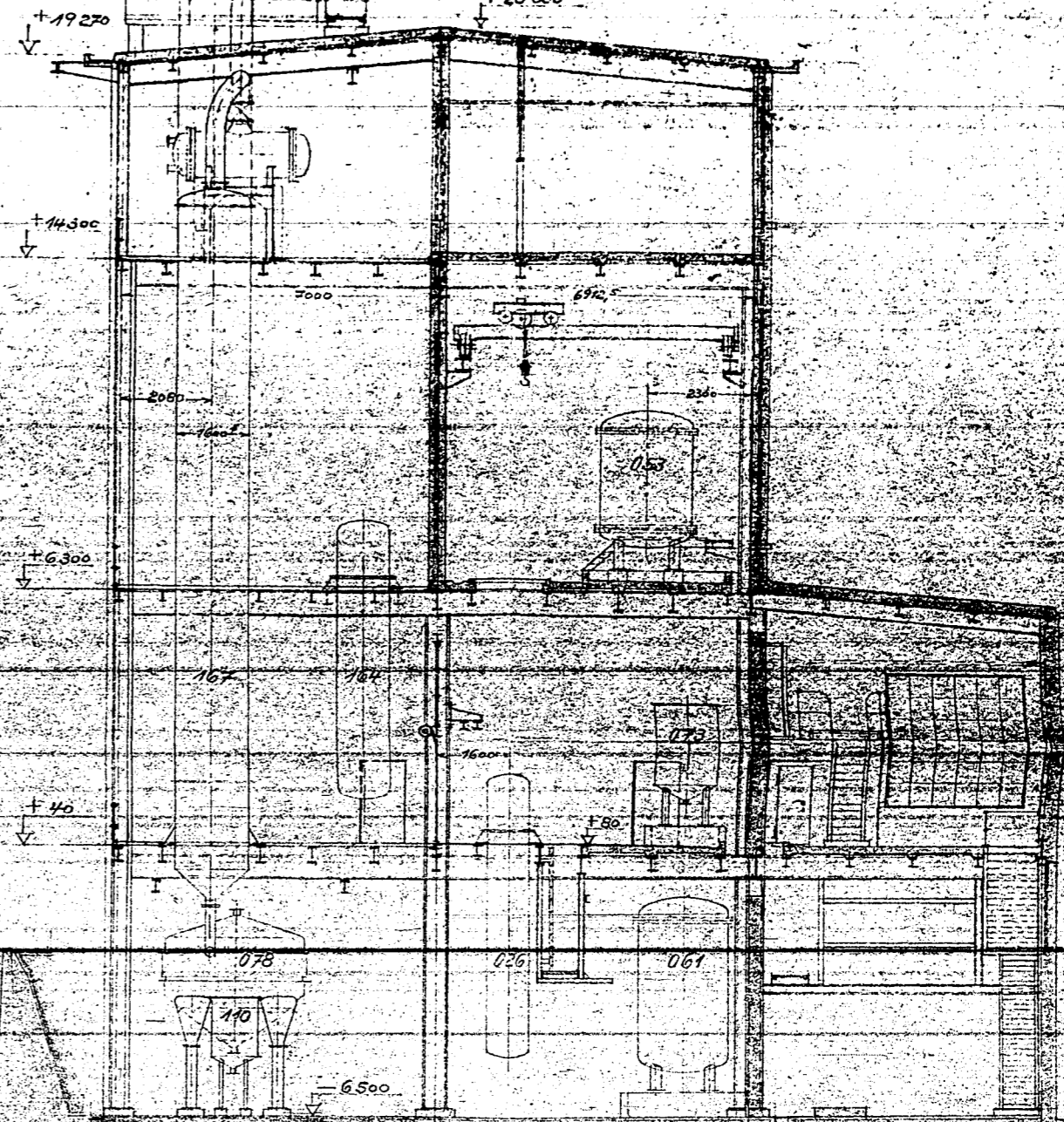
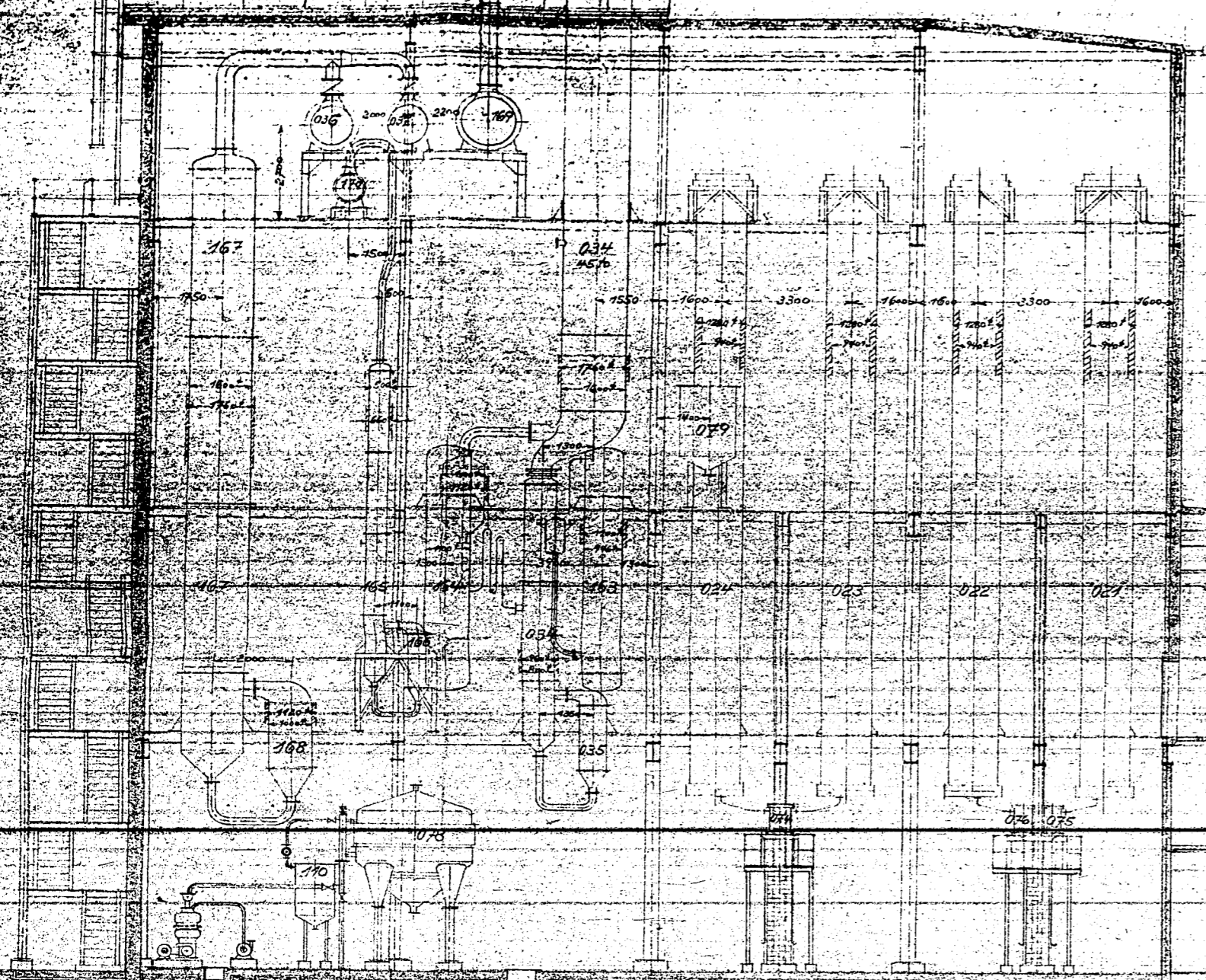


A

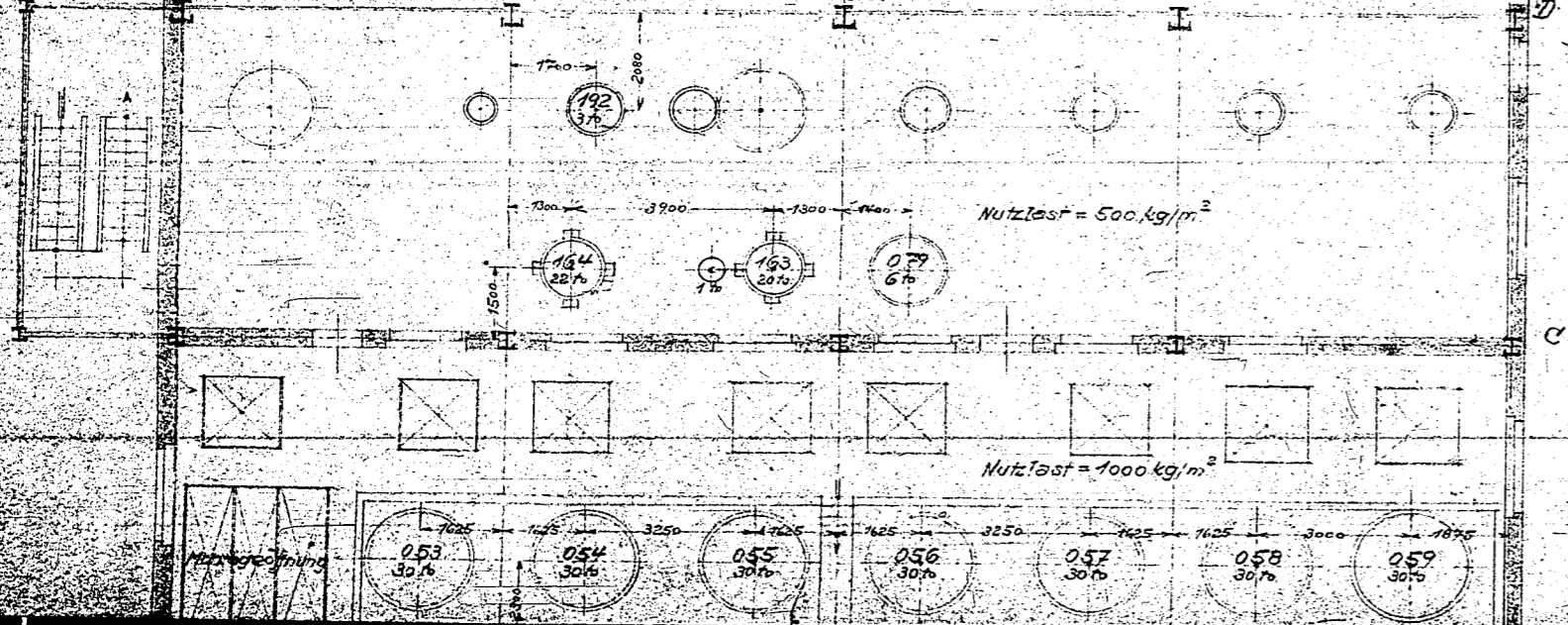
Blatt- zahl	Benennung	Teil	Werk- stoff	Prob.- nr.	Weg

Schnitt C-D

Schnitt E-F



Schnitt L-M, Bühne +6300



Schnitt G-H

B