

ITEM NO. 22.  
FILE NO. XXX-6.

*Copy 1*  
COPY NO. 37

PB 1110  
Nav Technis En -  
111-45

~~RESTRICTED.~~

Classification Cancelled,  
by authority of  
The Joint Chiefs of Staff,  
by Col. E. W. Gruhn.

---

## PREPARATION OF "ALKAZID" M AND DIK

---

*Roberts, F. H.*

RESTRICTED.

COMBINED INTELLIGENCE OBJECTIVES  
SUB-COMMITTEE

RESTRICTED

PREPARATION OF "ALKAZID" M AND DIK

Reported by:

~~Mr. F.H. ROBERTS~~  
NavTecMisEu

June 1945

CIOS Target No. 22/1f  
Miscellaneous Chemicals

COMBINED INTELLIGENCE OBJECTIVES SUB-COMMITTEE  
G-2 Division, SHAEF (Rear) APO 413

RESTRICTED

RESTRICTED

TABLE OF CONTENTS

<u>Subject:</u>	<u>Page No.</u>
1. Details . . . . .	3

SUMMARY

The following information was obtained during interrogation of Dr. Pfhanmuller of the I.G. Farbenindustrie Plant at Ludwingshafen on 28 May 1945. Alkazid M and Alkazid DIK are trade names for alkaline agents used to remove carbon dioxide and hydrogen sulfide from manufactured gases, either coke-oven gas or water gas. The M product will absorb hydrogen sulfide and carbon dioxide, the DIK product is used primarily for hydrogen sulfide removal after carbon dioxide has been swept out. The DIK compound, however, will also absorb carbon dioxide.

These alkaline agents are complex condensation products of aldehydes with alkylamines and hydrocyanic acid. The M compound is synthesized from acetaldehyde and methylamine, the DIK compound from formaldehyde and dimethylamine. These agents will absorb about seventy cubic (70) centimeters of the respective gases per cubic centimeter of thirty (30) percent solution in water. The alkazids are capable of regeneration upon reaching the saturation point by simply heating to one hundred (100) degrees centigrade and dispelling the carbon dioxide or hydrogen sulfide.

Appendix - Operating Instructions,  
15 March 1944, preparation of potassium salt of Methyl alanin.



The concentration of the product is adjusted by distillation under vacuum to remove water and adjust the specific gravity to 1.18 to 1.20 which corresponds to approximately a thirty (30) percent solution.

\* See Appendix

## APPENDIX

### Betriebsvorschrift 15.3.44 As./Str.

#### Herstellung von Alkazid M (Methylalanin - Kalium).

##### 1. Anlagerung.

In einem eisernen Ruhrkessel von 1 500 Ltr. Inhalt mit Kublschlange und KuhlmanTEL, Ruhrerdrehzahl 60 Um/Minute, werden zu 200-kg Methylamin in ca. 35 %iger waBriger Losung bei 15-18° pro Stunde 27,5 kg Blausaure (aus 50 kg NaCN in 30-35 vol. %iger Losung entwickelt) eindestilliert und 2 kg Kalk in 4-kg H<sub>2</sub>O vorgelegt. 20 Minuten nach Beginn der HCN-Destillation last man bei 15-18° gleichzeitig 27,5 kg Blausaure und 50 kg Acetaldehyd pro Stunde zulaufen. Nach 4 Stunden fugt man nochmals 2 kg Kalk zu. In etwa 7 Stunden laufen ~~so die auf Methylamin berechnete Theoretische Menge~~ Blausaure (316 kg NaCN in 30-35 %iger Losung) und die ebenso auf einen Gehalt von 92 % berechnete Menge Acetaldehyd (390 kg). Die Endtemperatur soll 15° betragen, nachdem der Acetaldehyd-Einlauf 20 Minuten gestoppt wurde. Zur Kuhlung dient Sole aus einer Kalteanlage von ca. 15 000 WE/St. von + 5° Temperatur. Nach Baendigung des Acetaldehyd-Einlaufs wird noch 1 Stunde bei 20-25° geruhrt, wobei zu beachten ist, dab die Temperatur nicht durchgegt. Der Ansatz soll zum Schlub einen Blausauregehalt entsprechend 3,0 - 3,2 n/20 Ag fur 5 ccm IUsung (salpetersauer titriert) aufweisen, wenn er hoher ist, wird die entsprechende Menge Acetaldehyd zugesetzt. Fehler entstehen, wenn die Temperatur nicht genau eingehalten wird.

##### 2. Verseifung.

Sie schliesst sich unmittelbar an die Anlagerung an. In einem Ruhrkessel von 2 - 3 cbm Inhalt mit Heizmantel oder Heizschlange werden 80 % der Theorie KOH, berechnet auf das angewandte Methylamin, in Form von 30 %iger chemisch reiner Kalilauge unter Zusatz von 6 % CaO vorgelegt, mit dem Ansatz nach 1. bei 20--25° vermischt und 3 Stunden bei dieser Temperatur geruhrt. Daun wird langsam unter Vermeidung des Uberschaumens auf 105° hochgeheizt und 1 Stunde bei dieser Temperatur gehalten.

##### 3. Eindampfung.

3 Ansätze nach 2 werden zusammen in einer Ruhrkanone

mit Dampfmantel von ca. 7 cbm Inhalt im Vakuum auf ein spezifisches Gewicht von 1,2 eingedampft. (Ausbeute an Methylalanin 70-73 % d.Th.).

#### 4. Ausdampfen.

2 Ansätze von 3. werden nach Zusatz von 15 kg CaO in einem Ruhrbehälter von 10 cbm Inhalt mit Heizschlange auf 105-110° erhitzt. Dann werden 3-4 Stunden bei 110° Dampf oder N<sub>2</sub> durchgeleitet. Durch häufige Probenahme ist festzustellen, dass kein Eisen in Lösung geht, in welchem Falle das Ausdampfen sofort zu unterbrechen ist.

#### Analyse:

Nach 3-4 Stunden Abdampfwert. Es werden aus einer filtrierten Probe von 1 kg im Glaskolben 350 ccm abdestilliert, die Lösung dann auf 1 Ltr. aufgefüllt und mit  $\frac{n}{1}$  HCl gegen Methylorange titriert. Der Verbrauch soll nicht über 20-30 ccm  $\frac{n}{1}$  HCl pro kg betragen.

#### 5. Aufarbeitung.

Aus der nach 3. anfallenden, auf 25° abgekühlten ca. 8,5 cbm Lösung wird der Kalk durch Einleiten von ca. 90 kg CO<sub>2</sub> ausgefüllt, eine Lösung von 35 kg Kaliwasserglas von spez. Gew. 1,362 in 70 kg Wasser und anschließend 35 kg vorbenutztes Carboraffin zugesetzt. Anschließend wird 3 Stunden bei 50-60° gerührt, in einen gummierten Ruhrkessel filtriert, ca. 180 kg CO<sub>2</sub> eingelentet bis zur sodaalkalischen Reaktion gegen Triazenpapier, dann mit 35 kg frischem Carboraffin bei 35-40° 14 Stunden gerührt, auf ein spez. Gew. von 1,2 eingestellt und filtriert. (Der Filterrückstand wird wie oben beschrieben einer folgenden Partie als vorbenutztes Carboraffin zugesetzt.)

Fehler: Lauge schäumt. Dann nochmals mit Carboraffin behandeln.

#### 6. Produktion

beträgt 3,5 - 4,5 tato:

#### 7. Analysen

werden wie bei Dik - Lange D ausgeführt. Absorptionswert: 70 - 72 ccm CO<sub>2</sub> / 1 ccm Lauge von  $d = 1,18$ . Bei graphischer Darstellung entsteht eine steile Kurve gegen CO<sub>2</sub>

Der Korrosionswert soll konstante Werte oder eine geringe Gewichtszunahme ergeben.

Der Abdampfwert beträgt 20-30 ccm  $\text{HCl}$  pro kg.

Freie Blausäure wird wie bei Dik - D - Lauge bestimmt.

+) Carboraffin absorbiert die schaumenden Bestandteile.

- 7 -

RESTRICTED