

Hauptlaboratorium

Dr. Herold

Dr. Smeykal für Versuchsgruppe Me 219

Dr. Zepf für Analytische Gruppe Me 24a

OI. Dr. Sackmann

Dr.-Ing. Elbel

DI. Bach

Dr.-Ing. Mauthner

DI. Otto

### Hauptlaboratorium, Abteilung Versuche einschließlich Technikum

Im folgenden Bericht sind nur diejenigen Arbeiten niedergelegt, die entweder abgeschlossen sind oder sich im fortgeschrittenen Zustand der Entwicklung befinden. Die Arbeiten erstreckten sich auf folgende Gebiete:

1. Treibstoffarbeiten
2. Textilchemische Arbeiten
3. Phenol- und aromatische Kohlenwasserstoffarbeiten
4. Kunststoff- und Kunststoff-Vorprodukt-Arbeiten
5. Kohlenoxydarbeiten
6. Anorganische und physikalisch-chemische Arbeiten
7. Patent-, Vertrags- und Literaturbearbeitung.

Bei halbertechnischen Versuchen und Versuchsbetriebsanlagen sind im Laufe des Jahres folgende Mengen an Produkten erzeugt worden:

65	t	Roh-Oktadecylamin <sup>x)</sup>
30	t	Mersolat H
4	t	Mepasinsulfonat konz.
30	t	Oxo-Alkohole
0,5	t	Propan rein
2,3	t	n-Butan rein
1,2	t	i-Butan rein

Im Rahmen der Ingenieurarbeiten wurden folgende Großanlagen erstellt:

1. Synol-Versuchsanlage mit 4 Kontaktöfen je 750 l und 1 Kontaktöfen von 2,5 cbm Inhalt
2. KK-Versuchsanlage zur katalytischen Krackung von Erdölen mit einem 1-cbm-Kontaktöfen für diskontinuierliche Fahrweise
3. Nitril-Versuchsanlage zur Erzeugung von Hexamethyldiamin aus Adipinsäure (30 moto)
4. Destillationsanlage für Treibstoffe in Me 499 (Teilausbau)

An eigenen Entwicklungsarbeiten ist zu erwähnen die rechnerische Behandlung des Problems der Regenerierung von verkokten Kontakten, welche zu praktischen Erfolg geführt hat, und die Mitarbeit an der Entwicklung eines Mersolatverfahrens durch Ausarbeiten eines Verfahrens zum Eindampfen schäumender Lösungen.

Für 1943 sind größere Versuchsanlagen geplant für methylierte Butadiene (Me 52), schweres Wasser (Me 263), Sulfoxydation (Me 225), Aufarbeitung von Synol-Produkten (Me 458); Schmelsofen für katalytisches Cracken (Me-56). Ferner soll trotz der bausperrig eingetretenen Beschränkungen an der baulichen Weiterentwicklung des Versuchslaboratoriums durch Errichtung eines Neubaus zur Verlegung der Arbeitsräume aus dem Kesselhaus Me 244 weitergearbeitet werden. Außerdem soll an der Entwicklung größerer Treibstoffanlagen und einer geplanten Mersolatfabrik auf Basis Erdöl beratend mitgearbeitet werden.

<sup>x)</sup> Die Herstellung von Roh-Oktadecylamin wird in Zukunft endgültig von der Organischen Abteilung übernommen.

## Kreisstoffarbeiten

Bearbeiter: Dr. Kaufmann, Dr. Barkow, Dr. Hartmann, Dr. Hilberath (bis 31.3.),  
 Dr. Legutke (ab 23.3.), Dr. Mots (bis 31.10.), Dr. Pehan (ab 28.9.),  
 Dr. Poblath (ab 15.2.), Dr. Freuge (bis 1.3.), Dr. Weise (ab 25.9.),  
 Dr. Wels, Dr. Pohl II, Dr. Nowotny, Dr. Weber (ab 1.2.), Dr. Faber (ab 1.9.)

### Arbeiten in 1942:

#### I. Katalytisches Kracken

**Festbettverfahren:** Die durch eine wesentliche Aktivitätssteigerung des Krackkontaktes bedingte nochmalige Überprüfung der Fahrbedingungen führte zu beträchtlicher Verlängerung der Reaktionszeit auf 60-120 Min. bei 0,5-0,6 v/v/h Belastung.

Die halbtechnische Versuchsanlage in Me 56 (1 cbm Kontakt) wurde im Oktober mit einem vorläufigen minderwertigen Kontakt in Betrieb genommen. Sie hat sich in apparativer Hinsicht bisher gut bewährt.

**Schleusofen:** In einer Versuchsapparatur von 20 l Kontaktraum wurden hinsichtlich Aufspaltung und Produktverteilung die gleichen Ergebnisse wie beim Festbettverfahren erzielt. Die Kontaktregeneration ließ sich mit Luft durchführen, was neben der kontinuierlichen Arbeitsweise einen weiteren Fortschritt des Schleusverfahrens gegenüber dem Festbettverfahren darstellt.

**Staubkontaktverfahren in der Gasphase:** Als geeignetste Bedingungen für das Krack mit staubförmigem Katalysator konnte die Anwendung vom Gegenstromprinzip für Kontaktstaub und Öldampf bei sehr hohen Kontaktkonzentrationen im Reaktionsraum ausfindig gemacht werden. Ausbeuten und Qualitäten sind jetzt etwa die gleichen wie beim Festbettverfahren.

#### II. HF-Verfahren

**Unbeheizter Großraumofen:** Die technische Anlage in Moosbierbaum ist seit August in Betrieb. Soweit sich bisher übersehen läßt, konnten die Ergebnisse der Versuchsanlage in vollständigem Umfange bestätigt werden.

**Röhrenofen:** Durch stark ansteigende Temperaturen über die Kontaktlänge konnte die HF-Benzinausbeute noch weiter verbessert werden, z.B. wurden über einen gepilten HF-Kontakt und bei 50 Vol% Aromaten im HF-Benzin beim naphthenischen Vorhydrierungsbenzin bei 30 atü, 0,6 kg/v/h Belastung und 40 Stunden Reaktionszeit 87-88 Gew.%, bei einem gemischtbasischen rumänischen Benzin bei 15 atü, 0,6 kg/v/h Belastung und 15 Stunden Reaktionszeit 81-82 Gew.% erhalten.

Eine Kombination von Röhren- und Schachtofen durch Nachschaltung eines Schachtofens mit  $\frac{1}{3}$  des Gesamtkontaktinhaltes ergab bei naphthenischen Benzinen keine, bei gemischtbasischen und paraffinbasischen Erdölbenzinen jedoch eine Leistungssteigerung von ca. 30%.

Zur weiteren Klärung der Rohbenzinlage für Moosbierbaum wurden in kleinen Öfen zahlreiche Produktstudien mit ungarischen, rumänischen und anderen Benzinen durchgeführt.

#### III. Herstellung von klopfesten Benzinen auf Basis Hygasfraktionen

Die Versuchsarbeiten kamen auf dem AT 244-Gebiet zum Abschluß. Nach endgültigem Urteil der Deutschen Versuchsanstalt für Luftfahrt, Berlin-Adlershof, erwiesen sich Mischungen von AT 244 mit DHD solchen von T 52 mit DHD im praktischen Betrieb motorisch gleichwertig.

**Isomerisierung von n-Butan:** Die Unterlagen zum Bau der Produktionsanlagen wurden durch Ausprüfung eines 500 l großen Isomerisierofens vervollständigt. Folgende Ergebnisse wurden erzielt: Ausbeute 95-97%, Umsatz 30-35%, Kontaktverbrauch 0,6- bezogen auf hergestelltes Isobutan.

#### Anreicherung bzw. Trennung von Paraffin-Olefin-Gemischen

a) **Durch Silberwäsche:** Die Versuche in einer halbtechnischen Apparatur wurden vorläufigen Abschluß gebracht.

b) Durch azeotropische Destillation: Die folgenden Hilfsstoffe gelangten zur Anwendung: Schwefeldioxyd, Ammoniak, Monomethylanin. Günstige Ergebnisse liegen bei Verwendung von Monomethylanin vor.

Trocknung von Butan: Die Trocknung des als Ausgangsmaterial für das AT 244-Verfahren dienenden n-Butans wird durch Destillation mit Propan (wahrscheinlich infolge Bildung eines Propan-Wasser-Aceotrops) erreicht. Auf diese Weise konnte z.B. ein Butan mit 0,04 Gew.% Wasser auf 0,02-0,015 Gew.% Wasser getrocknet werden.

Dehydrierung von n-Butan und Propan: Es wurden 2 Kontakte entwickelt: Der Zwischenkontakt (Basis unpeptisierte Tonerde), der nun auch großtechnisch bereits hergestellt wird (für T 52), und der Endkontakt (Basis peptisierte Tonerde). Für technischen Betrieb werden für n-Butan folgende Zahlen angegeben: 1. Zwischenkontakt: Belastung 650, Umsatz 25%, Ausbeute 80%. 2. Endkontakt: Belastung 800, Umsatz 25%, Ausbeute 85%. Für beide Kontakte liegt die chem. Lebensdauer bei ca. 400 Stunden. Propan wurde im Laboratoriumsofen bei nur 580° C über 100-150 h zu 30-32% umgesetzt. Die Ausbeuten betragen 85-90% bei Belastung 1000.

IV. Darstellung von Isopren aus Formaldehyd über das 4,4-Dimethyl-1,3-dioxan

Diese Arbeiten wurden im Hinblick auf Isoprenkautschuk neu aufgenommen. Butylene wurden mit Formaldehyd zu den entsprechenden Dioxanen umgesetzt. Die Olefinausbeuten lagen zwischen 80-85%. - Für die Spaltung des Dioxans zu Isopren ("Mesopren"), Formaldehyd und Wasser, die bei 250-300° C in Gasphase vor sich geht, wurden Kontakte untersucht. Wegen der starken Verharzung wird versucht, zu regenerierbarem Kontakt zu kommen. Die erreichten Umsätze liegen bei 30%, die Ausbeuten bei 80-85%.

Arbeiten für 1943:

Weitere Produkt- und Kontaktstudien zur Schaffung von Unterlagen für das HF-Verfahren und für die Planung einer 100 000-tato-Anlage für katalytisches Kracken in Moosbierbaum werden durchgeführt. Als neues Arbeitsgebiet wird der Kohleaufschluß mit dem Ziel, sauerstoffreiche, wertvolle Produkte zu erhalten, aufgenommen. In einer z.Zt. in Bau befindlichen halbtechnischen Anlage für etwa 1/2 tato Isopren (Mesopren) wird die Dioxan-Bildung und -Spaltung in großem Maßstab durchgeführt werden.

## Textilchemische Arbeiten

Bearbeiter: Dr. Asinger, Dr. Krajewski, Dr. Richter, Dr. Ebeneder, Dr. Eckoldt,  
Dr. Rennhak, Dr. Nagatz, Dr. Drechsel, Dr. Grünert (ab 14.10.)

Arbeiten in 1942:

### I. Sulfochlorierung von Chlorkohlenwasserstoffen

Bei der Herstellung von Chlorpropan- bzw. Chlorbutansulfochlorid aus 1-Chlorpropan bzw. 1-Chlorbutan durch Sulfochlorierung wurden dadurch Ausbeuteverbesserungen erzielt, daß die Reaktion bei sehr tiefer Temperatur vorgenommen wurde. Chlorpropan- und Chlorbutansulfochlorid haben für die Herstellung von Sulfonen, inneren Anhydriden von Oxosulfosäuren, und Sulfamen, inneren Anhydriden von Aminosulfosäuren, Bedeutung. Die Sulfone sind für das Igepon-A-Gebiet von Wichtigkeit.

### II. Sulfochlorierung von flüssigen Kohlenwasserstoffen

Die Versuche zur Extraktion des Sulfochlorides aus Mersol H mit Hilfe von flüssigem Schwefeldioxyd wurden im Laboratorium und im Betrieb eingestellt. Die Edeleanu-Anlage wird anderen Aufgaben zugeführt werden.

Das Verfahren zur Mersolatherstellung wurde weiter ausgebaut. Es wird jetzt so gearbeitet, daß bis zu 30 % sulfochloriertes Mepasin mit 10%iger wäßriger Natronlauge verseift und nach dem Abtrennen des Neutralöles die ca. 30%ige Sulfonatlösung im Schlangenverdampfer auf Festprodukt verarbeitet wird. Es stehen zwei Mersolat-Typen, nämlich Mersolat H salzarm und Mersolat H salzhaltig, in Form von Tafeln oder Schuppen zur Verfügung. Zur Feststellung der für die Seifenindustrie geeigneten Form wurden mit Mersolat-H-Tafeln größere Praxisversuche unternommen. Erdalkalimersolate sind durch Umsetzung von Natriummersolat mit Erdalkalichloride in alkoholischer Lösung gut zugänglich geworden.

Bei der Sulfonatherstellung auf Basis von Erdölen wurden Fortschritte erzielt durch Anwendung von die Autoxydation verhindernden Inhibitoren, z.B. Natriumhydro-sulfit, die während oder sofort nach der Verseifung des Sulfochlorids zugesetzt werden, wodurch Sulfonate von heller Farbe entstehen. Die Versuche, nicht einsetzfähige Erdölrücköle durch Dechlorierung und Hydrierung oder durch dechlorierende Hydrierung wieder sulfochlorierbar zu machen, gestalteten sich bisher wegen der dabei auftretenden Korrosionen bzw. Verharzungen sehr schwierig und führten noch zu keinem technischen Verfahren. Die Vorextraktion der rohen Erdöle mit flüssigem Schwefeldioxyd wurde im Hinblick auf das Mersolprojekt Ungarn wieder aufgenommen. An Abwandlungsprodukten der Sulfochloride gelang es, über die Thiosulfonate Sulfosäuren herzustellen.

Durch ein neues Verfahren (Chlorobromierung) war es möglich, höhermolekulare Bromkohlenwasserstoffe ohne wesentlichen Bromverlust herzustellen, die sich im Gegensatz zu den Alkylchloriden durch eine gesteigerte Reaktionsfähigkeit auszeichnen.

Die Einrichtung des Waschmittel-Prüfungslaboratoriums wurde abgeschlossen. Außer den laufenden Entwicklungsarbeiten wurden im Rahmen des "Ware-Austausches" 16 neu angemeldete Produkte ausgeprüft.

Arbeiten für 1943:

Versuche zur Herstellung einer sich nicht-entmischenden Mersolat-H-Paste werden durchgeführt werden.

Im Hinblick auf das Mersolatprojekt Ungarn wird das Problem des Wiedereinsatzes der Rücköle aus der Erdölsulfochlorierung weiter bearbeitet werden. Ferner werden anwendungstechnische Versuche mit Erdölmersolat, besonders in bezug auf Mersolat-Seifenmischungen, sowie Versuche zur Herstellung von weiteren Abwandlungsprodukten der Sulfochloride geplant.

## Phenol- und aromatische Kohlenwasserstoff-Arbeiten

Bearbeiter: Dr. Klopfer, Dr. Rennhak, Dr. Jochinke (ab 1.9.), Dr. Essig (ab 17.9.)

Die Bearbeitung des Phenolgebietes wurde zu Gunsten der Toluolgewinnungsarbeiten stark eingeschränkt.

### Arbeiten in 1942:

#### I. Witol-Verfahren

Die Verhältnisse in Waldenburg zwangen dazu, die Katalysatorarbeiten des Toluolsynthese-Verfahrens aus Benzol und Methanol wieder aufzugreifen. Neben der laufenden Überprüfung der nach Waldenburg abgehenden Chargen von Betriebskontakten zielten weitere Versuche darauf ab, die mechanische Festigkeit des Witolkontaktes zu erhöhen. Die zahlreichen in dieser Richtung angestellten Versuche brachten noch keinen entscheidenden Erfolg. Der im Laufe der Reaktion durch eintreten Verrußung bis 45 % Kohlenstoff enthaltende Katalysator konnte in Kleinversuchen durch Abbrennen wieder regeneriert werden. Die dabei auftretende hohe Wärmetönung machte es jedoch nicht möglich, das Verfahren auf die Öfen in Waldenburg, welche für diese Beanspruchung nicht geeignet sind, zu übertragen.

#### II. Leutol-Verfahren

Der starke Toluolbedarf zwang, nach weiteren Quellen für diesen Stoff zu suchen. Toluol ist in den an aromatischen Kohlenwasserstoffen reichen HF- und DHD-Benzinen enthalten. Die Fraktion 100-115° C, die ca. 22 % des Gesamtbenzins ausmacht, enthält etwa 70 % aromatische Kohlenwasserstoffe, hauptsächlich Toluol. Die Isolierung des Toluols aus diesen Fraktionen wurde in zwei Stufen durchgeführt. In der ersten Stufe wurde durch selektive Lösungsmittel, vor allem flüssiges Schwefeldioxyd, bei -40° C ein Extrakt mit ca. 90 % aromatischen Kohlenwasserstoffen gewonnen. In einer zweiten Verfahrensstufe gelingt es, aus diesem Gemisch die nicht aromatischen Bestandteile so weit zu entfernen, daß als Endprodukt ein 98,8 %iges Toluol erhalten wird. Seine Kennzahlen erfüllen zum größten Teil die Bedingungen für Sprengstofftoluol. Die praktische Prüfung steht noch aus. Es ist geplant, auf den in der DHD-Anlage Leuna im Laufe des nächsten Jahres anfallenden Benzinen 30 000 jato Toluol zu gewinnen. An dem diesbezüglichen Projekt wurde mitgearbeitet.

#### III. Benzolalkylierung

Die Alkylierung des Benzols mit den höheren Alkoholen des Isobutylöls (C<sub>6</sub>-C<sub>11</sub>) wurde fortgesetzt. Es gelang auch, die beim Verfahren selbst durch Dehydratisierung der Alkohole entstehenden Olefine zum größten Teil zur Alkylierung zu verwenden.

### Arbeiten für 1943:

Versuche zur Verbesserung des Witol-Kontaktes und zur Durchführung des Leutol-Verfahrens werden ausgeführt. Versuche für die Oxydation des Cyclohexans sowie Entmethylierung der Kresole unter gleichzeitiger Toluol-Gewinnung sind geplant.

## Kunststoff- und Kunststoff-Vorprodukt-Arbeiten

Bearbeiter: Dr. v. d. Horst, Dr. Andreas, Dr. Braun (ab 22.6.), Dr. Dierichs, Dr. Falkenberg, Dr. Laucht (bis 20.5.), Dr. Offe (ab 22.9.), Dr. Peinze (bis 15.11.), Dr. Striegler, Dr. Reisinger

### Arbeiten in 1942:

#### I. PCU-Gebiet

Neben dem fabrikatorisch hergestellten Weichmacher Mesamoll I wird nunmehr noch eine zweite verbesserte - kältefestere und zur Pastenherstellung besser geeignete - Type Mesamoll H herausgebracht, welche nach dem üblichen Verfahren durch Veresterung von Mersol H mit SR II-Öl gewonnen wird; später soll diese Type evtl. allein fabriziert werden.

Das im vorigen Jahresbericht erwähnte Melastol wurde zurückgezogen; an dessen Stelle soll jetzt ein Gemisch aus Mesamoll H und Vorkühleröl unter der Bezeichnung Mesamoll HB treten, welches insbesondere auf dem P-Sohlesektor eingesetzt werden soll. Eine Mesamoll-Vorkühleröl-Kombination wurde in Zusammenarbeit mit der Kunststofftechnischen Werkstätte zur Herstellung zahlreicher Fahrradmäntel für den internen Gebrauch eingesetzt.

#### II. Igamid-Gebiet

Diamine auf Adipinsäurebasis: Für die Stufe: Adipinsäure-Dinitril wurden in großen angelegten Serienversuchen zahlreiche Katalysatoren auf Leistung, Festigkeit und Dauerbewahrung geprüft; am geeignetsten erwies sich ein Katalysator, bestehend aus 75% Kaolin (bei 600° C aktiviert) und 25% Wolframsäure bzw. 25% Borphosphat.

Die Anlage in Me 479 zur Herstellung von Hexamethyldiamin steht kurz vor dem Anfahren. Als Katalysator für die Dinitrilstufe soll abgeröstetes Wolframsulfid eingesetzt werden.

Diamin auf Isobutylbasis: Das durch Ammonolyse von Dichlorisooctan erhaltene 1,5-Diamino-2,2,4-Trimethylpentan hat sich nach eigenen Untersuchungen sowie solchen anderer I.G.-Stellen als Polyamidkomponente ungeeignet erwiesen; die Einsatzfähigkeit auf dem Polyurethanegebiet ist noch nicht entschieden. Bei der Alkalibehandlung von Methallylchlorid entsteht das Lacton 2,2,4-Trimethylpentanolit-1,5 und weiterhin 2,2,4-Trimethylglutarsäure; die Dicarbonsäure erwies sich gleichfalls als ungeeignet für den Aufbau von Polyamiden.

Sebacinsäure: Für die Darstellung der Sebacinsäure wurde ein Verfahren ausgearbeitet, welches auf der Elektrolyse des Natriumsalzes des Adipinsäuremonomylesters in Methanollösung beruht. Der Energieaufwand pro kg Sebacinsäure beträgt z.Zt. etwa 4 kWh. Ludwigshafen ist an der Sebacinsäure für seine Polyamidarbeiten sehr interessiert, weshalb nach diesem Verfahren in Merseburg erstmals etwas größere Mengen (300 kg) für eine Ludwigshafener Fabrikationscharge hergestellt werden sollen.

Methyladipolherstellung: Für die Herstellung des als Ausgangsmaterial für Methyladipol dienenden Methyladipinsäuredimylesters wurde ein Verfahren ausgearbeitet, welches auf der Verwendung von Wofatit P als Festkontakt beruht. Verschiedene I.G.-Werke wurden laufend mit Methyladipol beliefert. Infolge des wachsenden Bedarfes an Methyladipol (Igamid UL) wurde für die Herstellung im größeren Maßstab die vorhandene Oxo-Anlage vorbereitet.

Methallylderivate: 2,5-Dimethylhexadien-1,5 wurde aus Methallylchlorid sowohl nach dem Magnesiumverfahren als auch nach dem Nickelcarbonylverfahren hergestellt; beide Verfahren beruhen auf der Bindung des Halogens an das Metall und Zusammenschluß der beiden verbleibenden Radikale zum Dimethylhexadien. Das Produkt hat als Polymerisationskomponente Interesse.

### Arbeiten für 1943:

Versuche zur Auffindung besonders kältefester Weichmacher für Polyvinylchlorid werden angestellt und der Ausbau der Sebacinsäureherstellung durchgeführt werden. Die Methallylarbeiten werden fortgesetzt, und die Hexamethyldiamin-Anlage Me 479 wird in Betrieb genommen werden.

## Kohlenoxydarbeiten

Bearbeiter: Dr. Wenzel, Dr. Ballaus (ab 14.9.), Dr. Berg, Dr. Breywisch, Dr. Geiseler, (ab 11.9.), Dr. Gemassmer, Dr. Meusel, Dr. Poblath (bis 14.2.), Dr. Reisinger, Dr. Wintzer (bis 11.9.)

Arbeiten in 1942:

### I. Oxo-Verfahren

Es wurde gefunden, daß durch Kobaltcarbonyl bei Temperaturen über 100° C die Doppelbindung der Olefine wandert und hierdurch der Verzweigungsgrad der Oxo-Produkte erhöht wird.

In Versuchen, z.T. im halbertechnischen Maßstab, in Me 458a wurden die verschiedensten Ausgangsmaterialien oxidiert, und zwar schwefelfreie Produkte: Gelböl Leuna (zu 35% oxidiert), Neutralteil der Esteröl- und Carbonsäurefabrikation (zu 50%) und schwefelhaltige Produkte: Deurag-Kracköl (zu 15%), rumänisches Kracköl (zu 15%). Die von Leuna gelieferten Oxo-Alkohole dienen zur Entwicklung neuer Waschmittel (Lu 3/153, Hb 1/144, Leuna Oxo-Sulfate I, II, III, Ia, IIa, IIIa).

In Me 458a wurde die kontinuierliche Fahrweise in genügend langen Fahrperioden zur Betriebsreife entwickelt. Die erzielten Fortschritte veranlassen die Ruhchemie, einen Umbau der Holtener Anlage auf diese Fahrweise zu planen. Weitere wichtige Verbesserungen wurden durch bessere Wärmeübertragung, Erhöhung der Kontakt-Lebensdauer durch Rückführung des mit den Abgasen flüchtigen Kobaltcarbonyls, ferner durch Entfernung des Kohlenoxyds aus dem Wasserstoff-Kreislauf, zweckmäßiger Filtration des Kontaktes und andere Maßnahmen erzielt.

### II. Synol-Verfahren

Ein neuer Ofentyp, der "Außenkontaktröhrenofen", übertrifft den bislang benutzten Plattenofen durch bessere Wärmeübertragung, leichtere Entleerbarkeit und einfachere Konstruktion. Er ist ein liegender Röhrenofen (s. Zeichnung) mit Kontaktrohre und siedendem Wasser in den Röhren.

Weitere Erfahrungen mit dem Eisenschmelzkontakt WK 17 und verschiedenen Fällungskontakten wurden gewonnen und der Einfluß des Kohlenoxyd-Gehaltes des Syntsegases, des Gasumsatzes, der Kontaktbelastung und der Kontaktzusammensetzung auf den Alkoholgehalt der Produkte studiert.

Die Synolalkohole bis C<sub>12</sub> erwiesen sich als praktisch völlig geradkettig. Abtrennung der Alkohole vom Neutralöl wurde die Extraktion mit Methanol für die niedrigen und die Borsäure-Methode für die höheren Alkohole weiter ausgearbeitet. Als neues Verfahren wurde die Alkohol-Adsorption durch Kieselgel entwickelt. Es wurden weitere Fortschritte in der Aufarbeitung des Produktwassers, der geruchlichen Verbesserung der niedrigsiedenden Anteile und des hochsiedenden Rückstandes erzielt und eine Anzahl neuer Verwendungsmöglichkeiten für die Produkte erschlossen.

Die ursprünglich für die Olefinsynthese gebaute Versuchsanlage Me 458 wurde mit Erfolg für die Synolsynthese betrieben. Es wurden wertvolle Erfahrungen über Fahrtechnik, Kontakt-Lebensdauer, Alkoholgehalt (trotz ungeeigneter Ofen 40-45% Materialfrage, Produktabscheidung und Destillation gewonnen.

Zur Herstellung der Sulfate für Waschmittel wurde kleintechnisch die Sulfurierung in Gegenwart des Neutralöls und dessen nachträgliche Entfernung durch Extraktion bearbeitet.

Die Entwicklungsarbeiten im Laboratorium führten zu Erfolgen bezüglich der Weiterverarbeitung von Alkoholen und Aldehyden: So konnten aus Aldehyden Ester aus höheren Alkoholen die Alkoholate und durch Umsatz der Alkoholate mit Alkoholäther gewonnen werden.

Arbeiten für 1943:

Beim Oxo-Verfahren wird die Verarbeitung schwefelhaltiger Roholefine aus Krack- und Schwelölen u. dgl. durchgeführt werden.

Die Filterstation der Oxoanlage soll erweitert werden mit dem Ziel, größere Mengen von Weichmacher-Alkoholen herzustellen.

Das Synol-Verfahren wird in der neuen Ofenkonstruktion weiter entwickelt. Produktaufarbeitung weiter verfolgt werden. Die Isolierung der Alkohole nach der Kieselgelmethode und ihre Übertragung auf die Isolierung anderer Stoffe wird bearbeitet werden.



Anorganische und physikalisch-chemische Arbeiten

Bearbeiter: Dr. Krajewski, Dr. Hula, Dr. Kosterhon, Dr. Geib

Arbeiten in 1942:

Es wurden im Laufe des Jahres eine Reihe von Kontakten für folgende katalytische Verfahren hergestellt:

- 1. Katalytisches Kracken
- 2. Hydroforming
- 3. Isoprenherstellung
- 4. Dehydrierung von i- und n-Butan
- 5. Dehydrierung von Cyclohexanol
- 6. Synol-Versuche
- 7. Isomerisierung
- 8. Esterhydrierung
- 9. Darstellung von Dinitrilen und Diaminen.

Die Herstellung eines Teiles dieser Kontakte wurde im halbtechnischen Maßstabe ausgeführt. Wesentliche Arbeit wurde auch für die Verformung der Kontakte verwandt. Weitere anorganische Arbeiten sind das Aufschlußverfahren von natürlichem Flußspat für die Gewinnung von Calciumnitrat als Düngesalz und Kryolith sowie das Anreicherungsverfahren von schwerem Wasser mittels Schwefelwasserstoffs.

Arbeiten für 1943:

Auf dem Gebiete der Katalysatorherstellung werden noch in Bezug auf Formgebung und Zusätze für folgende Verfahren Versuchsarbeiten verlangt:

- 1. Hydroforming
- 2. Isoprenherstellung
- 3. Esterhydrierung
- 4. Dinitrilherstellung
- 5. Dehydrierung von Cyclohexanol.

Eine Verbesserung des Flußspataufschlusses ist noch im Gange. Weiterhin ist eine Versuchsanlage für die Herstellung von schwerem Wasser nach den Vorschlägen von Prof. Harteck geplant.

Patent-, Vertrags- und Literaturbearbeitung

Bearbeiter: Dr.Brude, Frau DI.Dörr, Frl.D.Ch.Bauer (ab 1.11.)

Beim Reichspatentamt befinden sich z.Zt. 175 Patentanmeldungen aus dem Versuchslaboratorium im Prüfungsverfahren.

Neu eingereicht wurden in der Zeit vom 1.11.41 bis 31.10.42 70 Anmeldungen (davon 18 geheim = 25,7%).

Erteilt wurden in dieser Zeit 19 Patente.

Die Zentralkartei und die einzelnen Gruppenkarteien wurden durch zahlreiche weitere Referate, wofür zum Teil die Anfertigung von verschiedenen Übersetzungen erforderlich war, stark vermehrt, so daß die erstere jetzt gegen 11 400 Referate umfaßt.

Von Verträgen und Forschungsaufträgen sind zu erwähnen: Eine beabsichtigte und von der Patentabteilung Ludwigshafen in Angriff genommene Neufassung des Fettaal-Vertrags, die Weiterführung des Mitarbeitervertrags mit Fräulein Dr.Dane München, weitere Verhandlungen über die Übernahme von Sultonpatenten von Prof. Dr.Helberger, Berlin, die Anbahnung eines Forschungsauftrages für Dr.Chwala, Wi auf dem Waschmittelgebiet und Prof.Dr.v.Wessely, Wien, über Phenole sowie Verhandlungen zur Übernahme von einigen Mersolpatenten von Dr.A.Welter, Krefeld.

## Analytisches Laboratorium

Dr. Zepf

Dr. Türk, Dr. Eckhardt, Dr. Heinzmann, Dr. Leinert, Dr. Markus (ausgesch. 31.5.42)  
Dr. Mayrhofer, Dr. Ohle, Dr. Rast (eingetr. 1.7.42), Dr. Steudemann, Dr. Wetzel.

In der anorganischen Gruppe wurden im Rahmen von Bodenverbesserungsversuchen Methoden zur Humusbestimmung bearbeitet und an verschiedenen Bodenproben Humus, Teilchengröße und Zusammensetzung der Feinerde bestimmt. Neue Methoden zur Bestimmung des freien Kalkes neben gebundenem Kalk in Silikaten und Schlacken, des Fluors und Alkalis wurden zur Anwendung gebracht. Die im Vorjahr aufgenommenen Versuche über Schmelzverhältnisse von Salzkohlenaschen wurden weitergeführt und mit reinen Salzen der Reaktionsverlauf nachgeprüft.

Die physikalische Gruppe nahm als neues Arbeitsgebiet die Polarographie und die Ramananalyse auf und führte methodische Untersuchungen durch. Die Polarographie bewährt sich bei der quantitativen Spurenanalyse. Die Ramananalyse konnte bei der Untersuchung von Treibstoffen eingesetzt werden.

In der organischen Gruppe wurden für neue Produkte Untersuchungsmethoden ausgearbeitet. Auf dem Gebiete der Phenole wurden mit I.G.- und anderen Werken in Gemeinschaftsarbeit Standardmethoden aufgestellt. Die Bestimmungsmethoden für Olefine und Produkte des Oxoverfahrens wurden bearbeitet und weiter entwickelt. Präparative Arbeiten wurden für Betrieb und Versuchszwecke aufgenommen.

Die Arbeiten auf dem Gebiet der Waschmittel wurden weitergeführt; in Zusammenarbeit mit Schicht und Henkel wurde für Mersol, Mersolat und mersolathaltige Waschmittel eine einheitliche Analysenvorschrift aufgestellt.

Die gasanalytische Gruppe hat ihre Apparaturen weiter entwickelt, ihre Handhabung erleichtert und zum Teil automatisiert. Die Leunakolonne wurde eingehend auf ihre Trennschärfe überprüft. Löslichkeits- und Schmelzpunktsbestimmungen, Dampfdruck und Gasdichten sowie Dampfgleichgewichte wurden für die verschiedensten Gase mit Hinblick auf die Konstruktion techn. Kolonnen durchgeführt.

Die hygienische Gruppe hat neben Blei- und Quecksilberbestimmungen in biologischem Material, auch Alkoholkonzentrationen in Blutproben, ermittelt. Eine Methode zur Erkennung von Methylalkohol in Getränken wurde ausgearbeitet.

Die Abwasser- und Luftkontrolle wurde mit der Reichsanstalt für Wasser- und Luftgüte - Berlin durchgeführt. Schädigungen durch Abgase sind reichlich aufgetreten. Zusammen mit der Kreisbauernschaft wurden Entschädigungen in erheblichem Umfang festgelegt.

Für die Versorgung des I.G.-Werkes Auschwitz mit Trink- und Gebrauchswasser waren Besprechungen und Verhandlungen mit Behörden und anderen Stellen erforderlich.

Präparatesammlung. Die Sammlung wurde weiter ergänzt.

Zur Untersuchung kamen 82 000 Proben mit ca. 178 000 Einzelbestimmungen.