

3996-50/301.7

Oppau, den 18. August 1944.Rf.

Besprechungsbericht.

180 =

Teilnehmer: Prof. Zerbe, Rhenania-Ossag, Hamburg
 Dir. Dr. Goldberg (zeitweise) } IG Op.
 Dr. Bartholomé (zeitweise) }
 Dr. Sachsse }

Betr: Propan-Peroxyd-Verfahren.

004848

Oppau hatte sich an Herrn Prof. Zerbe gewandt mit der Bitte um Zugänglichmachung des Berichtes über das Peroxyd-Verfahren, der seinerzeit zum Reichsamt geschickt worden war und auch bei der Besprechung in Leuna vorgelegen hatte. Herr Prof. Zerbe nahm die Gelegenheit zu einem persönlichen Besuch am 18.8.44 in Oppau wahr, bei dem weitere Einzelheiten zur Frage besprochen wurden. Herr Prof. Zerbe teilte uns, abgesehen von dem genannten Bericht, weitere Unterlagen mit:

Bericht B 8624 über die Arbeit der Abt. KC auf dem Gebiet von "Propanperoxyden" und anderen Kohlenwasserstoffoxyden während des zweiten halben Jahres von 1940.

und Bericht: Die Isolation von Wasserstoffperoxyd aus "Propanperoxyden".

Der wesentliche Inhalt dieser Unterlagen ist, wie Prof. Zerbe sagte, auch in der Doktorarbeit von Koolijman enthalten, die seinerzeit an Leuna zur Übersetzung und Vervielfältigung gegeben wurde. Anhand dieser Unterlagen wurde insbesondere die Frage diskutiert, inwieweit das Verfahren zur Erzeugung von T-Stoff für Kriegszwecke in Betracht kommt. Dabei ergab sich, daß auf Grund der Labor-Resultate der Batavischen Petroleum Maatschappij, die inzwischen in gleichem Maßstab auch in Oppau reproduziert werden konnten, der Sauerstoffbedarf pro Tonne T-Stoff so hoch ist, daß das Verfahren mit diesen Ausbeuten mit anderen T-Stoff-Verfahren nicht wettbewerbsfähig erscheint (ca. 15 % des aufgewandten Sauerstoffes sind nach der Umsetzung als H_2O_2 vorhanden). Der Rest liegt z.T. als organisches Peroxyd vor, z.T. in Form organischer Sauerstoff-Verbindungen und als Wasser und Kohlenoxyd. Es sind jedoch eine Reihe von Gesichtspunkten vorhanden, die es voraussichtlich ermöglichen, die Ausbeuten zu steigern. Es kann einmal möglich sein, nach dem Vorschlag der Batavischen durch eine fraktionierte Kondensation den Anteil des Wasserstoffsperoxyds an gesamten Sauerstoff auf Kosten der organischen Peroxyde zu erhöhen. In diesem Sinne teilte uns Herr Prof. Zerbe mit, daß die Batavische die Absicht hat, eine Verkondensation des Wasserstoffsperoxyds bei 30° vorzunehmen. Man kann zweitens hoffen, die Reaktion im Sinne einer bevorzugten Bildung von Wasserstoffsperoxyd zu lenken, wenn man in größerem Maßstab arbeitet und dabei den Wandeinfluß entscheidend unterdrückt.

Prof. Zerbe übergab uns eine Zeichnung der in Amsterdam erstellten semitechnischen Anlage mit einem Reaktionsraum von 50 Litern und erläuterte die Betriebsweise. Oppau teilte mit, daß die Anlage in diesem Zustand voraussichtlich nicht betriebsfähig sein wird. Es ist vielmehr erforderlich, für eine ausreichende Vorwärmung der Reaktionsgase Sorge zu tragen, um die Umsetzung einleiten

und halten zu können. Der von der Batavischen vorgesehene Weg, dies durch einen entsprechenden Sauerstoffüberschuß zu bewirken, scheidet nicht nur aus Gründen der Wirtschaftlichkeit und Rohstoffbasis praktisch aus, sondern erscheint auch aus Gründen der Wärmehaltung und Übertragung schwer gangbar. Auch die zur Einleitung der Reaktion vorgesehene Zündkerze würde nur bei der Anwendung eines Sauerstoffverhältnisses, das im Rahmen der Brennbarkeitsgrenzen des Propans liegt, möglich sein. Dieser Sauerstoffgehalt beträgt aber etwas das Zehnfache dessen, was auf Grund der Labor-Resultate angewandt wurde. Eine derartige Sauerstoff-Konzentration enthält auch ein nicht zu unterschätzendes Gefahrenmoment. Wir machten den Vorschlag, die Apparatur abzuändern, bevor Propan für größere Versuche verwendet wird.

Alle Beteiligten waren sich darüber klar, daß ein Urteil über die Brauchbarkeit des Verfahrens für den vorgesehenen Zweck nur auf Grund einer kleintechnischen Anlage möglich ist.

Bezüglich der Weiterverarbeitung der bei dem Oxydationsprozeß anfallenden Rohlösung sagte uns Herr Prof. Zerbe, daß in Amsterdam die Untersuchungen nur auf die Gewinnung eines 30 %igen Wasserstoffsperoxyds abgestellt seien und daß es auch aus Geheimhaltungsgründen nicht möglich sei, dort eine Hochkonzentrierung durchzuführen. Es wurde daher abgesprochen, die in Amsterdam anfallenden Rohlösungen sowie die teilweise aufgearbeiteten Gemische nach Oppau zu senden, um sie in der dort vorhandenen Konzentrierungsanlage weiter aufzuarbeiten. In diesem Zusammenhang teilte uns Prof. Zerbe die Analysenmethode zur Unterscheidung des Wasserstoffsperoxyds von anderen organischen Peroxyden mit, die außerdem in der Dissertation von Kooljman enthalten ist.

Prof. Zerbe teilte uns weiter mit, daß Amsterdam inzwischen Versuche unternimmt, Propan-Peroxyd unter Druck zu gewinnen und weiterhin Versuche mit dem Ziel, die Ausbeute an Acetaldehyd auf Kosten des Formaldehyds zu erhöhen.

Im Sinne des in Leuna abgesprochenen Erfahrungsaustausches zwischen Herrn Prof. Zerbe, Herrn Dir. Dr. Herold und Herrn Dr. Sachs wurde verabredet, daß die Unterlagen, die Herr Prof. Zerbe Oppau mitteilte, daselbst vervielfältigt werden und eine Kopie Leuna zugeleitet wird. Wir baten fernerhin Herrn Prof. Zerbe, zur Vereinfachung der gegenseitigen Unterrichtung seine schriftlichen Mitteilungen immer mit Durchschlag in Leuna bzw. Oppau abzufassen.

Verteiler:

- 1.) Dir. Dr. Herold, Leuna
- 2.) Dir. Dr. Müller-Guradi, Op
- 3.) Prof. Zerbe, Hamburg
- 4.) Dr. Sachsse, Op
- 5.) zur Reserve (Op 648)

5 usfertigungen:

3 Exemplar

Aktennotiz

004850

Betreff: Propanperoxyd

Am Dienstag den 11.7.44 fand eine Besprechung bei den Leuna-Werken in Merseburg über das PPO-Verfahren statt. Von seiten der I.G. nahmen teil:

Direktor Dr. Herold (Vorsitz)

Dr. Assinger

Dr. Kaufmann

Dr. Sachs aus Oppau

Dr. Reutlinger ?

Zunächst wurde das Verfahren, für das die I.G. ein grosses Interesse zeigt, in grossen Zügen anhand der Notiz, wie sie auch dem Reichamt übergeben worden war und die bei der I.G. bereits bekannt war, besprochen. Da inzwischen von der I.G. Versuche über das PPO-Verfahren durch Herrn Dr. Sachs in Oppau vorgenommen worden waren, fand anschliessend eine Besprechung verschiedener Einzelheiten statt, die sich auf den Reaktionsmechanismus und die BPH-Verfahrensweise bezogen. In den meisten Fällen konnte eine Übereinstimmung der Ansichten erzielt werden. Nicht völlige Klarheit herrschte über folgende Punkte:

- 1) Co-Gehalt des Reaktionsgases
- 2) Thermodynamische Vorgänge und Einhaltung der Reaktions-temperatur
- 3) H_2O_2 -Bildung, vornehmlich aus Propylen
- 4) Verschiebung des Gleichgewichts nach der Essigsäure- anstatt Ameisensäureseite.
- 5) Oxydation der Aldehyde und Peroxyde zu Säuren mit Luft anstelle von H_2O_2
- 6) Propylenwäsche mit Schwefelsäure
- 7) Trennung von Propan und Propylen durch Destillation
- 8) Verwendung von Luft anstatt Sauerstoff
- 9) Arbeitsweise der Bändkerze
- 10) Durchführung des Verfahrens unter Druck
- 11) Gessen der umgekehrten Phase / Verbrennung
- 12) Mischungsvorgang von Propan mit Sauerstoff

Diese Punkte sollen bei beiden Partnern theoretisch und experimentell studiert und die dabei gesammelten Erfahrungen bei nächster Gelegenheit ausgetauscht werden.

Prinzipiell war man sich darüber klar, dass eine schnelle Entwicklung des Verfahrens nur durch beiderseitigen offenen Gedankenaustausch erfolgen kann, der so gedacht ist, dass unter völliger Aufrechterhaltung der Geheimhaltung die Amsterdamer Erfahrungen durch nicht weitergegeben werden. Die für einen solchen offenen Gedankenaustausch erforderlichen privatwirtschaftlichen Voraussetzungen sollen baldigst durch eine Rücksprache zwischen Herrn von Klase und Direktor Dr. Bützfisch getroffen werden. Dabei müsste auch sichergestellt werden, dass alle Erkenntnisse und Erfahrungen, die im Laufe der Zusammenarbeit entstehen, beiden Partnern gleichberechtigt zufallen.

Schliesslich wurde noch die Patentlage besprochen und die I.G. von den bei der EPS für das PFO-Verfahren laufenden Anmeldungen und Patenten in Kenntnis gesetzt. Bezüglich der semitechnischen Versuche wurde verabredet, dass Herr Dr. Sachse bei der I.G. eine vorhandene Anlage für die Versuche umbaut, wodurch die Möglichkeit gegeben ist, die Ergebnisse verschiedener Apparaturkonstruktionen gegenüberzustellen und durch Austausch der dabei gemachten Erfahrungen weiterzuentwickeln.

Was eine Lieferung des Propanperoxyds durch die I.G. betrifft, wurde vorgeschlagen - falls eine Lieferung durch Scholven ausfällt gegebenenfalls an die Syntheseindustrie heranzutreten und evtl. auch ein Propan mit hohem Propylengehalt einzusetzen, das vorher durch die für die semitechnische Anlage vorgesehene Propylenwäsche gereinigt werden könnte.

Ich übergab Herrn Dr. Sachse die Dissertation von Herrn Dr. Koyman, dem Sachbearbeiter des PFO-Verfahrens in Amsterdam, in der praktisch alle theoretischen Erkenntnisse über die Propanperoxydgewinnung zusammengefasst sind. Nach Studium der Dissertation soll nochmals ein Gedankenaustausch über etwa noch offene Fragen stattfinden.

Prof. Zerbo