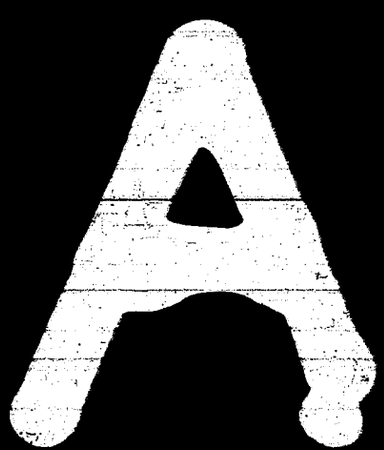
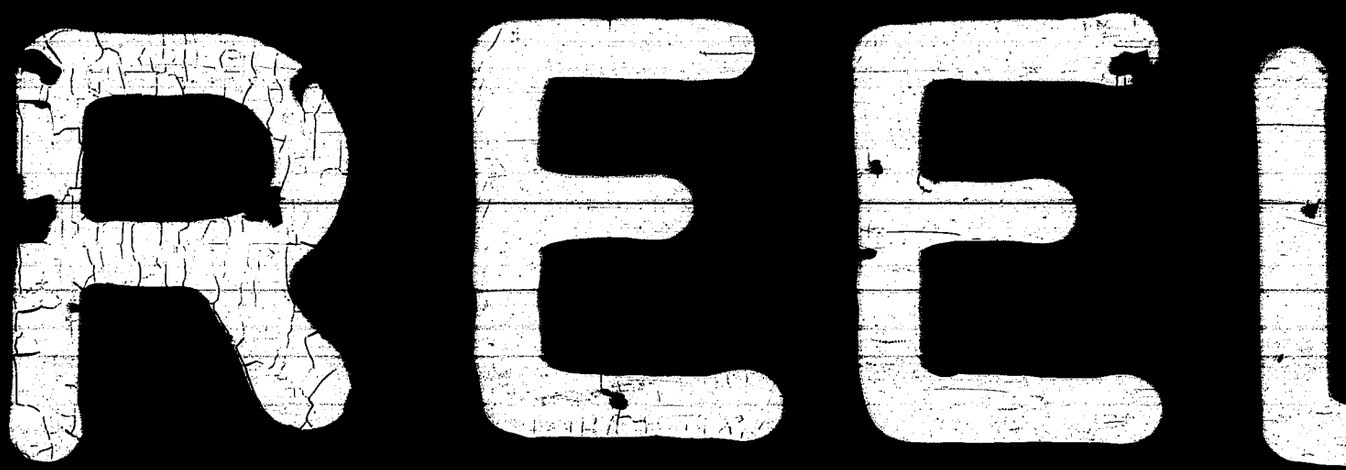
SERIES

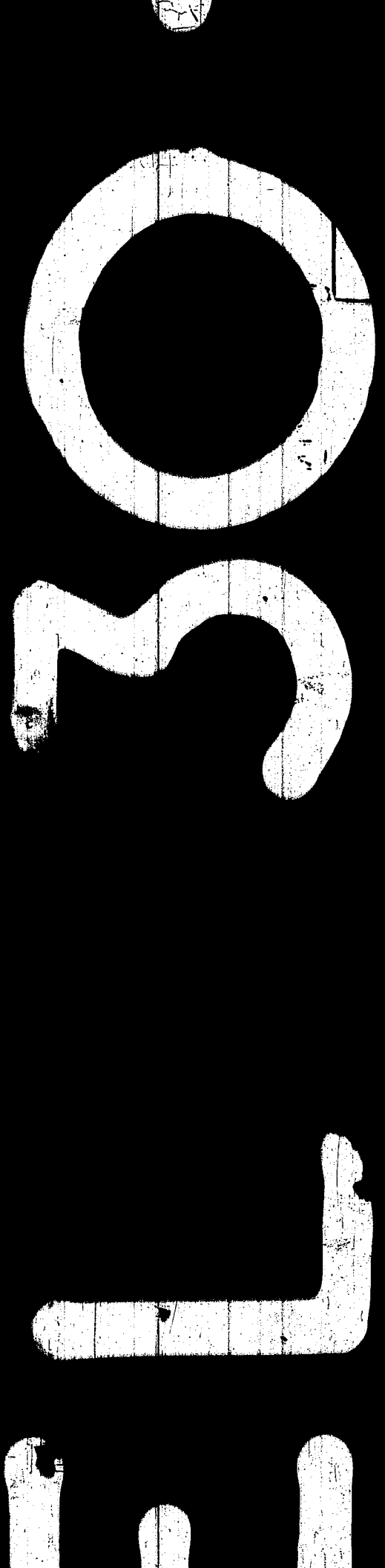


PHOTOGRAPHED BY

NAVY 100

MICROFILM SECTION


REE



D-A

NPA 17

START

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

30

SENDING STATION CODE DESIGNATION	ROLL NUMBER	RECEIVING STATION CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

31 July 1945

160001051

2

35d

B Z - K O N T A K T

Herstellung

Analyse

Bag	Target
2170	30/4.03

18. Mai 1939

Bad Tab. 1
2170 30/4-08

VI. Herstellung des BZ-Kontaktes (April 1939)

1) Allg.Beschreibung der Herstellungsweise:

MgO, Kaolin und Nickelkarbonatpaste (Nickelmenge = 60 % des Gesamtnickels) werden mittels Nickelnitratlösung (Nickelmenge = 40 % des Gesamtnickels) gut vermischt (Knetmasse), die Mischung auf Blechen im Röstofen getrocknet und bei hohen Temperaturen geröstet (Röstmasse).

Die erhaltene Röstmasse wird vermahlen, mit Zement und Wasser zu einer noch streufähigen körnigen Masse (Pressmasse) vermischt und die Mischung in Presse zu Kontaktkörper (Pillen, Ringe) geformt.

2) Herstellung der Nickelnitratlösung (Vorratslösung):

$$3\ Ni + 8\ HNO_3 = 3\ Ni(NO_3)_2 + 2\ NO + 4\ H_2O\ .$$

In einem Rührkessel A (mit säurefesten Steinen doppelt ausgemauert, Rührer und Deckel mit V2A-Blech beschlagen, Einfülltrichter, Abzugsleitung für nitrose Gase aus Ton mit eingebauter Druckluftdüse, Kesselinhalt 1200 Ltr.) werden nacheinander unter Rühren eingefüllt:

a) aus Wasserleitungsnetz (gemessen mit Wasseruhr): 80 Ltr.gew. Wasser

b) 350 Ltr. 62gew.%ige Salpetersäure (abgemessen im Rührerkessel A mittels kalibrierten Maßstockes)

c) langsam und vorsichtig (Vermeidung von Überhitzung, Überschäumen und Aufkochen, Beruhigung durch evtl.Zugabe von kaltem Wasser) portionsweise im Laufe von 7 - 10 Stunden
109 kg Nickelpulver.

Nach 1/2-stündigem Rühren soll die Lösung neutral, also keine freie HNO_3 mehr vorhanden sein (Prüfung im Lab, bei Nachweis von freier HNO_3 muß unter Rühren nochmals Nickelpulver hinzugefügt werden).

Die erhaltene rohe, neutrale konzentrierte Nickelnitratlösung wird nun durch Zugabe von

d) etwa 400 - 500 Ltr. gew. Wasser

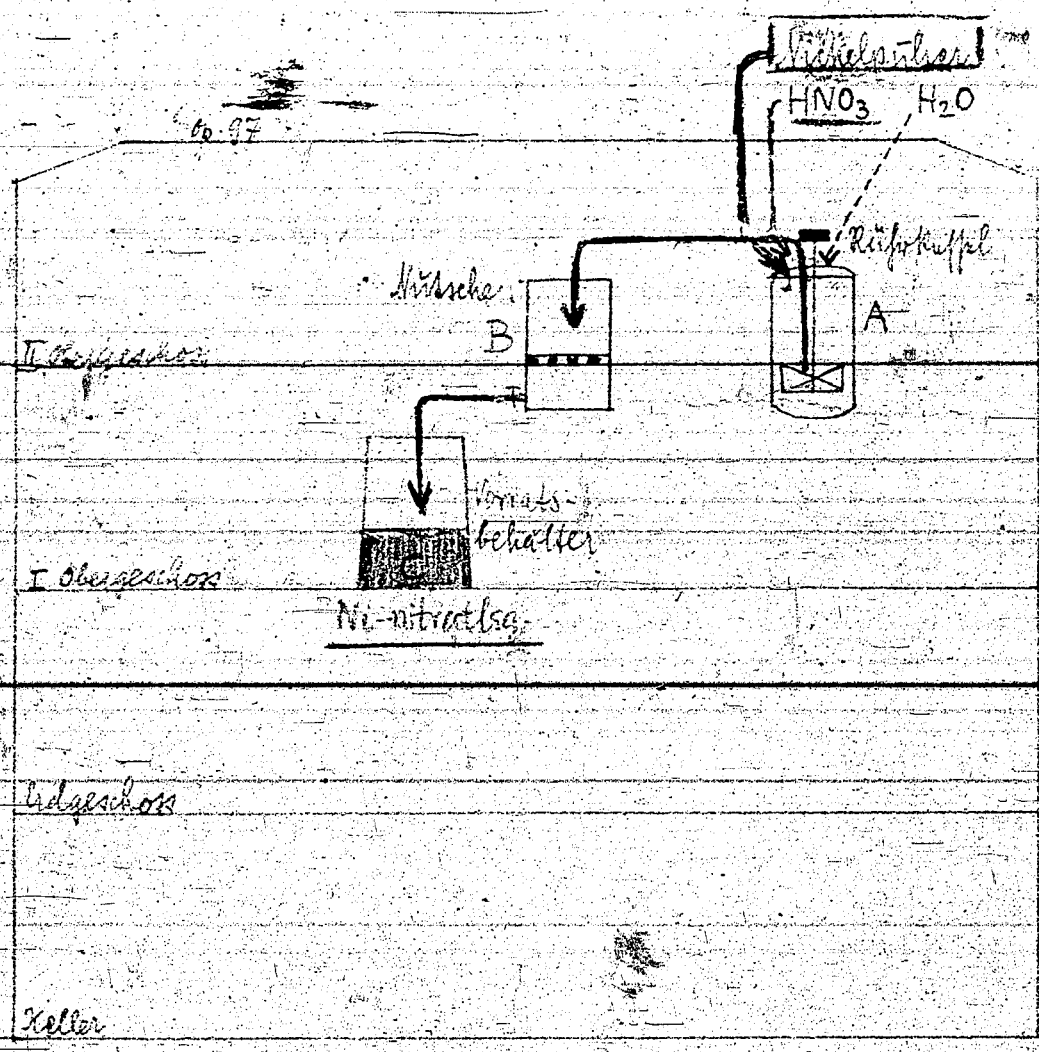
soweit verdünnt, bis sie eine Dichte von 1,34 (gemessen mittels Aräometer bei 30°) aufweist.

Nach Abkühlung auf Zimmertemperatur, Abstellen des Rührers und Absetzen etwaiger ungelöst gebliebener Verunreinigungen (teilweise noch ungelöstes Nickel, welches dann beim nächstfolgenden Löseprozeß in Lösung geht), wird die rohe Nitratlösung mittels Preßluft in

-/-

160001053

Herstellung der Nickelnitratlösung



Bag 2170 Target 30/4.03

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Format A 4 (210 x 297)

Aluminiumrohrleitung auf eine Tonnutsche B (Filterplatten, Anschluß an Vakuumleitung von 50 - 100 mm Hg-Druck) gegeben und durchgesaugt. Ein etwaiger, auf der Tonnutsche verbleibender Rückstand (ungelöste Nickelpulver) wird in den Rührkessel A zur Auflösung zurückgegeben.

Die filtrierte, reine Nickelnitratlösung wird in einer Aluminiumrohrleitung in den Vorratsbehälter C (Holzbehälter von 12 cbm Inhalt Holzrührer, Standglas zur Abmessung) geleitet. Man erhält etwa 750 Ltr. Nickelnitratlösung. Der genaue Nickelgehalt der jeweiligen Lösung wird durch Analyse im Lab. festgestellt. Er beträgt pro 100 Lt Lösung 14,5 kg Ni (= 14,5 Vol.% Ni)
bezw. 45,3 kg $Ni(NO_3)_2$ (= 45,3 Vol.% Nickelnitrat).

3) Herstellung der Röstmasse: 1080 kg.

In einem Rührbehälter E (Inhalt 10 cbm, mit Steinen ausgemauert, Eisenrührer aluminiert) werden mittels Steinzeugpumpe D und Aluminiumrohrleitung nacheinander eingeleitet:

a) (184 kg Ni in Form von) 1 270 Ltr. der 14,5 Vol.%ig. Nickelnitrat-Vorratslösung (aus Vorratsbehälter C)

b) aus allg. Wassernetz (gemessen mittels Wasseruhr) 1 cbm gew. Wasser.

Nach Aufheizen der Lösung auf 65 - 70° durch direkten Einleiten von Dampf wird das Nickel unter Rühren durch langsames Einleiten von, mittels groben Filtertücher F (angebracht an Behälter E) gereinigter (Zurückhaltung von Verunreinigungen), auf 30-35° vorgewärmter Sodalösung (Betriebssodalösung Op.50 aus Vorratsbehälter G) als basisches Nickelkarbonat gefällt. Angewandt werden

1) (336 kg Soda in Form von) 3,3 cbm einer 10,2 Vol.% Betriebssodalösung.

Nach Beendigung der Fällung (Prüfung im Labor. auf Vollständigkeit der Fällung, etwa 5 - 10 % Sodaüberschuss) wird die Dampfzufuhr abgestellt und das Fällungsgemisch mittels eiserner Zentrifugalpumpe H und Aluminiumrohrleitung in die Filterpresse J (Hohlrahmen der Grösse: 100 x 100 x 4 cm) gepumpt. Anschließend werden Behälter E, Pumpe J und Aluminiumrohrleitung zweimal mit etwa je

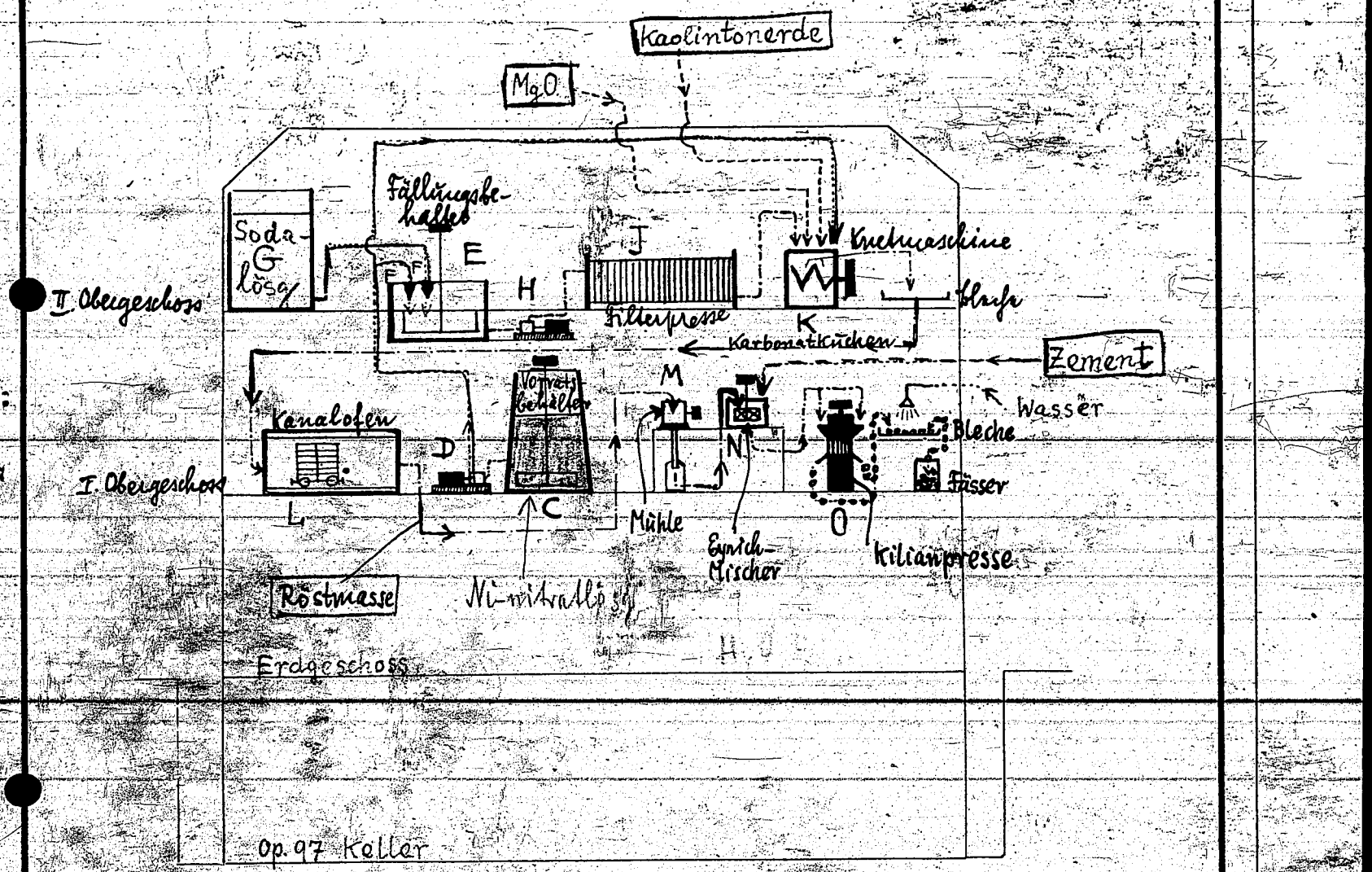
2) 2 cbm gew. Wasser von 25 - 30°C nachgespült, wobei das Spülwasser ebenfalls in die Filterpresse geleitet wird.

Das Fällungsgut wird dann in der Filterpresse mit gew. Wasser von 30 - 35° solange gewaschen (etwa 16 Std.), bis das Waschwasser frei von Soda (CO_3''), Nitrat (NO_3') ist (Prüfung im Labor.) .

-/-

160001055

Kontaktherstellung



160001056

Bag 2170 Target 30/4.03

Das nach Beendigung des Waschprozesses in der Filterpresse verbliebene restliche Waschwasser wird ~~durch~~ mittels Pressluft (15 Minuten Blasedauer) ausgeblasen. Die Presse wird nunmehr geöffnet und die Fällungspaste nacheinander in 3 Portionen (Inhalt von je 15 Hohlrahmen) weiterverarbeitet.

Die Paste wird in die Knetmaschine K (Eisenteile mit V2A ausgekleidet) eingefüllt und dann unter Rühren nacheinander vermischt mit

e) 178 kg Kaolintonerde

f) 76 kg MgO

g) sowie nach und nach, innerhalb 3 - 4 Std. (35 kg Ni in Form von) 241 Ltr. der im Vorratsbehälter C befindlichen 14,5 Vol.%igen Nickelnitratlösung.

Nach anschließendem 2-stündigen Kneten (Gesamtdauer der Knetung: 6 Std.) wird die entstandene "Knetmasse" auf 60 Aluminiumbleche (Größe: 120 x 40 cm) etwa 20 mm dick aufgestrichen.

Die gefüllten Bleche gelangen dann auf 2 eisernen Rollwagen in den Kanalofen L (beheizt mit direkten Verbrennungsgasen) in dem die Knetmasse etwa 7 Stunden bei etwa 500° geröstet wird (Zersetzung der Nitrate und Carbonate). Nach Beendigung des Röstprozesses wird die dunkelgrau gewordene "Röstmasse"(grüne Anteile weisen auf ungenügende Röstung hin) an freier Luft abgekühlt und in Fässer verpackt. ~~Sie soll frei von Nitrat (NO_3') sein (Prüfung im Labor.). Erhalten~~ werden 1050 kg trockener Röstmasse.

Ihre Analyse soll etwa die folgende sein :

SiO_2	33,0 - 33,5 %
Al_2O_3	11,0 - 11,5 %
NiO	32,0 - 32,3 %
MgO	18,1 - 18,4 %
$H_2O/120°$	0,7 - 0,8 %
Glühverlust	2,0 - 3,5 %
Cl'	< 0,1 % .

4) Herstellung der Kontaktkörper.

Die weitere Aufarbeitung der erhaltenen trockenen Röstmasse wird in kleineren Portionen vorgenommen. Die Masse wird hierzu zunächst in einer Schleudermühle M (Koloplexmühle, Umdrehungszahl/min: 4500) zu einem feinen Pulver vermahlen.

-/-

Bap
2170 Target

In einen Eyrichmischer N (mit Kollergang) werden dann/:203

h) 50 kg vermahlene Röstmasse
i) 23 kg Zement
k) evtl. 2 kg Abfall

gegeben und unter Umrühren im Laufe von 45 Minuten

l) 12 Ltr.gew.Wasser langsam (Zugabe in feiner Verteilung durch Sieb) hinzugefügt. Das Umrühren wird anschliessend noch ½ Std. fortgesetzt. Nach dieser Zeit soll die erhaltene Pressmasse gut streubar und -körnig sein. Zur Beseitigung gröberer Körner wird die Masse dann durch ein Sieb (2 mm Maschenweite) gegeben und anschließend (sofort!) in der Presse O (Kilianpresse) mit 42 Oberstempel und 42 Unterstempel zu Ringen von 13 mm Höhe, 8 mm lichte Weite und 3,5 mm Wandstärke gepresst (Einfüllhöhe: 34 mm; Pressdruck: 1000 kg; Leistung: 1 Umdrehung = 11 Sekunden = 84 Ringe).

Die anfallenden dunkelgrauen Kontaktringe werden in dünner Schicht auf Aluminiumbleche ausgebreitet und zwecks weiterer Erhärtung am 1. Tag (einmal) sehr schwach, am 2.Tag (2 mal) stärker, am 3.Tag, wie am 2. Tag usw. solange mit gew. Wasser benetzt (mittels Brause), bis sie völlig hart (Handprobe) und grau geworden sind. Anschließend erfolgt die Abfüllung in Fässer (Inhalt je 250 Ltr.), die etwa 5 Wochen zwecks Trocknung des Kontaktes offen bleiben müssen. Nach Trocknung (Prüfung: mehrtägiges Verschliessen der Fässer, dann Öffnung: es darf sich kein Kondenswasser an der Wandung bezw. am Deckel des Fasses angesammelt haben), werden die Fässer endgültig verschlossen.

Aus dem Ansatz von 50 kg Röstmasse werden erhalten:

80 kg Fertigkontaktringe = (1 Partie).

5.) Abfallverwertung.

Bei der Kontaktformung und der Kilianpresse entsteht bei Aufarbeitung einer Partie (= 50 kg Röstmasse) etwa 2 kg Kontaktabfall, (hauptsächlich durch Bruch einzelner Kontaktringe). Dieser Abfall wird gesammelt und, wenn er eine Größe von etwa 40 kg erreicht hat, in der Schleudermühle M zu feinem Pulver gemahlen. Der gemahlene Kontaktabfall wird dann in kleinen Portionen der zur Kontaktformung gelangenden Preßmischung (pro 1 Partie = 50 kg Röstmasse etwa 2 kg Abfall) beigemischt.

-/-

6.) Zusammenfassung: Material-, Apparaturbedarf pro 1730 kg Fertigkontaktringe:

Der Gesamtansatz von 1 080 kg Röstmasse gibt somit :
1 730 kg Fertigkontakt.

Das Schüttgewicht beträgt, da 1 Faß = 250 Ltr. im Mittel 250 kg wiegt : 1,0 kg/Ltr.

1 Fällung = 184 kg Ni (in Form von 1270 Ltr. einer 14,5 Vol.%ig. Nickelnitratlösung) = 1 Filterpressenfüllung (45 Hohlrahmen) = 3 Knetungen = 184 kg Ni in Form von basischem Nickelkarbonat + 105 kg Ni in Form einer 14,5 Vol%igen Nickelnitratlösung = 534 kg Kaolintonerde = 228 kg MgO = 3 x 60 Blechfüllungen = 3 Röstperioden = 1 080 kg Röstmasse = 483 kg Tonerdezement = 21 Eyrichmischerfüllungen = 21 Partien für Kontaktformung = 1 730 kg Fertigkontaktringe.

Bag 2170 Target 30.4.03

-/-

B Z - Kontaktanalysen.

Hilfsmaterial:

1) HCl (1:1) = gleiche Volumina von dest.Wasser und reiner (eisenfreier) konz. HCl .

2) Nickeldimethyloximlösung (1 %ig) :
10 g Dimethylglyoxim in 1000 cm^3 reinem Alkohol gelöst.

3) 35%ige NaOH-Lösung = 350 gr reine NaOH gelöst in 1000 cm^3 dest. Wasser

4) Methylorange = 10 gr Methylorange gelöst in 1000 cm^3 dest. Wasser

5) $BaCl_2$-Lösung = 250 gr $BaCl_2$. 2Ø aq in dest.Wasser gelöst; auf 1000 cm^3 aufgefüllt.

6.) Eisenammoniakalaunlösung :
10 g Eisenammoniakalaun in dest.Wasser gelöst und nach Zusatz von 1 cm^3 verd. Salpetersäure auf 1000 cm^3 aufgefüllt.

a) Bestimmung des Nickels in der Röstmasse:

0,5 gr unter Erwärmen in HCl (1:1) gelöst, Unlösliches abfiltriert, Filter gut ausgewaschen, Filtrat u. Waschwasser mit 5 gr NH_4Cl versetzt, bis zur Blaufärbung konz. Ammoniaklösung hinzugefügt, abgeschiedenes $Fe(OH)_3$ abfiltriert und gewaschen. Da im gefällten $Fe(OH)_3$ noch Spuren Nickel enthalten sind, wird das abgeschiedene $Fe(OH)_3$ erneut in HCl (1:1) gelöst und mit NH_4Cl und Ammoniak behandelt und das gefällte $Fe(OH)_3$ abfiltriert und gewaschen. Beide Filtrate und Waschwasser werden gesammelt, Ammoniak ausgekocht, dann 60 cm^3 Dimethylglyoximlösung (1 %ig) und anschliessend einige Tropfen konz. Ammoniaklösung hinzugefügt. Das abgeschiedene Nickel wird im Goochtiegel abgesaugt und bei 110° getrocknet.

Resultat: g Nickeloxim x 0,2031 = g Nickel pro 0,5 gr Substanz.

b) Bestimmung der HNO_3 in der Röstmasse:

5 gr in Destillationskolben gegeben, 6 gr Dewardascher Legierung und erst 10 cm^3 NaOH-Lösung (35%ig) (Vorsicht: starke Erwärmung), dann nach und nach noch 40 cm^3 NaOH-Lösung (35%ig) hinzugefügt. Wenn Reaktion beendet, dann ½ Std. gekocht u. entstandenes Ammoniak in Vorlage von 10 cm^3 n- H_2SO_4 aufgefangen. Überschüssige n-H_2SO_4 mit n-NaOH zurücktitriert, (Methylorange als Indikator).

Resultat: Verbrauchte H_2SO_4-Menge (cm^3) . 1,26 = %-Gehalt an HNO_3

-/-

c) Bestimmung der Karbonatfällung auf Sodaüberschuss:

Karbonatfällung abfiltriert, 10 cm^3 Filtrat mit n/10-H_2SO_4-Lösung (Methylorange als Indikator) titriert.

Sodaüberschuß soll 5 % betragen.

d) Karbonatgehalt der Sodalösung:

10 cm^3 mit n-H_2SO_4-Lösung (Methylorange als Indikator) titriert.

Resultat: cm^3 Säureverbrauch . 0,53 = % Na_2CO_3 .

e) Bikarbonatgehalt der Sodalösung:

Zu 10 cm^3 Lösung werden 10 cm^3 n-NaOH hinzugefügt, mit dest. H_2O etwas verdünnt, mit 35 cm^3 $BaCO_2$-Lösung versetzt, freie NaOH-Lösung zurücktitriert (Phenolphtalein als Indikator).

Resultat: cm^3 Laugeverbrauch . 0,84 = % $NaHCO_3$.

f) Chlorgehalt der Sodalösung:

Zu 10 cm^3 Lösung werden 10 cm^3 HNO_3 (62 %ig) hinzugefügt, 5 cm^3 n/10 $AgNO_3$-Lösung hinzugegeben, gekocht bis zum Klarwerden der Lösung (Zusammenballung der AgCl), nach Abkühlung überschüssiges $AgNO_3$ zurücktitriert mit n/10 Rhodanammoniumlösung (Eisenammoniakalaun als Indikator).

Resultat: Verbrauch an n/10 $AgNO_3$-Lösung (cm^3) .

0,0355 = Cl (in Sodalösung) =

%-Gehalt an Cl.

g) Nickelgehalt der Nickelnitratlösung:

10 cm^3 Nickelnitratlösung aufgefüllt mit dest. Wasser auf 200 cm^3, davon 10 cm^3 (= 0,5 cm^3 ursprüngl. Lösung) genommen und siedend heiß das Nickel mit 50 cm^3 Dimethylglyoximlösung und einigen Tropfen konz. Ammoniaklösung gefällt. Weitere Behandlung wie bei Bestimmung des Nickels in der Röstmasse (a).

Bag Target
2170 30/4 03

Aktivitätsprüfung.

Re

a) Produktion des Kontaktes:

Langsames (etwa 1-stündiges) Aufheizen des Kontaktes (40 cm^3 Kontakt der Korngrösse 3-5 mm, 8 cm Schütthöhe) im H_2-Strom (20 Ltr/Std.) auf 750°C und anschliessend 5-stündige H_2-Behandlung bei dieser Temperatur.

b) Prüfungsmethode:

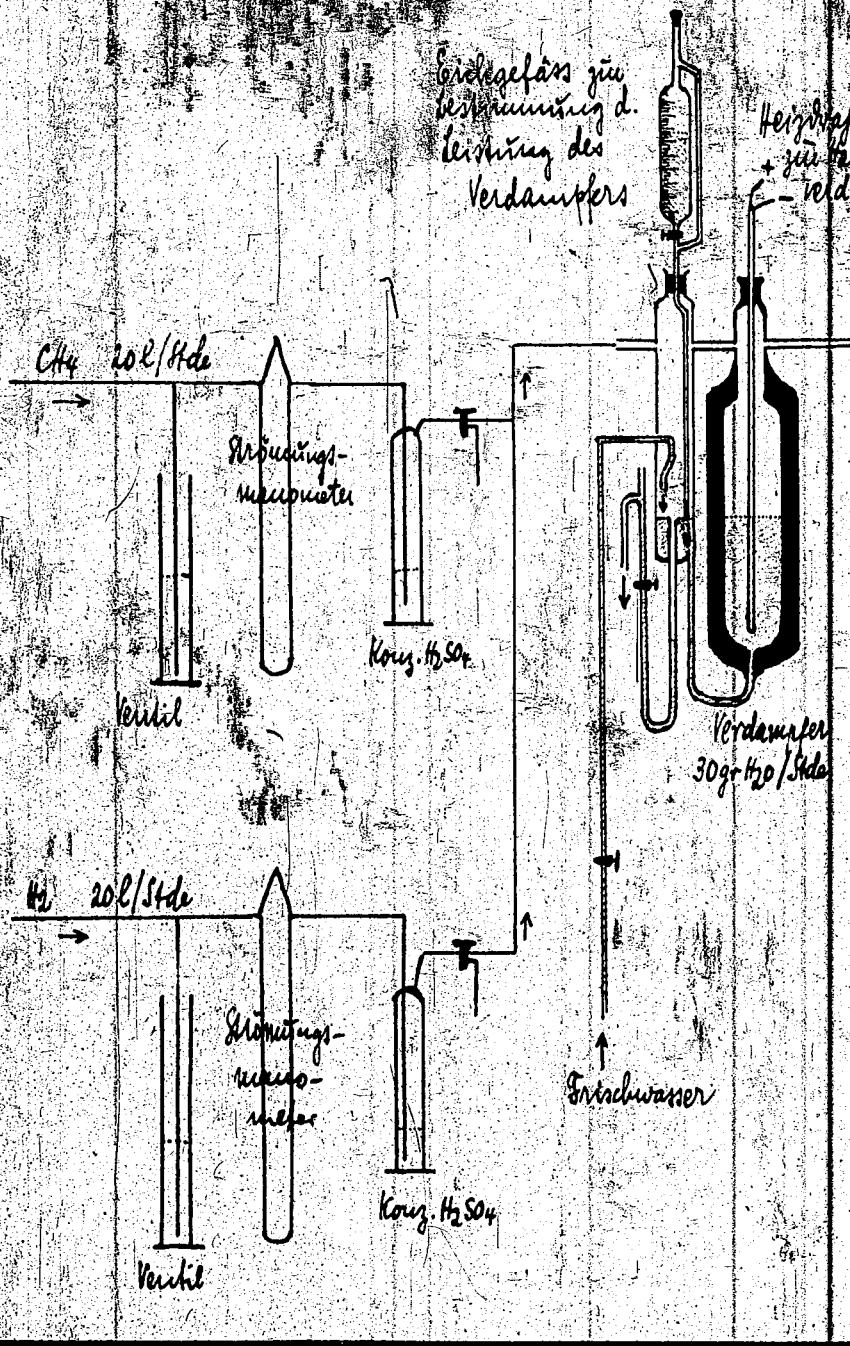
Nach Beendigung der Reduktion wird H_2-Strom abgestellt und sofort aus dem Verdampfer ein Strom von Wasserdampf (30 gr Dampf pro Stunde, verdampft, vorher einregulieren) über den Kontakt geleitet. Sobald am Abgasende des Kontaktofens Wasserdampf austritt (Abscheidung von flüss. Wasser), wird dem in den Kontaktofen eintretenden Wasserdampfstrom Methan (20 Ltr/Std.) beigemischt, die Kontakttemperatur dann (in etwa 10 Min.) auf 700°C erniedrigt und bei dieser Temperatur die Umsetzung: $CH_4 + H_2O$ analytisch verfolgt (Täglich 1 Analyse des Gases auf CO_2, CO, H_2, CH_4, N_2). Ein guter Kontakt konvertiert das CH_4 im vorliegenden Falle bei 700° auf ein Gas von folgender Zusammensetzung:

10 %	CO_2
12,2 %	CO
75,8 %	H_2
1,0 %	CH_4
1,0 %	N_2 .

c) Prüfdauer : 8 - 14 Tage.

d) Prüfapparatur:

-/-



Bag 2170 Träger 3 0,4 % Cr2O3

16000106:2

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Format A 4 (210 x 297)

BP - Kontakt .

Holzkohle	:	55 - 62 Gew.%
P_2O_5	:	28 - 33 "
Schüttgewicht	:	0,3 kg/Ltr.

Herstellung : (1 Partie = 22,6 kg = 75 Ltr.Fertigkontakt).

Auf 13 kg = 87 Ltr.aktivierter Buchenholzkohle (Ø = 8-12 mm, Schüttgewicht 0,15 kg/Ltr.) werden in ~~getrennter~~ gummierter, langsam drehender Mischtrommel (Inhalt 150 Ltr.) im Laufe von 15 Min. 5,5 Ltr. = 9,6 kg 89%ige H_3PO_4 (d = 1,750) mittels Glasdüse (Preßluft außen) aufgestäubt. Nach Abkühlung der sich beim Aufstäuben erwärmenden Kohle (~ 40°C) : Verpackung in Fässer.

Analyse : P_2O_5-Bestimmung (Lorenzmethode).

10 g gepulv.Kontakt werden in einen 1 Ltr.-Meßkolben mit etwas destill.H_2O eingespült und ca. 50 cm^3 verdünnte HNO_3 (1 Ltr. verdünnte HNO_3 hergestellt aus 660 cm^3 HNO_3 62 Gew.%ig, 330 cm^3 dest. H_2O und 10 cm^3 konz. H_2SO_4) hinzugefügt. Das Gemisch wird kurz aufgekocht, abgekühlt und auf 1 Ltr. aufgefüllt.Ein Teil der Lösung wird filtriert, 20 cm^3 vom Filtrat in ein Becherglas pipettiert, mit verdünnter HNO_3 (s.oben) auf 50 cm^3 ergänzt, bis zum Auftreten der ersten Kochblasen erhitzt und alsdann mit 60 cm^3 Ammonsulfat-Molybdän-Reagens versetzt,Nach klarem Absetzen des gelben Phosphor-Molybdän-Niederschlages wird nochmals gut aufgeschüttelt und nach 3-stündigem weiteren Stehen durch einen Gooch-Tiegel, der vorher mit dem Filterplättchen gewogen war, filtriert. Zum quantitativen Einspülen des Niederschlages in den Goochtiegel verwendet man eine mit einigen Tropfen HNO_3 angesäuerte 2½%ige Ammonnitratlösung. Anschließend wird mit wasserfreiem Aceton 2 mal (jeweils 1 Tiegelfüllung) nachgewaschen. Der Tiegel wird nun 1½ Stunde in einem Exsikkator unter Vakuum getrocknet und anschliessend gewogen (= a gr) .

Berechnung:

Gew.% P_2O_5 = 16,475 · a

Gew.% H_3PO_4 = Gew.% P_2O_5 · 1,380 .

Bag 2170 Target 30/4.03

15.5.40

160001064

STICKSTOFF-ABTEILUNG Bag
Hr/Op.10

2170 Targer 3.0/4.03

Oppau, den ~~10.~~ 25 Mai ~~1939.~~ 1940 C.

~~Herstellung von~~ B-S - Kontakt (~~1 Mai 39~~).

~~Analyse~~: 24 % Ni
11 % Mo ~~10 % H2O~~ Schüttgewicht 0,25-0,30 kg/l Form: Würfel v. 5 mm Kantenlänge

~~Prod.: 240 kg BS-Kontakt = 1 Partie.~~

Herstellung (1 Partie = 240 kg Fertigkontakt)

In einen ~~Rührbehälter A (Inhalt: 10 cbm,~~ mit aluminiertem Eisenrührer und ~~aluminiert, einfache~~ (verbessertem Rührflügel 6A) im etwa 6cbm Inhalt säurefeste Ausmauerung) werden nacheinander eingefüllt:

a) aus Vorratsbehälter (E) (~~Holzbehälter~~ Reinigungs- v. ~~10~~ cbm Inhalt, ~~Holzrührer~~, ~~(Hahn geeichtes Standglas zur Messung)~~ mittels Steinzeugpumpe (B) und Aluminiumrohrleitung:
~~(66,3 kg Ni in Form von)~~ 460 Ltr. einer 14,4 Vol%igen Nickelnitratlösung (= 66,3 kg Ni)

b) ~~aus Leitungsnetz~~
500 Ltr. gew. Wasser,

c) aus Lösebehälter C (doppelwandiger Rührbehälter v. 1 cbm Inhalt, ~~V2A-Rührer,~~ Emailleausmauerung, V2A-Deckel) mittels Druckluft in Aluminiumrohrleitung über ein grobes, am Rührbehälter A angebrachtes Filtertuch D (Zurückhaltung von Verunreinigungen) eine Lösung von
260 kg $MgCl_2 . 6aq$ in 600 Ltr. gew. Wasser
(hergestellt im Lösebehälter unter Rühren, Erwärmung mittels Dampfzugabe in Doppelmantel auf etwa 40 - 50° im Laufe von etwa 12 Stdn.),

Rührer und Deckel mit 2 mm Hartbelag emailliert und doppelt ausgemauert wie bei verwendung von Hydrolsäure

d) aus Lösebehälter C
500 Ltr. gew. Wasser
(Ausspülen des Lösebehälters und der Rohrleitung).

Nach Aufheizung des im Rührbehälter A befindl. Lösungsgemisches (etwa 2,2 cbm) mittels direktem Einleiten von Dampf auf etwa 65-70°C werden unter Rühren bei dieser Temperatur aus dem Vorratsbehälter F (Eisenbehälter v. 30 cbm Inhalt mit Dampfschlange zum Aufheizen) durch ein grobes Filtertuch D (Zurückhaltung von Verunreinigungen) langsam
(260 kg Na_2CO_3 in Form von) 2,4 cbm einer auf 35-40°C erwärmten, 10,9 Vol%igen Betriebssodalösung (v. Sodabetrieb Op. 50) eingeleitet (1/2 Nd)
Nach Beendigung der Fällung (Prüfung auf Vollständigkeit der Fällung im Labor., Sodaüberschuß soll etwa 10 % betragen) wird die Dampfzufuhr in den Rührbehälter A abgestellt, das sich abkühlende Fällungs-

-/-

F Flüssigkeitsstandglas mit Marken (im Abstande v. 5 cm, 10 cm Skala = 1 cbm.) auf Skala

160001065

F. Klassen, gründlich Fußboden, vorher Zeh. kondensiert
reinigt 1 Std., 20°C
Kupferkarpen Gläserne, vorreinigen ist Sch. kondensiert
Abt. Kamp (2 Std.), 35°C
v. Wa. (kurz)
Kaltreinig: 5 Std.

Kreuzen
Kupferkarpfen
Abschneiden
in Trockenhaft
2 Std
6 Std

Abfüllen - Trockenpunkt 8 Std

240 g / Tag

250 = 62 g

0,25 g/l

Rezepte d. Ni-Kt.
Herstellung v. Ni-Kontakt der Fa. Fritz S,
Preis: 3 1/2 RM

- bas. Carbonat

gemisch noch 3 Stunden und ~~von diesem Zeitpunkt ab alle Stunde jeweils 10 Min. verrührt~~. Nach Abkühlung auf 30-40°C ~~wird das Fällungsgemisch~~ mittels einer ~~elektrischen Zentrifugal~~ Steinzeug pumpe G in eine Filterpresse H (45 Hohlrahmen der Größe: 100 x 100 x 4 cm) gepumpt; Rührbehälter A, Pumpe G und Leitung zur Filterpresse werden mit 500 Ltr. gew. Wasser nachgespült und dieses Spülwasser ebenfalls in die Filterpresse gepumpt. In der Filterpresse wird das Fällungsgut mit gew. Wasser (Kondenswasser, Brch.) von 25 - 35°C ~~solange (etwa 15 Std.)~~ bei 25 - 35°C gewaschen, F bis ~~das Waschwasser frei von Sulfat (SO_4''), Chlor (Cl') und Soda (CO_3'') ist (Prüfung)~~*. Anschliessend wird das in der Filterpresse noch befindliche Waschwasser durch Druckluft ausgeblasen (Blasedauer 5 Min.). Die Filterpresse wird nun geöffnet und das Fällungsgut nacheinander in 3 Portionen (je Inhalt von 15 Hohlrahmen) aufgearbeitet. Es kommt zunächst in eine Knetmaschine J (Inhalt etwa 1 cbm, Eisenteile mit V_2A verkleidet), wird dort 5 Minuten geknetet, gelangt dann in eine ~~Kuchenpresse K (Eisenteile aluminiert)~~ und wird von dort durch eine Matritze gepresst und in Streifen von etwa 25 x 20 mm auf 76 Aluminiumbleche (Größe 120 x 40 cm) gelegt. Nach Zerschneidung der Stränge in Würfel von 25 x 20 x 20 mm mittels einer Schneidevorrichtung L (V_2A-drähte verspannter Eisenrahmen) gelangen die mit dem Kontakt beladenen 76 Bleche in einen Trock~~nungsofen~~ Trock M (Trocknung mit indirekt erwärmter Luft) und wird bei 90°C 100° getrocknet (Temp. im Muffelofen etwa 340°C) etwa ~~12~~ 8 Stdn. getrocknet. Nach beendeter Trocknung wird der Kontakt nachgebrochen und in Fässer abgefüllt.

Beansprucht werden bei Herstellung von 240 kg = 1 Partie BS-Kontakt:

2,2 cbm Lösungsgemisch = 1 Fällung = 1 Filterpressenfüllung (von 45 Hohlrahmen) = 3 Knetmaschinenfüllungen = 6 Kuchenpressefüllungen = 3 . 76 Blechfüllungen = 3 Trocknungsperioden.

Der Kontakt soll bei einer Korngröße von 5 - 25 mm ein Schüttgewicht von 0,3 kg/Ltr. und folgende Analysenwerte zeigen:

24 %	Ni
11 %	Mg
10 %	H_2O
frei v.	SO_4''
" "	NO_3'
" "	Cl'
" "	Fe

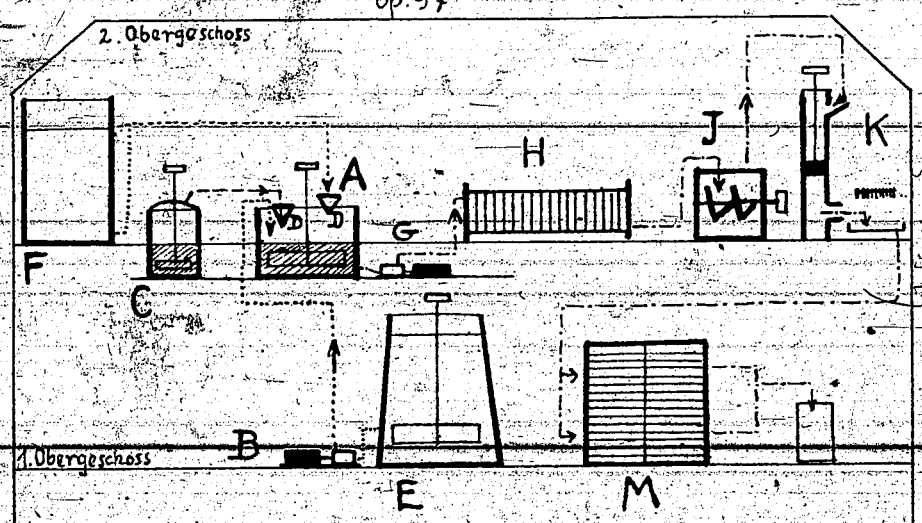
* Wenn nur noch Chlorfrei, dann kürzer Abspülen mit Kondenswasser, bis Cl frei

160001067

Bag
2170

Target
30/4.03

Op.97



Erdgeschoss

Keller

160001068

I. Literatur:

(durch überleiten v. Kohlenoxyd 600–2000 ccm/Std.)

a) Angabe Dr. Göggel (Ammoniakfabrik): Temp. 290 – 330°, Kontakt: rund (50 ccm/Std.) (90 %ig. reines CH4)
über 120–160 kg Kontakt.
Kontakt zur Nachreinigung geringer CO-Mengen mit verwendet.

b) Dr. Hörnes 14.1.38 (Ann. Lab.):

Vorschrift für die Herstellung von etwa 400 Liter Nickel-Magnesium-Kontakt zur Methansynthese.
(Gew.-Teile Ni : Gew.Teile Mg = 2 : 1)

122.32 kg $NiSO_4 \cdot 7 H_2O$ (ca. 20 % Ni enthaltend) werden in 127.5 Ltr. H_2O und 106.50 kg $MgCl_2 \cdot 6 H_2O$ in 45 Ltr. H_2O bei 40° gelöst. Zu der auf 60 – 80° erwärmten Mischung läßt man eine über Glaswolle filtrierte heiße Lösung von 150 kg Soda in 300 Ltr. H_2O unter gutem Rühren zulaufen. Das Fällungsprodukt wird nach dem Absitzen zunächst mittels durch Filtration über aktive Kieselsäure gereinigtem Rheinwasser mehmals dekantiert und dann mit destilliertem Wasser auf der Nutsche gewaschen, wobei es zweckmäßig ist, eine möglichst große Menge Wasser zu verwenden (mindestens 400 Ltr. für die einzelne Wäsche). Das Waschen wird fortgesetzt (etwa 15 mal) bis zum Verschwinden der SO_4''- und Cl'-Reaktion. An Stelle von destilliertem Wasser verwendet man besser gutes, über Kieselsäure filtriertes Kondeswasser. Hierauf wird der Niederschlag abgenutscht, in Preßtücher gepackt und in dünnen Schichten längere Zeit gepreßt. Die Preßlinge werden in Würfel von gewünschter etwa 40–50 mm Kantenlänge geschnitten und im Vakuum bei etwa 100° in möglichst dünner Schicht 2 Tage gut getrocknet. Der getrocknete Kontakt, der durch Sieben von Staub und kleineren Stücken befreit wird, erfährt beim Erhitzen auf höhere Temperaturen z.B. 600° noch einen Glühverlust von 45 – 50 %, wobei er etwa bis auf die Hälfte seines Anfangsvolumens schrumpfen kann. Er enthält rund 40 % Ni und 20 % Mg und hat ein Schüttgewicht zwischen 20 und 30.

Eine wesentliche Steigerung der Härte des Kontaktes läßt sich durch Kneten des gewaschenen, abgesaugten Niederschlages erzielen.

160001069

IX BS - Kontaktanalysen

Hilfsmaterial :

1) HCl (1:1) = gleiche Mengen (Vol.) konz.reine eisenfreie HCl und dest.Wasser,

2) BaCl2 1/g (10 %ig) = 100 g trockenes BaCl2 gelöst in 1000 cm^3 dest.Wasser,

3) Dimethylglyoximlösung (1 %ig) = 10 g Dimethylglyoxim gelöst in 1000 cm^3 reinem Alkohol,

4) Eisenammoniakalaunlösung: 10 g Eisenammoniakalaun in dest.Wasser gelöst und nach Zusatz von 1 cm^3 verd.HNO_3 auf 1000 cm^3 aufgefüllt,

5) $KMnO_4$-Lösung ($\frac{n}{10}$) = 6,4 g krist.trockenes $KMnO_4$ in 2000 cm^3 dest. Wasser gelöst, Lösung eingestellt mit Na-oxalatlösung (nach Sörrensen): 0,1340 g $Na_2C_2O_4$ entsprechen 20 cm^3 $\frac{n}{10}$ $KMnO_4$-lösung.

6) Mangansulfatphosphorsäurelösung = 67,5 g krist. $MnSO_4$ unter Zusatz von 138 cm^3 H_3PO_4 (66 %ig) und 130 cm^3 konz. H_2SO_4 in dest.Wasser gelöst, auf 1000 cm^3 aufgefüllt,

7) ~~SnCl2 Lösung =~~ ~~62,5 g SnCl2·2 aq unter Zusatz von 50 cm3 konz.~~ HCl in dest.Wasser gelöst, auf 500 cm^3 aufgefüllt,

8) Methylorange = 10 g pro 1000 cm^3 dest. Wasser

Bag
2170

1600010?0

a) Bestimmung von Nickel im BS - Kontakt :

0,5 g Kontakt mit 20 cm^3 HCl (1:1) unter Erhitzen gelöst, nach Zugabe von 5 g NH_4Cl mit konz.Ammoniakwasser bis zur Blaufärbung versetzt, gekocht und filtriert. Rückstand auf Filter nach 2mal (zur völligen Entfernung des Nickels) mit HCl, Ammonchlorid und Ammoniakwasser behandelt, Rückstand im Filter($Fe(OH)_3$) für sich weiter behandelt zur Eisenbestimmung (b). Gesamtfiltrat + Gesamtwaschwasser bis zur völligen Entfernung des Ammoniaks gebracht, dann siedend heiß mit 50 cm^3 Dimethylglyoximlösung und anschließend 10 Tropfen konz.Ammoniakwasser gefüllt. Niederschlag im Goochtiegel abfiltriert und 10-12 mal mit heißem dest.Wasser ausgewaschen.

Resultat: g Nickeloxim x 0,2031 = g Ni pro 0,5 g Substanz

b) Bestimmung v. Fe_2O_3 im BS - Kontakt :

(Im Anschluß an die "Bestimmung von Nickel im BS-Kontakt" (a).

Das auf dem Filter befindliche Eisenhydroxyd wird in heisser verd. HCl (1:1) gelöst und mit tropfenweise zugegebener $SnCl_2$-Lösung zu $FeCl_2$ reduziert. Nach Abkühlung wird das überschüssige $SnCl_2$ mit gesättigter $HgCl_2$-Lösung zu $SnCl_4$ oxydiert und das Gemisch nach Zusatz von 50 cm^3 Mangansulfatphosphorsäurelösung mit $\frac{n}{10}$ - $KMnO_4$-Lösung titriert.

Resultat: cm^3 $KMnO_4$-Verbrauch x 1,597 = %-Gehalt Fe_2O_3 im Kontakt.

16000107 1

d) Bestimmung von SO_4'' im BS - Kontakt :

2 g Kontakt in 100 cm^3 HCl (1:1) gelöst, mit konz.Ammoniakwasser bis zur Blaufärbung versetzt, gekocht, in einen 1000 cm^3 Erlenmeyerkolben filtriert, Filter gut ausgewaschen, Filtrat + Waschwasser auf etwa 100 cm^3 eingedampft, in ein Becherglas gespült, mit 2 cm^3 HCl (1:1) angesäuert, heiß mit $BaCl_2$-Lösung (10 %ig) unter lebhaftem Umrühren gefällt.

Resultat : g $BaSO_4$ · 0,4114 = g SO_4'' pro 2 g Kontakt,

c) Bestimmung von Cl' im BS - Kontakt :

2 g gepulv. Kontakt mit dest. Wasser einige Zeit gekocht, filtriert, Filter mit heißem dest.Wasser gewaschen (bis Filtrat frei von Cl'). Filtrat + Waschwasser mit einigen Tropfen HNO_3 angesäuert, 10 cm^3 Ag NO_3-Lösung ($\frac{n}{10}$) zugegeben und unter Umrühren erhitzt, bis alles AgCl zusammengeballt und die überstehende Flüssigkeit klar ist. Nach Abkühlung wird die überschüssige Ag NO_3-Lösung mit Rhodanammonlösung ($\frac{n}{10}$) zurücktitriert (Eisenammoniakalaun als Indikator).

Resultat : Verbrauch (cm^3) $\frac{n}{10}$ Ag NO_3-Lösung + 0,1773 = %-Gehalt an Cl'.

Bag 2170 Target 30/4.03

e) Bestimmung von H_2O im BS - Kontakt :

10 g bis zur Gewichtskonstanz bei 105° C getrocknet.

f) Bestimmung von HNO_3 im BS - Kontakt :

a) qualitativ : Kontakt gepulvert, mit Wasser ausgelaugt, filtriert, Filtrat versetzt mit $FeSO_4$-kristall und konz.H_2SO_4: bei Anwesenheit von HNO_3: Auftreten eines braunen Ringes.

b) quantitativ : 5 g in Destillationskolben gegeben, dann 6 g Devarda'sche Legierung und erst 10 cm^3 NaOH-lösg. (35 %ig) (Vorsicht: starke Erwärmung), dann nach und nach noch 40 cm^3 NaOH-lösung (35 %ig) hinzugefügt. Wenn Reaktion beendet, dann 1/2 Stunde gekocht und entstandenes Ammoniak in einer Vorlage von 10 cm^3 n-H_2SO_4 aufgefangen. Überschüssige n-H_2SO_4 mit n-NaOH zurücktitriert (Methylorange als Indikator).

Resultat: Verbrauchte H_2SO_4-Menge (cm^3) · 1,26 = %-Gehalt an HNO_3.

g) Bestimmung von Nickel in Nickelnitratlösung :

10 cm^3 Nickelnitratlösung aufgefüllt mit dest.Wasser auf 200 cm^3, davon 10 cm^3 (= 0,5 cm^3 ursprüngliche Lösung) genommen und siedend heiß das Nickel mit 50 cm^3 Dimethylglyoximlösung und einigen Tropfen konz.Ammoniaklösung gefällt. Weitere Behandlung nach "Bestimmung des Ni im BS - Kontakt " (a).

h) Bestimmung von Sulfidschwefel (S") im BS - Kontakt :

5 g mit HCl (1:1) versetzt und entstehende Gase mittels reinem H_2 durch saure Cadmiumacetatlösung geleitet.

i) Bestimmung v.organ.gebundenem Schwefel im BS - Kontakt :

(Im Anschluß an Bestimmung v. "Sulfidschwefel im BS-Kontakt (h);

Der von der Cd-Lösung kommende H_2 mit O_2 an Platin verbrannt, die entstandene H_2SO_4 absorbiert und gravimetrisch über $BaSO_4$ bestimmt.

j) Bestimmung der Karbonatfällung auf Sodaüberschuß :

Fällungsgemisch filtriert, 10 cm^3 Filtrat mit n-H_2SO_4-lösung titriert (Methylorange als Indikator),

Überschuß soll etwa 5 % betragen.

k) Konzentrationsbestimmungen :

1) HCl, HNO_3, H_2SO_4 : 35 cm^3 n-Natronlauge in Wägeglas gefüllt, gewogen (g1), vorsichtig 3 cm^3 Säure zugegeben, nach Abkühlung erneut gewogen (g2). Säurezugabe = g1 - g2 Gramm. Überschüssige Natronlauge zurücktitriert (Methylorange als Indikator),

2) Sodalösung (Na_2CO_3-Gehalt): 10 cm^3-Lösung titriert mit n-H_2SO_4 (Methylorange als Indikator),

3) Sodalösung (Bikarbonatgehalt) :

10 cm^3-Lösung mit 8 cm^3 n-Natronlauge und 35 cm^3 10 %iger $BaCl_2$-Lösung versetzt. Überschüssige Natronlauge zurücktitriert (Phenolphtalein als Indikator),

Verbrauchte Menge (cm^3) NaOH x 0,84 = %-Gehalt an Bicarbonat,

2120 80/4.03

Betreff: [illegible]

Klasse

Abteilung:

Patent:

Nr.

Bericht de Herr [illegible] Dr. Schaaye

vom 19 Juli 19[illegible]

Gesehen vom Abteilungsvorstand

Gesehen von der Direktion

Zirkuliert in folgenden Abteilungen

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dir. Dr. Müller-Curtius			
Herrn Dr. Oloeb			
Herrn Dr. [illegible]			
Herrn Dr. [illegible]			
Herrn Dr. Knoth			
[illegible]			
[illegible]			

Aufzubewahren im Archiv des

Eingegangen beim Archivar

Laufende Nr. des Archivs

Betreff: Versuche über die Methanbildung aus Wassergas mit B.-S.Kontakt aus Op.97.

Klasse

Abteilung

Patent:

Nr.

Bericht de Herr n Dr. Lohmeyer

vom 19. Juli 19 40.

160001074

Gesehen vom Abteilungsvorstand

Gesehen von der Direktion

Zirkuliert in folgenden Abteilungen

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dir.Dr.Müller-Conradi			
Herrn Dr. Gloth			
Herrn Dr. Hoeler			
Herrn Dr. Lohmeyer			
Herrn Dr. Linckh			
4 Reserve			
Ammon Lahs.			

Aufzubewahren im Archiv des

Eingegangen beim Archivar

Laufende Nr. des Archivs

1600010?5

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Lo/Op.299.

Oppau, den 19.Juli 1940/Le.

Versuche über die Methanbildung aus Wassergas mit B.-S.Kontakt aus Op.97.

Auf Veranlassung von Herrn Dr. Gloth wurden im Labor der Gasfabrik Versuche gemacht, die Aufklärung geben sollten über das Mindestverhältnis von CO zu H_2, welches bei der Methanbildung aus Wassergas eingehalten werden muss, um eine Kontaktvergiftung sicher zu vermeiden. Gleichzeitig sollte festgestellt werden, ob es für die Methansynthese schädlich sei, wenn das Wassergas noch die geringen Mengen organischen Schwefel enthalte, die noch nach der Passierung der Schwefelreinigung darin enthalten sind.

Der B-S-Kontakt hatte nach der Analyse des analytischen Labors Op.94 folgende Zusammensetzung:

NiO	34,87 %
Al_2O_3	0,30 %
Fe_2O_3	0,10 %
CaO	1,20 %
MgO	14,26 %
SO_3	0,08 %
Gesamt-S	0,03 %
CO_2	28,00 %
Alkalien	0,04 %
Glühverlust	49,20 %

Das zu den Versuchen benutzte Wassergas wurde der allgemeinen Leitung von entschwefeltem Mischgas in Op.299 entnommen. Es hatte in den drei Monaten der Versuchsdauer folgende prozentuale Durchschnittszusammensetzung:

-/-

Bag 2170 Target 30/4 Co

Bag 2170 Target 30/4.03

	Januar	Februar	März
CO_2	4,0	4,5	4,7
CO	39,2	38,3	38,9
H_2	35,2	36,0	35,4
CH_4	0,2	0,2	0,2
N_2	21,2	21,0	20,8

Das Gas enthielt nur Spuren von H_2S, jedoch wechselnde Mengen von organischem Schwefel, der an einzelnen Tagen bis zu 0,6 g S/Nm^3 stieg, da die Koksgasfabrik zeitweilig wegen Kalkmangels mit Gipszuschlag gearbeitet hatte. Vom 7. März ab wurde statt mit Mischgas mit Nullgas gefahren, welches 0,2 g organ.S/Nm^3 enthielt. Die prozentuale Zusammensetzung des Nullgases war im März durchschnittlich:

CO_2	4,8
CO	39,9
H_2	53,3
CH_4	0,2
N_2	1,8

Um die letzten Spuren von H_2S zu entfernen, wurde das Gas durch Türme, die mit Bayer-Masse beschickt waren, geleitet. Der organische Schwefel wurde mittels Türmen, die mit F- und M-Kohle gefüllt waren, entfernt.

Um verschiedene $\frac{CO}{H_2}$ Verhältnisse im Mischgas zu erhalten, wurde Elektrolytwasserstoff aus Bomben zugemischt.

Als Versuchsapparatur wurde diejenige benützt, die in der Braunoxydfabrik Op.97 zur Prüfung ihrer B-S-Kontakte benützt wird. Die Versuchsbedingungen waren anfangs die gleichen wie in Op.97:

Reduzierung des Kontaktes mit Elektrolytwasserstoff bei 400° C;
Methansynthese bei 350° - 370° C.

Die Mischung der Gaskomponenten erfolgte durch Zusammenführung von Mischgas und Wasserstoff in einem Dreiwegstück vor der Entschwefelung durch die Türme mit Bayermasse und Aktivkohle. Die

-/-

16000107?

Bag 2170 Target 30/45 03

Mengenmessung der Komponenten erfolgte durch geeichte Kapillarströmungsmesser. Die Versuchsanordnung ist in der Skizze 1 schematisch dargestellt.

Als Kontaktbelastung wurde anfänglich die gleiche gewählt, wie die im Labor Op.97 bei der Prüfung von B-S-Kontakten gebräuchliche, nämlich:

126 Ltr. Gas/ 50 cm^3 Kontakt und Stunde bei einer Körnung des Kontaktes von 2-5 mm. Das „Gas" in Op.97 besteht aus Elektrolyt H_2 und CO im Verhältnis 20:1. Da das benützte Porzellanrohr 24 mm lichte Weite hatte, betrug also die Strömungsgeschwindigkeit des Gases ca. 10 cm/sek.

Die Vorversuche ergaben folgendes:

1.) Wurde Mischgas (ohne H_2Zusatz) methanisiert, so resultierte ein Gas von folgender Zusammensetzung:

CO_2	35,5 %
CO	0,2 %
H_2	0,0 %
CH_4	29,4 %
N_2	34,9 %

Der Wasserstoff war vollkommen zur Methanisierung verbraucht; der dabei verbliebene CO-Rest war mit dem im Gase enthaltenen und dem bei der Methanisierung gebildeten Wasserdampf zum Teil konvertiert und zum Teil mit dem Konversions-H_2 methanisiert worden. Ausserdem trat eine so starke Verrußung des Kontaktes ein, dass der Ofen am dritten Tage verstopft war.

Da bei der Methansynthese folgende Reaktionen stattfinden können:

1.) $CO + 3H_2 = CH_4 + H_2O$
2.) $2\,CO + 2\,H_2 = CH_4 + CO_2$
3.) $2\,CO + 2\,H_2O = 2\,H_2 + 2\,CO_2$
4.) $4\,CO + 2\,H_2O = CH_4 + 3\,CO_2$ (Gleichung 2 + 3)

-/-

5.) $CO_2 + 4\,H_2 = CH_4 + H_2O$

6.) $2\,CO = CO_2 + C$,

so müsste aus dem ursprünglichen Mischgas theoretisch folgende Gaszusammensetzung des „methanisierten" Gases erhalten werden:

Mischgas		Methanisierung nach Gleichung 2	Methanisierung nach Gleichung 4	Methanisiertes Gas
	Vol.%	Vol.-Teile	Vol.-Teile	Vol.%
CO_2	4,2	4,2 17,6 21,8 Vol.	21,8 3,0 24,8 Vol.	38,3
CO	39,2	→ Rest 4,0 Vol + H_2ODampf	0	0
H_2	35,2	0	0	0
CH_4	0,2	17,6 0,2 17,8 Vol.	17,8 1,0 18,8 Vol.	29,0
N_2	21,2	21,2 Vol.	21,2 Vol.	32,7

+) Feuchtigkeit des nicht getrockneten Gases.

Gefunden wurde also:

	statt theoretisch	durch die Analyse
CO_2	38,3 Vol.%	35,5 Vol.%
CO	0,0 "	0,2 "
H_2	0,0 "	0,0 "
CH_4	29,0 "	29,4 "
N_2	32,7 "	34,9 "

Da der Stickstoffgehalt zu hoch und der CO_2-Gehalt zu niedrig gefunden wurde, so müsste auch noch C-Abscheidung stattgefunden haben. Dieses ergibt sich auch aus der C-Bilanz. Statt 67,3 Vol.-Teile mit je 1 C Atom/Molekül in 100 Teilen Ausgangsgas wur

-/-

Bag 160001079
2170 Target
35/4703

den nur 65,1 Vol.-Teile mit je 1 C Atom/Molekül erhalten. Wie schon gesagt, war denn auch der Ofen am dritten Tage verstopft infolge Russabscheidung. Die Methansynthese hatte derart nachgelassen, dass das Ausgangsgas kurz vor der Ofen-Verstopfung folgende Zusammensetzung hatte:

CO_2	13,7	Vol.%
CO	31,4	"
H_2	14,5	"
CH_4	11,2	"
N_2	29,2	"

2.) Um die Russabscheidung zu verhindern, wurde Wasserdampf zugesetzt. Da nach Vorversuch 1 sich beim Mischgas 3 Vol.-Teile CO mit H_2O umzusetzen haben, so ergibt sich bei 126 Ltr/Std. Gasdurchgang, dass 3,8 Ltr.CO/Std. mit H_2O umgesetzt werden müssen; dies entspricht einem Wasserverbrauch von ca. 3,1 g H_2O/Std. Es wurde zu dem Versuche - entsprechend den bei einer normalen Konvertierung angewendeten dreifachen theoretischen Wasserdampfmenge - ca. 10 g H_2O-Dampf/Std. zugesetzt. Die Analysen des Ausgangsgases ergaben folgende prozentuale Gaszusammensetzung:

Mischgas		Ausgangsgas am			
		1.Tag	2.Tag	3.Tag	4. Tag
CO_2	4,2 %	33,2	35,7	24,1	15,8
CO	39,2 "	1,5	1,3	1,5	1,0
H_2	35,2 "	3,3	4,9	21,4	57,0
CH_4	0,2 "	25,7	25,9	17,2	9,5
N_2	21,2 "	36,3	32,2	25,8	16,7

Nach 4 Tagen hatte die Methanbildung so stark abgenommen und der Ofenwiderstand so zugenommen, dass der Versuch abgebrochen werden musste. Der Kontakt war verrusst.

3.) Um die Methanisierung in der Hauptsache nach Gleichung 1 (S. 3)

$$CO + 3\,H_2 = CH_4 + H_2O$$

-/-

160001080

verlaufen zu lassen und um zu sehen, ob bei einem Verhältnis $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}$ keine Kontaktverrussung auftritt, wurde dem Mischgas Elektrolyt-H_2 zugesetzt, aber ohne Dampfzusatz gefahren ; das Gas wurde vorher mit $CaCl_2$ getrocknet.

Das Eingangs-Gas hatte folgende prozentuale Zusammensetzung:

CO_2	2,0
CO	20,2
H_2	66,4
CH_4	0,2
N_2	11,2

Die Gaszusammensetzung schwankte während des Versuches in mässigen Grenzen; der CO-Gehalt stieg jedoch nicht über 20 % ur der H_2-Gehalt fiel nicht unter 60 %.

Das Ausgangsgas hatte nach der Methanisierung folgende prozentuale Zusammensetzung:

	1.Tag	3.Tag	5.Tag	7.Tag	9.Tag	11.Tag	Theoretische Zusammensetzung
CO_2	4,6	7,8	10,2	10,2	8,2	34,8	5,1
CO	3,1	3,6	3,4	5,0	4,8	1,2	0
H_2	25,7	47,6	38,0	40,8	40,1	15,4	14,7
CH_4	44,4	18,2	23,0	22,2	22,8	12,4	51,8
N_2	22,2	22,8	25,4	21,8	24,1	36,2	28,4

Am zwölften Tage war der Ofen infolge Russabscheidung verstopft Da sich noch erhebliche Mengen CO und H_2 im Ausgangsgase zeigten, so war bei dem Versuche die Gasgeschwindigkeit zu gross gewesen.

Aus diesen Vorversuchen ergibt sich folgendes:

1.) Bei der Methanisierung von Mischgas mit B-S-Kontakt findet wenn nicht genügend H_2 vorhanden ist, neben der Methanisierung von CO und H_2 auch eine Konvertierung von CO mit dem bei der Methanisierung gebildeten H_2O statt. Gleichzeitig erfolgt Russabscheidung, die zwar durch Wasserdampfzusatz verringert, aber nicht gänzlich vermieden werden konnte.

2.) Auch beim Verhältnis $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}$ findet noch geringe Kontaktverrussung statt, wenn das Gas noch ausserdem CO_2 enthält. Denn

-/-

dieses CO_2 wird nach Gleichung 5 (S.3)

$$CO_2 + 4H_2 = CH_4 + 2H_2O$$

auch zu Methan reduziert und infolge H_2-Mangels tritt dann C-Abscheidung ein.

Der H_2-Gehalt muss also, um Verrussung sicher zu vermeiden, mindestens betragen:

die dreifache Menge des CO-Gehaltes plus
der vierfachen Menge des CO_2-Gehaltes.

3.) Die Kontaktbelastung: 50 cm^3 Kontakt und 126 Ltr.Mischgas/Std. ist im vorliegenden Falle zu hoch. Die Verweilzeit ist zur Umsetzung zu kurz, da die Kontaktbelastung nicht von der Gasmenge selbst, sondern von dem Gehalt an CO + CO_2 abhängt. Bei der E-S-Kontaktprüfung in Op.97 wird, da das Gas ca. 5 % CO enthält, der Kontakt mit 6 Ltr.CO/Std. belastet, beim Versuch 3 dagegen aber mit 28 Ltr.(CO+CO_2)/Std.

Bei dem nun folgenden Hauptversuch wurde der Kontakt geringer belastet und zwar wurde bei 100 cm^3 Kontaktfüllung mit 65 Ltr. Gas/Stde. gefahren. Das Gas war mit H_2 gemischt, sodass ein Verhältnis von $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}$ und von $\frac{CO_2}{H_2} = \frac{1}{4}$ dergestalt eingehalten wurde, dass höchstens ein H_2-Überschuss, aber niemals zu wenig H_2, vorhanden war. Das Gas enthielt ca. 21 % (CO+CO_2). Die Kontaktbelastung betrug also stündlich ca. 14 Ltr.(CO + CO_2)/100 cm^3 Kontakt.

Dieser Versuch läuft ununterbrochen seit dem 5. Januar 1940; also bis jetzt 1/4 Jahr. Die Methanbildung nahm in dieser Zeit nicht ab; Russabscheidung trat nicht ein. Die Umsetzung von CO und CO_2 zu Methan erfolgt zu 98-100 %. Ein geringer CO oder CO_2-Gehalt des Ausgangsgases (ca. 0,2 %) konnte durch Nachverbrennung in einem nachgeschalteten Ofen restlos zu Methan reduziert werden. Der Versuch läuft noch weiter, jedoch seit Anfang März statt mit Mischgas mit entschwefeltem Nullgas, da die Leitungen aus betrieblichen Gründen umgeschaltet wurden. Es wurden

-/-

folgende Resultate erhalten:

Eingangsgaszusammensetzung vor der Methanisierung.		Ausgangsgaszusammensetzung nach der Methanisierung:	
Mischgas + H_2			
CO_2	2,0 %	CO_2	0,0 %
CO	18,8 "	CO	0,0 "
H_2	67,8 "	H_2	17,2 "
CH_4	0,2 "	CH_4	53,0 "
N_2	11,0 "	N_2	29,8 "
Nullgas + H_2			
CO_2	1,6 %	CO_2	0,2 %
CO	22,3 "	CO	0,0 "
H_2	74,5 "	H_2	5,2 "
CH_4	0,1 "	CH_4	92,8 "
N_2	0,4 "	N_2	1,8 "

Hierbei ist zu bemerken, dass für Nullgas die stündliche Belastung entsprechend dem höheren ($CO + CO_2$) Gehalt (ca. 24 % statt 20 %) auf 55 Ltr./Std. herabgesetzt werden musste, um 98-100 %ige Methanbildung zu erzielen.

Um Klarheit über die Zusammensetzung der methanisierten Gase zu erhalten, die bei verschiedenen $\frac{CO}{H_2}$ Verhältnissen des Mischgases erhalten werden, wurden diese errechnet. Sie sind in der Tabelle 1 zusammengestellt und in der Skizze 2 graphisch dargestellt; in der gleichen Tabelle wurden die unteren Heizwerte mit verzeichnet und die entstehenden Wärmeverluste. Diese wurden in Skizze 3 dargestellt mit Angaben, wieviel Mischgas methanisiert werden muss, um 1 cbm „methanisiertes Gas" zu erhalten.

Neben diesen Versuchen wurde noch der Einfluss von Spuren anorganischen und organischen Schwefels, wie sie im Mischgas enthalten sind, auf den Kontakt untersucht. Die Versuche ergaben folgendes:

-/-

160001083

Bag 2170 TarGet 30/4-03

1.) Selbst geringste Spuren von H_2S vergiften den Kontakt; der Kontakt hält den Schwefel vollkommen zurück, sodass im Ausgangsgas kein H_2S mehr nachweisbar ist.

2.) Der im Mischgas enthaltene organische Schwefel wird von dem Kontakt ebenfalls vollkommen zurückgehalten, sodass im Ausgangsgas weder H_2S noch organischer Schwefel nachweisbar ist. Erst wenn die Methanumsetzung erheblich nachgelassen hat infolge von Kontaktvergiftung, tritt im Ausgangsgas Schwefel auf und zwar nicht als organischer Schwefel, sondern als H_2S. Setzt der Kontakt praktisch nicht mehr um, so erscheint der Schwefel im Ausgangsgase wieder in organischer Form, nur ein geringer Teil - wohl in Folge von thermischer Zersetzung - ist in H_2S umgewandelt.

Der im Kontakt zurückgehaltene Schwefel liegt fast ausschliesslich als Sulfid-S vor und betrug nach der Analyse des Analyt.Labors.Op.! 94:

S (gesamt)	:	6,12 %. Davon:
Sulfat-S	:	0,37 %
Sulfid-S	:	5,61 %
S organ.	:	0,14 %.

Bei dem vorstehenden S-Gehalt des Kontaktes war die Methanbildung aus CO und H_2 auf ca. 2 % des Sollwertes zurückgegangen.

Die ersten Spuren von H_2S traten im Ausgangsgas auf, als die Methanumsetzung bis auf ca. 5 % des Sollwertes abgefallen war. Schon nach kurzer Zeit trat auch organischer Schwefel im Ausgangsgas auf. Danach passierte das Gas den Ofen fast unverändert. Es wurden nur noch 0,8 % Methan gebildet (statt 92,8 % CH_4). Der S-Gehalt des Ausgangsgases betrug:

4,2 mg anorgan.S u. 13,5 mg organ.S/$_{Nm^3}$;

während im Eingangsgas ca. 0,1 g organ.S/$_{Nm^3}$ enthalten war. Hier wurde der Versuch abgebrochen und der Schwefel im Kontakt bestimmt. Das Ergebnis war das vorstehende.

Der Zeitpunkt des Auftretens von S im Ausgangsgas in Abhängigkeit

-/-

160001084
Bag 2170
Target 30/4.03

von der Methanumsetzung ist in Skizze 4 dargestellt.

Zusammenfassung.

Bei den Versuchen, welches $\frac{CO}{H_2}$ Verhältnis bei der Methanisierung von Wassergas bezw. Mischgas mit B-S-Kontakt einzuhalten ist, um eine Russabscheidung sicher zu vermeiden, wurde gefunden:

1.) Für die Russabscheidung ist nicht nur das $\frac{CO}{H_2}$ Verhältnis zu beachten, sondern auch das $\frac{CO_2}{H_2}$ Verhältnis.

2.) Es findet keine Russabscheidung mehr statt, wenn das Verhältnis $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}$ und das Verhältnis

$\frac{CO_2}{H_2} = \frac{1}{4}$ ist:

entsprechend den Umsetzungsformeln:

$$CO + 3H_2 = CH_4 + H_2O \text{ und}$$
$$CO_2 + 4H_2 = CH_4 + 2H_2O.$$

3.) Bei einem Verhältnisse $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{1}$ bis $\frac{1}{3}$ trat Russabscheidung auf, die durch H_2O Dampfzusatz fast ganz zu verhindern war.

4.) Bei einem Verhältnis $\frac{CO}{H_2}$ unter $\frac{1}{1}$ war stets starke Russabscheidung vorhanden, die auch durch H_2O-Dampf nicht verhindert wurde.

5.) Bei einem Verhältnis von $\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}$ und $\frac{CO_2}{H_2} = \frac{1}{4}$ wurde der B-S-Kontakt bis heute 1/4 Jahr gefahren. Er läuft z.Zt. noch in unverminderter Güte weiter. Der Umsatz ist 99-100 %. Ein geringer CO und CO_2 -Gehalt im Ausgangsgas kann durch Nachverbrennung restlos entfernt werden.

6.) Die Belastung des Kontaktes richtet sich nach dem CO und CO_2-Gehalt des Gases. Bei einer stündlichen Belastung von ca. 15 Ltr. $(CO + CO_2)$/100 cm^3 Kontakt - wobei das Verhältnis von

-/-

$\frac{CO_2}{CO} = \frac{1}{10}$ war - wurde 99-100 %ige Methanbildung erreicht.

7.) Das Gas muss vollkommen S-frei sein. Auch Spuren organischen Schwefels vergiften den B-S-Kontakt. Wenn S-haltiges Gas verwendet wird, so tritt im Ausgangsgas erst dann S auf, wenn die Methanumsetzung auf ca. 5 % des Sollwertes gefallen ist. Sämtlicher S ist bis dahin vom Kontakt in Form von Sulfid S zurückgehalten worden.

J. V. Hodler

Anlagen.

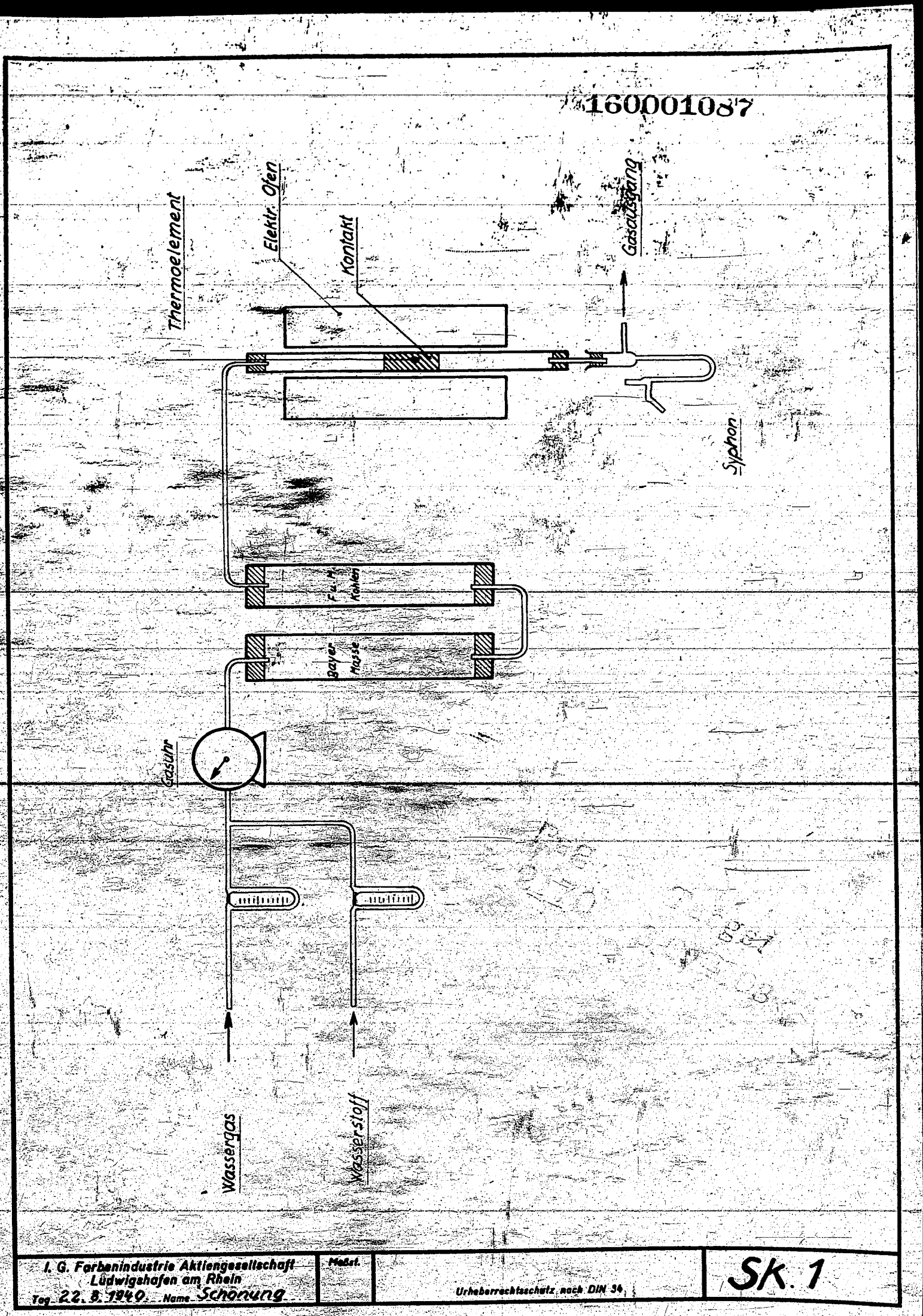
Tabelle 1.

$\frac{CO}{H_2}$ Verhältnis	Gaszusammensetzung vor der Methanisierung						Gaszusammensetzung nach der Methanisierung						Mischgasmenge, die 1 Nm³ methanisiertes Gas ergaben	Wärmeinhalt, der Mischgasmengen aus vorstehender Spalte	Wärmeverlust bei Herstellung von 1 Nm³ methanis. Gas
	CO_2 %	CO %	H_2 %	CH_4 %	N_2 %	H_u/Nm³ Cal	CO_2 %	CO %	H_2 %	CH_4 %	N_2 %	H_u/Nm³ Cal	Nm³	Cal.	Cal.
Mischgas (ursprünglich)	4,2	39,2	35,2	0,2	21,2	2106	38,3	-	-	29,0	32,7	2480	1,543	3250	770
CO:H_2 = 1:1	4,0	37,7	37,7	0,2	20,4	2125	36,7	-	-	30,6	32,7	2616	1,605	3411	795
1:2	2,9	27,4	54,8	0,1	14,8	2244	21,6	-	-	45,7	32,7	3907	2,212	4956	1049
1:3	2,3	21,5	64,5	0,1	11,6	2316	6,5	-	-	60,8	32,7	5199	2,817	6521	1322
+) 1:3,33	2,1	19,7	67,5	0,1	10,6	2339	-	-	-	67,3	32,7	5754	3,077	7197	1443
1:4	1,9	17,7	70,8	0,1	9,5	2364	-	-	25,7	50,0	24,3	4935	2,544	6015	1080
1:5	1,6	15,0	75,0	0,1	8,3	2390	-	-	48,7	34,5	16,8	4202	2,060	4924	722
1:6	1,4	13,0	78,4	0,1	7,1	2417	-	-	60,8	26,4	12,8	3820	1,805	4363	543
1:7	1,2	11,5	81,0	0,1	6,2	2439	-	-	68,7	21,1	10,2	3570	1,647	4018	448
++) 1:20	0,2	4,6	92,0	-	3,2	2503	-	-	90,9	6,1	3,0	2858	1,182	2958	100

+) Entspricht einem Verhältnis von $\left[\frac{CO}{H_2} = \frac{1}{3}\right]$ + $\left[\frac{CO_2}{H_2} = \frac{1}{4}\right]$.

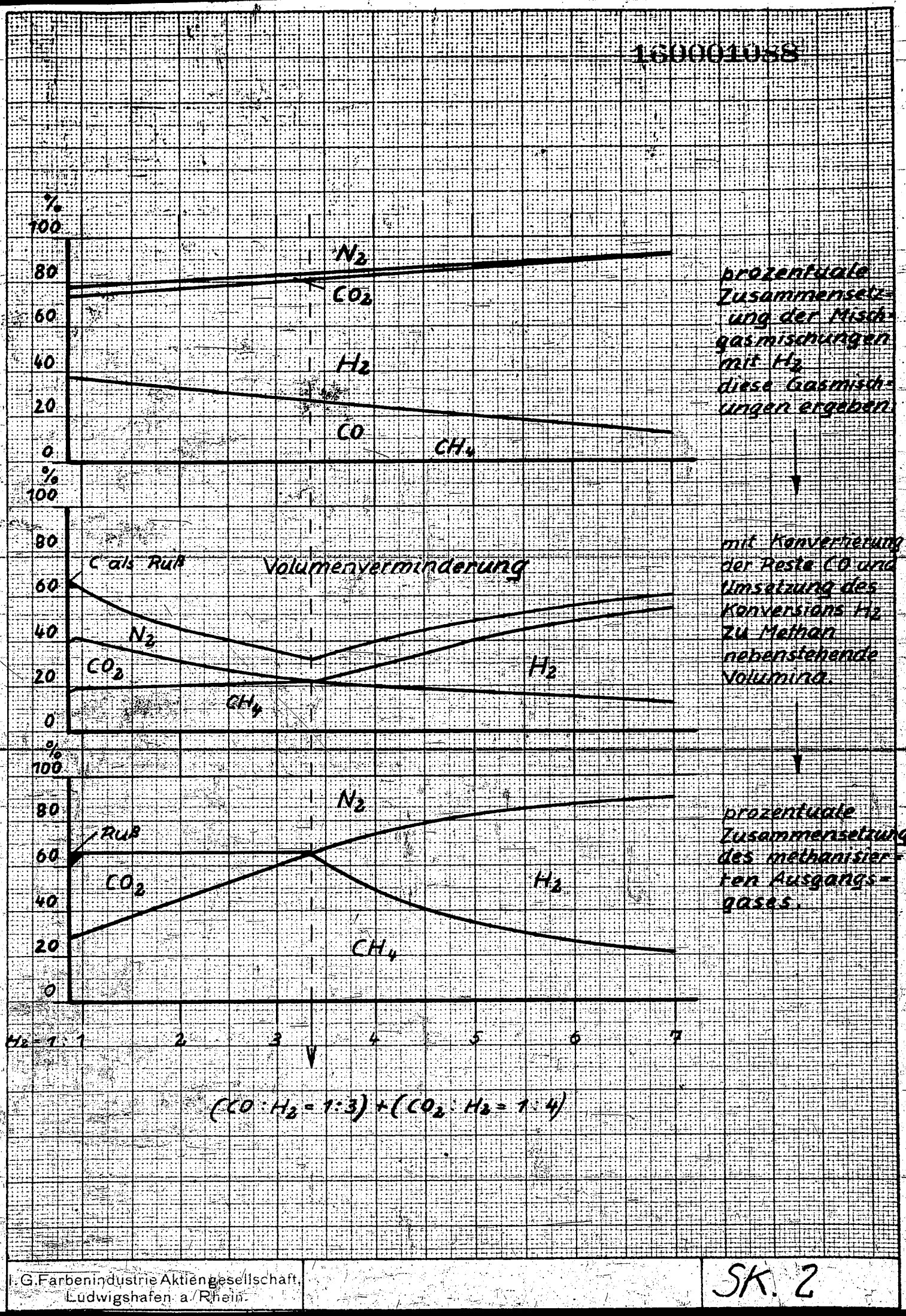
++) Entspricht dem $\frac{CO}{H_2}$ -Verhältnis, bei dem der B-S-Kontakt in Op.97 geprüft wird.

160001086



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag 22. 8. 1940. Name Schönung	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	SK. 1

1SU001U38



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

SK. 2

1600001089

Cal / Nm³

6000 800 600 400 200 5000 800 600 400 200 4000 800 600 400 200 3000 800 600 400 200 2000 800 600 400 200 1000 800 600 400 200 0

Hu der methanisierten Gasmischungen

Hu der Gasmischungen

Wärmeverluste bei der Methanisierung

CO : H_2 = 1 : 1 2 3 4 5 6 7

Liter

3000 800 600 400 200 2000 800 600 400 200 1000 800 600 400 200 0

Gasmenge, die methanisiert werden muß um 1 cbm methanisiertes Gas zu erhalten.

CO : H_2 = 1 : 1 2 3 4 5 6 7

(CO : H_2 = 1 : 3) + (CO_2 : H_2 = 1 : 4)

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

SK. 3

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Sk. 4

Kontaktbelastung: 45 Ltr. Mischgas / 100 cm³ Kontakt / Stunde

CO_2	2,4 %
CO	22,5 %
H_2	73,5 %
CH_4	0,1 %
N_2	0,4 %

% ige Methanbildung

100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0

Spuren v. H_2S

Spuren v. organ. S

4,2 mg S, 13,5 mg organ. S/Nm³ im Ausgangsgas

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 → Tage

Laufzeit des Kontaktes

OCT 1000

160001091

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Hr/Op.10

Oppau, den 2. Dezbr. 1942. C.

A k t e n - N o t i z

Orientierende Versuche über den Methanisierungs-kontakt.

I.) In der Kontaktfabrik Op 97 wird ein zur CO-methanisierung dienender Methanisierungskontakt (BS-Kontakt: etwa 24 % Ni, 12 % Mg, 28 % CO_2) hergestellt. Es sollte eine geeignete Prüfmethode dieses Kontaktes ausgearbeitet sowie eine Reihe praktisch wichtiger Fragen (Einfluß von Vorbehandlung, Temperatur, Fremdstoffen, CO-belastung usw.) geklärt werden.
Die Versuche wurden in den Jahren 1938-41 mit den verschiedensten Labor- und Betriebs-BS-Kontakten (Korngröße 2-5 mm; 40-100 ccm Kontakt in Porzellanrohr v. 25 mm Weite), die zunächst etwas sulfathaltig, später aber wegen des ungünstigen Einflusses von S sulfatfrei hergestellt waren, ausgeführt.
Das durch Mischen von Wasserstoff und CO (aus Flaschen) hergestellte zu methanisierende Mischgas (126 l/Std.) bestand aus 95 % H_2 und 5 % CO. Es wurde zunächst ungereinigt, später jedoch, als sich der im Wasserstoff vorhandene organische S (0,1-1 mgr/cbm) als schädlich erwies, mittels Gasreinigungsmasse und nitrierter M-Kohle entschwefelt.
Die "Normalfahrweise" bestand darin, daß der Kontakt zunächst im Wasserstoffstrome (120 l/Std.) auf 400°C angeheizt und 4 Std. bei 400° mit H_2 behandelt, dann nach Einstellung einer Versuchstemperatur von 350°C nach Zumischen von CO (6 l/Std.) mit dem so hergestellten Mischgas bei 350° gefahren wurde. Das Ausmaß der Methanisierung bei den einzelnen Versuchen wurde gasanalytisch (CO_2, CO, H_2, CH_4) verfolgt.

II.) Ergebnisse:

a) Anspringen des Kontaktes.

Wird der Kontakt langsam im Mischgasstrom aufgeheizt, so tritt bei noch relativ niedriger Temperatur - etwa im Gebiet von 180 bis 220°C - plötzlich eine mehr oder weniger starke Temperaturerhöhung (oft bis über 400° C) ein: der Kontakt springt an und "methanisiert" unter gleichzeitiger Wasserbildung . Wird hierbei eine Überhitzung des Kontaktes vermieden (vorübergehendes Abschalten der elektr. Ofenheizung) und eine Versuchstemperatur von 350°C eingestellt, so läßt sich eine völlige Methanisierung des CO im Mischgas erzielen.
Beim Aufheizen des Kontaktes im Wasserstoffstrom tritt das Anspringen erst ein, wenn CO zugeführt wird. Durch vorsichtige Zugabe des CO und gleichzeitige Reduzierung der Ofenheizung kann man erreichen, daß die Kontakttemperatur sich beim "Anspringen" nicht wesentlich ändert.

-/-

16000109?

Der grüne Frischkontakt besitzt nach dem Versuch eine hellgraue Farbe und ist infolge seiner CO_2-abgabe beim Anheizen, um etwa 30-40 % seines Vol. gesintert. Ein Zerfall wurde nicht beobachtet.

b) <u>Schwefelempfindlichkeit.</u>

Anorgan.S (H_2S) erweist sich in dem untersuchten Temperaturbereich bereits in sehr geringer Menge als ein starkes Kontaktgift. Es wirkt um so rascher, in je stärkerer Konzentration es im Mischgase vorhanden ist. Der S wird hierbei vom Kontakt unter Sulfidbildung ($S^{=}$) aufgenommen.

Vers. Nr.	Vers. temp. °C	S - Gehalt im Mischgas Vol%	mgr/cbm	Vergiftung (5 % CO im Abgas) nach Betriebs-Stdn.	%-Gehalt d.Kontaktes nach d.Versuch an Ni	$S^{=}$
29	350	0,00025	83	95	48,2	0,9
28	350	0,0125	163	55	48,2	5,2
27	350	0,025	330	45	47,4	7,1
26	350	0,05	660	15	46,1	11,8

Auch der im Wasserstoff vorhandene org.Schwefel (0,1-1 mgr/cbm) verursacht im Dauerversuch eine langsam zunehmende Vergiftung des Kontaktes. Das Mischgas wurde daher, wie bereits erwähnt, entschwefelt.

Eine bei tieferer Temperatur (z.B.350°C) durch H_2S hervorgerufene Kontaktvergiftung kann durch Anwendung einer höheren Fahrtemperatur (z.B. 600°C) wieder ausgeglichen, d.h. eine völlige Methanisierung bei dieser Temperatur wieder erreicht werden (Vers.67,68 --- 0,01 % H_2S im Mischgas). Auch eine bei höherer Temperatur (Vers.69 --- 600°C 0,01 % H_2S) durchgeführte Vergiftung geht bei derselben Temperatur wieder langsam zurück, sobald die H_2S-Zugabe abgestellt wird. Der vom Kontakt aufgenommene S wird hierbei - wenigstens teilweise - wieder als H_2S abgegeben. Bei Rückkehr auf die tiefere Temperatur (350°C) tritt die Kontaktschädigung wieder in Erscheinung, der frühere gute Umsatz des CO wird nicht mehr erreicht (Vers. 67 --- wieder 4 % CO im Abgas). Erschwerend für eine Entschwefelungsbehandlung bei höherer Temperatur ist allerdings die Tatsache, daß der Kontakt bei höherer Temperatur nur begrenzt haltbar ist und zu einem Zerfall neigt (vgl.Temperaturempfindlichkeit).

Ein Sulfatgehalt des Kontaktes, herrührend von der Verwendung von $NiSO_4$ als Ausgangsmaterial für die Kontaktherstellung, erweist sich in der angewandten geringen Menge als unschädlich. So lief z.B.ein sulfathaltiger Kontakt (Vers. 52 --- 0,85 % Na_2SO_4, 350° u. 500°C) 75 Tage lang ohne Nachlassen seiner Aktivität. Eine teilweise Umwandlung des Sulfat-S im Sulfid-S wurde am Kontakt festgestellt (nach d.Vers. 0,18 % Na_2SO_4 + 0,19 % $S^{=}$).

Diese bereits auch bei früheren Versuchen beobachtete Umwandlung des Sulfat-S am Kontakt in Sulfid-S, die nicht näher untersucht wurde, läßt das Auftreten einer Kontaktschädigung bei stärkerer Anreicherung des Sulfid-S auf dem Kontakt als durchaus möglich erscheinen. Vorsichtshalber wurde daher die betriebsmäßige Kontaktherstellung auf Ni-nitratbasis umgestellt.

-/-

Einige sulfathaltige Kontakte, durch Umfällen sulfatfrei hergestellt, liefen durchweg gut (Vers. 39 - 350°C, 120 Tage Laufzeit ohne Aktivitätsnachlaß).
Eine geringe Erhöhung der Giftfestigkeit des Kontaktes gegen Schwefel ließ sich durch Zusatz von 3 % Chromoxyd (Vers.62) bezw. 3 % Wolframoxyd (Vers.61) erreichen; nach Zusatz größerer H_2S-Mengen trat jedoch auch hier ein rasches Nachlassen der Methanisierung ein, sodaß auch diese Kontakte für einen Dauerbetrieb nicht geeignet waren. Weitere Versuche zur Herstellung giftfester Kontakte wurden nicht ausgeführt.

c) Temperaturempfindlichkeit.

Eine praktisch völlige Methanisierung des CO im Mischgas konnte stets im Temperaturgebiet von etwa 220 bis 600° erzielt werden. So lief z.B. ein Kontakt (Vers.58) 67 Tage lang bei 600°C, ein anderer Kontakt (Vers.46) 69 Tage lang bei 350° + 32 Tage bei 500° + 33 Tage bei 550° + 8 Tage bei 600° + 5 Tage bei 650°, im ganzen also rund 5 Monate, ohne Nachlassen der Methanisierung.
Bei höherer Temperatur z.B. 700°C wurde (Vers.63) ein geringer Aktivitätsabfall beobachtet; bei anderen Versuchen traten bei höheren Temperaturen Störungen durch Zerfall des Kontaktes ein. So mußte z.B. der oben erwähnte Kontaktkx.Versuch 46 nach 5 monatl. Laufzeit abgestellt werden, weil durch Zerfall des Kontaktes der Ofen verstopft war. Die Versuche weisen darauf hin, daß+)im Dauerbetrieb eine obere Temperatur von 600°C nicht überschritten werden soll.[1] Lokale Überhitzung des Kontaktes ist zu vermeiden. Für die Praxis ergibt sich hieraus die Forderung einer guten Wärmeabfuhr.

+)für Versuche im Labormaßstabe

Eine vorübergehende Durchführung der Methanisierung im Bereiche der Anspringtemperatur (180-220°C) hat, solange sie nur wenige Stunden dauert, keine nachteilige Folgen auf die Methanisierung (Vers. 63, 66). Bei längerem Verweilen im Bereiche der Anspringtemperatur tritt jedoch nach kurzer Zeit ein völliges Versagen des Kontaktes ein. Dieses Versagen verschwindet jedoch wieder, wenn der Kontakt anschließend bei höherer Temperatur, z.B. 350° gefahren wird. Bei Rückkehr in das tiefere Temperaturgebiet tritt das Versagen des Kontaktes erneut ein. Dieser Effekt läßt sich wiederholen (Vers. 65, 66, 67). Die Tatsache dieser in zahlreichen Versuchen beobachteten Aktivitätsänderung läßt sich durch die Annahme erklären, daß in dem kritischen Temperaturbereich aus CO + H_2 Nebenprodukte entstehen, die die Kontaktoberfläche verschmieren und sie für die Methanisierung unbrauchbar machen, die aber bei höherer Temperatur, d.h. oberhalb des krit.Temperaturbereiches, wieder verschwinden und die Oberfläche wieder freigeben. Ob und wie weit bei längeren Dauerversuchen und vor allem bei der Behandlung des Kontaktes im praktischen Betriebe im kritischen Temperaturbereich doch eine Dauerschädigung des Kontaktes eintritt, kann nur das Experiment entscheiden. Allerdings ist diese Frage für den Methanisierungsprozeß in der Praxis insofern ohne Bedeutung, da die im kritischen Temperaturgebiet eintretende Aktivitätsverminderung durch einfache Maßnahmen (vgl.Kontaktvorbehandlung) umgangen werden kann. Versuche zur weiteren Aufklärung dieses Vergiftungseffektes wurden nicht ausgeführt. Es wurde lediglich festgestellt, daß ein im kritischen Temperaturgebiet geschädigter Kontakt beim Ausbau stets von dunkler, beinahe schwarzer Farbe war und xxxx C enthielt.

1) Im prakt.Betrieb ist diese hohe Temperatur zu vermeiden u.als normale Fa[illegible]temperatur eine Temperatur von 300-350° zu wählen.

-/-

160001094

d) Kontaktvorbehandlung.

Die Vergiftung des Kontaktes im kritischen Temperaturgebiet trat nie auf bezw. ließ sich stets umgehen, wenn, wie zahlreiche Versuche zeigen, der Kontakt nicht im Mischgasstrom, sondern in einer H_2-Atmosphäre aufgeheizt und erst nach Überschreiten des kritischen Temperaturgebietes, z.B. bei 350°C mit Mischgas behandelt wurde.

Anstelle des Wasserstoffs kann nun auch Luft (Vers.63), Stickstoff (Vers.60, 64) oder auch Kohlensäure (Vers.67) verwendet werden. Diese Tatsache beweist, daß man es bei der von Anfang an ausgeübten Wasserstoffbehandlung nicht um eine spezifische Kontaktvorbehandlung zu tun hat, die notwendig ist, um den Kontakt für die Methanisierung vorzubereiten. Sie ist lediglich eine im vorliegenden Falle für Laboratoriumsversuche besonders bequeme und angenehme Maßnahme, das kritische Temperaturgebiet zu überbrücken. Luft allein (Vers.51, 55,63) bezw. ein Luftzusatz zum Mischgas (Vers. 56, 57 -- 4 % Luftzusatz, 500°C) schädigen den Kontakt nicht; ebensowenig ein Wasserdampfzusatz beim Anfahren mit Wasserstoff (Vers.11,14).

Die praktische Erfahrung mit dem Kontakt ist mit den obigen Ergebnissen in bester Übereinstimmung. Das Anfahren des Kontaktes geschieht hierbei so, daß er zunächst im Luftstrom bis etwa 150°, dann mit Wasserdampf bis etwa 300° aufgeheizt wird und daß dann anschließend der Dampf durch Mischgas verdrängt wird. In der Praxis wird also der kritische Temperaturbereich durch Aufheizen mit Wasserdampf überbrückt. Selbstverständlich darf der Dampf keine Verunreinigungen (z.B.Öl) enthalten.

e) CO-Konzentration im Mischgas.

Bei einigen normal verlaufenden Versuchen traten Kontaktschädigungen dadurch ein, daß sich der Inhalt der Wasserstoff-Flasche im Laufe der Versuchszeit erschöpfte und CO allein über den Kontakt ging; der Kontakt war völlig verrußt und zerfallen (Vers.30 - 20 % freier C).

Weitere Versuche zeigten, daß (Vers.70) H_2-CO-Gemische mit 9 - 13 - und 17 % CO ohne Schwierigkeit in der Laboratoriumsapparatur methanisiert werden können. Beim Fahren mit höheren CO-Konzentrationen stellte sich (Vers.72 - 23 % CO, 600°C; Vers.70 - 20 % CO, 530°C) infolge des Freiwerdens größerer Wärmemengen von selbst eine höhere Kontakttemperatur ein; eine zusätzliche elektr.Ofenheizung wurde überflüssig. Die Methanisierung ließ jedoch nach kurzer Zeit nach, die Kontakte waren teilweise zerfallen und verrußt. Als Ursache kommt offenbar eine zu starke lokale Temperatureinwirkung (= ungenügende lokale Wärmeabfuhr) und evtl. auch eine zu hohe CO-Belastung des Kontaktes (Vers.72 - 360 l CO/Std/l Kontakt) in Frage. Weitere Versuche über die CO-Belastung wurden nicht ausgeführt.

f) Regenerierung.

Eine Regenerierung einiger aus unbekannten Gründen schlecht gewordener Lützkendorfer Kontakte durch Behandlung mit Luft bei höherer Temperatur (Vers.49,50,53) bezw.mit Luftzusatz zum Mischgas (Vers. 61) führte nicht zum Erfolg. Desgleichen war auch eine Regenerierung von mit S vergifteter Kontakte durch Luft- bezw.Wasserstoffbehandlung erfolglos.Lediglich im Falle einer Verrußung (Vers.63) führte eine Luftbehandlung bei 350°C (bis zum Verschwinden der CO_2-Abgabe) zum Ziel.

-/-

Bag 2170 Target 30/4.C3

g) **Fremdstoffe.**

Anläßlich der betriebsmäßigen Umstellung der Kontaktherstellung auf Nitratbasis ergab sich die Frage, ob ein erhöhter Nitratgehalt des Kontaktes aktivitätsschädigend und infolge der Abgabe nitroser Gase korrosionsfördernd sei. Es zeigte sich, daß (Vers.46 - Laufzeit 135 Tage; 350-650°C; 2,5 % HNO_3) das überschüssige Nitrat keinen Einfluß auf die Methanisierung ausübt und daß es sich (Vers.47) in Gegenwart von Wasserstoff in NH_3 umwandelt.

Ein Gehalt von Eisenoxyd (Vers.55 - 1,8 % Fe_2O_3) bezw. Chlor (Vers.46, 47 -- 1 % Cl) erwies sich nicht als störend.

h) **Methanisierung von CO_2.**

Da der karbonathaltige Kontakt vorübergehend - mit steigender Temperatur steigende Mengen - CO_2 abgibt, sollte das Verhalten der CO_2 bei gleichzeitiger Anwesenheit von Wasserstoff geprüft werden. Es tritt (Vers.24 - Gasgemisch v. 94 % H_2 + 4 % CO + 2 % CO_2) eine völlige Methanisierung der CO_2 ein.

i) **Kontaktprüfmethode.**

Eine geeignete Laborvorschrift zur Prüfung des BS-Kontaktes ist nachstehend angegeben. Die Verwendung von Wasserstoff beim Aufheizen des Kontaktes erfolgt aus Gründen der Einfachheit, da zur Herstellung des Mischgases nur lediglich CO hinzugefügt werden muß.

Vorschrift: (vgl.Fig. 1, 2) .

50 ccm Frischkontakt der Körnung 2-5 mm, in einem Porzellanrohr von 25 mm l.W. angeordnet (Schichthöhe etwa 10 cm) werden im Strom von reinem entschwefelten Wasserstoff (120 l/Std) im Laufe von etwa ½ Stunde auf 350°C (Thermoelement in einem Schutzrohr, letzteres innerhalb der Kontaktmasse) aufgeheizt und dann nach Zugabe von 6 l CO/Std (ebenfalls entschwefelt) mit dem entstandenen Mischgas (126 l/Std. = 95 % H_2 + 5 % CO) bei 350°C gefahren.

Die Abgasanalyse wird täglich genommen (CO_2, CO, H_2, CH_4). Ein guter Kontakt soll sofort und dauernd das CO vollständig zu CH_4 umsetzen.

	bezogen auf Frischkontakt	bezogen auf gesinterten Kontakt (40 % Sinterung)
Kontaktbelastung :	2500 l Mischgas pro l Kontakt pro Std. = 120 l CO pro l Kontakt pro Std.	4200 l Mischgas pro l Kontakt pro Std. = 200 l CO pro l Kontakt pro Std.
CO-Verweilzeit im Kontakt :	etwa 30 Sek.	etwa 18 Sek.
CO-Geschwindigkeit	etwa 0,5 cm/sec.	etwa 0,5 cm/sec.

gez.: Hodler .

160001096

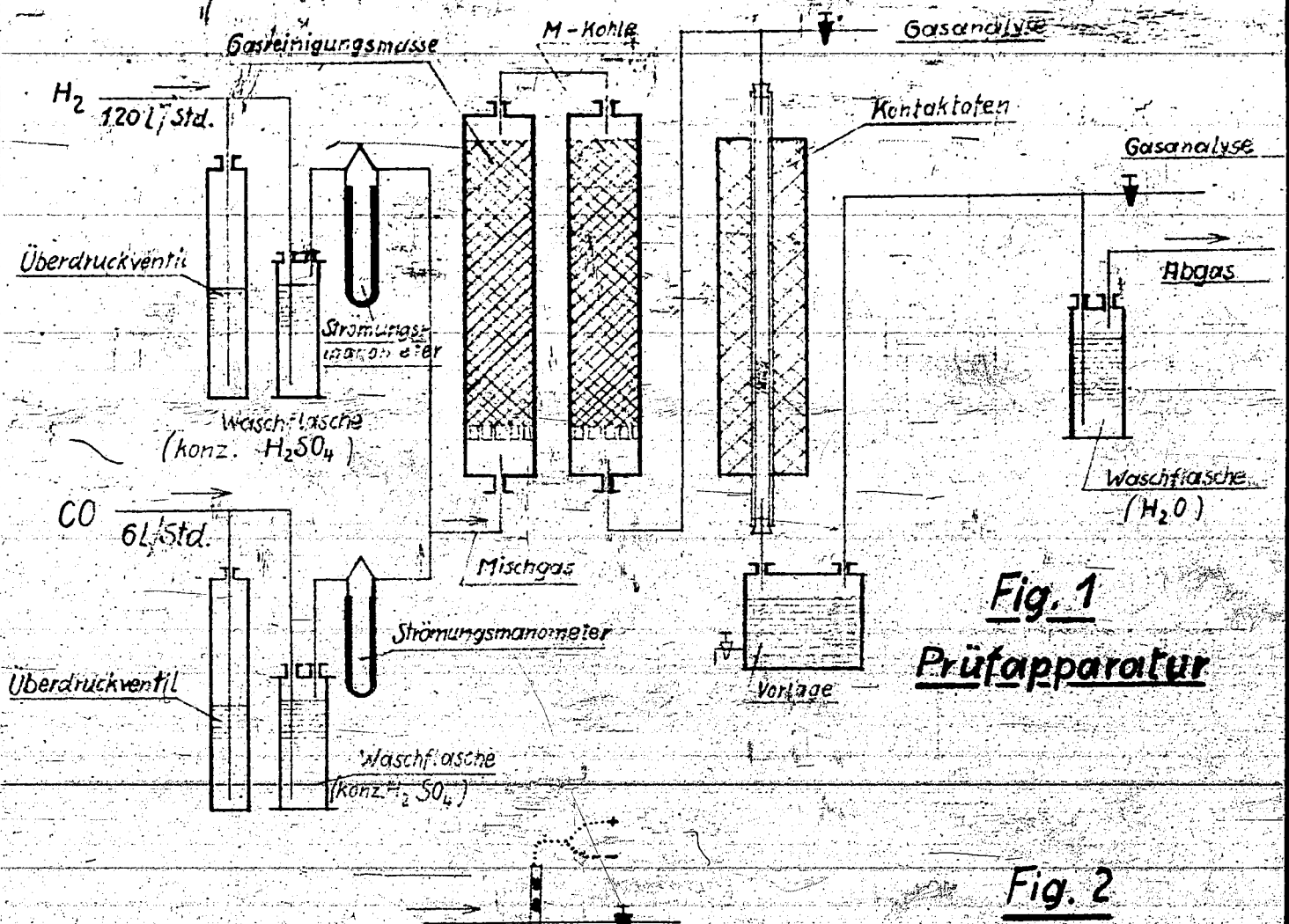


Fig. 1
Prüfapparatur

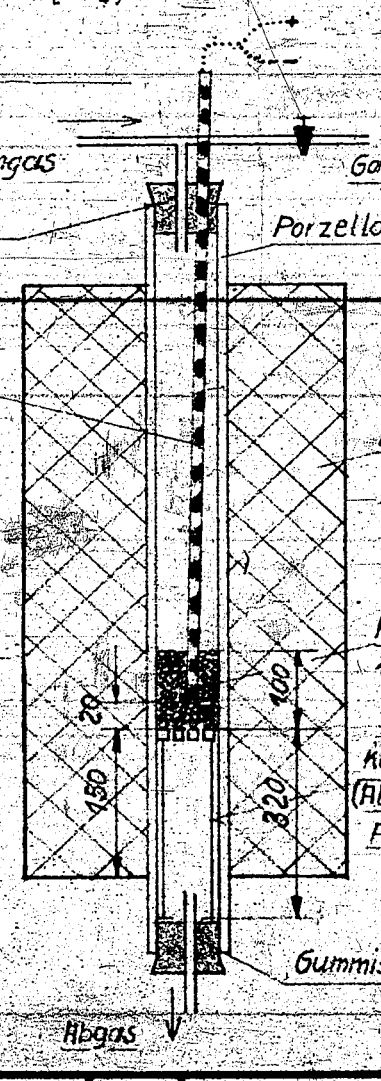


Fig. 2
Kontaktofen

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein. Tag 6.12.40 Name Schlauch	Maßst. 1/1	Urheberrechtlich geschützt nach DIN 34	SK 624

17000097

Bag 2170
Target 30/4.03

17. Chlorine production by
HCl-oxydation- Oppau proces.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

17000198

Referat

über das Oppauer Chlorwasserstoffoxydationsverfahren

vorgetragen von Dr. Krekeler I und Dr. H. Schlecht auf der Chlor-Uko-Sitzung am 15.11.43.

- - Dr.HS/Op.1o5/H 17.11.43

Das einzige Verfahren, nach dem bisher in grosstechnischem Ausmass aus Chlorwasserstoff Chlor hergestellt wurde, ist das alte Deacon-Verfahren. Es arbeitet bekanntlich so, dass das aus den Sulfatöfen kommende Chlorwasserstoff-Luft-Gemisch mit Hilfe eines festen Kupferchlorid-Kontaktes bei 450° zu Chlor umgesetzt wird. Nachteilig dabei ist, dass wegen der Flüchtigkeit des Kontaktes die Strömungsrichtung der Gase etwa alle 1o Stunden gewechselt werden muss. Ferner kann der Chlorwasserstoff nur mit Luft umgesetzt werden und nicht mit reinem Sauerstoff, so dass nur etwa 12 % Chlor enthaltende Gasgemische anfallen, die immer nur zur Herstellung von Chlorkalk verwendet werden konnten. Die Umsetzung mit reinem Sauerstoff mit festem Kontakt ist wegen der auftretenden hohen Reaktionswärme (14 Kal. pro Mol Chlor) ohne Wärmeaustauschvorrichtung nicht möglich. Einen Wärmeaustauscher, der unter den Reaktionsbedingungen standhält, gibt es bis jetzt nicht.

Das Oppauer Verfahren arbeitet nicht mit festem Kontakt sondern mit flüssigem, und zwar mit einer Salzschmelze aus 7o % $FeCl_3$ und 3o % KCl, die bei 236° C schmilzt. Die Schmelze bewirkt den Wärmeaustausch. Die Reaktionswärme überträgt sich auf die Schmelze und diese wiederum gibt die Wärme an die kalten Frischgase ab. Ein Wechsel der Strömungsrichtung der Gase ist nicht mehr erforderlich. Es waren mehrer Monate lang Versuchsöfen in Betrieb, ohne dass ihre Leistung zurückging. Die Kontaktöfen sind aus dichten, säurefesten Steinen gemauert und bis zu einer Höhe von 4 m mit Schmelze gefüllt. Unten werden mit Hilfe eines Einleitungsrohres die umzusetzenden Gase eingeblasen. Die Aufheizung der Schmelze geschieht direkt mit Wechselstrom mit Hilfe von im unteren Teil des Ofens eingeführten Graphitelektroden. Ein Ofen von 1 m Durchmesser war längere Zeit in Betrieb. Seine Leistung betrug bei Anwendung der zweifachen stöchometrischen Menge Sauerstoff bei einem Umsatz von 6o % 1,3 tato Chlor. Zur Zeit wird in Oppau ein Ofen mit 3 m Innendurchmesser angefahren. Man kann bei ihm mit einer Leistung von 1o tato Chlor rechnen. Auf dem Kontaktofen sitzt ein Dephlegmator, der mit wässriger Salzsäure berieselt ist. Er hat den Zweck, die Ofengase zu kühlen und abzusublimierendes Eisenchlorid im Ofen zurückzuhalten. In einem sich anschliessenden Abscheider wird das sich bei der Umsetzung gebildete Wasser abgeschieden. Hierauf werden die Gase, die etwa zu einem Drittel aus Chlor bestehen, mit Schwefelsäure getrocknet. Es folgt dann die Absorption des Chlors mit Schwefelchlorür. Die chlorfreien Gase, die im wesentlichen noch aus Chlorwasserstoff und Sauerstoff bestehen, kehren zu erneuter Umsetzung in den Kontaktofen zurück. Vorher werden noch durch Berieseln mit 5o%iger Schwefelsäure und Zudosierung von etwas Chlor Spuren von Schwefelchlorür entfernt. In der Absorptionskolonne nimmt das Schwefelchlorür etwa die Hälfte seines Gewichtes an Chlor auf. Es ist bei künftigen Anlagen vorgesehen, in Form dieser chlorhaltigen Lösung eine grössere Menge Chlor zu lagern. Diese Art der Chlor-

Bag 2170 Farben 30/4.

5101-10M-4122
P 0267
Durchschlag

170001099

lagerung ist drucklos und deshalb weniger gefährlich als das Lagern von reinem flüssigen Chlor unter Druck. Aus der chlorhaltigen Lösung wird das Chlor durch fraktionierte Destillation wieder abgetrennt. Der Druck beträgt dabei 7 Kg/cm^2. Im Kolonnensumpf befindet sich siedendes chlorfreies Schwefelchlorür (228°C bei 7 Kg/cm^2). Dieses kehrt nach Kühlung zu erneuter Absorption von Chlor in die Absorptionskolonne zurück. Gegen siedenden Chlorschwefel haben sich Chromstähle mit mindestens 15 % Cr und V_2A als genügend widerstandsfähig gezeigt. Am Kopf der Kolonne wird durch einen Dephlegmator Rückflugs von reinem flüssigen Chlor erzeugt (+ 28° bei 7 Kg/cm^2). Das Chlor fällt in den Kondensatoren in reiner, flüssiger Form an. Ein bemerkenswerter Vorteil dieser Verfahrensweise ist es, dass man ohne Kompressoren bezw. Kältemaschinen flüssiges Chlor erhält.

Nach einer von Herrn Dr. Hegelmann, Büro Sparte I, ausgeführten Vergleichskalkulation vom 24.5.43 betragen die Umarbeitungskosten bei der Erzeugung von 72 ooo jato Chlor

	bei der HCl-Oxydation	bei der HCl-Elektrolyse
je loo kg flüssiges Chlor	ca. 4,81 RM/kg	7,38 RM/kg
je loo kg gasförmiges Chlor	ca. 4,65 RM/kg	6,41 RM/kg.

Dr.HS/Op.lo5/H., den 17.November 1943

ppa. Schlecht

Bag 2170 Target 30/4.03

Ø Herrn Dr. Vorländer IG Bitterfeld,
" Direktor Dr.Müller-Cunradi,Op.
" Dr. Krekeler I,Op.
" " Appel, Op.
" " H. Schlecht,Op.
" " Dr. Kramberg
" " Dr. Pfannmüller

Durchschlag

5101-10M-4122
P 0267

8 8.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung Oppau

Herrn Dr. V o r l ä n d e r
I.G. Farbenindustrie AG Werk
B i t t e r f e l d

1700011.00

5179 Dr.MS/Op.105/H 2.3.44

Oppauer Chlorwasserstoffverfahren.

Infolge häufiger Reiseabwesenheit unseres Herrn Dr. Krekeler sind wir erst heute in der Lage, Ihnen die Niederschrift über das zweite Referat auf der Chlor-Öko-Tagung am 11. Juni 1943 zu übersenden. Die in den Referat erwähnten Lagerme und Fotos [illegible] wir Ihnen in Kürze zu.

gez. H. Schlecht

Anlage

Ø Herrn Direktor Dr.Wurster,
" " Dr.Pfannmüller,
" " Dr.Müller-Cunradi,
" Dr.Krekeler I,
" " Appel,
" " H.Schlecht.

Bas Target
2170 80/4.03

218-20M-413
P 0267

Durchschlag

1700011101

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Geheim

Zweites Referat

v. 28.6.44.

über das Oppauer Chlorwasserstoffverfahren
vorgetragen auf der Chlor-Oxo-Sitzung am 11. Juni 1944.

Fortsetzung der Niederschrift vom 17.11.1943.

Die in dem Referat vom 15.11.1943 angekündigte Erprobung des grossen Ofens mit 3 m Innendurchmesser wurde inzwischen durchgeführt. Der Ofen wurde am 20. März 1944 gefüllt und nach Inbetriebgabe des zur Verfügung stehenden Chlorwasserstoffes betrieben. Da dieser lediglich aus der Ludwigshafener Produktion zur Verfügung stand, konnten Versuche über die Zentnerleistung des Ofens nur von Zeit zu Zeit gemacht werden. Der Ofen wurde aber seit dem genannten Zeitpunkt ständig auf Temperatur gehalten und es wurde auch stets Chlor durchgeleitet, so dass er -was die thermische und chemische Beanspruchung anbelangt- dauernd den Beanspruchungen des Betriebes unterworfen war. Wiederholte Leistungsversuche ergaben, dass die vorgesehene Tagesproduktion von 10 t Chlor bei einem Einsatz von 55 % ohne weiteres erreicht wird. Dabei ist es notwendig, die eintretenden Gase vorzuheizen, wie dies auch für den Grossbetrieb vorgesehen ist. Bei kalt eingeleiteten Gasen wird ein Teil des Ofens durch die Schmelze benötigt, um die Gase auf Umsetzungstemperatur zu bringen und geht dadurch für die eigentliche Katalyse verloren. Die Leistung geht dadurch zurück. Im Übrigen bedeutet das Vorheizen zugleich eine Entlastung der Graphitelektroden für die elektrische Heizung. So wird damit gerechnet, dass auf die elektrische Heizung bei Dauerbetrieb mit Vorheizung vollständig verzichtet werden kann, so dass sie nur noch bei Betriebsstillstand und zum Einschmelzen benutzt werden muss.

Eine Verbesserung gegenüber früheren Ofenkonstruktionen bedeutet das verbesserte Einleitungsrohr, welches jetzt mit 0,5 m Innendurchmesser ausgeführt wird. Dadurch wird erreicht, dass die Schmelze bei Betriebsunterbrechungen sehr lange Zeiten und längere Zeit verweilen kann, ohne zu erstarren. Bei dem grossen Querschnitt reicht die natürliche Konvektion innerhalb der Schmelze aus, um diese auch am oberen Ende des Einleitungsrohres auf Temperatur zu halten. Dadurch sind die bei dem Oppauer Ofen noch angeordneten Hilfselektroden im Einleitungsrohr unnötig geworden. Sie verursachten durch Undichtigkeiten manche Belästigungen.

Die Kühlung der Elektroden wurde nach einem Vorschlag von Herrn Dr.M. Schlecht in einfacher Weise dadurch gelöst, dass man sie anbohrte, das Loch mit einem Gummistopfen verschloss und Kühlwasser einleitete.

Ein Vergleich der Kapazität des letzten grosstechnischen Leuchtofens (2,5 tato Chlor) mit dem Oppauer 10 tato-Ofen unterstreicht die erzielte Verbesserung. Es wird angenommen, dass der Heydebrecker Ofen mit 5 m Innendurchmesser eine Leistung von 25 tato Chlor aufweist. Man kann erwarten, dass die Leistverteilung bei einem 5 m-Ofen ebensowenig Schwierigkeiten bereiten wird, wie bei einem 3 m-Ofen, weil bei diesem nur ein, bei dem 5 m-Ofen aber drei Einleitungsrohre vorgesehen sind.

Durchschlag

Bag 2170 30/4.46 Farg.

618-30M-424
P-0267

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

Blatt 2 des zweiten Referates über das Oppauer Chlorwasserstoff-verfahren, vorgetragen auf der Chlor-Uko-Sitzung am 11.6.44.

Zur Erläuterung des Referates vom 15.11.1943 werden die Zweistoff-gemische Kaliumchlorid-Kupferchlorid und Kaliumchlorid-Eisenchlorid sowie Natriumchlorid-Eisenchlorid nachgetragen, die von Herrn Dr.H. Schlecht aufgenommen wurden. Dazu wird auf eine Tabelle aus einem Bericht von Herrn Dr. Grassel, Ammoniaklaboratorium Oppau, vom 1.9.1926 verwiesen, aus der hervorgeht, dass bei festen Kontakten Eisenchlorid gänzlich unbrauchbar ist. Gegenüber dem Zweistoffgemisch Natriumchlorid-Eisenchlorid hat das mit Kaliumchlorid den Vorzug, dass hier eine Verbindung existiert, deren Dampfdruck erheblich niedriger ist, als die des Eutektikums bei dem System Natriumchlorid-Eisenchlorid. Dadurch wird die Sublimation des Eisenchlorid weiter verringert. Ein Einwand des Patentamtes, dass früher bereits Gemische von Kaliumchlorid und Kupferchlorid als Kontakte in fester Phase vorgeschlagen wurden und dadurch der mit dem Oppauer Verfahren erzielte Fortschritt vorweggenommen worden sei, wurde dadurch widerlegt, dass gezeigt werden konnte, dass hierbei im Gegensatz zum Arbeiten mit Schmelzkontakten nach einiger Zeit eine Abnahme der Wirksamkeit stattfindet.

Zur Aufarbeitung der umgesetzten Gase wird vermerkt, dass das Pumpen von Schwefelchlorür anfangs Schwierigkeiten machte. Inzwischen ist aber mit einer sogenannten Bohrlochpumpe, die von Herrn Dr. Lange-Ludwigshafen vorgeschlagen wurde, eine Pumpentype gefunden worden, mit der Schwefelchlorür ohne Stopfbüchsenschwierigkeiten gefördert werden kann.

Ferner wurde ein Bericht über das Problem der sogenannten Spurenvernichtung erstattet, durch dessen Lösung es überhaupt erst möglich wurde, Schwefelchlorür technisch als Absorptionsmittel zu verwenden. In anderen Fälle würden die geringen Spuren Schwefelchlorür in den im Kreislauf in den Kontakten zurückkehrenden Gasen zu den schweren Störungen Anlass geben und durch Ausscheidung in den einen kontinuierlichen Betrieb unmöglich machen. Ebenso sind natürlich Schwierigkeiten mit den Abnehmern zu erwarten, wenn das produzierte Chlor mit Schwefelchlorür verunreinigt ist. Die Lösung wurde in Hydrolyse unter oxydierenden Bedingungen gefunden, die methodisch weiter ausgebaut wurde. Bei den Versuchen wurden für den Grossbetrieb die in Bitterfeld erprobten Typen von ESC gewählt.

Die zur Zeit im Bau bezw. Ausbau befindlichen Anlagen in Oppau und Heydebreck haben eine Kapazität von zusammen 30 000 Jato Chlor. Davon entfallen auf Heydebreck 18 000 Jato Chlor. Ein Modell der Heydebreicher Anlage, das zur Ermittlung der zweckmässigsten Anordnung der Apparate und Führung der Leitungen angefertigt wurde, gibt einen Begriff von dem Aussehen und den Grössenverhältnissen der fertigen Anlage. Es wird auf den Fortfall grösserer Gebäude und auf das dadurch bedingte verhältnismässig kleine Bauvolumen verwiesen.

Auf Veranlassung von Herrn Direktor Dr. Meyer wurden vergleichsweise die Kosten einer Kompression von Elektrolytchlor mit Kompressoren mit anschliessender Verflüssigung des Chlors und Lage-

Durchschlag

Target 30/4.
Bag 2170
618-30M-424
P 0267

170001103

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Blatt 3 des zweiten Referates über das Oppauer Chlorwasserstoff-verfahren, vorgetragen auf der Chlor-Öko-Sitzung am 11.6.44.

---

rung im bombensicheren Bauwerk (Fall A) sowie die Kosten der thermischen Kompression des Chlors durch Absorption in Schwefelchlorür und Wiederaustreiben gegen Kondensatordruck ermittelt. In diesem letzteren Fall wird das Chlor in Schwefelchlorürlösung brandbombensicher gelagert (Fall B). Es ergab sich, dass die zu investierenden Beträge im Falle A fast doppelt so hoch sind, wie im Falle B. Ein ähnliches Verhältnis zeigen die berechneten Kontingentsgewichte. Selbst bei Verzicht auf bombensichere Lagerung im Falle A ist Fall B immer noch erheblich billiger.

Der kalkulatorische Vergleich von HCl-Elektrolyse und HCl-Oxydation wurde in Abhängigkeit von der Grösse der Anlagen an Hand von Kurven erörtert, die durch Herrn Dr. Hegelmann, Büro Sparte I, Oppau, ermittelt wurden.

Dr.Krel/H/Op.51, den 20.6.44 gez. Krekeler

" H.Schlecht.

---

1 Nachtrag

ø Herrn Direktor Dr. Wurster, Lu
" " Dr. Pfannmüller, Lu
" " Dr. Müller-Conradi, Op.
" Dr. Vorländer, Bitterfeld,
" Dr. Appel, Op.
" Dr. Krekeler I, Op.
" Dr. H. Schlecht, Op.

Bag Target
2170 3074-C3

Durchschlag

618-30M-424
P 0267

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung Oppau

170001104

Nachtrag
zum Kostenvergleich der Kompression von Chlor mit Kompressoren und anschliessender Verflüssigung und bombensicherer Lagerung (Verfahren A) und der thermischen Kompression durch Absorption in Chlorschwefel und Wiederaustreiben gegen Kondensatorendruck (Verfahren B).

Wie wir nachträglich von der technischen Abteilung Ludwigshafen erfahren, ist in den Zahlen des Kostenvergleichs unter Verfahren A die Trockenanlage für Chlor enthalten. Diese muss jedoch unberechtet bleiben, da bei beiden Verfahren Trockenanlagen in gleicher Grösse erforderlich sind. Die Maschinenkosten betragen demnach nicht RM 1 o55 ooo.--, sondern RM 79o ooo.--. Der Bedarf an Maschineneisen ist nicht 93o t, sondern 7oo t. Die Gesamtanlagekosten betragen RM 1-19o ooo.--.

Es ergibt sich nunmehr, dass die Gesamtanlagekosten für das Verfahren A um mehr als die Hälfte der Kosten für Verfahren B überschreiten.

Der Gesamteisenbedarf für das Verfahren A ist doppelt so hoch, wie bei Verfahren B.

Dr.BS/Cp.1c5/H, den 27.7.44

gez. Schlecht

18-20M-413
0267

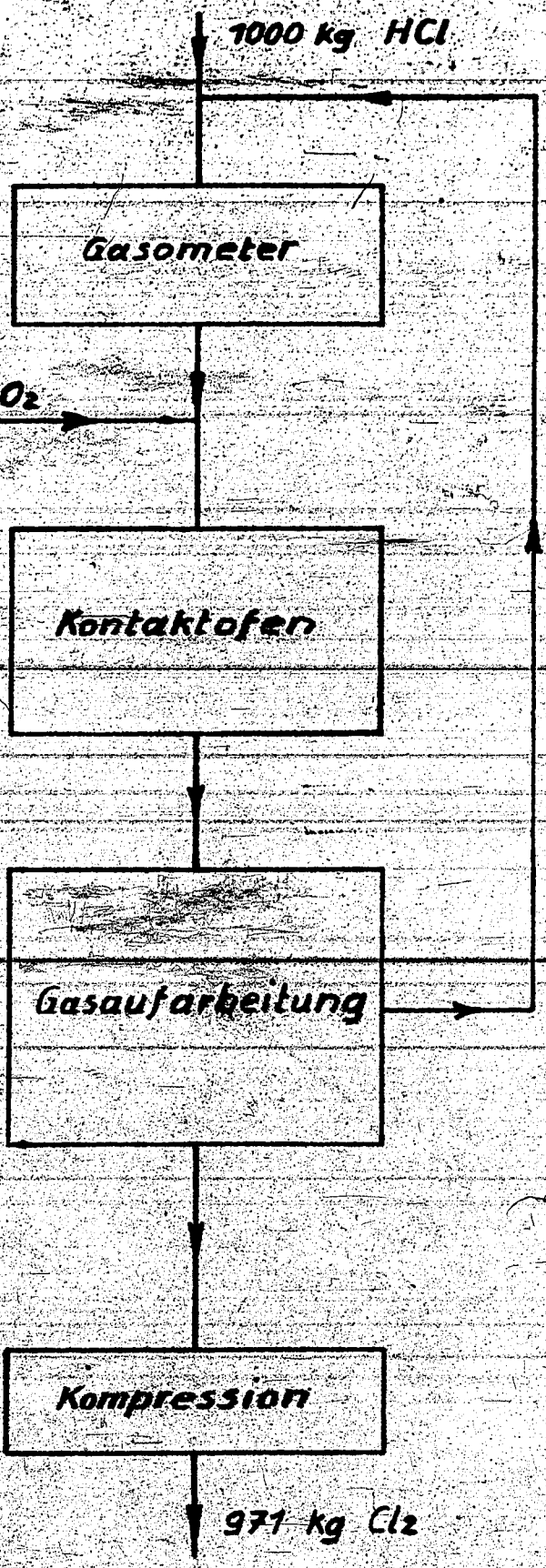
Durchschlag

Bag 2170

Target 30/4.08

Fließschema zu einer HCl-Oxydation nach dem Oppauer-Verfahren

170001105



Bag 2170 Tar 30/4.

Kd 1604

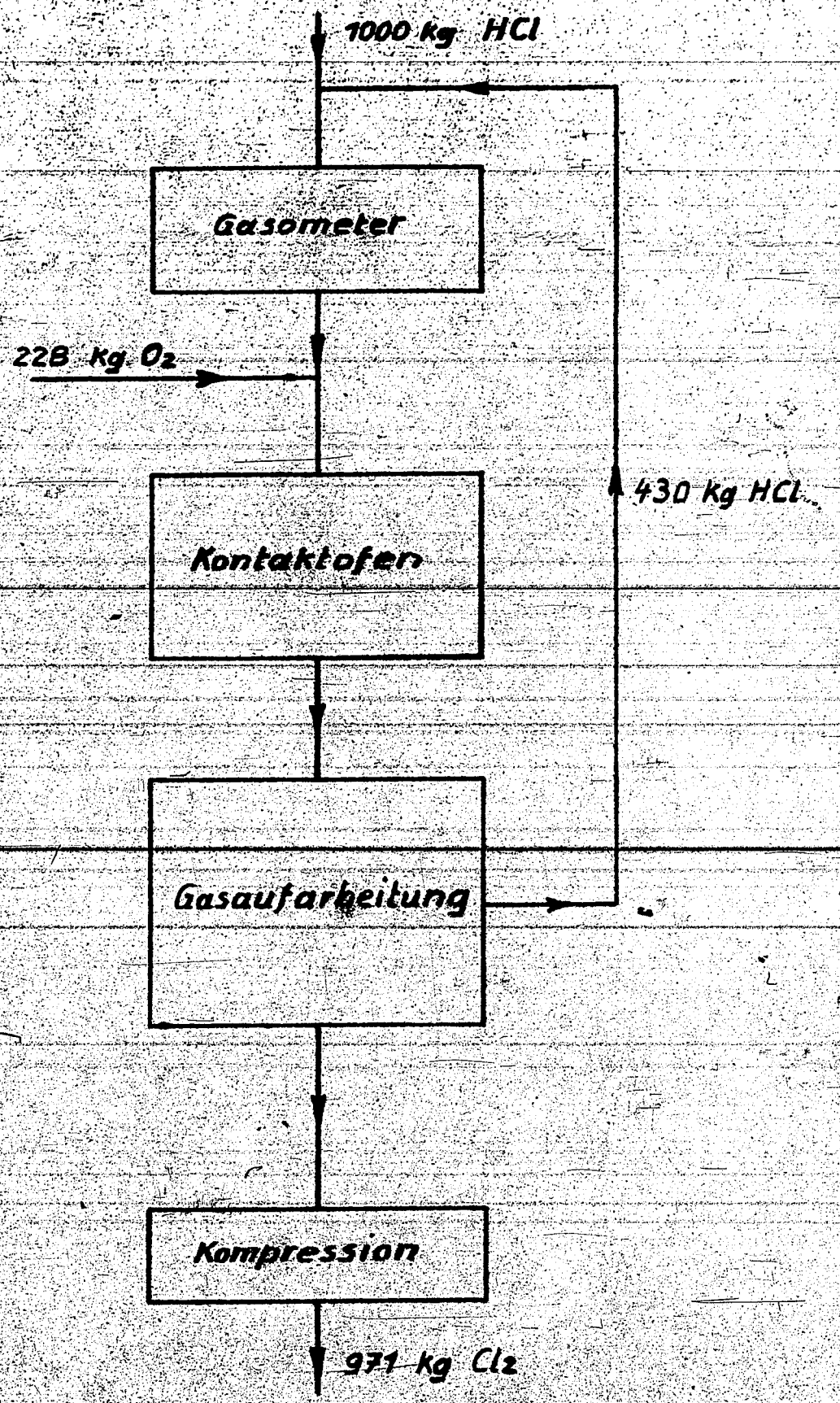
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 (210 x 297)

6.Fl.42 Pr.

Fließschema zu einer HCl-Oxydation nach dem Oppauer-Verfahren

170001106



Kd 1604

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

6. Ft. 42 Pr.

180001107

Bag 2170
Target 30/4.03

18. Correspondence on polymerisation at Rauxel

Notiz.

180001108

Betr.: Besprechung über Polymerbenzinherstellung.
Besuch bei Gewerkschaft Victor in Rauxel am 1.6.39

Die Gewerkschaft Victor hatte um dem Besuch der Firma Pintsch gebeten, um nähere Einzelheiten über das Polymerbenzinprojekt (15 Tato-Anlage) zu besprechen.

An der Besprechung nahmen teil:

Herr Dir.Dr.Schmalfeld	Wintershall A.G.
Herr Dr.Braune " Dipl.Ing.Sommermeyer " " " Heckmann	Gewerkschaft Victor
Herr Obering.Hessler " " Wentzel	Pintsch
Herr Dr.Heintzeler " " Hofedits	I.G.

Herr Dr.Braune führte zunächst in Abwesenheit von Herrn Dir.Dr.Schmalfeld aus, daß er seit längerer Zeit bereits Versuche zur Olefinpolymerisation durchgeführt habe. Hierbei habe er einen Phosphorsäurekontakt entwickelt, der es der Gewerkschaft Victor ermöglicht haben würde, unabhängig von der I.G. zu arbeiten. Nach seiner Prüfung der Patentsituation sei das Arbeiten mit Phosphorsäurekontakten in Deutschland überhaupt frei, sodaß er sich frage, wofür die I.G. Lizenzen verlange.

Zur Frage der Patentsituation bestätigten wir Herrn Dr.Braune, daß ein genereller Patentschutz in Deutschland für das Arbeiten mit Phosphorsäurekontakten auch nach unserer Ansicht wohl nicht mehr erhalten werden könne. Andererseits würden wir eine Reihe spezieller Anmeldungen auf diesem Gebiet laufen haben, denn unsere Kontakte bestünden nicht -wie Herr Dr.Braune angenommen hatte - aus A-Kohle + 20% Phosphorsäure schlechthin, sondern seien im Laufe längerer Entwicklungsarbeit weitgehend modifiziert worden. Wir würden die Lizenzabgaben nicht nur für die Zurverfügungstellung unserer Schutzrechte, sondern auch als Entschädigung für die Überlassung unserer langjährigen Erfahrungen auf dem Gebiet der Olefinpolymerisation, insbesondere unserer Kontakterfahrungen, fordern. Herr Dr.Braune hielt den von ihm entwickelten Kontakt für besser als den "I.G.-Deutschland" (80% Phosphorsäure), da sein

Kontakt weniger Harze und Öle liefere als der A-Kohle-Kontakt. Als optimale Arbeitstemperatur für seinen Kontakt gab Herr Dr. Braune 230° C an.

Die Herren der Gewerkschaft Victor hoben mehrmals hervor, dass ihre eigenen Arbeiten auf dem Gebiet der Olefinpolymerisation bereits soweit fortgeschritten wären, dass man den Bau einer technischen Anlage nach eigenem Verfahren hätte ins Auge fassen können.

Durch das Eingreifen von Herrn Dir. Dr. Schmalfeld sei die Gewerkschaft Victor jedoch an einem selbständigen Vorgehen mit eigenem Verfahren gehindert worden.

Die Herausstellung der eigenen Arbeiten auf dem Gebiet der Olefinpolymerisation erfolgte offenbar zu dem Zweck, einen Druck auf die Höhe unserer Lizenzforderungen auszuüben.

Es wurde hierzu im Einzelnen von uns nicht Stellung genommen, sondern ganz allgemein unser Standpunkt vertreten, dass wir der Gewerkschaft Victor nicht abraten würden, nach eigenen Verfahren zu arbeiten, wenn dieses nach Ansicht der Herren dem I.G.-Verfahren überlegen sei.

Herr Dr. Braune fragte uns, welchen Vorteil wir beim Arbeiten bei 200 atm erblickten. Nach seinen Erfahrungen lägen die optimalen Druckbedingungen etwa bei 100 atm., eine weitere Erhöhung des Druckes begünstigte die Bildung von Höherpolymeren und wirke damit nachteilig. Wir äusserten hierzu, dass dieses nur für manche Phosphorsäurekontakte zutreffe, für andere Kontakte dagegen eine weitere Druckerhöhung auch weitere Vorteile bringe. Da bei dem gegenwärtigen I.G.-Kontakt die Erhöhung des Druckes noch eine merkliche Erhöhung der Ausbeute im Gefolge hat, und da es nicht unwahrscheinlich ist, dass die weitere Entwicklung zu Kontakten führt, die diese Ausbeuteerhöhung durch Erhöhung des Druckes noch deutlicher zeigen, hält es die I.G. für zweckmässig, ihre Polymerbenzinanlagen für 200 atm auszulegen, zumal hierbei eine wesentliche Verteuerung der Anlage gegenüber 100 atm nicht eintritt, da ein grosser Teil des Hochdruckmaterials (Armaturen usw.) für 200 atm genormt ist.

Nach den Angaben von Herrn Dr. Braune über das Arbeiten mit dem von ihm entwickelten Kontakt soll anzunehmen sein, dass auch ein Teil der gesättigten Kohlenwasserstoffe bei der Reaktion

Bag 2170 — 30/4.03 Target

5163-10M-3128

Durchschlag

mitpolymerisiert würde. Ferner behauptete Herr Dr. Braune, dass erdie Beobachtung gemacht habe, dass die im Fischergasol vorhandenen geringen Mengen von Isobutylen praktisch nicht polymerisiert würden, sondern unverändert im Endgasol wieder zum Vorschein kämen. Auf Grund unserer Erfahrungen hielten wir diese letztere Beobachtung für weitgehend unwahrscheinlich, während wir die Möglichkeit einer Mitpolymerisation gesättigter Kohlenwasserstoffe nicht unbedingt von der Hand weisen könnten. Nach der Leistungsfähigkeit unseres Kontaktes befragt, wurde diese von uns versehentlich mit 200 kg Kohpolymerisat/kg Kontakt angegeben. Die Angabe hätte heißen müssen: 200 kg Kohpolymerisat/Ltr. Kontakt. Zu einer Richtigstellung dieser Angabe fand sich im Laufe der Besprechung keine Gelegenheit mehr. Einige von Herrn Dr. Braune an uns gerichtete speziellere Fragen über unseren Kontakt und seine Arbeitsweise mussten von uns ausweichend beantwortet werden mit dem Hinweis darauf, dass zwischen Gewerkschaft Victor und uns noch kein Vertrag abgeschlossen sei.

Es wurde dann von Herrn Dir. Dr. Schmalfeld das Gesamtprojekt Rauxel anhand des von Pintsch übergebenen Angebots noch einmal durchgesprochen, wobei Rauxel bezüglich der Grösse der Gasolbehälter noch gewisse Abänderungswünsche äusserte. Ausserdem wurde festgestellt, dass mit einem Anfall von 20 to Gasol zu rechnen sei, sodass Pintsch das Angebot, das bisher nur auf 15 Tato Gasol-Durchsatz abgestellt war, noch entsprechend erweitern wird. Der Olefingehalt soll nach Angaben von Dr. Braune regelmässig bei etwa 47 % liegen. Für die Destillation des Endbenzins soll eine Kolonne vorgesehen werden, die das Abscheiden wahlweise bei 200 oder 230° C erlaubt. Herr Dr. Braune teilt hierbei die Ansicht der I.G., dass es möglich sein wird, den relativ geringen Anteil an über 200° Siedenden ohne Gefährdung der Qualität im Benzin zu belassen. Herr Dir. Dr. Schmalfeld drängt auf eine schnelle Ausführung der Anlage und stellt sich dabei vor, dass mit der Lieferung der Anlage in 9 Monaten (vom 1.7. an gerechnet) begonnen werden könnte, sodass man bis zum 1.7.1940 mit der Inbetriebnahme rechnen könnte. Bezüglich der die Lieferung massgeblich beeinflussenden Pumpenfrage glaubt Herr Dir. Dr. Schmalfeld gleichfalls eine Lieferzeit von etwa

9 Monaten erreichen zu können. Ferner glaubt Herr Dir. Dr. Schmalfeld, bei der beschleunigten Beschaffung von Kesselblechen helfend eingreifen zu können. (Weitere technische Einzelheiten vgl. auch Aktennotiz Pintsch über diese Besprechung).

Wegen der vorgerückten Zeit wurde von der Erörterung der vertraglichen Seite Abstand genommen. Die an Herrn Dir. Dr. Schmalfeld mit unserem Schreiben vom 23.11.38 übersandten Vertragsentwürfe für Lützkendorf und Rauxel waren offenbar noch nicht sehr eingehend studiert worden. Wir baten im Interesse der beschleunigten Erledigung der vertraglichen Seite, dass uns die Gewerkschaft Victor ihre Wünsche hinsichtlich des Lizensvertrages vor der nächsten Besprechung schriftlich mitteilt, damit wir Gelegenheit haben, diese bereits intern bei uns besprechen zu können. Die Gewerkschaft Victor wird hierbei voraussichtlich den Wunsch äussern, in Anbetracht ihrer eigenen Arbeiten auf dem Polymerbenzingebiet auf eine Ermässigung unserer Lizenzsätze hinwirken zu können. In der Besprechung hatten wir zu diesem Wunsch noch nicht Stellung genommen.

Bezüglich des Projektes Wintershall äusserte Herr Dir. Dr. Schmalfeld, dass dies im Augenblick nicht so dringend sei, man wolle vielmehr die Entwicklung der Rauxel-Anlage, mindestens aber die Ergebnisse der Versuchsanlage der I.G. in Schwarzheide vor weiteren Schritten in Wintershall noch abwarten.

gez.: Hofeditz

ø Herrn Dir.Dr. Müller-Cunradi
" Dr. Wietzel
" Dr. Haubach
" Obering. Hasselblatt 2x
Rechtsabteilung
Patentabteilung
Ammonlabor
Pintsch, Berlin

Bag 2170 30/4 '03 Jarget

5163-10M-3128

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte I

Herrn Dr. Hetzel

180001112

22. Juni 1939. Dr. HZ/M.

Aktennotiz

Betr.: Polymerbenzinanlagen.

Die Firma Pintsch hat uns mit Schreiben vom 12.6.39 mitgeteilt, dass die Gewerkschaft Victor ihre Polymerbenzinanlage nicht, wie ursprünglich vorgesehen, für 15 tato, sondern neuerdings für 25 tato ausgelegt haben will. Die Firma Pintsch bittet das Ammonlabor um umgehende Ausserung, welche Ofenzahl für die Verarbeitung von 25 tato Gasol, dessen Olefingehalt nach Angabe der Gewerkschaft Victor durchgehend etwa 47 % beträgt, im Angebot für Rauxel vorgesehen werden soll.

In diesem Zusammenhang möchten wir darauf hinweisen, dass in Zukunft in einigen Anlagen unter Umständen mit einem niedrigeren Olefingehalt als 40 % bei den auf Polymerbenzin zu verarbeitenden Ausgangsgasen zu rechnen sein wird. Beispielsweise hat uns Essener Steinkohle auf der letzten Besprechung als Olefingehalt ihres Gasols nur noch 35 % angegeben.

Wir erinnern hierzu daran, dass auf einer Besprechung bei Pintsch in Berlin am 13.12.38 (vergleiche unsere Aktennotiz vom 20.12.38 und die Notiz von Pintsch vom 14.12.38) vom Ammonlabor folgende Richtlinie für die Projektierung von Hochdruckpolymerisationsanlagen als zuverlässig an Pintsch gegeben wurde:

Die Einspritzung von flüssigem Kaltgas zur Abkühlung der Reaktionsgase fällt weg. Dafür ist Rückführung von gesättigtem Restgasol zwecks Herabsetzung des Olefingehalts im Eingangsgasol vorzusehen. Die Anlagen sollen unter der Annahme einer Reaktionswärme von 300 Kilocal./kg Polymerbenzin so ausgelegt werden, dass das Eingangsgas auf etwa 30 % Olefingehalt verdünnt werden kann.

Bag 2170 Target 30/4.0 Durchschlag

5163-10M-3128

180001113

Das heisst also, der Durchsatz einer 30 tato Anlage mit einem 50 % olefinhaltigen Gasol würde sich durch diese Gasrückführung auf etwa 50 Tato erhöhen. Die durch die Gasrückführung bedingte Erhöhung des Reaktionsvolumens sollte nach den damals Pintsch gemachten Angaben durch entsprechende Druckerhöhung ausgeglichen werden, sodass keine Erhöhung der Ofenzahl bei Anwendung der Gasrückführung vorzusehen war. Lediglich die Endkolonnen sollten dem erhöhten Durchsatz entsprechend um 50 % der vom Lizenznehmer angegebenen Nennleistung überdimensioniert werden.

Nach diesen Richtlinien sind alle bisher von Pintsch angebotenen Anlagen ausgearbeitet worden.

Da nach den neueren Untersuchungen des Ammonlabors heute nur noch mit einer Reaktionswärme von etwa 200 Kilocal./kg Polymerbenzin gerechnet wird, wird angenommen, dass auf eine Gasrückführung auch beim Arbeiten mit 40 - 50 % olefinhaltigem Gasol verzichtet werden kann, d.h. dass die Überdimensionierung der Nachbehandlungsanlage heute voraussichtlich als überflüssig angesehen werden kann. Entgegen den Pintsch gegenüber gemachten Angaben wird es nach den neuesten Erkenntnissen des Ammonlabors heute auch als unwahrscheinlich hingestellt, dass in den angebotenen Anlagen die Verarbeitung eines weniger als 40 % olefinhaltigen Gases überhaupt durchführbar ist.

Eine sorgfältige Prüfung des Problems ist wichtig, sowohl für die endgültige Dimensionierung der Nachbehandlungsanlage als auch für die Frage des Energieverbrauchs und der evtl. Überlastbarkeit der angebotenen Polymerbenzinanlagen. Ausserdem wird hiervon auch die Beantwortung der Frage nach der für die 25 tato Anlage von Rauxel benötigten Ofenzahl abhängen. Angesichts der Wichtigkeit dieses Problems bitten wir, diese Fragen mit der grössten Beschleunigung zu klären und uns die entsprechenden Unterlagen

Durchschlag

5163-10M-3128

zwecks Weitergabe an Pintsch zu überlassen.

Wir möchten noch hervorheben, dass wir bei unseren bisherigen Verhandlungen mit den Lizenznehmern davon ausgegangen sind, dassdie von uns über die Leistung des Verfahrens gemachten Angaben nur für die Verarbeitung von Gasen mit einem Olefingehalt zwischen 40 und 50 % Gültigkeit besitzen. Wir werden uns aber auf die Dauer nicht der Beantwortung der Frage nach der Leistung des Verfahrens beim Arbeiten mit weniger als 40 % olefinhaltigen Gasen verschliessen können, zumal, wie wir hervorheben möchten, die Anlagen der U.O.P. im allgemeinen Gase zwischen 25 - 30 % Olefingehalt zu verarbeiten haben und bei diesem Olefingehalt ihre besten Leistungen besitzen sollen.

gez. Hofeditz.

Bag 21170 Target 30/4.03

D. Herrn Dir.Dr. Müller-Cunradi
" Dr. Wietzel
" Dr. Haubach
" Dr. Hegelmann
" Dr. Schütze
Ammonlabor
Herrn Obering. Hasselblatt } Me.
" " Keinke }

Durchschlag

14.7.1939 Dr. Ma/K.

Leiig 180001115

Betr.: Polymerisationsanlage der Gewerkschaft Victor in Rauxel/ Besprechung in Halle am 6.7.1939.

Anwesend die Herren: Dir.Dr. Schmalfeld — Wintershall A.-G.
Dr. Brenne, Schüttelein — Gewerkschaft Victor
Dipl.-Ing. Hessler — Julius Pintsch
Dr. Hofedits — I.G. Farben, Oppau

Herr Dipl.-Ing. Hessler überreicht das Angebot der Firma Pintsch auf die nunmehr für 25 Tato Gasoldurchsatz ausgelegte Hochdruckpolymerisationsanlage für Gewerkschaft Victor.

Der Gesamtpreis der Anlage beträgt jetzt RM 332 000.—

In der Aufgliederung dieses Preises sind für den reinen Polymerisationsteil ohne Nachbehandlungsanlage RM 205 000.— vorgesehen. Dieser Preis versteht sich ausschließlich Regler und Messinstrumente, Fracht, Verpackung, Montage und Inbetriebsetzung.

Für Montage und Inbetriebsetzung sind RM 53 000.— eingesetzt. Dieser Betrag erscheint Herrn Dir.Dr. Schmalfeld unnötig hoch, zumal die Stellung von Hilfskräften für die Montage hierin nicht einbegriffen ist.

Herr Dir. Dr. Schmalfeld erklärt aber, dass Gewerkschaft Victor trotzdem bereit sei, den von Pintsch geforderten Gesamtpreis für die Anlage zu bezahlen, wenn die Anlage bis zum 1. Juli 1940 in Betrieb kommen könnte. Herr Dipl.-Ing. Hessler glaubt die Zusage dieses Termins nicht verantworten zu können. Die Herren der Gewerkschaft Victor halten es aber für möglich, auf Grund guter Beziehungen hinsichtlich Lieferzeiten soweit bevorzugt zu werden, dass es zweckmässig erscheint, wenn Pintsch die Beschaffung derjenigen Anlageteile, von denen Pintsch annimmt, eine entsprechende Lieferzeit nicht einhalten zu können, der Gewerkschaft Victor überlassen würde.

Bag 2170 30/4.03 Target
5163-10M-3128

Durchschlag

180001116

Herr Dir.Dr.Schmalfeld weist ausdrücklich darauf hin, daß hierdurch Fintsch finanziell nicht benachteiligt werden soll, daher soll auch an den von Fintsch geforderten Preis nichts geändert und eventuelle Mehrkosten, die im Interesse einer kürzeren Lieferzeit aufgewendet werden müssen (Lieferprämien etc.), von Gewerkschaft Victor getragen werden.

Herr Dipl.Ing.Kessler ist vorbehaltlich der Zustimmung seiner Direktion mit einem derartigen Vorgehen einverstanden, legt aber Wert darauf, daß die Bestellungen auf die in Frage stehenden Anlageteile von Fintsch selbst aufgegeben werden. Es wird daher abgesprochen, daß Fintsch zunächst prüft, welche Anlageteile innerhalb der erforderlichen Zeit von Fintsch voraussichtlich nicht geliefert werden können. Für diese Teile wird Fintsch die zur Einholung eines Angebots notwendigen Unterlagen, Zeichnungen etc. der Gewerkschaft Victor übergeben, die von den ihr bekannten Werken Angebote einholen und dabei auf kurze Lieferzeiten hinwirken wird. Die Aufgabe der Bestellungen erfolgt danach von Fintsch.

Von Herrn Dipl.Ing.Kessler und dem Unterzeichneten wird erwähnt, daß über die Lieferung der Hochdruckteile der Anlage Vereinbarungen zwischen I.G. und Fintsch bestehen und daß Terminschwierigkeiten hierbei nicht zu erwarten sind.

Unter der Voraussetzung, daß Fintsch der vorgenannten Regelung über die Bestellung von Material und Anlageteilen zustimmt und den 1.Juli 1940 als Termin für die Fertigstellung der Anlage anerkennt, gilt der Auftrag auf die Polymerbenzinanlage der Gewerkschaft Victor als mündlich erteilt.

Herr Dipl.Ing.Kessler hofft die Zustimmung seiner Direktion umgehend zu erhalten.

Von den Unterzeichneten wird die Frage des Lizenzabkommens angeschnitten. Nach Ansicht von Herrn Dir.Dr.Schmalfeld liegen hierzu nur noch redaktionelle Wünsche vor, die bereits in der nächsten Woche besprochen werden könnten, wonach einer Unterzeichnung des Vertrages nichts entgegenstünde. Es wird abgesprochen, daß sich I.G. mit Gewerkschaft Victor (Herrn von Krogh) in der Woche vom 10.7. wegen Vereinbarung eines Besprechungstermins in

30/4.03 Bergbau

180001117

Verbindung setzen wird, sobald die Stellungnahme von Pintsch zur Frage der Auftragsausführung vorliegt.

gez.Hofedits

D'; Herrn Dir.Dr.Bütefisch
" " " Strombeck
" " " Müller-Cunradi
" " " Rietzel
" " " Kaubach ✓
" " " Schütze
" Obering.Hasselblatt
" " Reincke
2 Exemplare für Fa.Pintsch

Bag
2170
Target
30/4-03

Durchschlag

180001118

I.G. Farbenindustrie A.G.
Stickstoff Direktion
z.Hd.v.Herrn Dr. Hofmeitz

Oppau Post Ludwigshafen/Rh.

Ne/Ku. 12.10.39

: Teo 383 150 - Polymeranlage Leuna -

Teo

Beifolgend übersenden wir Ihnen die Durchschläge des Schreibens vom 5.10.39 an das Ammoniakwerk Merseburg, Leuna Werke, sowie unseres Bestellschreibens vom 11.d.Mts. zur gefl. Kenntnisnahme.

Heil Hitler !

Julius Fintsch
Kommanditgesellschaft

ppa.

263

Anl.132

180001119

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
z.Hd. von Herrn Obering. Kasselblatt
Maschinentechnische Abteilung

Leuna Werke Kra. Merseburg

Ne/Ei. 3.10.1939

Leo 383 150 - Polymerbenzinanlage Rauxel -

Leo

Wir erhielten gestern von der Gewerkschaft Victor, Castrop-Rauxel, nunmehr endlich die erbetene Kontrollnummer für die Ausführung des obigen Auftrages.

Entsprechend dem Angebot der Firma Uhde vom 3.7.39, betreffend Pol. - B/Polymerbenzinanlage Rauxel, erteilen wir Ihnen für Ihren Lieferungsteil die Kontrollnummer

Z Ro I 349/IV/1939/ - Z

für insgesamt 57 to Salz- oder Gußgewicht.

Nach den Bestimmungen der Reichsstelle für Wirtschaftsausbau vom 22.8.38 dürfen diese Mengen keinesfalls überzogen werden. Bei weiterem Bedarf ist dieser erneut von uns anzufordern. Unseren ordnungsgemäßen schriftlichen Auftrag lassen wir Ihnen mit gleicher Post gesondert zugehen.

Heil Hitler !

Julius Pintsch
Kommanditgesellschaft

[redacted]

263

Abschrift/M.

Durch Eilboten!

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
z.Hd. d. Herrn Obering. Hasselblatt

Leuna Werke Krs. Merseburg.

Ne/Kü. Teo 1269/Wa 383 150 11. Oktober 1939.

Versandvorschriften folgen!

Teo 1269/Wa 383 150	Primär-Auftr.Nr.:	11107/39
	Kennwort:	Polymeranlage Rauxel
	Kontroll-Nr.	W Ro X 549/IV/39/Z
	Kontingent-Quartal:	IV/1939
	Kontingentgewicht:	Walz-u. Gussgewichte 57 t.

1.) 1 Kontakt-Polymer-Benzinanlage (Hochdruckteil)
mit insgesamt 7 Kontaktöfen für einen Durchsatz von 30 bezw. 25 Tonnen Gasol/Tag bei einem Olefingehalt von 47 Gew.%, bestimmt für Gewerkschaft Victor, Stickstoffwerke-Benzinwerke, Castrop-Rauxel 2, lt. dem vorliegenden Angebot der Firma Friedrich Uhde, Ingenieurbüro, Dortmund, vom 3.7.39, betreffend Pol.R/Polymerbenzinanlage Rauxel, zum Festpreise von 80 000.--

Der Preis gilt für die Lieferung der Teile frei Waggon Werkstation Leuna, einschl. bahnmässiger Verpackung, jedoch ausschl. Montage, sonst zu unseren Bedingungen.

Zahlung leisten wir:

1/3 bei Lieferung und Montagebeginn,
1/3 bei Montagebeendigung,
1/3 nach erfolgter Abnahme der Anlage.

Im Preise nicht enthalten sind die Hochdruckpumpen mit Antriebsmotoren sowie die Motoren

Bag 2170 Target 30/4.03

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Teo 1269/Wa
Leuna Werke Krs. Merseburg. 383 150
11.10.39

Teo 1269/Wa
383 150

für die Ventilatoren. Die Lieferung beginnt generell mit den Saugflanschen der Filter vor den Pumpen und endet mit den Austrittsflanschen der Absperrventile hinter dem Abscheider. Im übrigen entspricht der Lieferungsumfang im wesentlichen der nachstehenden, dem oben erwähnten Angebot entnommenen Aufstellung:

7 Öfen 200 mm Ø x 7 m lg.
7 Thermoelemente
7 Cu Auskleidungen
7 Ofenisolierungen
7 Traggestelle
2 Ablassvorrichtungen
1 Erhitzer NW 24 6 Nadeln zu 5 m
1 " " 24 3 " " 5 m
1 Abscheider 200 mm Ø x 1,5 m lg.
2 Ventilatoren
Windleitung + Armaturen
62 Ventile NW 24
14 Ventile NW 5
9 Manometer 200 atü
9 Manometer Schutzvorrichtung
4 Thermoelemente
2 Tasterkästen
65 T Stück 24/24
23 Linsenanschlüsse NW 24/6
85 Rohrbogen 90° NW 24
4 Entspannungsventile NW 24
3 Rückschlagventile NW 24
100 Flanschen NW 24
800 Schrauben 5/8" x 70 S 3
120 Schrauben 5/8" x 105 S 3
200 Linsen NW 24
30 Flanschen NW 6
120 Schrauben 1/2" x 55 S 3
60 Dichtungslinsen NW 6
4 Flüssigkeitsstandsanzeiger
2 Ventile NW 10
4 Flanschen NW 10
30 Schrauben 5/8" x 65 S 3
150 lfd. m Rohr NW 24
30 " " NW 6
2 Druckwaagen
Isolierung der Leitungen
2 Filter NW 70 ND 25
versch. ND Leitungen
7 Ventile NW 70 ND 25
10 Dichtungslinsen NW 10
Kleinmaterial und Unvorhergesehenes.

Wir vermerkten uns, dass Sie sich bezüglich der Stückzahl der Armaturen und kleineren Zubehörteile gewisse Änderungen vorbehielten. Wir setzen jedoch hierbei als selbstverständlich voraus, dass der gesamte Umfang Ihrer

Bag 2170 Target 30/4.03

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Teo 1269/Wa
Leuna Werke Krs. Merseburg. 383 150

11.10.39

Teo 1269/Wa
383 150

Lieferung sowohl dem neuesten Stand Ihrer Erfahrungen und Entwicklungsarbeiten entspricht, als auch hinsichtlich der Leistungs- und Betriebsfähigkeit der Anlage den von der Gewerkschaft Victor gestellten Anforderungen, die Ihnen aus den gemeinsamen Verhandlungen und dem hierüber vorhandenen Schriftwechsel hinreichend bekannt sind, gerecht wird. Darüber hinaus übernehmen Sie die Gewähr, dass der von Ihnen zu liefernde Hochdruckteil, der im Vorstehenden näher umgrenzt ist, in jeder Beziehung den behördlichen Bestimmungen, insbesondere auch den Vorschriften der Berufsgenossenschaft der Chemischen Industrie, der Baupolizei und der Gewerbeaufsichtsbehörde entspricht.

Soweit eine amtliche Abnahme der von Ihnen zu liefernden Apparate oder Apparateteile erforderlich ist, sind die entsprechenden Bescheinigungen über die erfolgte Abnahme in pausfähiger Form zu liefern; alle hiermit verbundenen Kosten gehen zu Ihren Lasten. Sofern über die Abnahmepflicht Unklarheiten bestehen, sind diese im Einvernehmen mit uns und dem für das Werk Rauxel zuständigen Überwachungsbeamten zu klären.

Für die Verwendung einwandfreien Materiales, die Güte der Werkstattausführung, die Erreichung der angegebenen Leistungsdaten sowie den einwandfreien Dauerbetrieb der Anlage leisten Sie die uns von der Gewerkschaft Victor auferlegte Garantie auf die Dauer eines Betriebsjahres, und zwar gerechnet vom Tage der Inbetriebnahme bezw. der endgültigen Abnahme der Gesamtanlage ab. Hierzu gehört, dass Sie alle Teile, die während der Gewährleistungsfrist infolge fehlerhaften Materiales, mangelhafter Ausführung und unsachgemässer Konstruktion unbrauchbar oder schadhaft werden, unentgeltlich ausbessern und kostenlos, frei Baustelle, einbauen. Die Ersatzlieferung hat innerhalb einer, im Einvernehmen mit uns und der Gewerkschaft Victor festzusetzenden, angemessenen Frist zu erfolgen. Eine eventuelle von Ihnen verlangte Rücklieferung unbrauchbarer Teile erfolgt auf Ihre Kosten.

Für die Beschaffung der zur Ausführung dieses Auftrages notwendigen Rohstoffe wollen Sie sich, soweit diese Walz- oder Gussmaterial sind, der am Kopf dieser Bestellung aufgeführten Kennziffer bedienen. Sollten Sie hinsichtlich der Materialbeschaffung irgendwelche Schwierigkeiten haben, so bitten wir, uns dieses unter genauer Angabe der Gründe sofort mitzuteilen,

1800011123

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Leuna Werke Krs. Merseburg

Teo 1269/Wa
383 150
11.10.39

Teo 1269/Wa
383 150

da wir zu entsprechender Mitteilungan die Gewerkschaft Victor bzw. zur Einleitung weiterer Schritte verpflichtet sind. Für die Beschaffung der sonstigen in dem Schreiben der Firma Uhde vom 3.7.39 angeführten Materialein haben wir die erforderlichen Anträge gestellt und übermitteln Ihnen die Freigabebescheinigungen sofort nach Eingang.

Die für die endgültige Ausbildung des Kontaktofengerüstes benötigten Angaben und zeichnerischen Unterlagen sind uns schnellstens, spätestens bis zum 1.12.39 einzureichen.

Wir sind verpflichtet, sämtliche Ausführungszeichnungen vor der Anfertigung der einzelnen Teile der Gewerkschaft Victor zur Genehmigung vorzulegen. Wir müssen Sie daher bitten, uns die entsprechenden Zeichnungen jeweils rechtzeitig zwecks Weiterleitung einzureichen. Die von der Gewerkschaft Victor erteilte Genehmigung entlastet Sie jedoch nicht von der Verantwortung für die Richtigkeit und Zweckmässigkeit der von Ihnen gewählten Konstruktionen.

Die für die Konzessionierung erforderlichen Unterlagen, wie Zeichnungen, Beschreibungen, statische Berechnungen usw. sind uns in fünffacher Ausfertigung kostenlos zu liefern. Verpflichtungsgemäss haben wir hiervon 4 Exemplare an die Gewerkschaft Victor weiterzuleiten, während 1 Exemplar für uns als Unterlage dient.

Bezüglich des Liefertermins verlangt die Gewerkschaft Victor, dass die gesamte Anlage am 1.6.1940 betriebsfertig erstellt ist. Wir bitten Sie, uns schnellstens mitzuteilen, welchen frühesten Fertigungstermin Sie uns für die von Ihnen zu liefernden Anlageteile, unter Berücksichtigung der heutigen Verhältnisse, nennen können, wobei nach Möglichkeit der angegebene Termin, unter Beachtung der erforderlichen Montagezeit, eingehalten werden sollte.

Die Bestellung über die Montagearbeiten geht Ihnen gesondert zu.

Wir bitten um Bestätigung dieses Auftrages.

J u l i u s P i n t s c h
Kommanditgesellschaft

Bag 2170 Target 30/4.03

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

17.11.1939
Dr.Hs/K.

Notiz über eine Besprechung in Leuna am 17.11.1939.

Betr.: Kosten der von Leuna bezw. Uhde zu liefernden Hochdruckapparaturen für die katalytische Polymerbenzinherstellung.

Anwesend die Herren: Obering. Hasselblatt, Dr. Ernst — Leuna
Dr. Blauhut, Dipl.-Ing. Palzer — Uhde
Dr. Hofeditz — Oppau.

Wie Herr Dipl.-Ing. Nessler dem Unterzeichneten auf einer Besprechung in Berlin am 2.11.1939 mitteilte, sollte nach Angaben von Herrn Dr. Blauhut eine nochmalige Erhöhung des Preises für den Lieferungsanteil der I.G. bei der Erstellung von Hochdruckpolymerisationsanlagen um rund 20 % gegenüber den auf der Besprechung zwischen Herrn Dir.Dr. Strombeck und Herrn Dir.Dr. Gerdes von Pintsch am 13.6.1939 als endgültig angegebenen Preisen zu erwarten sein.

Zweck der heutigen Besprechung war die genaue Feststellung des Mehrpreises und Klärung der Frage, ob diese Mehrkosten auch von denjenigen Lizenznehmern nachträglich gefordert werden sollen, die bereits im Besitz eines festen Angebotes von Pintsch sind, bezw. wie diese Nachforderung den Lizenznehmern gegenüber sachlich begründet werden kann.

Nach unseren Unterlagen hat die Entwicklung des Preises für den I.G.-Lieferungsanteil für Polymerbenzinanlagen bisher folgenden Verlauf genommen.
Für die Anlage der Essener Steinkohle (30 tato) ist der I.G.-Lieferungsanteil mit Schreiben Merseburg an Pintsch vom 9.2.1939 zu RM 69 780.— angegeben worden. In diesem Preis sind lediglich die für Lieferung von Hochdruckteilen an Hydrierlizenznehmer üblichen Zuschläge in Höhe von 22,8 % zu den Werkstattgestehkosten (RM 56 934.— plus RM 12 846.—, vgl. Notiz Leuna vom 6.6.1939) enthalten.
Auf einer Besprechung mit Pintsch am 4.3.39 in

Durchschlag

30/4703 Bergbau Berlin 2 0120 B13

2203 3-20M-359

180001125

Berlin wurde als zusätzliche Sicherheit vorstehender Preis für den I.G.-Lieferungsanteil auf RM 73000.- erhöht, und das Angebot von Pintsch an Essener Steinkohle daraufhin am 8.3.1939 unter Berücksichtigung dieses Preises abgegeben.
Auf einer Besprechung in Leuna am 13.6.1939 (vgl. Notiz Leuna vom 15.6.1939) wurde der I.G.-Lieferungsanteil für 30 tato Anlagen noch weiter auf RM 80 000.— erhöht. Dieser Preis wurde in dem Angebot von Pintsch für die 30 tato Anlage der Gewerkschaft Victor vom 5.7.1939 bereits berücksichtigt. Die Frage einer entsprechenden Nachforderung von RM 7 000.— bei Essener Steinkohle wurde, da dieses Angebot bereits abgegeben war, zunächst noch offen gelassen.
Für Hoesch-Benzin (17,5 tato Anlage) wurde im Angebot von Pintsch vom 7.8.1939 jedoch gleichfalls ein entsprechend erhöhter I.G.-Preis einkalkuliert.
Gelegentlich der Einschaltung von Uhde in die Bearbeitung der Polymerbenzin-Projekte wurde zwischen Herrn Dir.Dr. Strombeck und Dr. Ringer am 7.3.1939 in Berlin abgesprochen, dass auf den I.G.-Lieferungsanteil an Polymerbenzinanlagen, dessen Preis zunächst nach dem für Hydrieranlagen gültigen Schema zu errechnen ist, bei Lieferung an Pintsch noch ein Zuschlag von 15-30 % aufgeschlagen werden soll.
Aus den Notizen von Leuna vom 6.6.1939 über Angebotspreise für Polymerbenzinanlagen und vom 15.6.1939 über die Besprechung mit Herrn Dir.Dr. Gerdes errechnet sich aus dem an Pintsch genannten Angebotspreis von RM 80 000.— für den I.G.-Lieferungsanteil bei 30 tato Anlagen ein Zuschlag von 14,65 % zu unseren normalen Lieferpreisen für Hydrierlizenznehmer. Aus der Notiz von Leuna vom 6.6.1939 ist ausserdem zu ersehen, dass für die von Uhde an Pintsch mit Brief vom 13.3.1939 angebotenen Hochdrucklieferungen für die Anlagen der Gewerkschaft Victor (damals 15 tato) und Wintershall (45 tato) bereits ein Zuschlag von 25 % zu unserem normalen Lieferpreis für Hydrierlizenznehmer vorgesehen war. Hierauf dürfte -wenigstens zum Teil- die von Pintsch s.Zt. beanstandete starke Kilopreiserhöhung für den Lieferungsanteil der I.G. bei diesen beiden Anlagen zurückzuführen gewesen sein; es wurde damals eine Nachprüfung dieser Preise vorgesehen.
Das Wintershall-Projekt ist inzwischen von Herrn Dr. Schmalfeld vorläufig zurückgestellt worden. Da zur selben Zeit das Projekt der Gewerkschaft Victor von 15 tato auf 30 tato erweitert worden war, wurden als Preise für den Lieferungsanteil der I.G. für die Anlage der Gewerkschaft Victor, die auf der vorerwähnten Besprechung mit Herrn Dr. Gerdes für 30 tato Anlagen festgesetzten RM 80 000.— für den I.G.-Lie-

Bag 2170 Target 30/4/03
2203-8793-20M-359
Durchschlag

ferungsanteil von Pintsch gefordert. Die Revision und weitere nachträgliche Erhöhung dieses Preises steht jetzt zur Diskussion.

Herr Obering. Hasselblatt gibt zunächst einen Überblick über die Kosten und Zuschläge für die Berechnung der Preise, zu denen die I.G. Hochdruckapparate bezw. Apparateteile ihren Hydrierlizenznehmern liefert. Grundsätzlich sollen bei diesen Lieferungen bilanzmässige Gewinne nicht ausgewiesen werden. Für die Ermittlung des Ab-Werkpreises von Hochdruckapparaten für die Lieferung an Hydrierlizenznehmer wird wie folgt gerechnet:

Kostenberechnung für einen Hochdruckpolymerisationsofen.

1. Materialkosten	RM	1600.—	
2. Materialzuschlag (Magazinkosten)	RM	160.—	
3. Löhne	RM	102.—	
4. Werkstattzuschläge (250 % der Lohnkosten)	RM	258.—	
5. Interne Transportkosten	RM	30.—	
6. Glühen	RM	80.—	
Das ergibt zusammen Werkstattgestehkosten	RM	2230.—	
7. Hierzu kommen Risikozuschlag (10 % der bisherigen Gesamtkosten)	RM	223.—	Zuschläge zusammen RM 660.— d.s. 22,8 % der Werkstattgestehkosten.
	RM	2453.—	
8. Generalunkosten (10 % der vorstehenden Gesamtkosten)	RM	245.—	
	RM	2698.—	
9. Gewährleistungszuschlag (5 % der vorstehenden Gesamtkosten) (auf Rückstellungs-Konto)	RM	135.—	
	RM	2833.—	
10. Umsatzsteuer 2,04 % der bisherigen Kosten	RM	57.—	
Gesamtkosten (Abwerk-Lieferpreis ausschliesslich Verpackung) für Hydrierlizenznehmer	RM	2890.—	

In der gleichen Weise wie oben erfolgt auch die Kostenermittlung für alle anderen an Hydrieranlagen zu liefernden

Durchschlag

2203-8793-20M-359

Hochdruckteile.

Für die Lieferung von Polymerisationsanlagen an Pintsch sollen zukünftig auf den nach obigem Schema errechneten Preis für den gesamten Lieferungsumfang nochmals 20 % aufgeschlagen werden. Aus diesem Zuschlag sind zu decken die Konstruktionskosten, die Entschädigung von Uhde und eine entsprechende Umsatzsteuernachzahlung; der Rest ist Reingewinn. Da in den für Hydrierlizenznehmer gültigen Lieferpreisen der I.G. bereits Zuschläge von 22,8 % auf unsere reinen Werkstattgestehkosten enthalten sind, beträgt also die Höhe der gesamten Zuschläge bei der mit nochmals 20 % beaufschlagten Lieferung von Polymerbenzinanlagen 55 % des reinen Werkstattgestehpreises.

Eine von Uhde vorgenommene genaue Nachprüfung des Preises für den I.G.-Lieferungsanteil bei 30 tato Anlagen hat zu einer neuen Preisfestsetzung von RM 97 200.-- geführt. In diesem Preis ist sowohl der vorgenannte Zuschlag von 20 % als auch der Mehrpreis für einige zusätzliche Apparateteile enthalten, deren Einbau auf Grund der inzwischen in ähnlichen Anlagen gewonnenen Betriebserfahrungen wünschenswert erscheint. Im Wesentlichen wird der sich gegenüber unserer früheren Forderung von RM 80 000.-- ergebende Mehrpreis von RM 17 200.-- bedingt durch folgende apparativen Verbesserungen:

1.) Verbesserte Einfüllvorrichtung für den Kontakt, wodurch das jedesmalige Abnehmen des Ofendeckels beim Kontaktwechsel erspart wird.
2.) Am unteren Ofenende entsprechend verbesserte Ablassvorrichtung.
3.) Erhöhte Anzahl von Doppelventilen sowie Einbau von Zwischenentspannungsventilen, die einen erhöhten Schutz gegen Fehlschaltungen und damit eine erhöhte Betriebssicherheit gewährleisten.
4.) Zusätzliche Aussenbeheizung der Reaktionsöfen. Hierdurch werden die Anfahrzeiten wesentlich abgekürzt.
5.) Zusätzliche Zwischenkühlung zwischen den Öfen, die

Bag 2170
Target 30/4.03

2203-8793-20M-359

Durchschlag

eine weitergehende und schnellere Anpessung des Betriebes an wechselnden Olefingehalt des Gases ermöglicht.

6.) Ersatz zweier gewöhnlichen Manometer durch registrierende Manometer, wovon eines mit Alarmvorrichtung versehen ist (Mehrpreis für diesen Posten allein RM 1500.—).

7.) Noch weitere 7 Thermoelemente.

Die vorstehend aufgeführten Massnahmen stellen Verbesserungen dar, die sich beim Betrieb ähnlicher Anlagen in Leuna als vorteilhaft im Hinblick auf die Betriebssicherheit und die Bedienung der Anlage herausgestellt haben. Auf den Ablauf des Polymerisationsprozesses selbst haben diese Verbesserungen keinen Einfluss.

Es wird für zweckmässig gehalten, wenn auch die Anlagen von Gewerkschaft Victor sowie von Essener Steinkohle und Hoesch-Benzin bereits mit den zusätzlichen Verbesserungen ausgerüstet werden. Zu diesem Zweck soll Pintsch von Leuna über den technischen Wert dieser Massnahmen unterrichtet und beauftragt werden, an die Lizenznehmer wegen des hierdurch bedingten Mehrpreises heranzutreten.

Pintsch soll nach Möglichkeit davon abstehen, den von uns geforderten Mehrpreis noch durch eigene Zuschläge zu erhöhen.

Zwischen Leuna und Uhde ist abgesprochen worden, den I.G.-Lieferungsanteil an den Hochdruckpolymerisationsanlagen zukünftig aufzuteilen in Lieferung von Leuna und Lieferung von Uhde. Uhde hat sich bei den Kostenberechnungen für seinen Lieferungsanteil an das gleiche Berechnungsschema zu halten, wie es von Leuna benutzt wird. Auf den hiernach errechneten Preis schlägt Uhde gleichfalls 20 % auf. Durch diese Abmachung wird die inzwischen Herrn Dir.Dr. Strombeck und Herrn Dr. Ringer am 7.3.1939 vereinbarte Regelung der Gewinnbeteiligung

2203-8793-20M-359

Durchschlag

180001129

von Uhde an den Einnahmen von Leuna nicht berührt. Unter Berücksichtigung der Trennung der Lieferungen von Leuna und Uhde entfallen zur Zeit bei der Lieferung der 30 tato Anlage für Gewerkschaft Victor auf:

Lieferung von Leuna		Lieferung von Uhde	
	RM 61 000.—		RM 20 000.—
+ 20 % Zuschlag =	RM 12 200.—	+ 20 % Zuschlag =	RM 4 000.—
=	RM 73 200.—	=	RM 24 000.—

zusammen: RM 97 200.—.

Es ist beabsichtigt, im Lauf der Zeit den Lieferungsanteil von Uhde noch zu vergrössern und den Lieferungsanteil von Leuna entsprechend zu verringern.

Zu den Fertigstellungsterminen der 85-und der 15 tato Anlagen in Ruhland teilte Herr Dr. Ernst mit, dass die grosse Anlage in etwa 8 bis 10 Tagen angefahren werden könne. Die 15 tato Versuchsanlage würde bis zur Montagebeendigung noch etwa 7 Wochen benötigen, da die von Herrn Dr. Wagner für die Montage zugesagten 6 Schlosser von Ruhland infolge der Betriebsumstellung in Ruhland nicht zur Verfügung gestellt werden könnten, sodass Leuna auf seine eigenen Leute bei der Montage angewiesen sei. Herr Dr. Ernst glaubte, dass eine erhebliche Verkürzung der Montagezeit noch erreicht werden könnte, wenn es gelänge, doch noch die von Ruhland versprochenen Schlosser zur Verfügung gestellt zu bekommen. Herr Dr. Ernst bat, wenn möglich zu versuchen, durch Einschaltung von Herrn Dir.Dr. Bütefisch in diesem Sinn auf Ruhland einzuwirken. Leuna hat auch insofern Interesse, dass Schlosser von Ruhland zur Verfügung gestellt werden, damit diese an der Anlage angelernt und Leuna

2203-8793-20M-359
Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte I

180001130

durch Zurückziehung seiner eigenen Schlosser entlastet werden kann.

Herr Dr. Ernst bestätigte, dass durch die Betriebsumstellung in Ruhland künftig nur mit einem Gasolanfall von rund 30 tato zu rechnen sein wird. Es wurde noch abgesprochen, dass Uhde von seinem gesamten Schriftwechsel, Polymerbenzinanlagen betreffend, auch einen Durchschlag an Büro Sparte I, z.Hd. des Unterzeichneten schicken wird.

gez.: Hofedtz

Ø Herrn Dir.Dr. Bütefisch
Herrn Dir.Dr. Strombeck
Herrn Dr. Ringer, Bln.
Herrn Obering. Hasselblatt
Herrn Dr. Ernst

Bag 2170 30/4.00 Target

2203-8793-20M-359

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

27.11.1939
Dr.Hs/K.

z Herrn Dir. Dr. Ehrenberg
" O. J. Hasselblatt 2x
" Dr. Ringer, Bln.
" Dr. Goldberg z. K.
" Dr. Kriegel z. K. ✓

180001131

N o t i z.

Betr.: Gewinne von Pintsch beim Bau von Hochdruckpolymerisationsanlagen.

An Hand von Aufzeichnungen von Herrn Obering. Hasselblatt und dem Unterzeichneten aus der Besprechung mit Pintsch am 4.3.1939 in Berlin über das Angebot für Essener Steinkohle lässt sich der Gewinn von Pintsch bei der Erstellung von Hochdruckpolymerisationsanlagen annähernd errechnen.

Wir hatten s.Zt. für die Ermittlung des reinen Apparatepreises einer 30 tato Hochdruckpolymerisationsanlage (ohne Nachbehandlung) folgende Überschlagsrechnung aufgestellt:

Lieferungsanteil Leuna	RM	70 000.—
2 Gasolpumpen	RM	27 000.—
2 Gasolbehälter	RM	12 000.—
Eisenkonstruktion	RM	8 000.—
Messinstrumente	RM	10 000.—
Wasser- und Dampfleitungen	RM	10 000.—
	RM	137 000.—

Vorsichtshalber wurden zu diesem Preis noch einmal RM 13 000.— für Unvorhergesehenes zugeschlagen, wobei vereinbart wurde, dass hiervon RM 3 000.— dem Lieferungsanteil der I.G. und RM 10 000.— Pintsch als Sicherheit zugeschlagen werden sollen. Somit sind die reinen Apparatekosten einer 30 tato Hochdruckpolymerisationsanlage mit RM 150 000.— zu veranschlagen.

Wir hatten Pintsch zugestanden, bei Abgabe des Angebots auf den nunmehr RM 73 000.— betragenden Lieferungsanteil der I.G. 10 % als eigenen Gewinn zuzuschlagen. Der gesamte Lieferungsumfang von Pintsch incl. Montagekosten, Steuern, Gewinn etc. sollte nach der damaligen Absprache RM 240 000.—

2203-8793-20M-359

Durchschlag

180001132

für die Hochdruckpolymerisationsanlage (ohne Nachbehandlungsanlage) betragen. Dieser Betrag würde sich folgendermassen aufgliedern:

Pumpen	RM	27 000.—
2 Gasolbehälter	RM	12 000.—
Eisenkonstruktion	RM	8 000.—
Leitungsmaterial	RM	10 000.—
Messapparate	RM	8 000.— +)
Anschliessen der Messapparate	RM	10 000.—
Montagekosten	RM	30 000.— +)
Fracht	RM	8 000.— +)
Steuern	RM	7 000.—
Lieferungsanteil von Pintsch zusammen:	RM	120 000.—
Hierzu Lieferungsanteil der I.G.	RM	73 000.—
10 % Gewinnaufschlag für Pintsch auf I.G.-Lieferung	RM	7 300.—
Anfahrkosten (Entschädigung der I.G. für Personalstellung beim Anfahren)	RM	4 000.— +)
zusammen:	RM	204 300.—
Angebot sollte abgegeben werden mit	RM	240 000.—
~~bleibt Gewinnspanne für Pintsch~~	~~RM~~	~~35 700.—~~

Es errechnet sich somit aus der Lieferung der 30 tato Anlage für Pintsch folgender Gesamtgewinn:

Lieferungsanteil der I.G.	RM 73 000.—	hierauf Gewinn von Pintsch	RM	7 300.—	(10%)
Lieferungsanteil von Pintsch	RM 120 000.—	hierauf Gewinn von Pintsch	RM	35 700.—	(29,8%)
Gesamtlieferung	RM 193 000.—	Gesamtgewinn von Pintsch	RM	43 000.—	(22,3%)

Gesamtlieferung	RM	193 000.—
Gesamtgewinn von Pintsch	RM	43 000.—
Anfahrkosten der I.G.	RM	4 000.—
	RM	240 000.—

+) vgl. Seite Schluss.

Bad 21/10 3
Tarif 30/4.
2203-8793-20M-359
Durchschlag

180001133

Da Pintsch daran interessiert war, zugleich mit der Lieferung der Polymerisationsanlage auch die Anlage zur Nachbehandlung des Produktes zu liefern, wurde diese von Pintsch zusammen mit der Polymerisationsanlage angeboten. Wir haben uns damit einverstanden erklärt, dass Pintsch die Kosten für Montage, Messinstrumente, Fracht und Verpackung von beiden Anlagen zusammen angibt. Hierdurch werden die Kosten für die Nachbehandlungsanlage niedrig gehalten und dem Lizensnehmer ein Anreiz gegeben, auch die Nachbehandlung von Pintsch zu erwerben.

Das an Essener Steinkohle von Pintsch am 8. 3. 1939 abgegebene Angebot sieht daher folgende Unterteilung vor :

I. Hochdruckanlage	RM	19o ooo. —	
II. Nachbehandlung	RM	88 ooo. —	
III. Regler und Messinstrumente	RM	26 3oo. —	(8 ooo. —)
IV. Fracht, Verpackung	RM	1o 3oo. —	(8 ooo. —)
V. Montage und Inbetriebsetzung	RM	52 5oo. —	(34 ooo. —)
	RM	367 1oo. —	5o ooo. —

Die in ( ) gesetzten Zahlen sind die entsprechenden Kosten für die Hochdruckanlage allein (vergl. Zusammenstellung auf Seite 2 dieser Notiz, die mit +) bezeichneten Posten). Ihre Summe (RM 5o ooo. —) ergibt zusammen mit dem unter Pos. I als Preis für die Hochdruckanlage aufgeführten Betrag von RM 19o ooo. — den mit Pintsch vereinbarten Gesamtbetrag von RM 24o ooo. — für die 3o tato Hochdruckpolymerisationsanlage ohne Nachbehandlung.

gez.: Hofeditz

Bag 2170
Target 30/4*Or
2203-8793-20M-359
Durchschlag

Gewerkschaft Victor
Stickstoffwerke
Benzinwerke
Fernsprecher Sammelnummer 2241 · Bahnstation Rauxel · Girokonto: Reichsbank Bochum
Telegramm-Adresse: Victor · Postscheckkonto: Essen 39213

0.11

180001134

J.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a.Rh.

Unser Zeichen: BENZIN
Ihre Zeichen: Büro Sparte I Dr.Kz/Sch.
Ihre Nachricht vom: 11.12.39

CASTROP-RAUXEL 2 (WESTF.), 16. Januar 1940.

Betr. Polymerbenzin-Vertrag.

Wir danken Ihnen für Ihre Mitteilung vom 11.12., mit der wir den neuen Vertragsentwurf erhielten. Soweit wir mit Ihnen noch nicht übereinstimmen, äussern wir uns wie folgt: (Die Bezeichnungen entsprechen Ihrem Entwurf.)

Zu § 4 (1) a.

Als die Kapazität von 3 700 jato Gesamtpolymerisationsprodukt (Rohpolymerisat) festgelegt wurde, gingen wir, ebenso wie in der Verhandlung vom 19.7.39, von den derzeit übersehbaren Produktionsbedingungen aus. Durch den Krieg ist insofern eine Änderung eingetreten, als der Krackbetrieb zum Erliegen gekommen ist, nachdem wir durch Mob-Auflage zur Lieferung von Dieselöl verpflichtet wurden. Krackgase stehen somit für den Einsatz in die Polymerisation nicht zur Verfügung, sodass maximal nur 2 400 jato Rohpolymerisat erhalten werden können. Für eine solche Produktion würde die erst vorgesehene Anlage von 2 350 jato, für die Sie eine einmalige Abgabe von RM. 23.500.- forderten, ausreichend gewesen sein. Wir bitten, diesen Umständen in Hinsicht auf die Zahlung der einmaligen Abgabe angemessen Rechnung zu tragen.

Zu § 7 (2).

Wir setzen voraus, dass sich die von Ihnen beanspruchte Ausschliesslichkeit nicht auf die Winterhall A.G. erstreckt.

Bag Wabet
2170 30/4.08

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/Rhein.

Zu § 8:

Nachdem Sie sich mit unserem Vorschlag bezüglich des Verfahrens bei mangelnder Rechtsbeständigkeit Ihrer Schutzrechte etc. nicht einverstanden erklärten, bitten wir, wenigstens folgende Ergänzung vorzusehen :

"Falls der Lizenznehmer wegen der Benutzung des von der J.G. vorgeschlagenen Verfahrens von dritter Seite in Anspruch genommen wird, kann der Lizenznehmer die Zahlung der laufenden Abgabe (§ 4 (2b) insoweit aussetzen."

Zu § 9.

Nach Ihrer Neufassung des ersten Satzes ist die Benutzung eines selbst entwickelten Kontaktes nur in eigener Anlage möglich. Wir sind mit dieser Einschränkung einverstanden, vorausgesetzt, dass der Benutzung durch die Wintershall A.G. nichts im Wege steht.

.....

Für vergleichende Versuche stellen wir Ihnen unseren Kontakt zur Verfügung.

Nachdem wir Ihren Vorschlägen in weitestem Umfange entsprochen haben, bitten wir um Berücksichtigung unserer Wünsche. Im Falle Ihres Einverständnisses wollen Sie uns gefl. 3 neue Vertragsausfertigungen zugehen lassen.

Es war vorgesehen, dass noch eine Definierung des Begriffs "Rohpolymerisat" erfolgen sollte und dass Sie zu den Fragen, die den Kontaktverbrauch, die Kontaktkosten und die Ausbeute betreffen, Stellung nehmen. Wir wären dankbar, wenn Sie dies nachholen und uns auch die zugesagte Kalkulation übersenden würden.

Heil Hitler !

Bag 2170 Target 30/4.C3

v.Kr./Ik.

180001136

Ammoniaklaboratorium
Rechtsabteilung
Patentabteilung

Dr. Hz/Hl. 27.1.1940

Betr.: Polymerbenzinvertrag mit Gewerkschaft Victor.

Anliegend erhalten Sie die Antwort der Gewerkschaft Victor vom 16.1.1940 auf unser Schreiben vom 11.12.1939, mit dem wir der Gew. Victor unseren neu überarbeiteten Lizenzvertragsentwurf übergeben haben.

Zu den vorgebrachten Punkten möchten wir folgendes bemerken:

Zu § 4 (1a).

Den Wunsch der Ges. Victor, die Höhe der einmaligen Lizenzabgabe auf die von Ges. Victor in der nächsten Zeit tatsächlich nur beanspruchte Kapazität abzustellen, halten wir für berechtigt und wollen ihm entsprechen.

Für die Formulierung im Vertrag schlagen wir vor, den Paragraphen 3 (1) und 4 (1a) folgenden Wortlaut zu geben:

§ 3 (1).

Die Jahreskapazität der von Lizenznehmer zu errichtenden Polymerbenzinanlage wird 3 700 Jato Gesamtpolymerisationsprodukt (Rohpolymerisat) betragen. Der Lizenznehmer beabsichtigt, zunächst nur 2 400 Jato Rohpolymerisat herzustellen, sodass eine Reservekapazität von 1 300 Jato Rohpolymerisat zur Verfügung stehen wird.

§ 4 (1) a.

Der Lizenznehmer zahlt an die I.G.:

a) Eine einmalige Abgabe von RM 10.— für jede Jahrestonne Rohpolymerisat, das auf Grund der in § 3 vorgesehenen Kapazität in der Anlage erzeugt werden kann. Da der Lizenznehmer zunächst nur 2 400 Jato Rohpolymerisat herzustellen beabsichtigt, ist bei Vertragsabschluss ein Betrag von RM 24 000.— zur Zahlung fällig. Diese Zahlung berechtigt den Lizenznehmer aber nur zu einer Produktion von maximal 600 Tonnen Rohpolymerisat je Vierteljahr, d.i. 1/4 der beabsich-

Bag 2170 Targ 30/4

5163-17.5M-3128 Durchschlag

180001137

tigten Jahresproduktion. Überschreitet die Produktion in der lizensierten Anlage innerhalb eines Kalendervierteljahres 600 Tonnen Rohpolymerisat, so gilt die Reservekapazität als in Anspruch genommen und der Lizensnehmer hat den hierfür fälligen Restbetrag von RM 13 000.- in voller Höhe zu entrichten.

Zu § 7 (2).

Wir haben keine Bedenken, dem Wunsch der Gew. Victor stattzugeben, vorausgesetzt jedoch, dass wir auch mit der Wintershall A.G. zum Abschluss eines Vertrages über unser katalytisches Polymerbenzinverfahren kommen. Wir werden Gew. Victor zusagen, dass wir ihr eine dahingehende schriftliche Mitteilung abgeben werden, sobald ein Vertrag mit der Wintershall A.G. abgeschlossen ist.

Zu § 8.

Die Forderung von Gew. Victor erscheint uns im Prinzip nicht unbillig. Wir möchten sie aber dahin abändern, dass, falls sich aus einer solchen Situation eine für den Lizensnehmer untragbare Härte ergeben sollte, die I.G. sich bereit erklärt, mit dem Lizensnehmer über einen angemessenen Ausgleich zu verhandeln.

Wir bitten Sie, uns Ihre Ansicht hierzu mitzuteilen.

Zu § 9.

Auch diesem Vorschlag wollen wir in ähnlicher Weise wie zu § 7 entsprechen.

Wegen Erledigung der technischen Fragen schlagen wir dem Ammoniaklaboratorium eine Besprechung vor.

BÜRO SPARTE I
gez. Ringer

z Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi
Herrn Dr. Wietzel
Herrn Dr. Haubach ✓
Herrn Dr. Hegelmann
Herrn Dr. Ringer, Hln.

Bag Target
2170 30/4.C3

5163-17.5M-3128

Durchschlag

18000 1138

Friedrich Uhde, Ingenieurbüro und Fabrik für chem. Apparate, Dortmund

Chefsekr. Faber
Dr. Hesse
Dr. Hyckenberg

An das

Uhde-Büro Leuna,
Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.,
Geb. 24 / Zimmer 464,

Leuna Werk / Kr. Merseburg.

Dr. Schlimme	
Dr. Hesse	Ve
Dipl.-Ing. Conrad	

Dr.Sch./Ve. 2.2.1943

Tol-R 52b /Hochdruck-Einspaare und Steuerung.

Für die Hochdruck-Einspeise sind im Gegensatz zu anderen Betrieben von 10.1.43 folgende Betriebsdaten zugrunde zu legen:

Gasmenge:	10 bis 30 Mto. = 18,2 bis 54,5 m³/Sec.
Temperatur:	20° C.
~~spez. Gewicht~~	0,55 kg/l,
Druck:	200 atü.

Wir bemerken dazu, daß die Blende in der Druckleitung der Pumpen sitzt. Es ist daher anzunehmen, daß auf die Blende gewisse Rückschläge kommen, wenn auch die Förderung durch die Verwendung von Drei-Kolbenpumpen verhältnismäßig gut ausgeglichen ist.

Heil Hitler !

2-fach

i.V. Dr. Hofeditz

Bag 2170 Target 30/4.03

1800011[illegible]

z': Hammelahm.
" Wietzel
" Kautbach V
" Schütze
" Hegelmann
Übering. Kesselstadt
Brutsch

Gewerkschaft Victor
Stickstoff-und Benzinwerke
C a s t r o p-R a u x e l

Dr.Hz/J. 18.März 1940.

Kat.Polymerbenzinverfahren.

Wir kommen zurück auf den letzten Absatz Ihres Schreibens vom 16.1.1940, in dem Sie uns noch einmal an die Überlassung von Unterlagen für die Berechnung der Wirtschaftlichkeit unseres katalytischen Polymerbenzinverfahrens erinnert haben. Wir haben die Beantwortung Ihrer Anfrage so lange zurückgestellt, da wir hofften, Ihnen auf Grund von Betriebsergebnissen unserer inzwischen fertiggestellten Großversuchsanlage (Tagesdurchsatz: 15 to Gasol) noch besser fundierte Zahlen angeben zu können, doch mußte infolge anderweitiger Umstände das Anfahren dieser Anlage bis kurz nach Ostern verschoben werden. Wir geben Ihnen daher zunächst die Daten an, die aufgrund unserer bisherigen, allerdings recht weitgehenden Unterlagen als Verbrauchszahlen für den Betrieb der Polymerbenzinanlage zu erwarten sein werden. Wir möchten hervorheben, daß wir diese Angaben als für uns unverbindlich betrachten, doch dürften sie ausreichen, um Ihnen ein annähernd genaues Bild über die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens zu ermöglichen.

Umsatz und Kontaktverbrauch.

Als Rohpolymerisat im Sinne des Nachfolgenden bezeichnen wir das gasfreie Gesamtpolymerisationsprodukt.

Die Ausbeute an Rohpolymerisat, die sich etwas mit der Betriebsdauer des Kontakts ändert, wird bei der nachfolgend angegebenen Kontaktausnutzung nach Mittelung über die ganze Betriebszeit etwa 85% bezogen auf die eingesetzten C_3,C_4-Olefine betragen. Bei dieser Leistung wird 1 Liter Kontakt etwa 250-270 kg Rohpolymerisat erzeugen. Dies entspricht bei einem Kontaktpreis von etwa 50 Pfg/Liter des von uns zurzeit hergestellten Polymerisationskontaktes einer Belastung des Rohpolymerisats durch Kontaktkosten von ungefähr 0,2 Pfg/kg Polymerisat. Bezüglich des genannten Kontaktpreises behalten wir uns jedoch Abweichungen ausdrücklich vor für den Fall, daß wir Ihnen in Zukunft einen andersartigen und mit anderen Gestehkosten verbundenen Kontakt liefern sollten. Hierdurch etwa eintretende Veränderungen in der Belastung des Polymerisat-Gestehpreises mit Kontaktkosten dürften jedoch durch die

./.

Durchschlag

Bag 2170 Target 30/4.03

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte I

180001140

Anfrage:
Fp = 18 KW/h Gasp
Fahrtp = 9 KW/h Fahrt

1 Fahrt = 40 Min 360 kg Benzin

9 KW + 360 kg Benzin
1 KW = 2 kg ; 9 KW = 18 kg

18/360 { 0,05 kg a 1 kg Benzin kaufen }
{ 0,1 kg a ? = Preis }

Durchschlag
3163-17.Bm-3139

180001141

bei Verwendung eines anderen Kontaktes zu erwartenden sonstigen Vorteile im wesentlichen ausgeglichen werden.

Bedienungspersonal.

Bei der angegebenen Kontaktleistung wird damit gerechnet werden können, daß alle 5-6 Tage ein Ofen der Anlage auszuwechseln und mit neuem Kontakt zu beschicken ist. Für das Auswechseln des Kontaktes rechnen wir mit einem Personalaufwand von 2 Mann in 2 Schichten je Ofen, d.s. also 32 Arbeitsstunden je Ofen. Für die Bedienung der Anlage rechnen wir mit maximal 4 Mann pro Schicht, worin zugleich die Aufsicht für die Anlage mit inbegriffen ist (1 Mann für Ofenbedienung, 1 Mann für Pumpenhaus, 1 Mann für die Kolonne und 1 Mann für die Ausführung von Betriebsanalysen und Überwachung des Betriebes. Bedienung von Öfen und Kolonne werden jedoch bei eingefahrenem Betrieb zusammen nur 1 Mann pro Schicht benötigen).

Die nachfolgenden Verbrauchszahlen beziehen sich auf 1 to durchgesetztes Eingangsgasol. Die Zahlen umfassen die Gasolvorwärmung, Polymerisation und Abtrennung des Gasols vom anfallenden Gesamtpolymerisat, nicht aber die Redestillation des Rohpolymerisats.

Verbrauchszahlen.		je to Eingangsgasol
Strombedarf	(für Gasolpumpen, Luftkühlung der Öfen und Pumpen der Destillation)	35 KW-Stunden
Hochdruckdampf	(für Gasolvorwärmer)	ca. 400 kg
	(für Gasolentfernung aus Polymerisat)	400-500 kg
Rückkühlwasser		ca. 5-6 m^3
Frischwasser		ca. 15-20 m^3

Die Reparaturkosten für die Anlage werden sich in den für Anlagen des gleichen Wertes üblichen Grenzen halten.

Eigenschaften des Polymerisats.

Die Siedekennziffern des Polymerisats hängen, abgesehen von der Zusammensetzung des Gasols, innerhalb gewisser Grenzen von der Benutzungsdauer des Kontaktes ab.

Für das aus einem normalen Fischergasol innerhalb der oben angegebenen Kontaktleistung von 250-270 kg Rohpolymerisat/Liter Kontakt erhältliche (gasfreie) Rohpolymerisat wird man etwa mit folgenden Zahlen zu rechnen haben.

Bag Target
2170 30/4.03

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte I

180001142

Dr.Hz/J. 18.3.40 3

Siedebeginn 55° C.

Es sieden bis	100°C	5-9 Vol.%
" " "	150°C	65-71 " "
" " "	200°C	91-95,5" "
" " "	220°C	94-97 " "
Siedeende	220-250°C	97,8-97,2 Vol.%
	Rückstand	1,8-2,0 " "
	Verlust	0,4-0,8 " "
	Dichte 15°C	0,743

Oktanzahl des bei 200° abgeschnittenen Produkts (CFR-Motor): 82-83

Wir hoffen, daß Ihnen die vorstehenden Angaben für Ihre Zwecke vorerst ausreichen werden. Sobald die genaueren Zahlen aus unserer Großversuchsanlage vorliegen, werden wir auf die Angelegenheit noch einmal zurückkommen und Ihnen genauere Unterlagen zur Verfügung stellen.

Heil Hitler !

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. ppa. Wietzel gez. ppa. Ringer

2

Bag 2170 Target 30/4.03

5163-17.5M-3128

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte 1

180001143

Ø Herrn Dr. Wietzel
Herrn Dr. Haubach
Herrn Dr. Schütze
Ammonlabor

Gewerkschaft Victor
Stickstoffwerk - Benzinwerke
Castrop - Rauxel 2

19. Juni 1940

Dr. Ri/Hü.

Betr.: Polymerbenzin.

Wir bestätigen dankend den Empfang Ihres Schreibens vom 14.d.Mts. und teilen Ihnen nachfolgend die gewünschten Daten über das in der Hochdruckpolymerisationsanlage in Schwarzheide erhaltene Polymerbenzin mit.

Spez. Gew. des gasfreien Rohpolymerisats:		0,736
Spez. Gew. des gasfreien bei 200° abgeschnittenen Reinbenzins	:	0,733
Oktanzahl des gasfreien bei 200° abgeschnittenen Reinbenzins	: Research CFR-Motor	: 98 - 100 : 92 - 84
Reid-Dampfdruck des gasfreien bis 200° abgeschnittenen Reinbenzins (bei 38°C)	:	0,15 - 0,18 at.

Heil Hitler!
I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
gez. ppa. Balz *gez. ppa. Ringer*

Bag 2170 Target 30/4.03

642-10M-329

Durchschlag

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Büro Sparte I

Herrn Dr. Wiebel
Herrn Dr. Haubach
Herrn Dr. Schulze
Ammoniakbau

Gewerkschaft Victor

C a s t r o p - Rauxel 2

180001144

Dr.Hz/Hü.

27. Juni 1940

Betr.: Polymerbenzin.

Wir kommen noch einmal zurück auf unser Schreiben vom 19.6.1940, in dem wir nachträglich einen Schreibfehler entdeckt haben. Bei der Angabe der Oktanzahl muss es heissen:

CFR-Motor: 92 - 84

und nicht wie irrtümlich angegeben 92 - 84.

Wir bitten Sie, diesen Irrtum zu berichtigen und unser Versehen entschuldigen zu wollen.

Heil Hitler!
I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. ppa Säggel

gez.: ppa. Winkler

Bag 2170 Target 30/4.03

Durchschlag

213-542-10M-410

180001145

I. G. Ludwigshafen

Ammoniaklaboratorium Oppau

Unsere Zeichen Dr.Hb/Gg. Tag 25. Juni 1941

AKTENNOTIZ.

Betreff: Polymerbenzinkontakt für Rauxel.

Besprechung: 23.6.1941 in Oppau
Anwesend: Dr.Curs
Dr.Schütze
Dr.Haubach

1) Rauxel hat am 25.4.41 12 000 kg Kohlekontakt als erste Füllung für die Öfen bestellt; in Wirklichkeit werden aber für 6 Öfen nur 1200 Ltr. = 420 kg gebraucht. Die bestellte Menge ist der Bedarf für etwa 10 Monate.

2) In Anbetracht der Unsicherheit, ob der Kohlekontakt in Zukunft angewandt wird und nicht durch einen neuen Kontakt ersetzt wird, wird die Stickstoffabteilung vorläufig nur 2000 kg herstellen (1 Liter Kohle = 150 g + 180 g H_3PO_4 89 %) und bis Ende Juli 1000 kg zum Anfahren an Rauxel liefern.

3) Der Kontakt wird in Eisenfässern verschickt.

4) Wegen der Preise wird Herr Dr. Curs mit Herrn Dr. Hofeditz Rücksprache nehmen.

gez. Haubach
i.V. Schütze

Big — Target
2170 30/4703

12000 / 330 = 36 000 Liter.
6 Öfen à 1200 Liter
6 Öfen Füllung 10 Tage
= 36 × Füllung
6 Öfen 36 · 6 = 220
220 × 200 = 44 000 Liter
72 000 Liter

Füllung 10 Tage
= 6 Tage

Ø Herrn Dr.Wietzel
" " Dr.Hofeditz
" " Dr.Curs
" " Dr.Schütze

gez. Wo

3090-10M-396

180001147

Oppau, den 17. Juli 1941
Dr. Hz/LM

180001146

Notiz über einen Anruf von Herrn Obering. Nessler von Pintsch

Betr: Polymerbenzinanlage Rauxel

Herr Nessler teilte mit, dass er am 23.ds.Mts. in Rauxel sein würde und bat, Herrn Dr. Haubach davon zu unterrichten, damit dieser gegebenenfalls an dem Besuch in Rauxel teilnimmt. Des weiteren teilte Herr Nessler mit, dass die Anlage voraussichtlich zwischen dem 8. und 15. August angefahren würde.

Herr Nessler wies darauf hin, dass die Frage des Abdrückens der Anlage noch geklärt werden müsste. Ferner sollten die in der Besprechung zwischen Herrn Dr. Haubach und Uhde evtl. noch wünschenswert gewordenen Änderungen besprochen werden. Ausserdem sollte ein Probelauf der Gasolpumpen vor Inbetriebnahme der Anlage stattfinden, was mit Uhde zu vereinbaren wäre.

Herr Nessler teilte dann noch mit, dass Schwierigkeiten in Bezug auf die Belieferung mit Sicherheitsventilen entstanden seien, obwohl diese an mehreren Stellen, u.a. auch in Frankreich, in Auftrag gegeben seien. Um hierdurch keine Verzögerung in der Inbetriebnahme der Anlage zu erleiden, bat Herr Nessler, zu prüfen, ob Ludwigshafen oder Leuna in der Lage sei, leihweise folgende Sicherheitsventile (Trosty-Ventile) für die Anlage zur Verfügung zu stellen:

./.

Bag Target
2170 30/4.09

180001148

6 Ventile 50 mm lichte Weite 20 at für Gasol
2 " 40 " " " 20 " " "
2 " 50 " " " 18 " für Benzin (müssen beim Abblasen Temperaturen von 200° aushalten)
2 " 25 mm lichte Weite,
davon 1 für 18 und 1 für 10 at.

gez.: Hofadtz

Ø Herrn Dr. Wietzel,
Herrn Dr. Haubach,
Herrn Dipl.Ing. v. Lomm, Leuna

BAB Target
2170 35/403

180001149

4. Ausfertigung

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Herrn Dr. Hofeditz

Ludwigshafen / Rhein

Ne./Ehs. 26.9.41.

: Teo 383 150 - Polymeranlage Rauxel.

Teo

Wir teilen Ihnen mit, daß wir zurzeit mit den von der Firma Uhde gelieferten Gasol-Hochdruckpumpen den Probelauf durchführen. Sollte dieser im Laufe der nächsten Tage zu keinen weiteren Beanstandungen führen, dann dürfte damit zu rechnen sein, daß die Polymeranlage etwa in den ersten Oktobertagen angefahren werden kann.

Nach den Angaben, die wir von der Gewerkschaft Victor in den letzten Tagen erhalten haben, ist damit zu rechnen, daß trotz der augenblicklichen Gasolknappheit uns für das Anfahren der Anlage etwa 13 bis 14 Tato Gasol für die Dauer von 3 bis 4 Wochen zur Verfügung gestellt werden können. U.U. wird es sich ermöglichen lassen, daß während der letzten 2 bis 3 Tage Fahrzeit die Durchsatzmenge auf 25 Tato gesteigert wird. Nach Beendigung des Probebetriebes wird die Anlage voraussichtlich wegen Gasolmangel stillgesetzt werden müssen.

Bezüglich der Einfüllung des Kontaktes für das erste Anfahren der Anlage teilen wir auch die Ansicht der Firma Uhde, wonach einer Ihrer Herren zweckmäßigerweise hierbei zugegen ist. Wir bitten Sie infolgedessen, den betreffenden Herrn für die genannte Zeit bereitzustellen und werden uns erlauben, sobald wir Näheres über den endgültigen Termin sagen können, Sie zu benachrichtigen.

Heil Hitler !

Julius Pintsch K.G.

ppa Dr. Kiebel
" Dr. Laubach
Winter

Bag 2170 Target 30/4.03

263

190001150

Bag 2140

Target 30/4.03

19. Experimental crotone aldehyde plant.

190001151

Berechnung zu einer Anlage zur Herstellung von Croton-
aldehyd aus Rohaldol.

Erzeugungsmenge: 20400 Jato Crotonaldehyd
59900 Jato Rohaldol-Bedarf.

lo. April 1942

Bag Target
2170 30/4.03

Reaktionsturm.

Die Reaktion wird durchgeführt in flüssiger Phase in einem Turm von 2000 mm Durchmesser und 15000 mm Höhe. Zur Verarbeitung der gesamten Menge sind nach dem bis jetzt vorliegenden Versuchsergebnissen zwei solcher Türme notwendig. Es ist jedoch möglich, dass weitere Versuche eine Leistungserhöhung möglich machen. Die Anlage soll daher vorläufig mit zwei Reaktionstürmen gebaut werden, jedoch ist die Einteilung des verfügbaren Raumes so vorzunehmen dass jederzeit ein 3. Turm dazu gebaut werden kann. Dieser 3. Turm kann als Reserve gelten. Es ist jedoch zweckmässig diese Reserve erst später zu errichten, wenn Grossbetriebserfahrungen mit den ersten Aggregaten vorliegen.

Baustoff. Der Turm kann homogen verbleit werden oder aber mit einer Ausmauerung aus Meissner Porzellan versehen werden. Je nach der Rohstofflage ist die eine oder die andere Bauweise zu wählen. Bei ausgemauerter Bauweise sind die erforderlichen Stutzen mit einer Schutzschicht aus Blei zu versehen. Rohrleitungen, Pumpen usw. müssen in jedem Falle verbleit werden. Im oberen Teil erhält der Turm fünf Glockenböden. In unserem Entwurf Kd. 1552 ist der Turm in seinem wichtigsten Teil dargestellt.

Berechnungseinzelheiten. (Sämtliche Zahlenwerte in der nachfolgenden Berechnung sind nach obenabgerundeten Werten.)
Betriebsdruck 1,2 atü ergibt einen Gesamtdruck unter Berücksichtigung der Flüssigkeitssäure von etwa 3 atü. Betriebstemperatur 90°. Reaktionswärme vernachlässigbar klein. Gesamteingang an Rohaldol 7500 Kg/Std.

Wärmetauscher. Das Rohaldol wird in einem Wärmeaustauscher mit Hilfe des Sumpfproduktes der Kolonne 1 auf 40° erwärmt.

Wärmemenge $Q = 7500\ Kg \cdot 0{,}7 \cdot 30^{\circ} = 156\,000\ Kal/Std.$

Heizfläche $F = \frac{156000}{100 \cdot 45^{\circ}\,\Delta t} = 35\ m^2$

Gewählte Heizfläche je 20 m^2

Baustoff: Aluminium

Heizkörper. Im Heizkörper sind die am Reaktionsturm dampfförmig übergehenden Produktmengen einschliesslich des aufgegebenen Überflusses zu verdampfen. Ausserdem ist der Wärmeverlust des gesamten Aggregates aufzubringen. Dementsprechend sind die Wärmemengen:

Verdampfung des Acetaldehyd:	4200 kg	.	136	=	570000 Kal/St
" " Wassers	450 "	.	540	=	234000 "
" " Crotonaldehyd	80 "	.	115	=	9200 "
Anwärmung des Rohaldols	7500 kg	.	0,7 . 50°	=	263000 "
Wärmeverlust					123800 "
					1200000 Kal/St

./.

Heizdampf: 2 atü (130°)

Gesamtfläche

$$F = \frac{1\,200\,000}{300 \cdot 40^{0}\,4\,t} = 100\ m^2$$

Heizfläche 2 mal je 50 m^2

Baustoff:

Dampfseite: Eisen
Produktseite: Cu - plattiert

Abzug des Crotonaldehyd: Die Entnahme des Brotonaldehyd ist auf unserer Entwurfskizze Kd. 1552 im Prinzip dargestellt.

Bes Target
2170 30/4.03

190001154

K o l o n n e I.

Allgemeines:

Der Baustoff der Kolonne ist Aluminium. Sie erhält 35 Glockenböden bei einem Abstand von 300 mm. Die Bauart der Glockenböden muß so gewählt werden, daß die Flüssigkeitsmenge auf jedem Boden so klein wie möglich wird, da bei längerer Verweilzeit des Produktes in der hohen Temperatur die Ausbeute verschlechtert wird durch Bildung von Rückstand. Der Eingang der Dampfmengen aus den Reaktionstürmen muß ganz besonders ausgebildet werden. An dieser Stelle muß der Bodenabstand wenigstens 600 mm betragen und die Eintrittstutzen müssen so groß gewählt werden, daß die einströmenden Dämpfe die Arbeit der Kolonne nicht beeinträchtigen können, d.h. die Einströmgeschwindigkeit der Dämpfe muß so klein wie möglich gehalten werden. Die in die Kolonne dampfförmig eingehenden Mengen sind:

1) Acetaldehyd:

$v = \frac{22,4 \cdot 363 \cdot 1}{44 \cdot 273 \cdot 2,2}$ = 0,31 m³/kg V = 0,31·4200 kg/St. = 1300 m³/St.

2) Wasser:

$v = \frac{22,4 \cdot 363 \cdot 1}{18 \cdot 273 \cdot 2,2}$ = 0,75 m³/kg V = 0,75.450 kg/St. = 338 m³/St.

3) Crotonaldehyd:

$v = \frac{22,4 \cdot 363 \cdot 1}{70 \cdot 273 \cdot 2,2}$ = 0,19 m³/kg V = 0,19.80 kg/St. = 16 m³/St.

Gesamtdampfmenge 1654 m³/St.

Um schädliche Stauungen zu vermeiden sind daher zwei Produkt-Eingänge mit je 400 mm Durchmesser vorzusehen.

Von dem Reaktionsturm laufen verschiedene Produktströme getrennt zur Kolonne I. Am Kopf des Reaktionsturmes entweichen dampfförmig Acetaldehyd, Wasser und Crontonaldehyd und werden auch dampfförmig am Boden 12 ... 18 der Kolonne I zugeführt. Der Crotonaldehyd wird dem Reaktionsturm flüssig entnommen und wird am Boden 10, 12, 14 der Kolonne I zugeführt.

Gesampeingang zur Kolonne I:

1) dampfförmig:
- 420 kg/h Acetaldehyd
- 450 " Wasser
- 80 " Crotonaldehyd

2) flüssig:
- 2500 kg/h Crotonaldehyd
- 280 " Wasser
- 50 " Acetaldehyd

Bag 2170 Tar 30/

3) von der Entwässerungskolonne (Kolonne IV):
- 100 kg/h Crontonaldehyd
- 30 " Wasser.

190001155

Rückfluß der Kolonne 1:0,5; Kopftemperatur 35°; Sumpftemperatur 84°; Betriebsdruck 0,8 atü (richtet sich nach der Temperatur des zur Verfügung stehenden Kühlwassers).

Kolonnen-Querschnitt:

Acetaldehyd:

	Destillat	4200 kg/St.
	Rückfluß	2100 "
	Gesamt	6300 kg/St.

Dampfmenge:

$$v = \frac{22,4 \cdot 307 \cdot 1}{44 \cdot 273 \cdot 1,8} = 0,32 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = 0,32 \cdot 6300 \text{ kg/St.} = 2000 \text{ m}^3/\text{St.}$$

Geschwindigkeit in der Kolonne angenommen zu 0,3 m/sec,

Kolonnendurchmesser 1600 mm Ø.

Umlaufverdampfer:

Baustoff Aluminium.

Wärmemengen:

Verdampfungswärme von Acetaldehyd	≈ 2200 kg/St. . 136	=	300 000 Kal/St.
Aufwärmung Crotonaldehyd	2600 kg/St. . 0,7 . 20°	=	36 000 "
Aufwärmung Wasser	300 kg/St. . 1 . 20°	=	6 000 "
			342 000 Kal/St.
Davon sind abzuziehen für in der Kolonne kondensierendes **Wasser**	450 . 540	=	243 000 Kal/St.
Crotonaldehyd	80 . 115	=	9 000 "
			252 000 Kal/St.
Ergibt zuzuführende Wärmemenge von			90 000 "
Wärmeverlust			60 000 "
Gesamtwärme			150 000 Kal/St.

Heizfläche:

Heizdampfdruck 1,5 atü (127°)
Sumpftemperatur 102°

6.

190001156

$$F = \frac{150\,000}{600 \cdot 25^{0}\ \Delta t} = 10\ m^2$$

gewählt:

2 Verdampfer je 10 m^2.

Kondensator:

Übergangsmenge: 6300 kg/St. Acetaldehyd

Q = 6300 kg/St. · 136 = 850 000 Kal/St.

$$F = \frac{850\,000}{500 \cdot 7^{0}\ \Delta t} = 405\ m^2$$

Kühlfläche gewählt: 500 m^2.

7.

190001157

K o l o n n e II.

Entwässerung des Crotonaldehyds.

Allgemeines:

Der Baustoff der Kolonne ist Aluminium.

Für die Bauart der Böden gilt das gleiche wie unter Kolonne I beschrieben. Die Anzahl der Glöckenböden ist mit 15 hinreichend bemessen. Um jedoch allen späteren betrieblichen Gegebenheiten zu entsprechen, soll die Kolonnenhöhe so gewählt werden, daß 20 Böden mit einem Abstand von 300 mm eingebaut werden können. Die Kolonne sofort mit 20 Böden auszurüsten ist unzweckmäßig, da durch eine zulange Verweilzeit des Produktes in der Kolonne das Produkt verschlechtert wird.

Bemessung der Kolonne:

Eingang:	3600	kg/St.	Crotonaldehyd
	400	"	Wasser
Rückfluß:	632	"	Crotonaldehyd
	68	"	Wasser
Übergang: (einschl. Rückfluß)	1450	kg/St.	Crotonaldehyd
	450	"	Wasser

Eingangstemperatur: ≈ 90°
Kopftemperatur: ≈ 84°
Sumpftemperatur: ≈ 103°

Kolonnendurchmesser:

Dämpfemenge:

Crotonaldehyd $v = \frac{22,4 \cdot 357}{70 \cdot 273} = 0,42$ $V = 0,42 \cdot 1450 = 610$ m³/St.

Wasser $v = \frac{22,4 \cdot 357}{18 \cdot 273} = 1,63$ $V = 1,63 \cdot 450 = 735$ "

= 1345 m³/St.

$V \approx 1400$ "

Geschwindigkeit angenommen zu 0,3 m/sec.

$F = \frac{1400}{3600 \cdot 0,3} = 1,3$ m²

$D = 1290$ mm

gewählt zu $D = 1400$ ø

Bag 2170 Target 30/4.03

Bag 2170 Target 30/4.03

8.

190001158

Vorwärmer:

Die Vorwärmung des Produktes erfolgt in 2 Vorwärmern, die mit Dampf-Kondensat ~~von Kolonne II und III~~ beheizt werden.

Aufwärmung:

Crotonaldehyd	= 3600 kg	0,7	70° Δt	= 176 000 Kal/St.
Wasser	= 400 "	1	70° Δt	= 28 000 "
				= 204 000 Kal/St.

Heizfläche:

$$F = \frac{204\,000}{100 \cdot 15} = 135\ m^2$$

Heizfläche gewählt zu 150 m^2.

Umlaufverdampfer:

Zu Verdampfen:	Crotonaldehyd	= 1450·115	=	167 000 Kal/St.
	Wasser	= 450·540	=	245 000 "
Aufwärmen:	Crotonaldehyd	= 632·0,7·70	=	31 000 "
	Wasser	= 68·1·70	=	5 000 "
		gesamt	=	448 000 Kal/St.

Heizfläche:

Heizdampf 2 atü (132°)
Sumpftemp. 102°

$$F = \frac{448\,000}{600 \cdot 30} = \frac{}{t} = 25\ m^2$$

Heizfläche gewählt zu 30 m^2.

Bag 2170 Target 30/4.03

9.

190001159

Kondensator:

Crotonaldehyd Q = 1450 kg/St. . 115 = 167 000 Kal/St.
Wasser Q = 450 " . 540 = 245 000 "

= 412 000 Kal/St.

$$F = \frac{412\,000}{300 \cdot 50\ \Delta t} = 27{,}5\ m^2$$

Kühlfläche gewählt zu 35 m^2

Nachkühler:
Unterkühlung von 84° auf 44°

Crotonaldehyd Q = 1450 . 0,7 . 40° = 40 000 Kal/St.
Wasser Q = 450 . 1 . 40° = 20 000 "

= 60 000 Kal/St.

Kühlfläche

$$F = \frac{60\,000}{100 \cdot 30^\circ\ \Delta t} = 20\ m^2$$

gewählt zu 30 m^2.

BAE Target
2170 30/4.02

190001160

K o l o n n e 3.

-.-.-.-.-.-.-.-.-.-.-

Destillation des reinen Crotonaldehyds.

Baustoff der Kolonne ist Aluminium. Die Anzahl der Böden beträgt 15 mit 300 mm Bodenabstand. Die Höhe der Kolonne soll jedoch so bemessen sein, dass später ein weiterer Einbau von 5 Böden möglich ist. Bezüglich der Bauart der Böden gilt dasselbe wie schon unter Kolonne 1 beschrieben, da auch hier eine zulange Verweilezeit bei hoher Temperatur für das Produkt schädlich ist.

Eingang in die Kolonne: 2600 Kg/Std. Crotonaldehyd,
150 kg Rückstand
1 : 0,5 Rückfluss.

Kolonnenbelastung einschliesslich Rückfluss 3900 Kg/

$$\gamma = \frac{22,4 \cdot 375}{70 \cdot 273} = 0,44 \ m^3/kg$$

$$\gamma = 0,44 \cdot 3900 \ Kg/Std. = 1720 \ m^3/Std.$$

Geschwindigkeit in der Kolonne = 0,3 m/sec.

$$F = \frac{1720}{3600 \cdot 0,3} = 1,6 \ m^2$$

$$D = 1430 \ mm$$

Gewählter Kolonnendurchmesser 1500 mm.

Im praktischen Betrieb wird sich die der Rechnung unterstellte Geschwindigkeit in der Kolonne von 0,3 m/sec steigern lassen.

Umlaufverdampfer.

Wärmemenge
Q = 3900 Kg . 115 = 450000 Kal/Std.
Sumpftemperatur 150°
Heizdampftemperatur 170° (7 atü)

$$F = \frac{450\,000}{500 \cdot 20^\circ \Delta t} = 37,5 \ m^2$$

Heizfläche gewählt zu 50 m^2.

Bag 2170 Target 30/4.03

./.

Kondensator.

Im Kondensator sind niederzuschlagen 3900 kg Crotonaldehyd = 450 000 Kal.

$$F = \frac{450\,000}{300 \cdot 60^{0}\,\Delta t} = 25\ m^2$$

Gewählte Kühlfläche 35 m^2.

Crotonaldehydkühler.

Unter-Kühlung des Produktes auf 40^{0}

$$Q = 2600 \cdot 0{,}7 \cdot 62 = 113000\ Kal/Std.$$

$$F = \frac{113\,000}{100 \cdot 30^{0}\,\Delta t} = 37{,}5\ m^2$$

Kühlfläche gewählt zu 50 m^2.

Die Kühlfläche des Crotonaldehydkühler muss sehr reichlich gewählt werden, damit unter keinen Umständen heisser Crotonaldehyd ins Tanklager gelangt.

Rückstandskühler.

Kühlen des Rückstandes auf 40^{0}

$$Q = 150 \cdot 1 \cdot 110 = 17\,000\ Kal/Std.$$

$$F = \frac{17\,000}{100 \cdot 60} = 3\ m^2.$$

Kühlfläche gewählt zu 5 m^2.

Bag Target
2170 30/4 03

./.

12.

K o l o n n e 4.

Crotonwasserkolonne.

Allgemeines:

Der Baustoff der Kolonne ist Aluminium. Sie wird als Raschig-Ring-Kolonne ausgebildet. Die Heizung der Kolonne geschieht durch Einspritzung von Dampf. Das Produkt am Eingang der Kolonne wird mit dem in der Kolonne anfallenden Wasser vorgewärmt.

Eingang in die Kolonne:

170 Kg/Std. Crotonaldehyd
730 Kg/Std. Wasser
Übergang 170 Kg/Std. Crotonaldehyd
30 Kg/Std. Wasser
70° Eingangstemperatur
84° Kopftemperatur
100° Sumpftemperatur

Kolonnendurchmesser:

Dampfmenge Crotonaldehyd

$$v = \frac{22,4 \cdot 357}{70 \cdot 273} = 0,42$$

$$V = 0,42 \cdot 170 = 71 \text{ m}^3/\text{Std.}$$

Wasser $$v = \frac{22,4 \cdot 357}{18 \cdot 273} = 1,63$$

$$V = 1,63 \cdot 30 = 49 \text{ m}^3/\text{Std.}$$

zusammen 121 m^3/Std.

$V = 130 \text{ m}^3/\text{Std.}$

Geschwindigkeit angenommen zu 0,3 m/sec.

$$F = \frac{130}{3600 \cdot 0,3} = 0,12 \text{ m}^2$$

$D = 390$ mm

Gewählter Durchmesser 400 m^2.

./.

Bag 2170 Target 30/4.03

Vorwärmer.

Aufwärmung Crotonaldehyd

Q = 170 . 0,7 . 70 = 9000 Kg Kal/Std.

Wasser Q = 730 . 1 . 70 Δt = 51000 Kg/Kal/Std.

60000 Kg Kal/Std.

Heizfläche:

$$F = \frac{60\,000}{100 \cdot 25} = 25\ m^2$$

Heizfläche gewählt 25 m^2.

Wärmebedarf:

Zu verdampfen Crotonaldehyd

Q = 170 . 115 = 20 000 Kg Kal/Std.

Wasser Q = 30 . 540 = 16 000 Kg Kal/Std.

Aufwärmen Crotonaldehyd

Q = 170 . 0,7 . 15 Δ t = 2 000 Kg Kal/Std.

Wasser Q = 730 . 1 . 30 Δ t = 22 000 Kg/Kal/Std.

60000 Kal / Std.

Kondensator.

Crotonaldehyd Q = 170 . 115 = 20 000 Kg Kal/Std.

Wasser Q = 30 . 540 = 16 000 Kg Kal/Std.

36 000 Kg Kal/Std.

$$F = \frac{36\,000}{300 \cdot 50^{\circ}\ \Delta\ t} = 2{,}4\ m^2$$

Gewählte Fläche 10 m^2.

Bag Target
2170 30/4.03

190001164

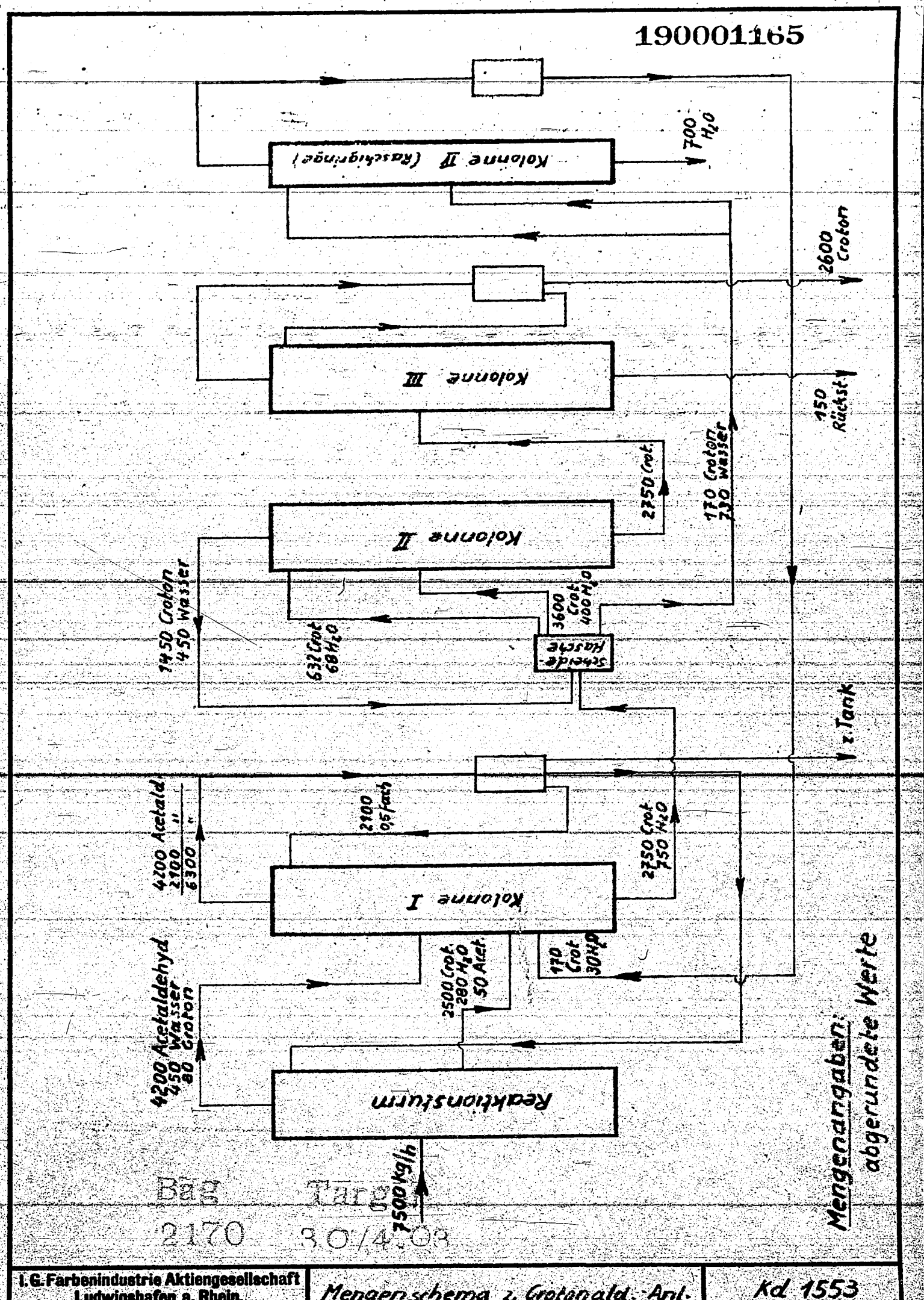
Meßstellen.

für Mengenmessung.

Nr.	1	Mengenmessung für	Aldol-Eingang
Nr.	2	"	" Produkt-Eingang in Kolonne I
Nr.	3	"	" Rückfluss in Reaktionsturm u.Kol.I
Nr.	4	"	" Acetaldehyd-Abgang
Nr.	5	"	" Produkteingang u. Rückfluss Kol.II
Nr.	6	"	" Produkteingang Kol. III
Nr.	7	"	" Rückfluss Kol. III
Nr.	8	"	" Croton-Abgang
Nr.	9	"	" Produkteingang und Rückfluss Ko.IV
Nr.	10	"	" Produkteingang für Kol. I

Bag Target
2170 30/4.03

190001165



Bau 2170 Tag 30/4.08

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.	Mengenschema z. Crotonald.-Anl.	Kd 1553

DIN-Format A 4 (210 x 297)

Sättigungsdrucke für Crotonaldehyd

Formel für Crotonaldehyd $\log p = c_1 - \frac{c_2}{T}$

berechnet nach den Punkten 760 mm Hg = 102,6°
1000 " " = 112,5°
200 " " = 61,8°

190001166

$c_1 = 7,52$; $c_2 = 1742$;

p ata

10
9,5
9
8,5
8
7,5
7
6,5
6
5,5
5
4,5
4
3,5
3
2,5
2
1,5
1
0,5
0

+5o 6o 7o 8o 9o 1oo 11o 12o 13o 14o 15o 16o 17o 18o 19o 2oo

t° C

Verdampfungswärme
bei 1 ata = 110–115 Kcal/kg

27.3.42 Meyer Kr.

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

DIN-Format A 4 P (210 x 297 mm)

Bag 2170
Target 30/4.03

190001167

Firma
Chemische Werke Hüls
G.m.b.H.,
M a r l ,
Krs.Recklinghausen.

Bag Target
2170 30/4.43

I/230/Fr. 8.6.1942 Schie/Op.51-Gie. 17.6.1942.

Crotonaldehyd-Versuchsanlage.

Auf unseren Brief vom 1.6.42 antworteten Sie uns unterm 8.6.42, daß Sie aufgrund einer Auflage bereits Anfang 1943 mit einer Crotonaldehyd-Produktion von etwa 100 moto beginnen müßten. Zu diesem Zwecke wäre es erforderlich, daß im November d.J. mit der Montage begonnen wird. Wir haben daraufhin die Frage der Überlassung unserer Crotonaldehyd-Anlage an die Chemische Werke Hüls nochmals eingehend geprüft und kommen zu einem Ergebnis, das wir Ihnen nachfolgend kurz umreissen wollen.

In unserer Versuchsanlage müssen nunmehr zunächst die Versuche durchgeführt werden, die zur Projektierung und Bearbeitung der bei Ihnen zu errichtenden Großanlage noch unumgänglich notwendig sind. Da der Abschlußtermin für derartige Versuche niemals genau festgelegt werden kann und da auch weiterhin nach Klärung der Grundfragen weitere in einzelne gehende Versuche im allgemeinen immer noch notwendig sind, so scheint es sehr fraglich, ob unsere Anlage im November 1942 überhaupt schon abgerissen werden kann. Weiterhin wäre es für die ungestörte Planung von großem Nachteil, wenn durch die Verlegung der Anlage etwa 4 Monate lang, nämlich vom Beginn des Abbruchs bis zur Bereitschaft der Inbetriebsetzung in Hüls, die Anlage für Versuche nicht mehr zur Verfügung stände. Da Sie in Ihrem Brief bemerken, daß die kleine Anlage dann in Hüls zu einer entsprechenden Produktion von Crotonaldehyd zur Verfügung stehen muß, so wäre auch weiterhin die Möglichkeit zur Durchführung von Versuchsarbeiten bei Ihnen nur in beschränktem Maße gegeben. Demgegenüber wäre festzustellen, daß bei so kleinen Versuchsanlagen die Herstellung der Einzelapparate nur einen verhältnismäßig kleinen Teil am gesamten Umfang der Arbeiten beansprucht, während die Herrichtung des Aufstellungsplatzes, gegebenenfalls die Errichtung einer Eisenkonstruktion, die Rohrleitungen, Aufbauen der Meßinstrumente und Regeleinrichtungen den größeren Teil der Arbeiten umfassen. Bei der Verwendung unserer Anlageteile könnten wir Ihnen ausschließlich die Apparateteile selbst liefern, während eine Wiederverwendung der Rohrleitungen nicht infrage kommen kann. Auch eine Überlassung von Unterstützungen und Eisenkonstruktionsteilen ist nicht möglich, da wir, wie Ihnen bekannt ist, unsere Anlage in einem Teil unserer ehemaligen Kokerei aufgebaut haben. Die kleinen Behälter zur Aufnahme der Zwischen- und Fertigproduktion können von uns nicht entbehrt werden, da sie außer der

gez. Giehne

wenden !

Crotonaldehyd-Erzeugung auch für andere Versuchsarbeiten dienen.

Wir haben in der beiliegenden Liste die Apparateteile zusammengefaßt, die zur Crotonaldehydanlage nach unserem Verfahren erforderlich sind. Sie ersehen daraus, daß es nur einige wenige Apparate sind, die sich außerdem für Ihren Zweck zum Teil noch vereinfachen lassen. Es ist z.B. nicht erforderlich, in diesem Falle Glockenbodenkolonnen zu verwenden, da Füllkörpersäulen bei den vorliegenden Abmessungen dieselben Dienste tun. Sie ersehen aus dieser Zusammenstellung, daß der Abbruch und der Versand unserer Anlage kaum eine Material- und Arbeitsersparnis bedeuten würde gegenüber der Neuanfertigung. Der Mehrverbrauch an Material wird niemals die Nachteile aufwiegen können, die entstehen, wenn die Versuchsanlage 3 - 4 Monate lang bei einer Verlegung stillgelegt werden müßte.

Zur Klärung der schwebenden Fragen halten wir es für am zweckmäßigsten, wenn sich Ihre Herren mit unseren Sachbearbeitern in Oppau besprechen. Wir sind überzeugt, daß sich in einer gemeinsamen Aussprache auch über die Beschaffung der kleinen Mengen Aluminium leicht eine Klärung herbeiführen läßt.

Wir bitten Sie, sich wegen der Festsetzung des Besuchstages mit unserem Herrn Obering. Giehne fernmündlich in Verbindung zu setzen.

Heil Hitler !

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. Müller-Cunradi gez. pa. Haarmann-Eckert

Anlage.

Bag 2170 Target 30/4.03

Apparate der Croton-Anlage nach der alten Fahrweise in Op 88.

	Material:
1 Reaktionsturm 800 Ø, 12 m hoch, ausgemauert	Eisen
1 Umlaufverdampfer (Röhrenbündel 10 qm)	
1 Umwälzpumpe, verbleit	
1 Förderpumpe nach Kolonne I, verbleit	
1 Kolonne (Kolonne I) Glockenbodenkolonne 500 Ø, 10 m hoch, Bodenzahl 18 mit Umlaufverdampfer, 2 qm Heizfläche	Aluminium
1 Sumpfkühler (Eisenbehälter mit Alu-Schlange) 600 Ø, 1100 lang, Kühlfläche 3,0 qm)	Schlange: Alu Mantel: Eisen
1 Elementenkühler (8 Elemente) je Element 200 Ø x 6800 lang, Kühlfläche 68 qm	Eisen
~~1 Stickstoffpuffer 800 Ø, 2000 hoch~~	~~Aluminium~~
1 Scheidegefäß 400 Ø, 1000 hoch	Aluminium
~~1 Rückflußgefäß 600 Ø, 1500 hoch~~	~~Aluminium~~
1 Croton-Wassergefäß 700 Ø, 1000 hoch	Aluminium
2 Vorlagen für Croton-Aldehyd 800 Ø, 1000 hoch	"
1 Kolonne (Kolonne II) Raschigringe 500 Ø, 8 m hoch mit Umlaufverdampfer, Heizfläche 2 qm	"
1 Röhrenkühler stehend 450 Ø, 1600 hoch, Kühlfläche 7 qm	Mantel: Eisen Rohr: Aluminium
1 Röhrenkühler liegend 350 Ø, 1600 lang Kühlfläche 5 qm	Aluminium
1 Scheidegefäß 400 Ø, 1100 hoch	"
1 Vorlage zur Kolonne III, 800 Ø, 1000 hoch	"
1 Kolonne (Kolonne III) Raschigringe, 600 Ø, 10 m hoch mit Umlaufverdampfer, Heizfläche 2 qm	"
1 Elementenkühler, 6 Elemente je Element 150 Ø, 5 m lang, Kühlfläche 20 qm	"
1 Vorlage 800 Ø, 1000 hoch	"
1 Kolonne (Kolonne IV) Raschigringe, 250 Ø, 6 m hoch, mit Heizschlange im Sumpf, Heizfläche 0,5 qm	"
1 Röhrenkühler liegend, 200 Ø, 1600 lang, Kühlfläche 2,5 qm	"
1 Vorlage 600 Ø, 1000 hoch	"

19000170

2 Sihipumpen für Rohaldol, Type D 213
2 Sihipumpen für Rückfluß-Croton-Wasser, Type D 213
2 Kontaktpumpen (Sihipumpen, Type D 212)
2 Pumpen für Crotonaldehyd Kolonne III, Sihi, Type 213/212
2 Sihipumpen für Crotonaldehyd Kolonne-II, Type D 213
2 Pumpen für Crotonaldehyd zum Lagerbehälter, Sihi, Type D 313/D215
1 Croton-Wasserpumpe, Sihi, Type D 211

Bag 2170
Target 30/4.03

Dr. Kienecke 4. Inst.

AMMONI.KLABORATORIUM OPPAU

Journal-Auszug Nr. 238

12.Februar 1941

2000011171

2170

Dr. Nienburg

Zur Charakterisierung der das T.T.H.-Paraffin verunreinigenden nicht normalparaffinischen Kohlenwasserstoffe.

Bag 2170 Target 30/4.03 -20

3

ABTEILUNGSLABORATORIUM OPPAU

12. Februar 1941

Dr.Nbg/Gb

gez. G. Wietzel

Zur Charakterisierung der das T.T.H.-Paraffin verunreinigenden nicht normalparaffinischen Kohlenwasserstoffe.

Das vom Brabag-Werk Zeitz zu liefernde T.T.H.-Paraffin genügt noch nicht den Anforderungen der Oxydation und muß deshalb einer Nachreinigung unterworfen werden (vergl.Lab.Ber.1589). Diese wird vorläufig in Oppau durch eine Behandlung mit $AlCl_3$ erfolgen, wobei man sich darüber klar ist, daß dieses Verfahren an sich nicht das bestmögliche ist. Vielmehr würde eine Lösungsmittelbehandlung noch wesentlich bessere Resultate geben.

Neben dieser beiden Raffinationsverfahren hat Leuna im Jahre 1940 die hydrierende Nachraffination des T.T.H.-Paraffins aufgegriffen, die sich schon früher zur Paraffinreinigung bewährt hat (vgl. D.R.P. 671 612 u. A.P. 1930 468). Unter geeigneten Bedingungen erhält man durch diese Nachhydrierung des rohen T.T.H.-Paraffins entsprechend der repräsentativen Probe 28 ein gut oxydierbares Paraffin (vgl. Journalauszug 226). Dabei ist es notwendig, die Bedingungen so zu wählen, daß der Paraffingehalt des Rohmaterials durch die Hydrierung möglichst nicht gemindert wird.

Die Hydrierung unterscheidet sich von den Raffinationen mit Lösungsmitteln oder Chemikalien dadurch, daß bei ihr dem Rohprodukt keine Bestandteile entzogen werden, sondern daß die verunreinigenden, oxydationshemmenden Bestandteile des Rohprodukts durch den Wasserstoffangriff lediglich ihre hemmende Wirkung auf die Oxydation verlieren.

Es war nun gerade im Hinblick auf diese Tatsache von Interesse, die Natur der das T.T.H.-Paraffin verunreinigenden nicht normalparaffinischen Bestandteile näher kennenzulernen und festzustellen, in welcher Weise diese Bestandteile durch den Hydrierungsprozeß verändert werden.

Zu diesem Zwecke unterwarfen wir ein der Probe 28 entsprechendes T.T.H.-Paraffin und ein daraus gewonnenes Wasserstoffraffinat einer Lösungsmittelbehandlung und zwar mit Dichloräthan, wobei man in beiden Fällen ca. 10% eines nicht normalparaffinischen Extraktes erhielt.

Diese Extrakte wurden unter 15 mm in 10°-Fraktionen zerlegt und diese Fraktionen näher analysiert. Die diesbezüglichen Daten finden sich in den Tabel-

2000011173

len 1 und 2 und sind in den Kurvenblättern I bis III graphisch gegen die Molekulargewichte aufgetragen.

Ein Vergleich der Daten des Gesamtextraktes (Tabelle 1 und 2) zeigt zunächst nur, daß das spez. Gewicht des Extraktes 2 kleiner als das von 1 ist und daß Extrakt 2 noch mit schlechten Werten oxydierbar ist, während bei 1 die Oxydation nicht anspringt.

Einen wesentlich weiteren Einblick in die Natur der die beiden Extrakte zusammensetzenden KW-Gemische vermitteln die analytischen Daten der Englerfraktionen.

Kurvenblatt I gibt die Dichte-Mol.Gew.-Beziehung. Zunächst sind die Fraktionen des Extraktes 1 spezifisch wesentlich schwerer als die von 2. Die hydrierende Raffination hat also ganz eindeutig eine erhebliche Dichteverminderung der spezifisch schweren, verunreinigenden Bestandteile zur Folge, was mit dem Sinken der Jodzahlen der Fraktionen von Extrakt 1 von 15 bis 40 auf unter 1 bei den Fraktionen von Extrakt 2 parallel geht (vgl. Kurvenblatt II grüne Linien). Während aus den Jodzahlen bei Extrakt 1 sich Olefingehalt zwischen 19 und 6 % berechnen, sind die Fraktionen von 2 praktisch gesättigt. Das Sinken der Dichte beim Absättigen von Lückenbindungen aliphatischer oder aromatischer Natur, ist bei Kohlenwasserstoffen eine allgemeine Erscheinung. Wir verweisen in diesem Zusammenhang auf die KW. Nr. 35, 36 und 37 aus Tabelle 3, die einen solchen Dichtegang mit dem Grad der Absättigung an einheitlichen Verbindungen besonders deutlich zeigen. Tabelle 3 ist eine Zusammenstellung der Dichten bei 70° von aliphatischen, alicyclischen und aromatisch-aliphatischen KW zwischen C_{18} u. C_{48}. Die Werte stammen teils aus den Zusammenstellungen von Egloff und v. Grosse (Universal Oil Products Company), teils aus dem Labor.Ber. 1570. Auf 70° wurden die Werte mit den Temperaturkoeffizienten der genannten Autoren einheitlich umgerechnet.

Kehren wir zu der Betrachtung des Kurvenblattes I zurück, so fällt weiterhin auf, daß der Extrakt 2 gegen 1 niedrigermolekulare Fraktionen enthält, die spezifisch schwerer sind als die mittleren Fraktionen von 2. Das dürfte auf eine nicht ganz zu vermeidende spaltende Wirkung bei der katalytischen Hydrierung zurückzuführen sein, wobei offenbar von alicyclischen KW Seitenketten abgesprengt wurden.

Aus der Lage der Kurvenzüge der beiden Extrakte in Kurvenblatt I läßt sich in Verbindung mit den Bruttoformeln der Einzelfraktionen aus Kurvenblatt III die Natur dieser Kohlenwasserstoffe weitgehend bestimmen.

2000011174

Betrachten wir zunächst den Extrakt 2, also den aus dem hydrierend nachraffinierten T.T.H.-Paraffin. Aus Tabelle 2 bezw. Kurvenblatt II folgt, daß dieser Extrakt und seine sämtlichen Fraktionen praktisch gesättigt sind. Die Jodzahlen sind kleiner als 1 . Der Wasserstoffgehalt von Fraktion VI an entspricht der allgemeinen Formel C_nH_{2n}. Es muß sich also um Kohlenwasserstoffe der alicyclischen Reihe handeln. Bei den Fraktionen I bis V muß man wegen des geminderten Wasserstoffgehaltes bicyclische Alicyclen annehmen.

Dieser Schluß aus den Bruttoformeln der Fraktionen des Extraktes 2 wird von ihrer Dichte-Kurve in Kurventafel I bestätigt. In diesem Kurvenblatt gibt die rote untere Kurve die Dichten der Normalparaffine. Über dieser Kurve liegen die Dichtewerte verschiedener Isoparaffine des hier interessierenden Molekularbereichs, wobei zu jedem Dichtewert die zugehörige Nummer aus der Tabelle 3 gesetzt worden ist. Diese Werte liegen in einem Bereich, der von der schraffierten Fläche dargestellt ist. Sie liegen also durchweg oberhalb der normalparaffinischen Kurve, aber wesentlich niedriger als der Kurvenzug des Extraktes 2 . Dieser liegt etwa in dem Dichtenbereich der KW 41, 42, 58, d.h. im Bereich monocyclischer Alicyclen, wobei die Seitenketten mehr oder weniger verzweigt sein können. Damit ist die Natur des Extraktes 2 in diesem Sinne festgelegt.

Die Bruttoformeln der Fraktionen des Extraktes 1 liegen zwischen C_nH_{2n-1} und C_nH_{2n-5}, also unterstem Wasserstoffgehalt. Da diese Fraktionen auf Grund ihrer Jodzahlen zwischen 19 und 64% Olefine enthalten, kann man das Vorliegen von Aromaten in diesem Auszug in beträchtlicheren Anteilen mit Sicherheit ausschließen, da sich sonst Bruttoformeln ergeben müßten, die weniger Wasserstoff enthalten als der Formel C_nH_{2n-6} entspricht. Es wird sich also bei dem Extrakt um Gemische ungesättigter Alicyclen handeln, die allenfalls noch geringe Mengen von Aromaten enthalten. Die Nachhydrierung hat die Absättigung dieses Gemisches zu gesättigten Alicyclen zur Folge. Ein weiterer Effekt ist die weitgehende Entschwefelung und eine Erhöhung der Anilinpunkte. (Kurvenblatt II)

Bei der Oxydation von T.T.H.-Paraffin, das durch Hydrierung nachraffiniert wurde, wird man also in den Oxydationsprodukten diese alicyclischen Verunreinigungen in Form von sauerstoffhaltigen Verbindungen wiederfinden. Bei mit Lösungsmitteln nachbehandeltem T.T.H.-Paraffin gehen diese Produkte jedoch in die Auszüge, können also die Fettsäuren nicht verunreinigen. Die raffinierende Wirkung des H_2 besteht darin, daß es mit den ungesättigten Alicyclen und schwefel- sowie sauerstoffhaltigen Verunreini-

2000011175

gungen einen Säureschlamm bildet, der jedoch je nach der verwendeten Menge $AlCl_3$ nur ca. 2 - 4% dieser verunreinigenden Bestandteile herausnimmt. Die Lösungsmittelbehandlung erweist sich damit allen übrigen Raffinationsverfahren gegenüber als prinzipiell überlegen.

Tabelle 1

Dichloräthanextrakt aus T.T.H.-Paraffin 28; Extrakt 1 .
d^{70} 0,816, E.P. 29° .

Oxydation: nicht oxydierbar.

Engler-Fraktionen unter 15 mm

Frkt.	Kp.15 mm	d^{70}	%C	%H	%S	Jodzahl	% Olefin	Ä.P.	M.G.	Summenformel	Summenformel allgem.
I	220/230°	0,798	84,45	13,73	0,13	19,6	23,8	94,4	309	$C_{21,9}H_{42,4}$	$C_nH_{2n-1,4}$
II	230/240	800	84,75	13,94	0,09	15,4	18,7	99,8	308	$C_{21,9}H_{42,9}$	C_nH_{2n-1}
III	240/250	802	85,73	14,09	0,12	15,8	20,2	100,2	325	$C_{23,2}H_{45,4}$	C_nH_{2n-1}
IV	250/260	809	85,66	13,33	0,14	18,4	23,5	98,9	326	$C_{23,2}H_{44,7}$	$C_nH_{2n-1,7}$
V	260/270	820	85,84	13,65	0,17	20,4	28,2	96,7	351	$C_{24,9}H_{47,1}$	$C_nH_{2n-2,7}$
VI	270/280	828	85,96	13,50	0,17	22,6	33,0	94,4	370	$C_{26,3}H_{49,2}$	$C_nH_{2n-3,4}$
VII	280/290	836	85,66	13,33	0,20	23,3	33,6	92,7	366	$C_{26}H_{48,3}$	$C_nH_{2n-3,7}$
VIII	290/300	837	86,21	13,32	0,22	35,0	51,6	87,7	374	$C_{26,5}H_{48,7}$	$C_nH_{2n-4,3}$
IX	300/310	840	85,83	13,07	0,27	34,9	54,5	87,7	397	$C_{28,2}H_{51}$	$C_nH_{2n-5,4}$
X	310/320	845	85,46	13,96	0,27	40,2	64,0	86,9	403	$C_{28,6}H_{55,6}$	$C_nH_{2n-1,6}$

20000117

Tabelle 2

Dichloräthanextrakt aus hydrierend nachraffiniertem T.T.H.-Paraffin 28, Extrakt 2 .

d^{70} 0,796, E.P. 21,6°

Oxydation: Zeit 34 CO.Z.45 Farbe 400

Englor-Fraktionen unter 15 mm .

Frkt.	Kp.15 mm	d^{70}	C	H	S	Jodzahl	A.P.	M.G.	Summenformel	Summenformel allgem.
I	116/126°	0,8052	85,77	13,88	0,033	1,2	-	222	$C_{15,8}H_{27,4}$	$C_nH_{2n-4,2}$
II	126/136	8050	86,63	13,82	0,058	1,1	77,0	235	$C_{16,8}H_{32,3}$	$C_nH_{2n-1,3}$
III	136/146	8047	85,33	13,70	0,043	1,0	-	255	$C_{18,2}H_{34,8}$	$C_nH_{2n-1,6}$
IV	146/156	8051	85,33	13,75	0,039	0,92	83,4	277	$C_{19,8}H_{38}$	$C_nH_{2n-1,6}$
V	156/166	8024	85,71	14,12	0,045	0,72	91,4	280	$C_{20}H_{39,14}$	$C_nH_{2n-0,86}$
VI	166/176	7916	85,15	14,40	0,047	0,47	100,4	288	$C_{20,5}H_{41,3}$	$C_nH_{2n+0,3}$
VII	176/186	7883	85,47	14,34	0,019	0,47	101,6	280	$C_{20}H_{40}$	C_nH_{2n}
VIII	186/196	7867	85,09	14,47	0,019	0,46	103,0	306	$C_{21,8}H_{44,1}$	$C_nH_{2n+0,5}$
IX	196/206	7874	85,60	14,43	0,014	0,44	104,9	305	$C_{21,8}H_{43,9}$	$C_nH_{2n+0,5}$
X	206/216	7951	85,59	14,39	0,012	0,42	107,6	335	$C_{24}H_{48}$	C_nH_{2n}
XI	216/226	8019	85,54	14,40	0,011	0,46	109,0	362	$C_{25,7}H_{51,5}$	$C_nH_{2n+0,1}$
XII	226/236	8065	85,89	14,16	0,011	0,50	110,1	366	$C_{26,2}H_{53,2}$	$C_nH_{2n+0,8}$
XIII	236/246	8092	85,82	14,20	0,011	0,60	111,5	442	$C_{31,5}H_{62}$	C_nH_{2n-1}
XIV	246/256	8107	85,65	14,34	0,017	0,78	112,7	445	$C_{31,8}H_{64}$	$C_nH_{2n+0,4}$
..	256/266	8133	85,69	14,27	0,019	0,92	114,0	398	$C_{28,4}H_{56,3}$	$C_nH_{2n-0,5}$

200001178

Tabelle 3

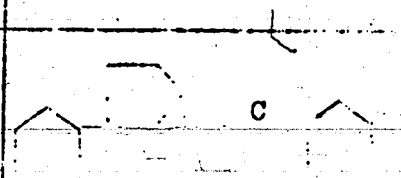
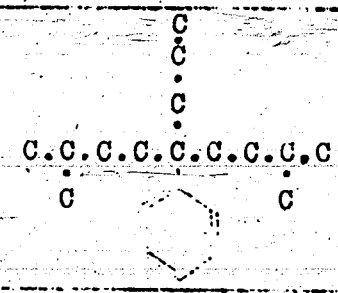
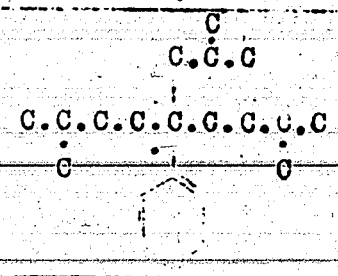
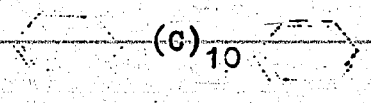
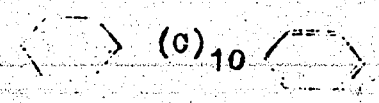
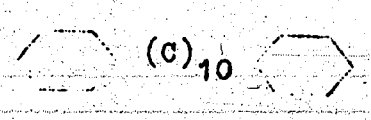
Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summenformel	allgem. Summenformel	Bemerkungen.
1	C.C.(C)$_{16}$.C • C		0,7529	282	$C_{20}H_{42}$	C_nH_{2n+2}	
2	C.C.C.(C)$_{14}$.C • C • C	204° 15	0,7616	282	"	"	
3	Crocetan	135° 0,5	0,7691	282	"	"	
4	Phytan	169,5° 9,5	0,7562	282	"	"	
5	C.C.(C)$_{16}$.C.C • C • C		0,7625	310	$C_{22}H_{46}$	"	
6	C.C.C.C.(C)$_{14}$.C • C • C • C	210,5 10	0,7638	310	"	"	
7	C.(C)$_{19}$.C = C		0,7776	308	$C_{22}H_{44}$	C_nH_{2n}	Eigene Mess.
8	(C)$_6$.C.(C)$_6$.C.(C)$_6$ • C • C		0,7774	310	$C_{22}H_{46}$	C_nH_{2n+2}	"
9	C.C.(C)$_{20}$.C • C	208° 3	0,7700	338	$C_{24}H_{50}$	"	
10	C.C.C.C.C.(C)$_{14}$.C C.C.C.C	225,5 10	0,7692	338	"	"	
11	C$_3$.C.(C)$_3$.C.(C)$_4$.C.(C)$_3$.C.(C)$_3$ • C • C • C • C	162 0,51	0,7734	338	"	"	
12	C.(C)$_{19}$.C = C-C	153° 0,05	0,7766	336	$C_{24}H_{48}$	C_nH_{2n}	

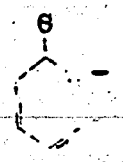
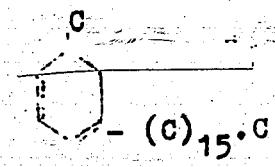
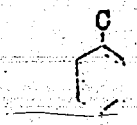
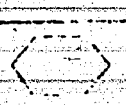
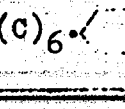
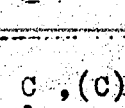
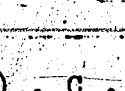
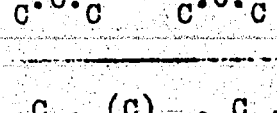
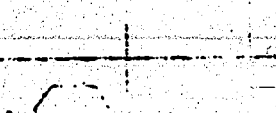
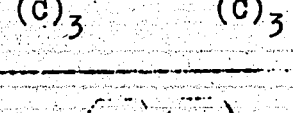
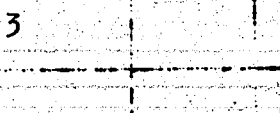
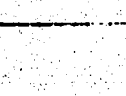
2000011179

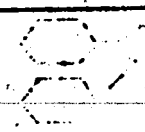
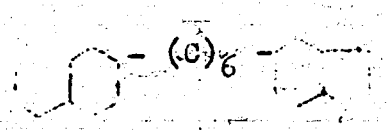
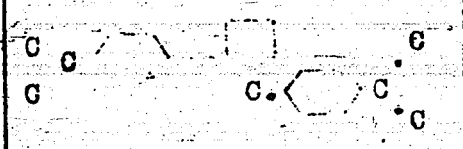
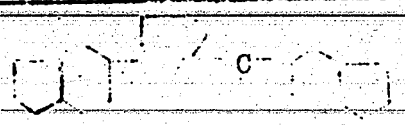
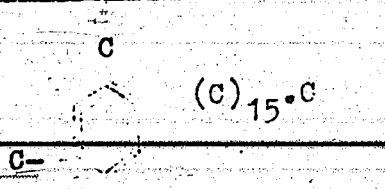
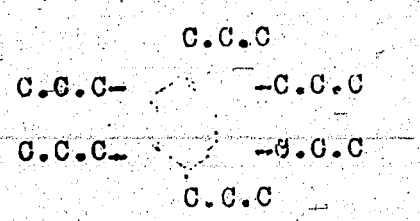
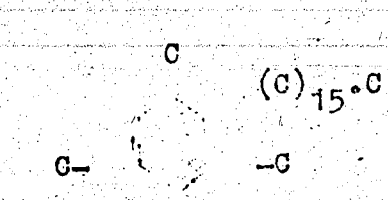
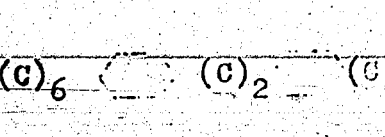
Nr.	Strukturformel	kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summen-formel	allgem. Summen-formel	Bemer-kungen.
13	$(C)_6.C.(C)_2.C.(C)_6$ $(C)_4 \quad (C)_4$	155° 0,5	0,7695	338	$C_{24}H_{50}$	C_nH_{2n+2}	Eigene Mess.
14	$(C)_5 > (C)_4 < (C)_5$ $(C)_5 \quad\quad (C)_5$		0,7789	338	"	"	"
15	$(C)_8.C.C.C.C$ $(C)_6(C)_6$	146° 0,22	0,7675	338	"	"	"
16	$[(C)_4.C.C.C.C$ $(C)_2(C)_2]_2$	165° 1,9	0,7794	338	"	"	"
17	Squalen	280,5 24	0,7785	422	$C_{30}H_{62}$	"	
18	$C.(C)_{14}.C.(C)_{14}.C$ C		0,7909	450	$C_{32}H_{66}$	"	
19	$C.(C)_5.C.C.C \quad C.C.C.(C)_5.C$ $C \quad (C)_5 \quad (C)_5 \quad C$ $C \quad\quad C$	256° 13	0,7867	450	"	"	
20	$(C)_8.C.(C)_2.C.(C)_8$ $(C)_6 \quad (C)_6$	196° 0,11	0,7815	450	"	"	Eigene Mess.
21	$(C)_8.C.C.(C)_8$ $(C)_7(C)_7$	191° 0,09	0,7820	450	"	"	"
22	$(C)_8.C.C.C.C.C$ $(C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6$	193° 0,4	0,7795	450	"	"	"
23	$(C_5)_3.C.C.(C_5)_3$	177° 0,45	0,7884	450	"	"	"

200001180

Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summenformel	allgem. Summenformel	Bemerkungen.
24	$(C)_{15} \cdot \overset{\overset{C}{\cdot}}{C} - (C)_{15}$		0,7908	464	$C_{33}H_{68}$	C_nH_{2n+2}	
25	$(C)_{15} \cdot C \cdot (C)_{15}$ $(C)_4$		0,7913	492	$C_{35}H_{72}$	"	
26	$(C)_8 \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C$ $(C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6$	214° 0,04	0,7885	562	$C_{40}H_{82}$	"	Eigene Mess.
27	$\overset{C}{\underset{(C)_6}{\overset{\cdot}{C}}} \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C - C \cdot C \cdot C \cdot \overset{C}{\underset{(C)_6}{\overset{\cdot}{C}}}$ $(C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6 (C)_6 \quad (C)_6$	202,5° 0,003	0,8582	674	$C_{48}H_{98}$	"	"
28	$(C)_{12} \cdot C \cdot (C)_2 \cdot C \cdot (C)_{12}$ $(C)_{10} \quad (C)_{10}$	286° 0,075	0,7962	674	"	"	"
29	$\left[(C)_8 \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \right]_2$ $(C)_6 \quad (C)_6$	281° 0,18	0,7961	674	"	"	"
30	$(C)_8 \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C \cdot C$ $(C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6 \quad (C)_6$	245° 0,08	0,7925	674	"	"	"

Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summenformel	allgem. Summenformel	Bemerkungen
31			0,9030	248	$C_{18}H_{32}$	C_nH_{2n-4}	Eigene Mess.
32		180,5° 15	0,8342	274	$C_{20}H_{34}$	C_nH_{2n-6}	
33		172,5° 11	0,8647	288	$C_{21}H_{36}$	"	
34		230° 15	0,8277	302	$C_{22}H_{38}$	"	
35			0,9068	294	$C_{22}H_{30}$	C_nH_{2n-14}	Eigene Mess.
36			0,8660	300	$C_{22}H_{36}$	C_nH_{2n-8}	"
37			0,8455	306	$C_{22}H_{42}$	C_nH_{2n-2}	"

Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summen-formel	allgem. Summen-formel	Bemer-kungen
38	 $-(C)_{15}\cdot C$	238,8° 15	0,8263	316	$C_{23}H_{40}$	C_nH_{2n-6}	
39	 $-(C)_{15}\cdot C$	238° 15	0,8222	316	"	"	
40	 $(C)_{15}\cdot C$	239,8° 15	0,8217	316	"	"	
41	$(C)_{16}\cdot$ $\cdot(C_2)$		0,8072	336	$C_{24}H_{48}$	C_nH_{2n}	Eigene Mess.
42	$(C)_{12}\cdot$  $\cdot(C)_6$		0,8017	336	"	"	"
43	$(C)_3\cdot$ $\cdot(C)_6\cdot$  $\cdot(C)_3$		0,8397	334	$C_{24}H_{46}$	C_nH_{2n-2}	"
44	$(C)_2\cdot$  $\cdot(C)_8\cdot$  $\cdot(C)_2$		0,8435	334	"	"	"
45	 $\cdot(C)_4\cdot$ 		0,8599	334	"	"	"
46	 $\cdot(C)_4\cdot$ 		0,8585	334	"	"	"
47	$(C)_{12}\cdot$ 		0,8416	334	$C_{23}H_{44}$	C_nH_{2n-4}	"

Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summen-formel	allgem. Summen-formel	Bemer-kungen.
48			0,8473	334	$C_{24}H_{46}$	C_nH_{2n-2}	Eigene Mess.
49			0,9135	330	$C_{24}H_{42}$	C_nH_{2n-6}	"
50			0,8642	332	$C_{24}H_{44}$	C_nH_{2n-4}	
51			0,9247	328	$C_{24}H_{40}$	C_nH_{2n-8}	
52		249,8° 15	0,8256	330	$C_{24}H_{42}$	C_nH_{2n-6}	
53		332,2 760	0,8372	330	"	"	
54		25°,3 15	0,8257	344	$C_{25}H_{44}$	"	
55			0,8275	362	$C_{26}H_{50}$	C_nH_{2n-2}	Eigene Mess.

Nr.	Strukturformel	Kp.	d^{70}	Mol. Gew.	Summen-formel	allgem. Summen-formel	Bemer-kungen.
56	$(C)_6$· ⬡ $(C)_{16}$		0,8339	392	$C_{28}H_{56}$	CnH_{2n}	Eigene Mess.
57	⬡—⬡ .$(C)_{16}$		0,8425	390	$C_{28}H_{54}$	CnH_{2n-2}	"
58	⬡.C.C $(C)_{10}$ $(C)_{10}$		0,8162	392	$C_{28}H_{56}$	CnH_{2n}	"
59	⬡.C.⬡ C.C.⬡ .C ⬡		0,8995	394	$C_{28}H_{50}$	CnH_{2n-6}	"
60	⬡—⬡ $(C)_6$ ⬡—⬡		0,9300	414	$C_{30}H_{54}$	CnH_{2n-6}	
61	⬡—⬡—C(⬡)—⬡		0,9300	412	$C_{30}H_{52}$	CnH_{2n-8}	Eigene Mess.

200001185

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

Kurvenblatt I

Extrakt 1
" 2
Normalparaffin

d 70

0.8400
0.8300
0.8200
0.8100
0.8000
0.7900
0.7800
0.7700
0.7650
0.7600
0.7500

200 80 40 60 80 300 20 40 60 80 400 20 40 60

Mol. Gew.

C_{20} C_{22} C_{24} C_{32}

200001186

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

Kurvenblatt II

Extrakt 1
" 2

0.300
5%

0.200

0.100

0.050

0.025

0.010

40
30
20
10
5

η_{sp} / c

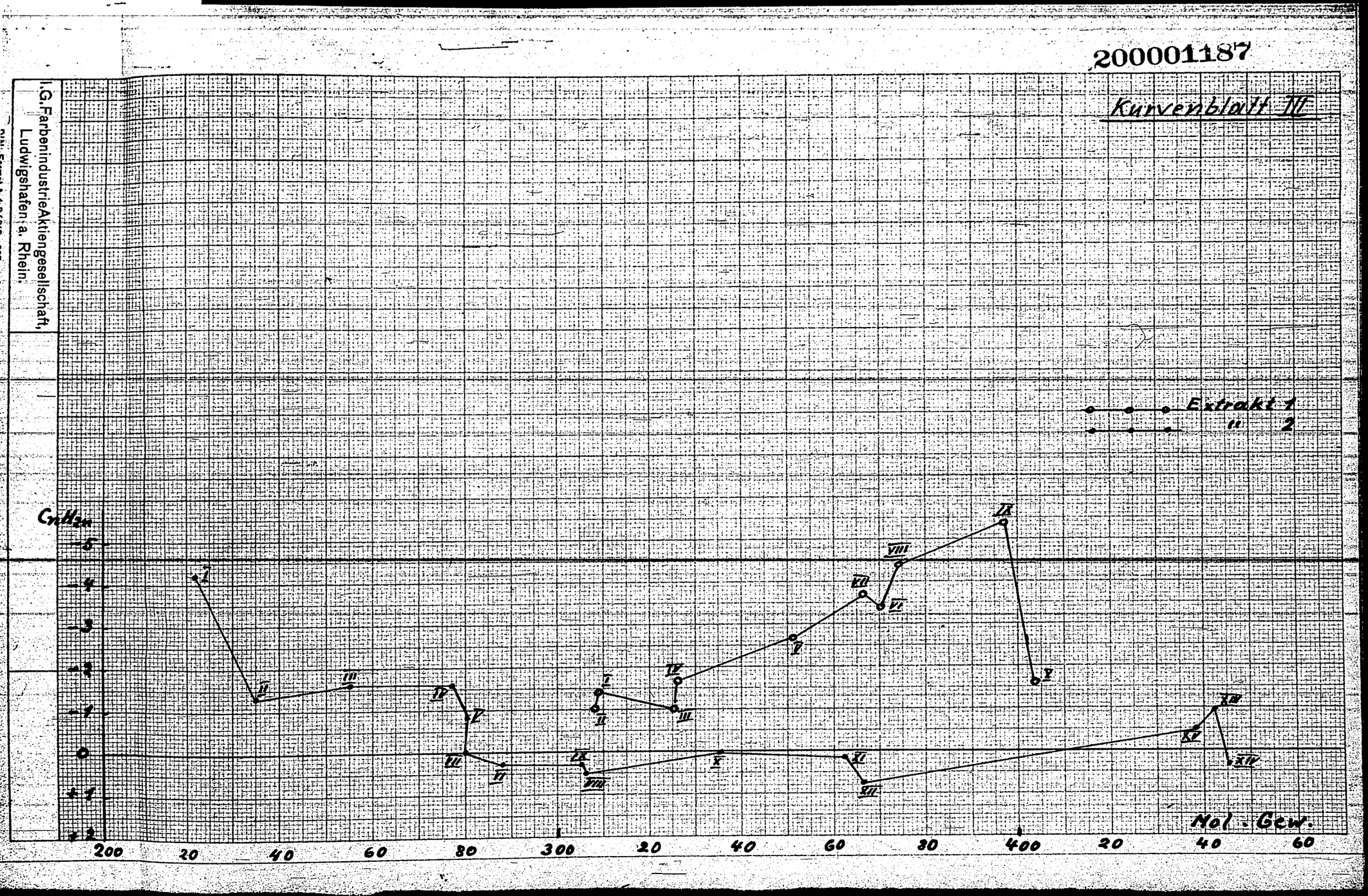
120
110
100
90
80

200 20 40 60 80 300 20 40 60 80 400 20 40
Mol. Gew.

200001187

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

Kurvenblatt III



200001188

Bag 2170 — Target 30/4.03 - 21

Herrn
Direktor Dr. Müller-Cunradi
Op. 190

BW.Op.590/Gie 17.8.1944 /Me

Anlage zur Herstellung von 12 tato Rikol.

Das Verfahren besteht aus vier Stufen:

1) Wasserabspaltung aus Rohamylalkohol zu Trimethylaethylen.
2) Umsatz von Trimethylaethylen mit Formalinlösung in Gegenwart von Säure zu Trimethyl - 1,3 - Dioxan.
3) Spaltung dieses Dioxans mit 20%iger Salzsäure zu Rikol.
4) Reinigung des Rikols über das Phenylhydrazon.

Zur Herstellung von 12 tato Rikol sind erforderlich:

[redacted]alkohol	: 30 tato
Formalinlösung 30 %ig	: 62 tato
10%ige Salzsäure, bezogen auf HCl	: 4,6 tato
10%ige Natronlauge, bezogen auf NaOH	: 5 tato

Baukosten für diese Anlage	: RM 2 - 3 000 000,-
Eisenbedarf	: 1500 - 2000 to
Erforderlicher Bauplatz	: 10 000 m^2
Energiebedarf	: 4 to Dampf / h 275 m^3 Wasser / h 1 500 000 kal/h Heizdampf 200 kW Niederspannungsstrom.

D. am:
Hr.Dr. Stern
Hr.Dipl.Ing.Hellemanns

Bag 2170

220001189

Target 30/4.03

22. Correspondence on "Renal" process for producing H_2O_2.

220001130

Bag	Target
2170	30/4.03

Bag	Target
2170	30/4.03

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Reichsstelle für industrielle Fette und Faserstoffe

Berlin W 35
Potsdamerstraße 192

Dr.v.Ke/Ob 11. Mai 1943

165

Vorlauffettsäure für Kanal Heydebreck.

Anfang 1944 wird voraussichtlich in Heydebreck eine Neuanlage unter dem Stichwort „Kanal" in Betrieb genommen werden, die die Herstellung einer auf Vorlauffettsäure-Basis herauszustellenden Hilfsproduktes „Parala" zur Voraussetzung hat. In Anbetracht der besonderen kriegswirtschaftlichen Bedeutung der Kanal-Anlage und der unaufschiebbaren Notwendigkeit hierfür Vorlauffettsäure einzusetzen, bitten wir Sie, unseren in folgenden an die gerichteten Antrag zu genehmigen und bemerken dazu noch, daß wir diesen auf Veranlassung des Ueberschusses an die richten, mit dessen Abteilung Chemie, Herrn Dr. Lorell und Herrn Dr. Stephan, und Abteilung P.u.f., Herrn Direktor Dr. Ahl, wir auch unsere Vorschläge zur Ablösung des Produktes vorbereitet haben. Die dafür benötigten Anlagen wurden von Ueberschuß kontingentiert und sind bereits in wesentlichen fertiggestellt.

Da zum Anfahren des Kanal-Betriebes in der Zeit vom Januar bis Mai 1944 rd. 500 t Parala zur Verfügung stehen müssen, zu deren Herstellung rd. 1000 t Vorlauffettsäure einzusetzen sind und hierfür zunächst nur eine kleine Anlage in Oppeln mit einer Verarbeitungskapazität von etwa 50 Jato Vorlaufsäure zur Verfügung steht, muß mit der Produktion schon jetzt umgehend begonnen werden, um bis zur Fertigstellung der größeren Anlage in Heydebreck (Anfang 1944) genügend Parala bereitstellen zu können.

Bei der erwähnten Vorlauffettsäure handelt es sich um die Fraktion der C_4 - C_6, den sogenannten Vorlauf 1, aus der Gesamtvorlauffettsäure werden Veresterungsprodukte als Weichmacher für Kunststoffe, ferner Antiplaste durch die Firma Rheinchemie, Mannheim, ferner Kalkseifonate durch Henkel, Detergen durch die I.G., Schmierfette durch Rheinpreußen und Weichmacher für das Kunststoff- und Lackgebiet durch die Deutschen Hydrierwerke Rodleben, durch die Klag und durch die Firma Dr. Kurt Herberts in Barmen, sowie Alkydale und Weichmacher durch die I.G. Verdingen hergestellt.

Die für die Kanal-Fabrikation beanspruchten Vorlauffettsäuren können, soweit sie bisher zu Alkoholen hydriert wurden, in erster Linie durch Alkohole aus der unverseifbaren der Paraffinoxydation (U.V.-Alkohole) ersetzt werden, mit deren Herausnahme mittels einer besonderen Destillationskolonne in Oppeln Fettsäurebetrieb voraussichtlich noch in

gez.: Er

./.

Herrn Dr. Herbst, Herrn Dr. Kienzler I, Herrn Dr. Pfleiderer, Herrn Dr. Leipnitz, Fettsäure-Fabr. Op., Büro Frankfurt Op., Chem. Labor. Op., Chem. Labor. Kons., Kontrollstelle Berlin.

diesen Monat begonnen werden wird. Bekanntlich wurden diese Alkohole hinter sämtlichen mit den Gewinnungsapparaten wieder in die Oxydation zurückgeführt. Durch ihre Herausnahme wird nur eine geringfügige Verminderung der Ausbeute an Vorlauffettsäuren (ca. 10 mato) eintreten. Die aus den Unverseifbaren gewonnenen Alkohole mit der Kettenlänge ca. $C_6 - C_{12}$ stellen ein ausgezeichnetes Material für die Herstellung von Waschmitteln auf Grund von Laborationsversuchen (ein Groß-Versuch ist in Angriff genommen) einen vollwertigen Ersatz für solche aus Vorlauffettsäuren $C_7 - C_9$ dar und werden in einer Menge von rd. 50 mato anfallen.

Bei einem Anfall einer Kontingent von 150 mato Vorlaufsäuren für Waschzwecke können, wie eine eingehende Prüfung ergeben hat, 50 mato Vorlaufsäure 1 durch die erwähnten U.V.-Alkohole ersetzt werden, weshalb wir Ihnen in der Anlage einen Antrag auf Verarbeitungsgenehmigung von zunächst 30 t Vorlauffettsäuren $C_6 - C_9$ für den letzten Monat des II. Quartals 1943 überreichen. Für die folgenden Quartale werden wir Ihnen jeweils entsprechende Anträge zugehen lassen. Bezüglich der Freigabe der für Farbik erforderlichen und durch diesen Antrag noch nicht gedeckten Mengen Vorlaufsäure werden wir nach Rücksprache mit den beteiligten Stellen gesondert an Sie herantreten. Es ist dabei beabsichtigt, u.a. auf die U.V.-Alkoholmengen zurückzugreifen, die nur Ablösung der im vorliegenden Antrag erwähnten Vorlaufsäuren nicht benötigt werden, wir bitten Sie daher, über diese noch nicht anderweitig zu verfügen.

In Anbetracht der besonderen Dringlichkeit der Angelegenheit wären wir Ihnen für eine baldige Erledigung dankbar.

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. ppa. Kalleck gez. ppa. G. Wietzel

Anlage: 1 Antrag.

Herrn Dr. Müller-Cunradi,

z: Herrn Dr. Eckell/Herrn Dr. Stephan, Gebechem, Abtlg. Chemie.
Herrn Dir.Dr.Ahl, Gebechem, Abtlg. P.B.V.
Herrn Dr.Ertel, Herrn Dr.Krekeler I, Herrn Dr.Pfleiderer,
Herrn Dr.v.Reibnitz, Fettsäure-Fabr.Op., Büro Amm.Labor.Op.,
Col.Abtlg.Kuro, Zentraleinkauf Berlin.

gez.: v.Rb.

220001192

Geheim

V e r m e r k

über Besprechung im OKW am 2. 6. 43.

Anwesend: seitens OKW Ob.Reg.Rat Dr.Mureck,
Ob.Reg.Rat Dr.Thierer,
Dr.Schulz und
Ob.Reg.Rat Dr. Romberg,
der den Vorlauffettsäure-Sektor vertritt,
für Rif. Frau Fasnacht,
I.G. Dr.Krekeler I.

Das Ergebnis der Besprechung wurde in einem Protokoll niedergelegt.

Rif sieht sich, wie Frau Fasnacht erklärte, nicht in der Lage, von sich aus eine Entscheidung über Freigabe von Vorlauffettsäuren für unseren Zweck zu treffen. Die Entscheidung darüber müsse vielmehr Herrn Min.Rat Dr.Müller, Reichswirtschaftsministerium, vorbehalten bleiben, dem die Rif. über alle wichtigen Fragen Rechenschaft schuldig sei. Frau Fasnacht schlug vor, I.G. solle einen Antrag auf Freigabe von Paraffingatsch zur Herstellung der benötigten Vorlauffettsäuremengen stellen. Die U.V.-Alkohole möchte Rif. vorab für eigene Zwecke verwenden. Dieser Vorschlag fand keine Zustimmung im Hinblick darauf, dass die U.V.-Destillationsanlage mit Mitteln des PSV-Sektors erstellt worden ist. Wir verblieben deshalb so:
Rif. leitet den Antrag auf Freigabe von 3ot Vorlauffettsäure für Monat Juni heute noch an Min.Rat Paul Müller vom RWM weiter.
Auf die Erkundigung von Frau Fasnacht nach dem Verwendungszweck des Renals lehnt Herr Ob.Reg.Rat Dr.Mureck im Hinblick darauf, dass diese Angelegenheit selbst im OKW nur einem kleinen Personenkreis bekannt sei, jede Auskunft darüber ab. Er sagt Frau Fasnacht lediglich, Rif. müsse Herrn Min.Rat Müller mitteilen, dass es sich bei Renal um einen sogenannten T-Stoff handele. Die Nennung dieses Kennwortes genüge, um Herrn Min.Rat Müller über die Kriegswichtigkeit des Verwendungszweckes ins Bild zu setzen. Ausserdem wird sich hierüber OKW direkt mit Min.Rat Müller in Verbindung setzen.
Es wird weiter festgelegt, dass für diesen Zweck unbedingt vom 3.Quartal ab 50 Moto Vorlauffettsäuren zur Verfügung stehen müssen. I.G. wird sofort entsprechenden Freigabeantrag stellen. OKW bittet ausdrücklich, von diesem und den weiteren Freigabeanträgen stets einen Durchschlag zu erhalten, um sich einschalten zu können.
Da der gesamte Anfall an Vorlauffettsäuren nur 5oo quato beträgt, ist die Menge von 15o quato zu gross, um ohne Kompensation entnommen werden zu können. Deshalb soll U.V.-Destillation sofort in Betrieb genommen werden. Frau Fasnacht erwähnt noch, dass von den 5oo quato nur 125 t in den Weichmachersektor gehen, dass demgemäss auch nur diese Menge durch Austausch von U.V.Alkoholen kompensiert werden kann.
Ab Januar 1944 muss fernerhin Paraffin-Oxydation Heydebreck in Betrieb genommen werden, wodann weitere 5o Moto Vorlauffettsäuren entnommen werden können, die ebenfalls aus der U.V.-Destillation Heydebreck durch U.V.-Alkohole zu ersetzen sind. Der laufende Bedarf der Renal-Anlage wird mit 3o Moto Paralk = 6o Moto Vorlaufsäuren angenommen.

Bag Target
2170 30/4.12

Unter der Annahme, dass bis 1. 8. 1944 die vollen 1ooo t Vorlaufsäuren für die erste Füllung Renal zur Verfügung stehen, brauchen für Renal von da ab nur noch 6o Moto Vorlaufsäuren zur Deckung der laufenden Verluste bereitgestellt zu werden. 4o Moto würden demnach von da ab zur Bereitstellung der für Geprol notwendigen ersten Füllung zur Verfügung stehen.
Unter der Voraussetzung, dass der laufende Verbrauch von 6o Moto Vorlaufsäuren hoch gegriffen ist, kann also wahrscheinlich Renal und Geprol auf diese Weise versorgt werden, ohne überhaupt eine Entnahme von Vorlaufsäuren aus den bisherigen Anwendungsgebieten ohne Kompensation notwendig zu machen.
Da weitere Planungen für Pfleiderer-Anlagen im Gange sind, ist dringend erwünscht, noch andere Rohstoffquellen für die Paralk-Herstellung zu erschliessen.
Der Vertreterin der Rif.gegenüber wurde mehrmals darauf hingewiesen, dass es zur Sicherstellung des Bedarfs der T-Stoff-Anlage unumgänglich notwendig ist, dass Paraffin-Oxydation Heydebreck vom Beginn des nächsten Jahres ab die notwendigen Mengen an Paraffingatsch erhält.

Dieser Hinweis wurde auch ausdrücklich in das Protokoll des OKW aufgenommen.
Um unser diesbezügliches Verlangen wirksam werden zu lassen, ist es andererseits natürlich notwendig, dass alles geschieht, um sowohl die Paralk-Anlage Heydebreck als auch die U.V.-Destillation bis zum Beginn des nächsten Jahres fertig zu stellen.

Nach der Besprechung wurde durch ein Telefongespräch mit Herrn Ob.Reg.Rat Dr.Mureck noch klargestellt, dass sich die heutige Aussprache nur auf die Mengen Vorlaufsäuren bezogen hat, die durch Bereitstellung von U.V.-Alkoholen kompensiert werden können. Es darf aber kein Zweifel darüber bestehen, dass die Heydebrecker Paralk-Anlage wesentlich grösser ist und zwar reicht sie für die Herstellung von 2oo Moto Paralk, entsprechend 4oo Moto Vorlaufsäuren, aus. Sofern es also dem OKW gelingt, für den PSV-Sektor noch weitere Vorlaufsäuren ohne Kompensation frei zu bekommen, brauchen die Planungen für Pfleiderer-Anlagen im Hinblick auf Paralk nicht beschränkt zu werden.

Ø Herrn Dir.Dr.Miller-Cunradi,
" Dr.Wietzel/Dr.v.Reibnitz,
" Dr.Pfleiderer/Dr.Sachsse,
" Dr.Ertel,

Akte Paralk.

Kretschmer

Bln.,am 3.6.43.
Dr.Kre/Bre.-

Bag 2170 Target 3014.03

Geheim

Oberkommando der Wehrmacht
W Stb / Jnl 2 / III

Berlin, den 2. Juni 1943.

220001194

Nr. 6/4 - 4.6.43. Jgw.

Aktenvermerk

über eine Besprechung beim O K W am 2.6.43 über die Sicherstellung von Vorlauffettsäure für die T-Stoff-Herstellung.

Anwesend:	Ob.Reg.Baurat Dr.Mureck " " " Dr.Thierer " " " Dr.Romberg Dr.Schultz	OKW / W-Stb
	Frau Fastnacht	R St ind.Fett u.Waschmittel
	Dr.Krekeler	J.G.Farben.

Auf Veranlassung der Wehrmacht wird in Heydebreck eine Anlage zur Herstellung von T-Stoff für besonders vordringliche Wehrmachtzwecke erstellt. Für die Produktion werden ab Mitte 1944 500 t Paraffinalkohole benötigt, zu deren Herstellung 1 000 t Vorlauffettsäure (C_4 - C_6) erforderlich sind. Die J.G. Farben hat im Hinblick auf die ungünstige Versorgungslage bei Vorlauffettsäure bereits eine Entwicklung zwecks Austauschs der Paraffinalkohole eingeleitet, über deren Ergebnis heute aber noch nichts gesagt werden kann. Um den Anlauf der Anlage Heydebreck zu ermöglichen, muß daher die Sicherstellung der Vorlauffettsäure erfolgen.

Seitens der J.G.Farben ist vorgeschlagen worden, zunächst monatlich 50 t Vorlauffettsäure auf Paraffinalkohole umzuarbeiten. Da der Gesamt-Anfall an Vorlauffettsäure der genannten Fraktion etwa 500 t im Quartal beträgt, erscheint eine Abzweigung von 150 quato für den neuen Zweck nicht tragbar, zumal andere besonders wichtige Verwendungsgebiete, wie z.B. Weichmacher, hiervon erheblich betroffen würden. Zur Abhilfe ist bei der J.G.Farben in Oppau mit einem Materialeinsatz des PSV-Sektors eine Anlage zur Herstellung von rd. 50 moto UV-Alkohol erstellt worden. Eine gleiche Anlage in Heydebreck ist im Bau begriffen und wird Anfang 44 fertig sein.+) Diese UV-Alkohole sind

+) Voraussetzung für den Anlauf dieser Anlage ist eine zusätzliche Paraffin-Zuteilung seitens der Reichsstelle Mineralöl, um die Kapazität der Fettsäure-Anlage Heydebreck voll ausnutzen zu können.

Bag 2170 Target 30/4.03

sind nach Angabe der J.G. geeignet, zumindest im Weichmacher-Gebiet die Vorlauffettsäure voll zu ersetzen. Es handelt sich nunmehr darum, sofort zu entscheiden, daß seitens der Rif 50 t/Monat Vorlauffettsäure zur Herstellung von Paraffinalkoholen bei der J.G.Farben freigegeben werden und daß dafür seitens der J.G. annähernd 50 t/Monat UV-Alkohol zur Verfügung gestellt werden, deren Einsatz durch die Rif zweckentsprechend zu steuern wäre.

Die Rif wird in diesem Sinne beim Reichswirtschaftsministerium vorstellig werden.

Geheim

Oberkommando der Wehrmacht
Az. 66 b 2161 II T/ W Stb/Jnl 2/III
Nr. 3550 /43 g

Berlin, den 2. Juni 1943.

Abdruck vorstehenden Aktenvermerkes wird mit der Bitte um Kenntnisnahme übersandt.

DER CHEF DES OBERKOMMANDOS DER WEHRMACHT
Im Auftrag

An
Herrn Dr. K r e k e l e r
Ethyl-G.m.b.H.,
B e r l i n NW 7,
Unter den Linden 22,

Reichsstelle für industrielle
Fette und Waschmittel, z.Hd.v. Frau Fastnacht,
B e r l i n W 35,
Potsdamer Str. 192

sind nach Angabe der J.G. geeignet, zumindest im Weichmacher-Gebiet die Vorlauffettsäure voll zu ersetzen. Es handelt sich nunmehr darum, sofort zu entscheiden, daß seitens der Rif 50 t/Monat Vorlauffettsäure zur Herstellung von Paraffinalkoholen bei der J.G.Farben freigegeben werden und daß dafür seitens der J.G. annähernd 50 t/Monat UV-Alkohol zur Verfügung gestellt werden, deren Einsatz durch die Rif zweckentsprechend zu steuern wäre.

Die Rif wird in diesem Sinne beim Reichswirtschaftsministerium vorstellig werden.

Geheim

Oberkommando der Wehrmacht
Az. 66 b 2161 II T/ W Stb/Jnl 2/III
Nr. 3550 /43 g

Berlin, den 2. Juni 1943.

Abdruck vorstehenden Aktenvermerkes wird mit der Bitte um Kenntnisnahme übersandt.

DER CHEF DES OBERKOMMANDOS DER WEHRMACHT
Im Auftrag

An
Herrn Dr. K r e k e l e r
Ethyl-G.m.b.H.,
B e r l i n NW 7,
Unter den Linden 22,

Reichsstelle für industrielle
Fette und Waschmittel, z.Hd.v. Frau Fastnacht,
B e r l i n W 35,
Potsdamer Str.192

sind nach Angabe der J.G. geeignet, zumindest im Weichmacher-Gebiet die Vorlauffettsäure voll zu ersetzen. Es handelt sich nunmehr darum, sofort zu entscheiden, daß seitens der Rif 50 t/Monat Vorlauffettsäure zur Herstellung von Paraffinalkoholen bei der J.G.Farben freigegeben werden und daß dafür seitens der J.G. annähernd 50 t/Monat UV-Alkohol zur Verfügung gestellt werden, deren Einsatz durch die Rif zweckentsprechend zu steuern wäre.

Die Rif wird in diesem Sinne beim Reichswirtschaftsministerium vorstellig werden.

Geheim

Oberkommando der Wehrmacht
Az. 66 b 2161 II T/ W Stb/Jnl 2/III
Nr. 3550 /43 g

Berlin, den 2. Juni 1943.

Abdruck vorstehenden Aktenvermerkes wird mit der Bitte um Kenntnisnahme übersandt.

DER CHEF DES OBERKOMMANDOS DER WEHRMACHT
Im Auftrag

An Herrn Dr. K r e k e l e r
Ethyl-G.m.b.H.,
B e r l i n NW 7,
Unter den Linden 22,

Reichsstelle für industrielle
Fette und Waschmittel, z.Hd.v. Frau Fastnacht,
B e r l i n W 35,
Potsdamer Str.192

220001196

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Herrn Dir.Dr.Schneider,

Leunawerke,
Krs.Merseburg.

- - Dr.Kre/Bre.- Bln.,16.11.43.

-

Im Auftrage von Herrn Dr.Müller-Cunradi teile ich Ihnen folgendes mit:
Bei dem Verfahren des Herrn Dr.Pfleiderer wird ein Lösungsmittel mit ganz speziellen Eigenschaften gebraucht, das durch Ketonisieren der Vorlauffettsäuren C_4 - C_6 aus der Paraffin-Oxydation und Hydrieren der so entstandenen Ketone zu sekundären Alkoholen erzeugt wird. Wir nennen es Paralk. Trotz umfangreicher Untersuchungen konnte bisher kein Produkt gefunden werden, welches diese sekundären Alkohole für den genannten Zweck vollgültig ersetzen kann. Wir stehen deshalb seit einiger Zeit mit den Behörden in Verbindung wegen der Freigabe der für die Inbetriebnahme der Renalanlage benötigten Vorlauffettsäuren. Es handelt sich um beträchtliche Mengen, da die Anlage für ihre erste Füllung etwa 500 t Paralk gebraucht werden, die aus 1000 t Vorlauffettsäure C_4 - C_6 hergestellt werden müssen.

Es fand nun kürzlich im Rüstungslieferungsamt bei Herrn Dr.Brudi, einem Mitarbeiter von Staatsrat Schieber, eine Sitzung statt, in der uns mitgeteilt wurde, dass unsere Forderung auf Freigabe der notwendigen Mengen Vorlauffettsäuren jetzt bewilligt worden ist. Diese Bewilligung schliesst auch die Freigabe der für die Herstellung der Vorlauffettsäuren notwendigen Menge Paraffingatsch ein.

Herr Dr.Brudi wies uns bei dieser Gelegenheit darauf hin, dass es auf die Dauer nicht anginge, wegen der Herstellung der für das Paralk benötigten Vorlauffettsäurefraktion, die nur einen Bruchteil der gesamten bei der Paraffin-Oxydation anfallenden Fettsäuremenge darstelle, die Paraffin-Oxydation in einem Umfang zu betreiben, der im Hinblick auf die Gesamtlage unerwünscht sei. Man müsse einen Weg suchen, um diese Säuren als Hauptprodukt eines Verfahrens herzustellen. Dieser Weg wäre seiner Ansicht nach durch das Oxoverfahren gegeben. Seine Absichten gingen dahin, die Anlage Holten, an der die I.G. beteiligt sei, baldmöglichst fertigstellen zu lassen unter Benutzung der PSV-Dringlichkeit und uns aus dieser Anlage mit Aldehyden zu beliefern. Diese könnten dann in einfacher Weise zu den entsprechenden Säuren oxydiert werden. Die Oxydatoren werden zweckmässig an die bereits in Heydebreck im Bau befindliche Ketonisierungsanlage angegliedert, in der auf diese Weise in einem Arbeitsgang das Lösungsmittel direkt aus den Aldehyden hergestellt werden kann.

Bag Target
2170 20/4

2283-30M-462
P 0267

Durchschlag

22001197

Ich nahm zu dem Vorschlag des Herrn Dr.Brudi, uns Aldehyden aus Holten zu liefern, nur insoweit Stellung, als ich erwähnte, dass auch wir bereits Wege gesucht hätten, um die Abhängigkeit von der Paraffin-Oxydation zu beseitigen und zwar durch den Versuch, einen Teil der Vorlauffettsäuren durch Buttersäure zu ersetzen. Unsere diesbezüglichen Bemühungen seien soweit gediehen, dass jetzt eine grössere Menge Buttersäure hergestellt würde, die ausreichte, um bei einem System der Renalanlage Heydebreck den Paralk zur Hälfte durch das aus der Buttersäure herzustellende Heptanol zu ersetzen. Diese Arbeiten seien mit Unterstützung des RLM durchgeführt worden, das uns auch die Freigabe der dafür benötigten Rohstoffe bewirkt hätte. Da auf diese Weise die C_4-Säure bereits unabhängig von der Paraffin-Oxydation beschafft werden könnte, brauchten sich etwaige Bemühungen des Rüstungslieferungsamtes nur mehr auf die Säuren C_5 - C_6 zu richten.

Herrn Dr.Brudi lag offensichtlich sehr daran, seine Vorschläge baldigst auf ihre Durchführbarkeit hin überprüfen zu lassen. Er hatte zu diesem Zwecke veranlasst, dass ein Herr Dipl.-Ing. Dr.Stuhlpfarrer von der Ruhrchemie an der Sitzung teilnahm, den er beauftragte, Herrn Prof.Martin über den Wunsch des Rüstungslieferungsamtes zu unterrichten und feststellen zu lassen, welche Massnahmen noch notwendig wären, um die Anlage Holten in Gang zu bringen.

Ich nahm diese Vorschläge lediglich zur Kenntnis, obwohl Herr Dr.Brudi sehr drängte. So wollte er mich beispielsweise veranlassen, die Anlage Holten schon in den nächsten Tagen zwecks Abstimmung auf unsere Bedürfnisse zu besichtigen.

Herr Dr.Brudi brachte in der Besprechung mehrfach zum Ausdruck, dass die Ruhrchemie nur dann auf eine Belieferung der Oxoanlage Holten mit Rohstoffen rechnen könne, wenn diese seinem Vorschlag entsprechend Aldehyde für unsere Zwecke liefern würde, da alle anderen Verwendungszwecke der Produkte der Oxoanlage bei der derzeitigen Lage nicht kriegswichtig genug seien, um den Betrieb der Anlage allein zu rechtfertigen. Das Pfleiderer-Verfahren soll also hier als Vorspann für die Anlage Holten dienen.

Wie mir Herr Dr.Müller-Cunradi mitteilte, befindet sich im Leunaer Werk ebenfalls eine Oxoanlage, von der Herr Dr.Brudi allerdings keine Kenntnis zu haben schien oder die er aus irgend einem anderen Grunde nicht in seine Erwägungen einbezogen hat. Herr Dr.Müller-Cunradi regte nun an, bevor wir zu den Vorschlägen des Herrn Dr.Brudi Stellung nehmen, festzustellen, ob nicht die Leunaer Anlage für den gedachten Zweck herangezogen werden kann und damit in den Genuss der mit dem Pfleiderer-Verfahren verknüpften hohen Dringlichkeit kommt. Der Bedarf an C_5 - C_6 Aldehyden wird in den Grössenordnung von 5o - 1oo Moto liegen.

Ich werde mir erlauben, Sie nach Empfang dieses Schreibens zur Entgegennahme Ihrer Weisungen anzurufen.

ø Herrn Dir.Dr.Müller-Cunradi,Op., Dr.Gg.Pfleiderer/Dr.Sachsse.

gez.Dr.Krekeler.

Bag 2170 Target 30/4.03

Durchschlag

Lösungsmittelmenge für die Renal-Anlage

18.1.44/Bl.

220001198

Synthesegasversuche Op
Eing. 21. JAN. 1944
abgelegt:

Behälter-Füllvolumen
(Kreislaufflüssigkeit)

1. **Hydrierung:**	2 Hydrierbehälter = 2·1o =	2o,o m³		
	1 Hochbehälter	3,o m³		
	2 Scheiblerfilter 2·o,9·o,95·1,8	3,1 m³		
	4 Kühler a 35o Ltr.	1,4 m³		
			27,5 m³	
2. **Oxydation:**	4 Oxydatoren a 18 m³	72,o m³		
	1 Sammelbehälter	1o,o m³		
			82,o m³	
3. **Waschbau:**	1 Kolonne 2 m ø	12,o m³		
	1 Abscheider	3,5 m³		
	Füllung für Pottaschebehälter	5,o m³		
	1 Abscheider	3,5 m³		
	4 Kühler	1,4 m³		
	1 Vorkontaktbehälter	15,o m³		
	1 Tonerdeturm	15,o m³		
	1 Ausgleichbehälter	1o,o m³		
			65,4 m³	
			= 174,9 m³	

Rohrleitungen - Füllungen

1. **Im Hydrierbau**	NW 2oo 1fdm 85	2,6 m³		
	NW 15o 1fdm 5o	1,5 m³		
	NW 1oo 1fdm 5o	o,5 m³		
	NW 8o 1fdm 5o	o,25 m³		
			4,85 m³	
2. **In der Oxydation**			4,oo m³	
3. **Im Waschbau**			4,oo m³	

Rohrbrücken-Leitungen

1. NW 2oo		2,35 m		7,o m³
NW 8o		18o m		1,o m³
NW 8o		11o m		o,8 m³
			187,75 m³	
2. Füllvolumen für 1 System =				187,75 m³
für 6 Systeme =				1125 m³

Bäg Target
2170 30/4.03

60

Bl.

220001199

Füllvolumen der Behälter in der Benzol-Anlage 27.1.44/Bl.

He 882	6 Pottaschebehälter a 16 m^3	=	96 m^3
	6 Tonerdetürme a 6,5 m^3 x2	=	39 m^3 x2
	6 Vorkontaktbehälter a 6,5 m^3 x2	=	39 m^3 x2
He 885	2-M-Kohletürme a 6 m^3	=	12 m^3
	2 Kontaktöfen a 12,5 m^3	=	25 m^3
	1 Tank für NaOH	=	30 m^3
	2 Tank für Methanol a 50 m^3	=	100 m^3
	1 Tank für Reinbenzol	=	500 m^3
	1 Tank für Paralk	=	500 m^3

Chinon-Bedarf

1/1o der Lösungsmittelfüllung 12o m^3

220001200

1.9.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh. Ammoniaklaboratorium

DRAHTWORT Anilinfabrik Ludwigshafenrhein

FERNSPRECHER 6408

GESCHÄFTSZEIT ½8–17 Uhr Sonnabends ½8–13 Uhr

An den

Reichsminister für
Rüstung und Kriegsproduktion
Rüstungslieferungsamt, Abtlg. PSV
z.Hd. Herrn Dr. Schultz o.V.i.A.

(1) Berlin W
Potsdamerstraße 188

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unsere Zeichen Ammoniaklaboratorium Oppau	LUDWIGSHAFEN A. RH. 31. AUG. 1944
			Dr.Pfl/B.	

Betreff: Einwirkung der letzten Fliegerangriffe auf die Renalanlage in Heydebreck.

Die Angriffe vom 7.7., 7.8., 22.8. und 27.8. haben sich auf die Erstellung der Renal-Anlage wie folgt ausgewirkt:

Bei dem Angriff vom 7.7. ist die Renalanlage selbst nicht betroffen worden, jedoch mußten hinterher sämtliche Montage- und Bauarbeiter zur Behebung der dringendsten Schäden an anderen Stellen des Werkes und zum beschleunigten Bunkerbau abgezogen werden. Auch das Baugerüst vom Bau He 884, der beim ersten Anfahren gebraucht wird, wurde zwecks Verwendung beim Bunkerbau abmontiert. Die Montagearbeiter kehrten nach ca. 10 Tagen zurück, nicht aber die Bauarbeiter.

Beim Angriff vom 7.8. erhielt die Renal-Anlage einige Treffer; Bau 882a (Waschbau für 2 Systeme) wurde zur Hälfte zerstört; an den im Bau begriffenen Destillationsbauten 883a und besonders c wurden die Fundamente der Umfassungswände und der Kolonnen erheblich beschädigt, sowie die z.T. bereits aufgestellte Eisenkonstruktion und der dabei benutzte Montagekran zerstört. Im Lösungsmittel- und Lösungs-Lager 887c wurden einige Behälterfundamente stark beschädigt. Anschließend wurden wieder über die Hälfte der Montagearbeiter für dringende Reparaturen an Rohrbrücken und in der Gasfabrik sowie zum Bunkerbau abgezogen. Im übrigen fielen seitdem sämtliche Energien aus, was die verbliebenen Montagearbeiten natürlich stark behindert.

Beim Angriff vom 22.8. wurde von der Renal-Anlage hauptsächlich das Materialmagazin getroffen und der größere Teil desselben völlig zerstört. Darin lagerte Montagematerial verschiedener Art, das weit umher gestreut wurde. Ein Teil davon ist vielleicht noch verwendbar. Viele im Freien lagernde Steinzeugteile für die Destillationskolonnen wurden zerstört. Bei den beiden Angriffen vom 7. und 22.8. wurden die an der Renal-Anlage entlang führenden Rohrbrücken und Geleise stark beschädigt. Verschiedentlich sind die Dächer der Bauten durch umherfliegende Teile durchschlagen worden.

Über den Angriff vom 27.8. haben wir bisher erst die Nachricht, daß die Renal-Anlage nicht unmittelbar betroffen worden ist.

Im Ganzen gesehen sind die Montagearbeiten durch die bisherigen Angriffe erheblich aufgehalten worden, während die restlichen Bauarbeiten seit dem 7.7. überhaupt vollständig zum Stillstand gekommen sind (mit Ausnahme der Luftschutz-

./.

Alle Schriftstücke in 3 Ausfertigungen erbeten!

Bag Bag
L 2170 Target

220001201

Verstärkung des Fertigproduktlagers). Es handelt sich dabei im wesentlichen um die Destillationsbauten 883a - d, den Lösungs-Ansetzbau 884 und die Rohrbrücken. Auch die durch die Angriffe verursachten baulichen Schäden konnten bisher noch nicht beseitigt worden. Mit einer beträchtlichen Verzögerung der Fertigstellung der Anlage ist daher zu rechnen.

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. ppa. Winkler

gez. ppa. G. Wietzel

p: RWA,Berlin,Abt.PSV,z.Hd.Herrn Dir.Dr.Ahl o.V.i.A.
Herrn Dir.Dr.Sönksen, Heydebreck
" Dip.Ing.Dittmar "
" Dir.Dr.Müller-Cunradi
" Dir.Dr.Schierenbeck
" Dr.Sachsse
" Dr.Riedl
" Dr.Krekeler I

Arbeiten im Rendsburger Werk. 18.10.44

220001202

Problemstellung: Bei der Herstellung von Polyäthylen fällt ein Polymerisat an, das ~20 % Cl enthält und sonst noch einige Verunreinigungen. Die Ausbeute soll auf 85 % Theorie erhöht werden. Da primär Reinheit wegen Verwendung nötig ist, ist einfache Lösung durch das Produkt aus Dampf abtreiben nicht möglich, sondern das Polymerisat muß selbst ein bis 2 mal aufgelöst werden. Verschiedene Arbeitswege möglich. Destillation im kleinen bereits durchgeführt. Aufgabe: Vorliegende Versuche:

a) Sammlung von Produktmengen im Betrag bis zu 100 kg für Untersuchung desselben
   A. Korrosion
   B. Beständigkeit
   γ. Reinheitsgrad, Verunreinigungen
   δ. Verarbeitung im Steingutgefäß
   Wege zur Destillation

b) ~~Durchführung~~ Sammlung des besten Destillationsverfahrens
   ~~Klärung~~ Klärung von Naturalprodukt bis zur Destillation
   Skizze der Apparaturen

c) Eigenschaften des Endproduktes als Funktion der Herstellung.

Anhang:
Liste der Destillationsversuche
Liste der Versuche

	Bag	Target
~~127~~ 129	2170	30/4.C3

30/4.03

220001203

a) Ermittlung der besten Destillationsverfahren

(Beurteilung nach den Ausbeuten
nach der Reinheit
Eigenschaften des Endprodukts
allgemeine praktische Gesichtspunkte: Arbeitsaufwand, Risiko-
moment

b) Evtl. Materialfragen bei der Destillation

a) Verdampfermaterial

β) Kegelmaterial

c) Dichtungsmaterial

c) Erfahrungen bei der Eigenschaften und Destillationseigenschaften der Produkte
verschiedenartiger Rohlösungen.

Vom bestehen Unterschied der Rohlösungen. Kennzeichen: Aussehen
+ Org. Verunreinigungen. Bedingt durch den Typ des Ausgangsholzes
Zahlenmäßige Rohlösungen
Zahlenmäßig im Destillationsverhalten
(Verdünnungen, Azeotrope, Destillationen . . . . .)

d) Stabilisierung bei der Destillation.

128
130

Bad Tölz
2270 30/4.03

220001204

III. Erfahrungen bei der destillation verschiedener Rohlösungen

Wie kommen die Verunreinigungen in die Rohlösung? Bildung von Fettsäuren. Begriff der Neutralisation und Rohlösung. Reinigung durch und Trocknung der Arbeitslösung im Behälter. Pottasche und absolutes Toluol. Pottasche hat Nachteile im Behälter durch Trennung. Schäumen beim. Unterstützende Aufarbeitung der Pottasche. Versuch ohne Pottasche in feinem Vakuum Abdestillation des Wassers. Physikalische Trocknung. 3 Sorten von Rohlösung. Fallenvorgänge in den Anlagen der Rohlösungen. Fallenvorgänge beim destillieren selber.

IV. Stabilisierung bei der Destillation.

Vor und Nachteile des Stabilisierens der Lösungen. Die besten Stabilisatoren.

Bag
2170
Target
30/4.03

Einleitung. 220001205

Hier wird der Begriff d. Korr. und sein sog. fälligen Schäden d. Korrosionseinflüsse
d. Verhalten der Metalle und deren Legierungen gegenüber Stahlbetonen.
Die angewandten Prüfungsmethoden, beeinflussen die Best. als maßgebig, die organisch
führen zur Klarstellung vorl. d. Arbeit, auch während der Schaden
an den Stahlkörpern sogen. Explosionsgefahr besonderen Beachtung, dann daraus
nicht eine explosible Gefahr kommt. Die Stahlmetalle sind für den korrosiven
Angriffen verschieden. - Es ist nicht möglich über diese wichtige und praktisch
allgemeingültige Fragen [illegible] Endgültiges festzustellen. Es ist Zweck
und Voraussetzung
app. vorgenommen, konnte in einigen Fällen Stahlbetonschäden klar als Folgen d.
Korrosionsgefahr. einwandfrei verfolgt werden.

Art und Umfang der Untersuchungen beim Herstellungsverfahren.

Bevor ich die Untersuchung der Korrosionsvorgänge behandle will ich kurz
das Herstellungsverfahren und die Quelle der Untersuchungen besprechen werden.

220001206

Behältergrößen und Flüssigkeitsinhalte.

	Füllungsmenge an Lösung
Abscheider Oxydation 2 m x 3,5 m, 10 m³ Inhalt 300×350	0,5 m³
4 Oxydeure 3 m x 4 m, 16 m³ " 100×1000 (600)	64 m³
Sammelbehälter 2,6 m x 3,4 m, 16 m³ " 300×400	3 m³
Wäsche 2 m Ø, 14 Böden mit 200 mm Lösung/Boden 12 Böden 250 cm	9 m³
Pottasheturm 2,6 x 3,5 m, 16 m³ (11 zu H_2CO_3)	5 m³
Abscheider dazu 1,4 mx2,5 m , 3,5 m³ 100×1500	3,5 m³
Vorkontakt 2,6 m x 4,5 m, 22 m³ x) 100×1000	
Tonerdeturm 2,6 x 4,5 m, 22 m³ x) 100×1000	26 m³
Ausgleichbehälter 2,6 x 5,7 m, 28 m³ 300×600	2 m³
2 Hydrierbehälter 2,8 m x 3,2 m, 16 m³, 2 mal 500×500	10 m³
1 Hochbehälter 1,6 x 2,6 m, 5 m³ 300×400	10 m³
	4 m³
Scheiblerfilter 400×400	4 m³
Rohrleitungen + Kühler	3 m³
	144 m³

~~Inhaltsschwankung bei Oxydeuren, Ausgleichsbehälter~~

4000 m² ausgemauerte Fläche.

x) 3 m Kontaktschicht = 15 m³ Kontakt, davon 60 % wahre Verdrängung = 9 m³. Flüssigkeitsinhalt pro Behälter 22-9 = 13 m³.

Die Inhaltsschwankung der Oxydeure beträgt mindestens 100 % = 32 m³.

Die ausgemauerte Fläche beträgt 4000 m² für 6 Gruppen. 30-35 Rℳ/m², 3-4 h Arbeit.

$$4 \cdot 4000 = \frac{16\,000}{8} = 2000 \text{ Tagwerke.}$$

Oppau, 8.11.43. Kf.

Bag 2170 Target 20/4 66

220001207

Bag. 49
Bag. 217.0
Tar.
30/4

Arbeitsvorschrift zur Reinigung des Chlors

Rohherstellung: Nach Pfl. Vorschrift Rohlösung von ca. 20% K_2O, ca. 30% Sparren von ca. 10% und ca. 1% Verunreinigung enthält Wasser 95% zu konzentrieren. Das allgemeine Reinigungsverfahren ist das Endprodukt nötig ist eine Lösung, die das eingedickte K. auf 5% abläuft nicht ausfällt, sondern das K. voll ausfällt 1:2 u. d. abgekühlten wird. Eine weitere Eindampfung Rohrinhalt trop. da ein Sparren von 5% ein Endprodukt die Best. dessen über eine Lösung beeinflussen kann. Das K. alle, und kann mit Rohrinhalt in Berührung kommen ist das ganze auf Verunreinigungen und kann nur an einzelnen Teilen Verdampfer, Vorbehandlung Rohrinhalt angewendet.

Zur Reinigung ist das reine Rohprodukt zu einfach sind Siedepunkte bei KOH ~150°, K_2O 1000° liegen weit auseinander, dass ein Fr. in reiner Lösung möglich ist. Es muss eine K_2O beim KOH vorliegt ist.

Es handelt sich vor. Hier möglich, die viel davon Schwierigkeit und Vollständigkeit der Reinigung, damit technischen Aufwand und die Ausbeute am Reinprodukt ist entscheidend. In Vorliegenden Arbeiten haben die Versuche in einer Anordnung, die einige Tage Reinprodukt sofort festzustellen, welche Destillationsmethode für die technische Durchführung am besten ist. Es werden alle noch klären, welche Materialien für Verdampfer sind. Die in Betracht kommen, da das Lösung in KOH verwendet V2A (Zusammensetzung . . . .) oder nicht in Betracht.

Es hat sich weiter gezeigt, dass die Rohlösungen, je nach dem Herstellungsverfahren, wie verschiedene Destillationsverfahren ~~das sind die Eigenschaften des Endprodukts~~ bei der Best. in Bezug auf ein Kopp. in der Rohlösung in gleicher Konzentration vorgelegt vorkommt auch dem Fragen gut nicht gelöst werden. Es galt allererst noch einen Weg beim Fragen zu klären, d.h. Ansatz von Stabilisator nicht [illegible] Best. in Lsg. und weiter Destillation (einige 100 kg) bei Weiterarbeitung und Prüfung des Destillats zu halten.

Bei Beginn dieser Untersuchungen lagen schon Versuche vor, zusammenfassend kurz [illegible] an einer kleinen Apparatur bereits zeigt, dass ein 85% Rohrinhalt verschiedene Reinheit zu erhalten ist, [illegible]

davon hergestellt und einer Probe an die W.W. in KH geliefert.

220001208

I. Ermittlung des besten Destillationsweges

Anforderungen an das Endprodukt: Beständigkeit (kann durch Stab. beeinflusst werden) ~~Reinheit~~ Stabilisator-Ausfindlichkeit Reinheitsgrad (Abdampf und Geruch) Gärungsfähigkeit. Normen siehe im Anhang.

Methoden: 1) Einengen - destillieren.

Vorteil: einfach, Nachteil: Verunreinigungen der Rohlösung im Kondensat

2) Destillieren - Einengen. Prinzip so einfach und Verunreinigung gleich ausgeschaltet, da Berührung des Fertigproduktes mit Metall.

3) Destillieren - Einengen - Destillieren. Aufwendigste Verfahren.

Bilden der Anordnungen, experimentelle Resultate in einer Tabelle, Beurteilung der verschiedenen Wege. Beurteilung und Festlegung der Konzentration.

II. Materialfragen bei der Destillation.

1) Verdampfermaterial: Zinn früher verwendet, selten noch in Gebrauch, V14A von EAM genannt. Eigene Versuche.

2) Depolymerisationsmaterial: Erniedrigung des Reinheitsgrades durch depolymerisieren oder Kondensat-Reinheit. Letzteres bezieht sich ~~Material~~ Gefahr der Verunreinigung noch grösser. Abgleich der Versuchsreihe verd. Dep. und Kondensat-Reinheit.

3) Leitungsmaterial

220001209

Bag 2170 Farg 36/4

Arbeiten zur Renaldestillation.

Problemstellung.

Bei dem Verfahren zur Gewinnung von Wasserstoffsuperoxyd nach Dr.Pfleiderer und Dr.Riedl erhält man Rohlösungen von etwa 20 % H_2O_2, die Spuren von anorganischen und organischen Verunreinigungen enthalten. Aus diesen Rohlösungen soll ein 85 %iges Reinprodukt hergestellt werden. Da die allergrößte Reinheit für die Beständigkeit des Endproduktes von ganz besonderer Bedeutung ist, ist eine einfache Konzentrierung, bei der das eingedickte Produkt im Sumpf abläuft, nicht möglich, sondern das Produkt selbst muß ein bis zweimal abgetrieben werden. Eine weitere Erschwerung bei der Destillation besteht in der Materialfrage. Auch Spuren von Schwermetallen müssen im Endprodukt vermieden werden und es soll daher weder das Endprodukt selbst noch der konzentrierte Dampf mit Metall in Berührung kommen. Man ist daher ganz auf Keramik angewiesen und kann nur an einzelnen Teilen der Apparatur, z.B. bei Verdampfern und Dephlegmatoren Metall verwenden.

Gegenüber diesen Schwierigkeiten ist das reine Destillationsproblem sehr einfach. Die Siedepunkte (H_2O_2 153°C, H_2O 100°C) liegen soweit auseinander, daß eine Trennung in wenigen Böden möglich ist, zumal keinwasserfreies Wasserstoffsuperoxyd verlangt wird.

Zur Durchführung sind verschiedene Wege möglich, die sich durch Sicherheit und Vollständigkeit der Reinigung, durch technischen Aufwand und die Ausbeute an Reinprodukt unterscheiden. Die vorliegenden Arbeiten haben die Aufgabe, in einer Anordnung, die einige Kilogramm pro Tag Reinprodukt liefert, festzustellen, welche Destillationsmethode für die technische Durchführung am besten ist. Die Versuche sollen weiter klären, welche Materialien für Verdampfer und Kühler in Betracht kommen, da das bislang von EWM verwendete V 14 A sehr schwer zu beschaffen ist. Ei d. W. München

Es hat sich weiterhin gezeigt, daß die Rohlösungen je nach ihren Herstellungsbedingungen ein verschiedenes Destillationsverhalten zeigen. Da der Destillation in Op 462 eine Apparatur zur Gewinnung der Rohlösung in gleichem Maßstab vorgeschaltet war, konnte auch diese Frage systematisch untersucht werden. Es galt schließlich noch, eine Menge kleiner Fragen zu klären, z.B. die Frage des Zusatzes von Stabilisatoren während der Destillation usw. und größere Produktmengen (einige 100 kg) für Weiterverarbeitung und Prüfung des T-Stoffes zu erhalten.

Bei Beginn dieser Untersuchungen lagen schon Versuche zur Destillation vor, namentlich hatte Dr.Pfleiderer in Lu 949 in einer kleineren Apparatur bereits gezeigt, daß ein 85 %iges Produkt erforderlicher Reinheit zu erhalten ist. Er hatte mehrere kg davon hergestellt und auch Proben an die Walter-Werke und an die Erprobungsstelle der Luftwaffe in Karlshagen geliefert.

I. Ermittlung des besten Destillationsweges.

Anforderungen an das Endprodukt: Beständigkeit (kann durch Stab. beeinflußt werden, Stabilisatorempfindlichkeit.
Rückstand (Abdampf-und Glührückstand).
Säurezahl.
Aggressivität.
Normensiebe siehe im Anhang.

Methoden: 1. Einengen - Destillieren.
Vorteil: Einfach, Nachteil: Verunreinigungen der Rohlösung im konzentrierten Sumpf.
2. Destillation-Einengen.
Genau so einfach und Verunreinigung gleich ausgeschaltet, aber Berührung des Fertigproduktes mit Metall.

220001210

3. Destillation - Einengen - Destillation.
Umfangreich, aber zuverlässiger.
Bilder der Anordnungen, experimentelle Resultate in einer Tabelle. Beurteilung der verschiedenen Wege. Beständigkeit als Funktion der Konzentration.

II. Materialfragen bei der Destillation.

1. Verdampfermaterial: Zinn früher verwendet, selten schwer zu bearbeiten. V 14 A, von EWM genannt. Eigene Versuche.

2. Dephlegmatormaterial: Erzeugung des Rücklaufs durch Dephlegmieren oder Kondensatzulauf. Letzteres bequemer (Materialeinsparung), aber Gefahr der Verunreinigung noch größer. Vergleich der Resultate der verschiedenen Dephlegmatoren und Kondensatzulauf.

3. Dichtungsmaterial.

III. Erfahrungen bei der Destillation verschiedener Rohlösungen.

Wie kommen die Verunreinigungen in die Rohlösung ? Bildung von Fettsäuren? Angriff des Materials von der Arbeits- und Rohlösung. Reinigung und Trocknung der Arbeitslösung im Betrieb. Pottasche und aktive Tonerde. Pottasche hat Nachteile im Betrieb. Schwere Trennung, daher Schäumen. Umständliche Aufarbeitung der Pottasche. Versuch, ohne Pottasche zu fahren. Mechanische Abscheidung des Wassers. Physikalische Trocknung. 3 Sorten von Rohlösung. Zahlenvergleiche in den Analysen der Rohlösungen. Zahlenvergleiche beim Destillationsverhalten.

IV. Stabilisierung bei der Destillation.

Vor- und Nachteile des Stabilisierens der Sümpfe. Die besten Betriebsbedingungen.

Bag 2170 Target 30/4.03

Oppau, den 20.10.44.Kf.

~~126~~
128

2300121 11

Bag 2170

Target 30/4.03

23. Edible fat from paraffine.
— Report.

LEUNAWERKE
29. Juli 1943

230004-12

Anhang

	FWA
	MSI
	Brabag
Dr. Roelen	Ruhrchemie
Dr. Ruschenburg	Rheinpreußen
Dr. Pichler	Leuna
Dr. Schliebs	Oppau

[illegible] dieses Projekt weit gegenüber den
[illegible] günstiger sein. Dem Reichsamt
[illegible] Koehler mit der Bitte um
[illegible] die Zuziehung [illegible]
[illegible] die [illegible], um dem
[illegible] Abgabe der Gasmengen zu

[illegible]

[illegible] von den Herren der Gruppe
[illegible] das jedoch [illegible]
[illegible]

[illegible] in einer Gruppen-Sitzung mit
[illegible] [illegible] und über [illegible] berichten

[illegible] und die Ofenanlage die zum
[illegible] und Lagerung der Gichtgase
[illegible] und die Verwertungsgesellschaft
[illegible] von Professor Bunte durch Lichtbilder er-
[illegible] die Chlorverwertung [illegible]
[illegible] spezialisiert der Gasanalysenapparate

[illegible] wurde folgendes bemerkt:

[illegible]

[illegible] Vergasung von Kohlenstaub mit
[illegible] die Verwendung [illegible] Kohlesorten
[illegible] das wesentliche Bestandteil von CO + H2 [illegible]
[illegible] von Kranepuhl hat Herr Dr. [illegible]
[illegible] ein solches Gas mit Sauerstoffzusatz
[illegible] bejaht, jedoch sei er selbst mit
[illegible] noch nicht so weit, daß er die Zahlen
[illegible] Verfahren wurde in

2300012/13

einer Versuchsanlage, die bei Rheinpreußen steht und bis 250 cbm Gas/Stunde liefert, ausgeprüft. Nach Angabe von Duisenberg soll vor allen Dingen das Verhältnis von CO und H2 sehr leicht einstellbar sein. Angaben über Wirtschaftlichkeit wurden nicht gemacht, als Vorteil jedoch hervorgehoben, daß auch die minderwertigste Kohle ohne Mahlung eingesetzt werden kann. Die Vergasung wird unter Zusatz von Kohlensäure aus der Druckwasserwäsche vorgenommen.

2.) Synthese

Zur Synthese werden 84 000 N cbm Synthesegas/Stunde über 160 Öfen in erster Stufe und 35 Öfen in zweiter Stufe geschickt (10 cbm Kontakt). Die Ofenbelastung beträgt also 1 : 70 pro Stunde. Herr Dr. Weingärtner gab gegen Ende der Besprechung an, wahrscheinlich um einer Kritik wegen der allzu geringen Ofenbelastung vorzubeugen, daß von den 195 Öfen jeweils nur 135 in Betrieb sein sollen und der Rest als Ersatz wegen unvorhergesehenen Schwierigkeiten sowie der Synthese dienen soll.

Roelen weist darauf hin, daß die Ruhr-Chemie vor zwei Jahren bereits ein ähnliches Projekt zur Speisefetterstellung beim Reichsamt eingereicht hat. Allerdings sei man damals davon ausgegangen, daß ein CO-reicheres Gas als Wassergas wirtschaftlich erzeugt werden könne. Die Lösung der Gesamtaufgabe, einen hohen Anteil an Paraffin zu erzeugen, habe man dem Kontakt zugemutet. Mit dem nun durch Koppers zur Verfügung stehenden CO-reicheren Gase sei auch die Ruhr-Chemie natürlich in der Lage, soviel Paraffin zu erzeugen, wie die Brabag. Venzel betont, daß auch die Versuche von Oppau mit Synthesegas im Wassergasverhältnis durchgeführt worden und deshalb für die Kontakte von Oppau das gleiche zu [illegible]

3.) Aufarbeitung des Paraffins

Der Paraffingatsch (290 - 450° siedend) wird vor [illegible] tion bei 150 - 180°, unter 20 - 100 Wasserstoffdruck [illegible] einen Eisenkontakt hydriert (Brabag gibt [illegible] an, wahrscheinlich erscheint). Die hydrierende [illegible] Kohlenwasserstoffen Paraffin bleibt. [illegible]

[illegible] Vergaserofendruck, wahrscheinlich aber weniger [illegible]
[illegible] Ausbeute gehalt von 44 % Hartparaffin) wird damit auf [illegible]
[illegible] Die übrigen 10 % sollen in wesentlichen als Kogasin II, [illegible]
[illegible] fraktionierend, anfallen. Der sekundär erzeugte Paraffin- [illegible]
[illegible] zur Oxydation zu dem primären zugefügt.

[illegible]

[illegible] Ausbeute zu erhalten, sollen die Olefine [illegible]
[illegible] und Kogasin II-Siedebereiche oxiert werden. Aus den [illegible]
[illegible] werden 62,5 % Olefine = 5 000 jato, aus den [illegible]
[illegible] % = 7 500 jato erhalten. Aus den 8 600 to Öl [illegible]
[illegible] Kohlenwasserstoffe [illegible] werden. Bei der Besprechung [illegible]
[illegible] Oxydation, ebenso durch Autoxydation oder über [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible] die niedrigen Siedegrenze [illegible]
[illegible] Oxydate [illegible] der Verseifung [illegible] Jato [illegible]
[illegible] Oxydate aus dem Siedebereich Kogasin II [illegible]

[illegible] Oxydation

[illegible] Oxydation [illegible] Oxydation [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible]
[illegible] Oxydation [illegible]

[illegible] wenn man die Oxydation der Alkohole über die Alcal[illegible]
[illegible] vornimmt, so bleiben sämtliche Verzweigungen erhal[illegible]
[illegible] eine [illegible]
[illegible] Kanne ergeben. Schw[illegible]
[illegible] photographischen Platte[illegible]

[illegible] Eisenbedarf, Kohle

[illegible] der beigefügten Tabelle sind die Zahlen hierfür zusamm[illegible]
[illegible] soweit sie aus der Besprechung in Erfahrung geb[illegible]

[illegible] besprochen!

[illegible] zur Oxydation
[illegible] soll baldmöglichst von Brabag Paraffinoxydat[illegible]

[illegible] Anlage, die nur [illegible] Kontakt Öfen laufen soll,
[illegible] Zeit zur Umstellung benötigt, soll ersatzweise
[illegible] aus Steinkohle von der I.G. bzw. Ruhr-Chemie be[illegible]
[illegible] verwendet werden.

[illegible] bei der Besprechung, daß zu viel elektrisch[illegible]
[illegible] gebraucht wird. Es soll deshalb [illegible]
[illegible] Schema aufgestellt werden, nach [illegible]
[illegible] der Brabag in Zusammenarbeit mit MSI, Ruhr-[illegible]
[illegible] und I.G.

[illegible] sollen noch Bedarfszahlen über die Oxo-Synthese von d[illegible]
[illegible] I.G. bzw. Oxo-Gesellschaft gegeben werden.

[illegible]

x) [illegible] schlägt vor, die so erhaltenen Oxo-Fettsäuren in die
[illegible] Form zu nehmen und davon einen entsprechenden Teil Oxydat[illegible]
Fettsäuren aus Witten für das Speiseöl abzuzweigen.

A30001c18

Produkt	Anfall		
	39 000 000		
	3 500 000		
100 000 jato flüss. Primärprod.	36 000 000		
15 000 jato C3-C4			
22 000 " Ben.b.Kp.175°			
8 000 " Dieselöl			
7 000 " Kogasin II			
19 000 " oxydierb.Gatsch			
44 000 " Hartparaffin			
	7 000 000	4 500 t	
19 000 jato Gatsch hydriert	500 000		
34 000 " " durch hy-	850 000	1 500 t	
driernde Krackung aus	950 000		
44 000 t Hartparaffin	220 000		
	2 500 000		
	40 000 000	24 000 t	300 000
	13 500 000	15 000 t	
nur bis zur Erzeugung	7 000 000	2 000 t	
des fertigen Gatsch	5 000 000	600 t	
	5 000 000	5 000 t	
	2 000 000		
	2 000 000		
	8 000 000	5 000 t	
5 000 jato Glycerin	19 000 000	12 500 t	
	?	?	?
	15 000 000	8 000 t	

8 000 t Vorlauf
25 500 " Destillattrettskure
1 200 " Nachlauf
3 300 " Nachmolek.-Trettskure
6 900 " Kühlöl
(4 500 " Verlust)

Art des Verfah-rens	Produkt	Anlage-kosten	Eisen-bedarf	Koks-bedarf
[illegible]	35 000 Jato Speisefett aus 34 100 t Fettsäure (25 500 t erzeugt, 8 600 t aus Witten im Austausch gegen Oxo)	22 000 000	12 000 t	
[illegible] (Erklärung auf Grund der Erklärung der Ruhr-Chemie beim Patentamt)	aus 8 000 t Diesel 81 5 000 t Olef. " 7 000 " Kogasin 3 600 " " 8 600 t Olef. daraus 8 500 " Fettsr. nach Witten f. techn. Zwecke	2 000 000	1 700 t	
[illegible] Oxydation, Oxo-Synthese		4 500 000	3 500 t	90 000
[illegible]		11 500 000	5 000 t	
	Summe: etwa	244 000 000	160 000 t	1 000 000

[illegible] Anlage für 100 000 Jato Primär[illegible]

[illegible] Stickstoffoxyd mit Wasserstoff an Eisenkontakten [illegible]

[illegible] stellt einen Versuch dar, aus bereits vorliegenden [illegible]

[illegible] von einander abweichenden Zahlenwerten, welche von [illegible]

[illegible] und von der Ruhrchemie (Dr. Meisenheimer u. Dr. Peters) [illegible]

[illegible] angegeben wurden, die derzeitigen Gestehungskosten zu e[illegible]

[illegible] ist dabei unberücksichtigt geblieben, daß die Kalkulation [illegible]

[illegible] kann sich auf eine 180 000 Jato-Anlage, die der Ruhrchemie auf [illegible]

[illegible] ehe vom 200 000 Jato beziehen, beide wurden, ohne Korrektur für die [illegible]

[illegible] feineren Angaben, auf 100 000 Jato umgerechnet.

Es ist ferner zu beachten, daß die beiden vorliegenden Kalkula[illegible]

[illegible] die Umsetzung an Kobaltkontakten vorsehen und lediglich in den [illegible]

[illegible] von der Ruhrchemie auch die Kosten für ein Druckverfahren, wie es [illegible]

[illegible] Kontakte z.Zt. allein in Frage kommt, enthalten sind.

[illegible] ist bemerkenswert, daß in den Angaben der Ruhrchemie für [illegible]

[illegible] Kosten Fundamente, Gebäude, Leitungen, Boiler, Meßinstrumente [illegible]

[illegible] bereits enthalten sind.

	Leuna	Ruhrchemie	Oppau
[illegible]	1.645.000	1,17) 1.990 000 0,82)	2.000.000
[illegible]	8.420.000	9.790.000	13.500.000
[illegible]	402.000	--	648.000
[illegible]	1.263.000	584.000	1.250.000
[illegible]	s.o.	2.000.000	2.000.000
[illegible]	278.000	s.o.	280.000
[illegible]	1,620.000	s.o.	1.650.000
[illegible]	2.500.000	2.000.000	2.000.000
[illegible]	1.390.000	s.o.	1.400.000
[illegible]	3.130.000	1.090.000	3.200.000
[illegible]	542/000	s.o.	550.000
[illegible]	706.000	s.o.	700.000
[illegible]	278.000	s.o.	280.000
[illegible]	---	----	---
	22.174.000	17.454.000	29.458.000
Unvorhergesehenes 15%	3.326.000	2.618.000	4.419.000
	25.500 000	20.072.000	33.877.000
[illegible]			
Reinwasserstoffanlage	625.000		625.000
Wasserwerk	444.000		444.000
Bürogebäude, Kantine	278.000		[illegible]
Labor	334.000		[illegible]
Reparaturwerkstätte	1.000.000		[illegible]
	2,681.000		1.969.000
Unvorhergesehenes 10%	268.000		197.000
	2,949.000		1.176.000
Syntheseanlage s.o.	25.500.000	20.072.000	33.877.000
Gesamtsyntheseanlage:	28.449.000	20.072.000	35.053.000

+) Hier liegt offenbar ein Rechenfehler vor. Bei einer Tagesmenge von 500 000 kg (180 000 Jato/360 Tage) und einer angegebenen [illegible] spezifischer 9,395 kg/Tag/Liter Kontaktraum werden 164 Meter [illegible] 100 000 Jato also 91 und nicht die angegebenen 67.

Ruhrchemie: Raumgeschwindigkeit 0,20 kg/Tag/Liter

Oppau: " " 0,34 "

	Launa		Rübenhagen		Opel
	26 Mann		20 Mann		30
	7	34,60	1,5	20,-	3,5
	28/2,10	59,-	13,5/2,50	33,80	
	1,70	20,40			
	361/1,2	4,40	13500		
	117/1,55	1,80	1,5 Pf	202,-	
	3/3,5	0,12	87/3,0	2,60	
	267/1,3	3,50	493/3,0	6,40	
	1110/0,3	3,30			
	139/4,5	6,25			
		133,37		264,80	
		13,34		26,48	
		146,71		291,28	
	57,5/2,10	121,-	58/2,50	145,-	
		25,71		146,28	
		94,37		42,80	
		0,22		1,26	

Gehälter, Löhne, Energie für die Kompression des Gases,

	126	145	130
	7,9	6,9	7,7
	8,8	8,1	8,6
	+ 0,8		2,1
			0,1
		2,2 Pf/cbm Kalkbur	2,5
		2,5 "	
	22,0	20,2	21,-

[illegible]:

[illegible] Lebensdauer des Kontaktes : 6 Monate
[illegible]icht 2,7
[illegible]akt 0,50 RM.

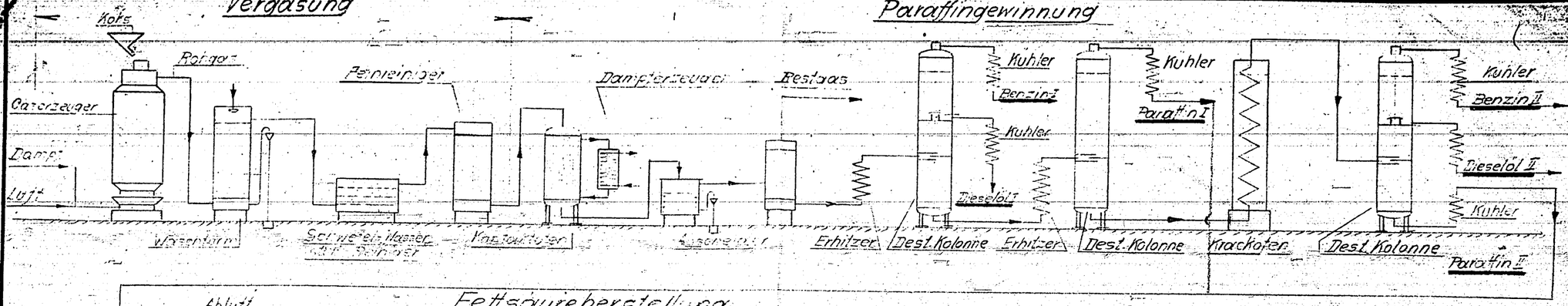
[illegible] 6 Monate 50 000 000 kg Prim.Prod.
[illegible] " 538 000 "
[illegible] Liter " 538 000 "
[illegible] Liter = 2,7 kg 53,8 "
1 kg 20,0 "
2,5 Pfennig ..... 1 "

Zusammenstellung der Kosten:

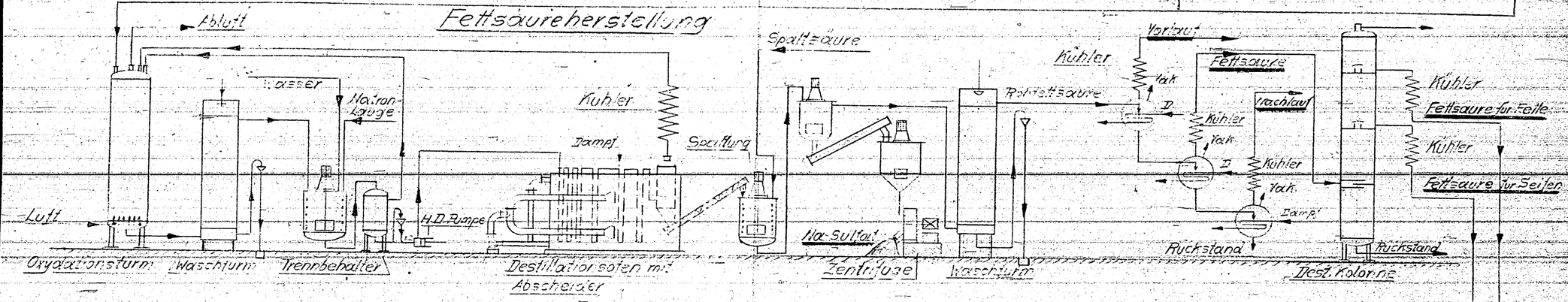
	Leuna	Ruhrchemie	Oppau
Anlagekosten			
für 100 000 Jato	28 449 000	20 072 000	35 053 000
für 1 kg Prim.Prod.	28,45 Pf.	20,07 Pf.	35,05 Pf.
Amortisation 10%	2,85	2,00	3,51
Reparatur 8%	2,28	1,61	2,81
Energie u.Rohmat.Unkosten	0,22	1,26	2,72
Kontaktkosten	2,5	2,5	2,5
Unkosten	22,0	20,2	21,5
	29,85	27,57	33,04
Gutschrift f.d. Abgas 40% d.Eingasmenge 0,6 Pf.	2,1	2,0	2,1
Gestehkosten f.1 kg Prim.P.	27,75	25,57	30,94
Generalie,Lizenz,Verzins. Umsatzst.zus.ca.9%d.Gestehk.	2,5	2,3	2,8
Verkaufspreis f.1 kg Prim.P	30,25	27,87	33,74

Vergasung

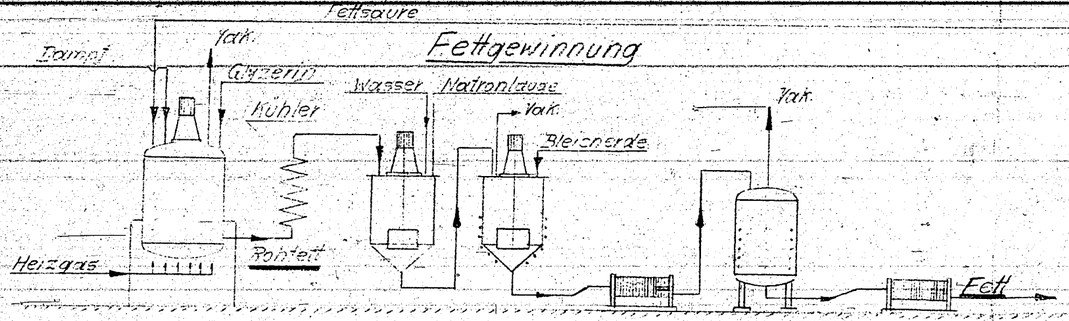
Paraffingewinnung



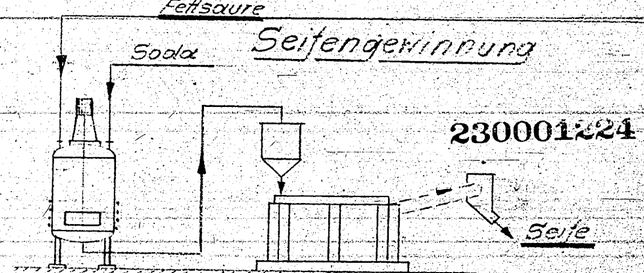
Fettsäureherstellung



Fettgewinnung



Seifengewinnung



230001224

5.1.40 A

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.	Schema zur Erzeugung von Fett und Seife aus Kohle	S.B.M. 959

DIN-FC — A 3 (297 x 420)

30.12.39

D:66

2600001225

Bag 2170 Target 30/4.02 -24

Brabag
Werk Böhlen
z.Hd.v.Herrn Obering.Lackner
Böhlen /b.Leipzig
Ingenieurzentrale

Vertraulich!

TB/N-Lmp/Schl.-B. 24. Mai 1941 We.

Unter Bezugnahme auf die Besprechung Ihres Herrn Obering. Lackner am 20. ds. Mts. in Ludwigshafen mit unseren Herren Obering. Lampe, Dipl.-Ing. Bäurle und Dipl.-Ing. Müller übersenden wir Ihnen anbei das Kontofot eines Schreibens an Herrn Dir. Dr. Wissel, Hydrierwerke Pölitz, vom 7. Nov. 38, aus dem Sie ersehen wollen, wie sich die Kalkulation des Koppers-Spaltverfahrens zur Kalkulation des I.G.-Röhrenofen-Spaltverfahrens verhält. Diese Kalkulation wurde aufgestellt aufgrund eines Schreibens der Firma Heinrich Koppers, Essen, vom 31.10.38.

Aufgrund einer später mit Herren von Koppers stattgefundenen Besprechung, in der wir Koppers Mitteilung von dem Ergebnis unserer Gegenüberstellung der Anlage- und Betriebskosten gemacht haben, reichte Koppers ein verbilligtes Angebot ein; unsere Gegenüberstellung der Anlage- und Betriebskosten vom 14.1.39, von der wir ein Kontofot beilegen, ergab ebenfalls sowohl eine wesentlich höhere Summe für Anlagekosten als auch an Betriebskosten für das Koppers-Verfahren.

Wir hoffen, Ihnen hiermit bestens gedient zu haben.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT.

Anlagen:
2 Kontofotien.

2400014226

Bag 2170 Target 30/4.C2

Herrn
Direktor Dr.Wissel
Hydrierwerke Pölitz

Lu 567.

./. ./. TB/N.-Lmp. 7.Nov.1938/Gb.

Hygas-Spaltanlage System Koppers.

Ich übersende Ihnen anbei 3 Kontofotien des Schreibens der Firma Heinrich Koppers, Essen, vom 31.10.1938, betreffend die Hygas-Umformungsanlage nach dem Verfahren von Koppers. Die Leistung der angebotenen Anlage entspricht der Leistung des ersten Ausbaues von Pölitz, also der Leistung von 6 Hygas-Spaltöfen. Es werden also verarbeitet 18700 cbm Hygas folgender Zusammensetzung:

CO_2 + CO	0,37 %
H_2	39 %
N_2	4,3%
CH_4	29,6%
C_2H_6	14,9%
C_3H_8	10,9%
C_4H_{10}	0,9%
C_5H_{12}	0,03%.

Das umgeformte Gas hat lt.Angabe Koppers folgende Zusammensetzung

CO	18 %
CO_2	5 %
H_2	74,0%
N_2	2,0 %
CH_4	1,0 %,

während das umgeformte Gas der Hygas-Spaltanlage Pölitz nach unseren Rechnungen etwa haben wird 14,7 % CO
7,6 % CO_2
74,8 % H_2
1,0 % N_2
1,9 % CH_4.

./.

2600001527

Das Ausbringen von Koppers ist 3,985 Nm³/m³ Hygas, während wir 3,95 m³ errechnet haben; dementsprechend entstehen also stündlich 74600 Nm³ Spaltofengas nach Koppers bzw. 74000 m³ Spaltofengas nach unserer Rechnung. Die Anlagekosten laut Angebot Koppers betragen

einschliesslich Lizenzgebühr	RM 11 700 000.—
dazu int. Rohrleitungen	" 1 140 000.—
sowie Kühlwasserrückgewinnungsanlage	" 520 000.—
	RM 13 360 000.—,

während die Spaltanlage Pölitz für die gleiche Leistung und den gleichen Lieferumfang jedoch einschliesslich org. Schwefelreinigung des Hygases nur RM 6 000 000.— kostet. Eine Kühlwasserrückgewinnungsanlage ist bei der Spaltanlage nach unserem Verfahren nicht notwendig. Es könnte allerdings wohl auch die Koppers'sche Anlage ohne Kühlwasserrückgewinnungsanlage betrieben werden; es sind dann aber grosse Mengen Frischwasser notwendig, während wir bei unserem Verfahren lediglich etwas Speisewasser brauchen. Lässt man also den Preis von RM 520 000.— heraus, so stehen immerhin noch RM 12 840 000.— bei Koppers, RM 6 000 000.— bei uns gegenüber. Es darf aber nicht vergessen werden, daß bei Verwendung von Frischwasser bei Koppers ein ganz erheblich grösseres Wasserwerk notwendig ist, da Koppers 750 m³ Kühlwasser/h braucht. Es tritt also zu den RM 12 840 000.— der Spaltanlage noch ein nicht unerheblicher Posten für ein grösseres Wasserwerk.

Wie im einzelnen sich die Betriebskosten im Vergleich zueinander stellen, geht aus den beiliegenden beiden Kalkulationen hervor.

Um einen Ausgleich für das grössere Wasserwerk bei Frischwasser-Verwendung zu haben, habe ich in der Kalkulation der Einfachheit halber die Anlagekosten einschliesslich Rückkühlwerk eingesetzt. Die Anlagekosten für das Rückkühlwerk mit Pumpen dürften sich nicht wesentlich von den Anlagekosten für ein entsprechendes grösseres Wasserwerk unterscheiden.

Die Kalkulation ergibt ein ganz wesentliches Plus zu Gunsten des I.G.-Röhrenspalt-Ofens, trotzdem ich beim Röhrenspaltofen mit 5% Reparaturen gerechnet habe, während Koppers nur 1,25 % Reparaturen rechnet. Der Heizgasbedarf ist beim Röhrenspaltofen auch etwas niedriger wie beim Koppers-Verfahren. Ich habe als Heizgasbedarf den theoretischen Bedarf für die Spaltung des Hygases bei 200 % Dampfüberschuss eingesetzt und zur Sicherheit einen Aufschlag von 10 % gemacht. In Wirklichkeit ist also unser ./.

2/00012228

Heizgasbedarf wesentlich niedriger, da, wie wir in Billingham gehört haben, ein Dampfüberschuss von 100 % über den theoretischen Bedarf vollauf genügt. Den Dampfbedarf selbst habe ich deshalb mit 100 % Zuschlag zum theoretischen Dampfbedarf eingesetzt.

Das Koppers-Verfahren hat noch weitere Mängel gegenüber unserem I.G.-Verfahren.

1.) Der Platzbedarf der Koppers-Anlage ist wesentlich grösser als unser Platzbedarf; er beträgt für die Spaltanlage 6 125 m²
und für die zugehörige Kläranlage mit Rückkühlwerk 2 480 m²
insgesamt 8 605 m²,
während der Platzbedarf für eine Anlage gleicher Leistung nach dem IG-Verfahren 3 420 m² für die eigentlichen Öfen mit Abhitzeauswertung, Bedienungsstand, Kamin und Rauchgasgebläse beträgt; dazu kommt noch der Platzbedarf für die org. Schwefelreinigung, das Gebläsehaus für Luft und für Rohrleitungen mit insgesamt 900 m², sodass der Gesamtplatzbedarf für eine Anlage nach dem IG-Verfahren 4 320 m², also genau die Hälfte beträgt.

2.) Der zur Spaltung benötigte Dampf, soweit er nicht zersetzt wurde, wird bei Koppers mit Wasser niedergeschlagen, während er bei unserem Verfahren für die Konvertierung mitbenutzt wird. Würde man also hinter die Koppers-Anlage eine Konvertierung schalten, so müsste diese Dampfmenge erneut aufgebracht werden.

3.) Es sind bei Koppers Abwässer vorhanden, die Russ enthalten, während bei der IG-Anlage keine Abwässer anfallen.

Nicht in Betracht gezogen haben wir bei der Kalkulation die Einwirkung der Entschwefelungsanlage, soweit sie anorg. Schwefel betrifft. Die Kosten dieser Entschwefelungsanlage würden wiederum zu Ungunsten der Koppers-Anlage sprechen; denn bei der Koppers-Anlage müsste der Schwefel aus dem Spaltgas, also einer sehr grossen Gasmenge, ausgewaschen werden, die dementsprechend grosse Apparate bedingt, während bei dem IG-Verfahren der Schwefel aus dem Hygas ausgewaschen wird, also aus einer Gasmenge, die nur ca. 1/4 der Spaltgasmenge beträgt.

./.

Dem Nachteil des IG-Verfahrens, daß für die Hygas-Spaltung auch eine Reinigung von organischem Schwefel notwendig ist, ist durch die Einbeziehung der org. Schwefelreinigung in die Anlagekosten und die Kalkulation Rechnung getragen.

Anlagen:
3 Kontofotien,

Bag
2170
Farben
30/4.Op

7.11.1930/Ob.

Vergleich der Gestehungskosten für Spaltgas aus entbenzoliniertem Hygas nach dem Koppers-Verfahren und nach dem Röhrenofen-Spaltverfahren der IG.

Leistung 13 700 Nm³/Hygas/h mit hu = 7 750 WE.

	Einheitspreis:	Koppers-Verfahren: Mengen/h	Kosten / h RM.	I.G.-Verfahren: Mengen/h	Kosten / h RM.	Bemerkungen:
Anzahl und Dimensionen der wesentlichsten Apparate		4 Aggregate zu je 18650 Nm³ Spaltgas, überlastbar bis auf 15000 Nm³ Spaltgas/h.		6 Hygas-Spaltöfen für je 12300 Nm³ Spaltofengas, überlastbar bis auf 14000 Nm³/h Spaltgas. Org. Schwefelreinigung.		
Anlagekosten betriebsfertig erstellt		13 360 000.- einschl. Rückkühlwerk, Pumpen etc.		6 [illegible] einschl. Rauchgas-Kamin. org. Schwefelreinigung etc.		
1. Rohmaterialien:						
Spaltkontakt	3.-/h	-.-	-.-	2.77 kg	2.51	
Nickel-Kontakt	1.- /h	-.-	-.-	1.28 kg	1.28	
ZnO - Kontakt	0.80	-.-	-.-	3.25 kg	3.15	
			-.-		6.74	
2. Energien:						
Hochdruckdampf	2.50/t	-.-	-.-	-.-	-.-	
Niederdruckdampf	2.-/t	30.4 t	60.80	35.2 t	70.40	
Strom	1,8 Pfg./kWh	1165 kWh	21.-	600 kWh	10.80	
Frischwasser	1,0 M/m³	75 m³	0.75	-.-	-.-	
Rückkühlwasser	1 Pfg./m³	-.-	-.-	-.-	-.-	
Kondensat	0.40/m³	-.-	-.-	-.-	-.-	

24/0001/30

./.

240001231

	Einheitspreis:	Koppers-Verfahren: Mengen/h	Kosten/h RM.	I.G.-Verfahren: Mengen/h	Kosten/h RM.	Bemerkungen:
Kesselspeisewasser	0.20/m³	18,7 t	3.74	26,5 t	11.30	
Heizgas	0,427 Pfg./1000 MC	77,2 x10⁶ Kl.	330.--	68.5x10⁶	292.--	
			416.29		304.50	
3.)						
Löhne und Gehälter Arbeiter /h	1.-	2	12.-	6	6.--	
Gehälter	50% v.Lohn	-.-	6.-	-.-	3.--	
Reparaturen	-.-	1.25 % v. Anlage-Kapit.	19.20	5% v.Anlagekap.	34.20	
Betriebsmaterial u.Laborkosten		12% v.Lohn	1.44	12% v.Lohn	0.72	
Feuerschutz und Steuern	-.-	1,8%v.Anlagekapital	27.50	1,8% v.Anlagekapital	12.35	
Amortisation und Verzinsung		13% v.Anlagekapital	198.--	13% v.Anlagekapital	89.--	
			264.14		145.27	
Summa der Ausgaben			680.43		536.51	
4.) Gutschriften:						
Niederdruckdampf	1.80/t.	-.-	-.-	-.-	-.-	
Hochdruckdampf	2.25/t.	-.-	-.-	23 t.	51.75	
Gesamtkosten pro Stunde			680.43		484.76	
Betriebskosten 4pro 1000 Nm³ Spaltofengas			9.15		6.55	
Betriebskosten f.1000 Nm³ CO + H_2 im Spaltgas			9.95		7.31	

D: 66.120.Dir.Dr.Wissel,Dr.Hüttner,Dir.Dr.Pier,Obering.Sabel,Me.
AWP.2x279.Dr.Schiller.Dr.Hartmann,Dir.Sparte I.

14.Jan.1939/Gb.

Vergleich der Gestehungskosten für Spaltgas aus entbutanisiertem Hygas nach dem Koppers-Verfahren und nach dem Röhrenofen-Spaltverfahren der I.G.

Leistung 18 700 Nm³ /Hygas /h mit hu = 7 758 WE.

	Koppers-Verfahren:	I.G.-Verfahren:
Anzahl und Dimensionen der wesentlichsten Apparate	3 Aggregate zu je 24000 Nm³ Spaltgas	6 Hygas-Spaltöfen für je 12300 Nm³ Spaltofengas org.Schwefelreinigung
Anlagekosten betriebsfertig erstellt	9 184 000.- einschl. Rückkühlwerk, Pumpen etc.	6 000 000.- einschl. Rauchgas-Kamin, org.Schwefelreinigung etc.

	Einheits-preis:	Mengen/h	Kosten/h RM.	Mengen /h	Kosten /h RM.
Rohmaterialien:					
Spaltkontakt	3.-/kg	-	-	0,77 kg	2,31
Redmud-Kontakt	1.-/"	-	-	1,28 "	1,28
ZnO-Kontakt	0,80"	-	-	3,95 "	3,15
			-		6,74
Energien:					
Hochdruckdampf	2,50/t	-	-	-	-
Niederdruckdampf	2.- /t	28,70 t	57,40	35,2 t	70,40
Strom	1,8 Pfg/kW	1070 kW	19,20	600 kW	10,80
Frischwasser	1,0/m³	72,50 m³	0,73	-	-
Rückkühlwasser	1 Pfg/m³	-	-	-	-
Kondensat	0,40/m³	-	-	-	-

2/0001232

Target 30.4.03 BAG 2120

./.

		Koppers-Verfahren:		I.G.-Verfahren:		Bemerkungen:
	Einheits-preis:	Mengen/h	Kosten/h RM	Mengen/h	Kosten/h RM	
Kesselspeisewasser	0,2/m³	17,9 t	3,58	26,5 t	11,30	
Heizgas	0,427 Pfg/ 1000 WE	$71{,}2 \times 10^6$	304.-	$68{,}5 \times 10^6$	292.-	
			384,91		384,50	
Löhne u.Gehälter Arbeiter pro Std.	1.-	11	11.-	6	6.-	
Gehälter .	50% v.Lohn	-	5.50	-	3.-	
Reparaturen	-	1,25%v.Anlagekap.	17,20	5% v.Anlage-kapital	34.20	
Betriebsmaterial u. Laborkosten	-	12% v.Lohn	1,32	12%v.Lohn	0,72	
Feuerschutz u.Steuern	-	1,8%v.Anlagekap.	18,90	1,8% v.Anlage-kapital	12,35	
Amortisation u.Verzinsung	-	13% v.Anlagekap.	136.-	13%v.Anlage-kapital	89.-	
			189.92		145,27	
Summa der Ausgaben			574.83		536.51	
Gutschriften:						
Niederdruckdampf	1,80/t	-	-	-	-	
Hochdruckdampf	2,25/t	-	-	23 t	51,75	
Gesamtkosten pro Stunde			574.83		484.76	
Betriebskosten/1000 Nm³ Spaltofengas			7,98		6.55	
Betriebskosten/1000 " CO + H_2 im Spaltgas			8,72		~~7 1~~ 7,31	

2300001233

250001234

Bag 2170
Target 30/4.03

25. Studies on ultraviolet absorption (coronen and derivatives), Raman spectra and other subjects at Ammoniaklaboratorium Oppau.

250001235

Ammoniaklaboratorium Oppau

6. Februar 1943

Bag 2170 Target 30/4.03

Ging ohne Begleitschreiben an Frl. Dr. Jochmin am 9.2.43

Betr.: 4. Spartenaussprache in Berlin am 20.1.1943.

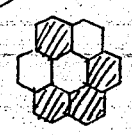
Überblick über einige physikalische Arbeiten des Ammoniaklaboratoriums Oppau.

Optische Methoden im weitesten Sinne des Wortes haben in den letzten Jahren steigende Bedeutung erlangt als Hilfsmittel bei chemischen Untersuchungen. Neben der altbekannten Atomspektralanalyse für die Untersuchung von Metallen und ihren Legierungen, die in jedem chemischen Laboratorium gebräuchlich ist, sind Arbeiten über Molekülspektren zu erwähnen, ebenso die röntgenphysikalischen Forschungsmethoden.

Die Molekülspektren finden vielseitige Anwendung für die chemische Analyse und Konstitutionsermittlung, und zwar entweder indem man das ultrarote Absorptionsspektrum der Moleküle ermittelt oder, wie das bei uns seit über 7 Jahren der Fall ist, durch Ausnutzung des Ramaneffektes. Beim Ramaneffekt entsteht durch Lichtstreuung an den Molekülen einer Substanz bei Bestrahlung mit monochromatischem Licht ein neues Emissionsspektrum, das wesentlich mehr Spektrallinien enthält als das urpprünglich eingestrahlte Licht. Diese Ramanlinien sind von Molekül zu Molekül verschieden und ihre Anordnung im Spektrum ist abhängig von der Konstitution der bestrahlten Substanz. Diese Tatsache nutzt man aus bei der Analyse, und es hat sich gezeigt, daß die Ramanspektren als analytisches Hilfsmittel besonders wertvoll sind, gerade in solchen Fällen, wo die üblichen chemischen Analysenmethoden zeitraubend und umständlich sind oder u.U. überhaupt versagen. Eine der ersten Anwendungen für die industrielle Forschung betraf z.B. die Untersuchung isomerer Paraffinkohlenwasserstoffe bis C_8, und seitdem sind die wichtigen Arbeiten mit Hilfe der Ramanspektren auch immer wieder bei der Untersuchung der Treibstoffe ausgeführt worden. In Verbindung mit den bekannten Methoden der Feinfraktionierung

Bitte zurück an Vorzimmer Dr. Wietzel

lieferte die Ramananalyse der synthetischen Treibstoffe und insbesondere der Fliegerbenzine so die Aufklärung für alle in diesen Treibstoffen vorhandenen Komponenten bis zu C_8. Neuerdings konnte der Anwendungsbereich wesentlich erweitert werden durch Einbeziehung der durch Dehydrierung hergestellten Hochleistungsfliegerbenzine; hier wurden die vorhandenen Aromaten bis zum Siedepunkt 200 systematisch mit Hilfe der Ramanspektren ermittelt. Außer den vorstehend genannten Sondergebieten lassen sich die Molekülspektren auf fast alle Probleme der organischen Chemie anwenden.

Neben den Schwingungsspektren der Moleküle untersuchen wir auch das ultraviolette Absorptionsspektrum, das sich bequem zur Gesamtbestimmung der Aromaten bei Benzinen anwenden läßt und mit dem erfolgreich Sonderfragen im Bereich der höherkondensierten Aromaten bearbeitet werden konnten. Es ließ sich zeigen, daß Coronen $C_{24}H_{12}$
durch teilweise Hydrierung entweder in die
Struktur I oder
hydrierte Ringe
Struktur II  schraffiert

umgewandelt wird ~~werden~~. Bei I besitzt der nicht hydrierte Teil die gleiche Struktur wie Anthrazen und zeigt ein Absorptionsspektrum, das im wesentlichen mit dem des Anthrazens identisch ist. Analog wurde für ein anderes Hydrierungsprodukt die Struktur II erschlossen aus der Ähnlichkeit ihres Absorptionsspektrums mit dem des Phenanthrens.

Röntgenphysikalische Untersuchungsmethoden finden ebenfalls für analytische Arbeiten Anwendung und vorzugsweise für die Konstitutionsermittlung kristallisierter Stoffe. Aus der Beugung der Röntgenstrahlung im Kristallgitter gewinnen wir Aufschlüsse über die Anordnung der Atome im Kristall (Kristallstruktur) und über die Lage der einzelnen Kristalle in dem untersuchten Werkstoff (Faserstruktur). Die Strukturanalyse ermöglicht eine Be-

Bag Target
2170 30/4.C3

stimmung der Teilchengröße der submikroskopischen Primärteilchen, aus welchen ein Stoff aufgebaut ist (z.B. bei Ruß). Im Oppauer Röntgenlaboratorium sind Einrichtungen vorhanden, um alle Arten von Röntgenaufnahmen anzufertigen, Debeye-Scherrer-Aufnahmen, Faserdiagramme, Hoch- u.Tief-Temperatur-Aufnahmen, Drehkristall- u. Rückstrahlaufnahmen. Neben der seit Jahren durchgeführten Untersuchung von Katalysatoren und Düngemitteln hat in letzter Zeit die Prüfung von Kunststoffen erhöhte Bedeutung gewonnen. So konnte bei den Superpolyamiden die beim Strecken eintretende Verfestigung durch die Bildung einer Wasserstoffbindung zwischen benachbarten Molekülketten erklärt werden. Mit neuen verfeinerten wissenschaftlichen Methoden studierten Grimm, Brill, Peters u. Hermann die Elektronenverteilung an Salzen und Metallen und konnten so die grundlegenden Unterschiede zwischen der homöopolaren, heteropolaren, metallischen, und van der Waals'schen Bindung durch die räumliche Verteilung der Elektronendichte erkennen. Hierzu liegen Untersuchungen vor am Kochsalz, Diamant, Magnesium und Hexamethylentetramin.

Verschiedene Untersuchungen unseres Herrn Dr.Hochheim über das Reflexionsvermögen der Metalle führten zu einem Verfahren zur Herstellung von Metallspiegeln auf Glas durch Verdampfung im Hochvakuum. Die von ihm eingeführte Hochheim'sche Legierung bot gegenüber dem bis dahin benutzten Silber wesentliche Vorteile. Heute werden Metallspiegel nach diesem Verfahren in großem Umfang bis zu Abmessungen von 2 m ∅ betriebsmäßig hergestellt.

Im Anschluß an ausländische Vorarbeiten beschäftigten wir uns auch mit der Verdampfung von Salzen im Hochvakuum. Eine mit einer sehr dünnen Salzschicht versehene Glasplatte zeigt eine erhebliche Steigerung ihfer Lichtdurchlässigkeit. In Verbindung mit IG Wolfen und Camerawerk München bemühen wir uns um die Einführung dieser "unsichtbaren Gläser" bei der Konstruktion lichtstarker optischer Geräte.

Durch die Arbeiten von Dr.Hochheim wurde die Eignung des aus Eisencarbonyls hergestellten Eisenpulvers für die Herstellung von Massekernen für Pupinspulen erkannt. Seitdem wird die Eisenpulverfabrik Op. von uns bei der Herstellung und Prüfung ihrer

Bag Target
2170 30/4.03

Eisenpulversorten E u. H. laufend beraten, und in Zusammenarbeit mit zahlreichen auswärtigen Firmen wurden diese Pulver in die elektrische Nachrichtentechnik eingeführt. Als Massekerne für Pupinspulen spielen sie in der Fernsprech- und Fernmeldetechnik eine große Rolle, und als Massekerne mit geringen Verlusten haben sie für die drahtlose Telephonie und die Rundfunktechnik sehr große Bedeutung erlangt.

Von den katalytischen Arbeiten im Physikalischen Laboratorium Op. erwähnen wir nur die NH_3-Synthese mit extrem reinen Gasen. Durch das Studium der Vergiftung von Ammoniakkatalysatoren durch H_2S, PH_3, O_2 und CH_4 gewannen wir neue Erkenntnisse über die optimale Zusammensetzung eines Katalysators für den Ammoniakprozeß, der jetzt unter betriebsmäßigen Bedingungen erprobt werden soll. Neuere Untersuchungen über die Katalyswe wurden mit Hilfe der Emaniermethode ausgeführt, um Aufklärung über die inneren Oberflächen von Katalysatoren oder Trägersubstanzen für Kontakte zu gewinnen.

Aus vakuumtechnischen Arbeiten entstand im Laufe der Zeit eine umfangreiche Apparatur zur Molekulardestillation hochsiedender, wärmeempfindlicher Stoffe, die gegenwärtig für die Erzeugung von Apiezonölen benutzt wird. Apiezonöle sind Mineralöle mit äußerst niedrigem Dampfdruck, die in physikalischen Laboratorien, in der Röhren- und Fernsehtechnik, zum Betrieb von Diffusionsluftpumpen unentbehrlich geworden sind. Die Methoden der Molekulardestillation werden weiter ausgebaut für Anwendungen in zahlreichen Zweigen der organischen Chemie.

Fg. W. Kirkpl

Bag 2170 Target 30/4.03

250001239

Die Verwertung der UV - Absorption zur Analyse und Konstitutionsaufklärung organischer Stoffe.

Während die Stärke der Ramanmethode vor allem in der Bestimmung der Einzelstoffe liegt, lässt sich mit Hilfe der UV - Absorption in vielen Fällen eine einfache und sichere Gruppenanalyse (qualitativ und quantitativ) ausführen. Dabei scheiden allerdings die im bequem erreichbaren UV (bis 2000 Å) nicht absorbierende Stoffe, zu denen alle gesättigten Verbindungen u.a. Paraffine, Cycloparaffine und ungesättigte Verbindungen ohne konjugierte Doppelbindungen gehören, aus. Im Wesentlichen beschränkt sich die Anwendung auf aromatische Verbindungen einschliesslich kondensierter Ringsysteme, bei welchen der aromatische Ring als Chromophor wirkt, und auf Stoffe mit C=O-Gruppe. Aldehyde und Ketone z.B. haben, ohne Einfluss ihres sonstigen Baues, (Doppelbindung in Konjugation zur CO - Gruppe ausgenommen,) eine Absorptionsbande bei etwa 1700Å, deren Höhe bei verschiedenen Verbindungen ungefähr gleich ist, gleiche molare Konzentration vorausgesetzt. Liegen diese Stoffe in Mischung mit anderen, an derselben Stelle nicht absorbierenden Stoffen, z.B. Alkoholen vor, dann ist es leicht, den Gesamtgehalt qualitativ (auf etwa 10 rel.% genau) zu bestimmen. Die gesonderte Bestimmung mehrerer Ketone nebeneinander ist jedoch auf diesem Wege nicht möglich.

nicht quantitativ

Ähnlich liegen die Verhältnisse bei den Aromaten. Die Absorptionsspektren von Benzol, Toluol und Xylol (~~m + p +~~ o) unterscheiden sich noch so, dass eine (nicht sehr genaue) Einzelbestimmung dieser Stoffe nebeneinander gerade noch möglich ist. Die Spektren der höheren Benzolhomologen sind praktisch identisch und gestatten deshalb keine Einzelbestimmung. Dagegen ist es gerade aus diesem Grunde möglich, den Gesamtaromatengehalt eines Benzins (oder einer Benzinfraktion) auf diese Weise zu ermitteln. Diese Methode ist ganz einwandfrei, was bekanntlich von den anderen zu diesem Zweck angewandten Verfahren nicht gesagt werden kann. Die Genauigkeit ist 5 - 10 rel.% . Bei Benzinen, welche reich an höheren Olefinen mit konjugierten Doppelbindungen sind, deren Absorption stören würde, ist eine vorhergehende Entfernung dieser Stoffe nötig. Dies geschieht in einfacher Weise durch Schütteln (unter Eiskühlung) mit 80 %iger Schwefelsäure. Auf diese Weise wurde u.a. ein aromatisiertes Polymerbenzin (Dr. Schütze) untersucht.

Die Nachweisgrenzen bei diesem Verfahren liegen ausserordentlich gut. Benzolderivate können bis zu Konzentrationen von 10^{-5}, Naphtalin - und höher kondensierte Verbindungen bis zu 10^{-6} und weniger nachgewiesen werden. (Arbeiten für Dr. Fried.)

Während Benzol u. seine Substitutionsprodukte praktisch nahezu identische Absorptionsspektren haben, bestehen

Zwischen den Spektren von Benzol, Naphtalin, Anthracen, Phenantren und der höher kondensierten Ringe bestehen grosse Unterschiede. Substitution ändert wie beim Benzol nichts Wesentliches am Typ der Extinktionskurve und an der Höhe der Banden. Diese Tatsache verwerten wir - in gemeinsamer Arbeit mit den Hochdruckversuchen Lu (Dr. Fromherz) - zur Konstitutionsaufklärung und Analyse der Hydrierabschlämme. Sie bestehen fast ausschliesslich aus hochkondensierten Aromaten wie Coronen, Benzocoronen, Naphtocoronen, und aus Hydrierungsprodukten dieser Stoffe.

Bag Target
2170 30/4.03