

Versuchslaboratorium  
(einschließlich Technikum)

Dr. Herold  
Dr. Smeykal

OI. Dr. Sackmann  
Dr. Elbel  
DI. Weidmann (bis 30.9.41)  
DI. Bach  
Dr. Mauthner  
DI. Otto

Versuchslaboratorium einschl. Technikum

Im folgenden Bericht sind wiederum, wie in den letzten Jahren, nur die wichtigsten Arbeiten angeführt, d.h. solche, die entweder abgeschlossen sind oder sich in einem fortgeschrittenen Stand der Entwicklung befinden. Die Arbeiten erstrecken sich auf folgende Gebiete:

1. Treibstoffarbeiten.
2. Textilchemische Arbeiten.
3. Phenolölarbeiten.
4. Kunststoff- und Kunststoffvorproduktarbeiten.
5. Kohlenoxydarbeiten.
6. Katalysator- und physikalisch-chemische Arbeiten.

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

34,5 t Roh-Oktadecylamin,	geliefert an I.G. Wolfen/Farben und I.G.	
396 t Mesapon N,	für Werks- u. I.G.-Bedarf.	Höchst.
9 t Mepasinsulfonat konz.,	" I.G.-Bedarf.	
4 t Oxo-Alkohole,	" I.G. Ludwigshafen.	
1 t Mepasinsulfonsäureamid (Mesulfam),	" I.G.-Bedarf.	
0,96 t Propan rein, )	für verschiedene Stellen innerhalb und außerhalb der I.G.	
2,56 t n-Butan rein, )		
0,18 t i-Butan rein, )		

Infolge der Ausweitung der Versuchsarbeiten wurde eine zentrale Bearbeitung des Patent-, Literatur- und Vertragswesens für das Interessengebiet der Versuchslaboratorien notwendig (Dr. Brude und Frau DI. Dörr). 35 Neuanmeldungen wurden vorbereitet und dem Patentbüro zur weiteren Bearbeitung übergeben.

## Treibstoffarbeiten

Bearbeiter: Dr. Kaufmann, Dr. Barkow (ab 28.8.41), Dr. Hartmann, Dr. Hilberath (ab 1.2.41), Dr. Kühn, Dr. Motz (ab 5.11.41), Dr. Müller (bis 31.8.41), Dr. Nowotny, Dr. Pohl II, Dr. Strätz (bis Mitte März 41) Dr. Treuge, Dr. Welz.

### Arbeiten in 1941:

#### A) Katalytisches Kracken

Die gute Qualität (Überladbarkeit) des beim katalytischen Kracken entstehenden Fliegerbenzins und die demzufolge in Aussicht genommene Planung einer großtechnischen "K.K."-Anlage (in Moosbierbaum) ließen es seit etwa Mitte des Jahres erforderlich erscheinen, alle apparativen Durchführungsmöglichkeiten des katalytischen Krackens eingehend zu prüfen. Es wurden deshalb folgende drei Verfahrensmöglichkeiten des katalytischen Krackens in die Untersuchungen einbezogen: 1. mit festangeordnetem Kontakt, 2. mit zu Kugeln verformtem Kontakt im Schleusofen, 3. mit staubförmigem Kontakt in Gasphase.

1. Die früher nur in kleinen außenbeheizten 2-1-Öfen durchgeführten Versuche wurden durch solche in größeren unbeheizten Öfen von 10, 50 und 100 l Inhalt ergänzt.

Durch systematische Kontaktversuche (Dr. Kosterhon) wurde eine wesentliche Verbesserung des Spaltkatalysators (Aluminiumhydroxysilikat) erreicht, der jetzt nicht nur einwandfrei reproduzierbar ist, sondern auch eine außerordentliche, früher nicht erreichbare Formfestigkeit besitzt. Die aus paraffinbasischem rumänischen Mittelöl bei einem Durchsatz von 0,6 v/v/h und 20 Minuten Reaktionszeit erzielbaren Ausbeuten an Fliegerbenzin betragen bis zu 30 Gew.% vom Einsatz.

2. Die ungewöhnlich hohe Formfestigkeit des neuen Spaltkatalysators und die leichte Verformbarkeit waren die Veranlassung zur Aufnahme von Schleusversuchen. Eine komplette Schleusofenanlage, in welcher der Kontakt hintereinander die Wiederbelegungs- und die Krackzone (20 l) durchwandert, kommt im Januar 1942 zum Anfahren.

3. Nach Durchprüfung verschiedener Arbeitsmethoden wurde schließlich eine solche entwickelt ("Wellrohr"), die aussichtsreicher als bisher bekannte amerikanische erscheint. Die Versuche befinden sich noch im Anfangsstadium.

#### B) HF-Verfahren (Hydroforming)

Im Hinblick auf den weiteren Ausbau der HF-Anlage in Moosbierbaum (3 Ausbaustufen mit einer Gesamtproduktion von 250 000 Jato) und der DHD-Anlage Leuna wurden die Versuche, hauptsächlich die im halbtechnischen Maßstab (Großraumofen, Röhrenofen), besonders stark vorangetrieben.

Unbeheizter Großraumofen: Dem Wärmeverbrauch der HF-Reaktion wurde durch eine günstige Verteilung von 3 Katalysatoren mit abgestufter Aktivität vorteilhaft Rechnung getragen. Bei dieser Kontaktanordnung, die auch in Moosbierbaum I angewandt wird, sind bei gemischtbasischem rumänischen Benzin folgende Ergebnisse erzielbar: bei einem Durchsatz von 0,6 v/v/h und einer Reaktionszeit bis zu 15 Stunden ergibt sich eine HF-Benzinausbeute von 75 - 76 % (Aromatengehalt 50 Vol.%).

Röhrenofen: Die zahlreichen Versuche in diesem wärmetechnisch günstigeren Ofen lieferten die Unterlagen für Konstruktion und Bau der zweiten Ausbaustufe Moosbierbaum. Die im Röhrenofen erforderlichen Bedingungen und die dabei erzielbaren Ergebnisse sind annähernd denen im elektrisch beheizten Einrohröfen (Kleinöfen) gleichzusetzen.

Die Kontakt- und Produktstudien in den Kleinöfen wurden vervollständigt. Viele Versuche erforderten die richtige Auswahl und Herstellungsmethode der Tonerdebasis für den HF-Kontakt.

Die Überladbarkeit der HF-Benzine bei einem Aromatengehalt von 55 Vol.-% liegt im Luftüberschußgebiet bereits über, im Luftmangelgebiet gut im C<sub>3</sub>-Band.

### 3) Herstellung von extrem klopfesten Treibstoffen auf Basis von Hv-Gasfraktionen

Dehydrierung von Isobutan: Die halbtechnischen Versuche wurden abgeschlossen. Die Versuchsergebnisse werden in den inzwischen in Betrieb genommenen T 52-Produktionsanlagen praktisch ausgewertet (vgl. auch unter Dehydr. von n-Butan).

Dehydrierung von n-Butan: Die Entwicklung spezifischer, aktiver und auch formfester n-Butan-Dehydrierkontakte wurde systematisch fortgeführt. Der bisher beste Kontakt ist auf Basis peptisierter Aluminattonerde mit 7 - 12 % Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und 1 - 2 % K<sub>2</sub>O hergestellt und erreicht in Kurzversuchen n-Butan-Umsätze bis zu 40 % bei Ausbeuten von 87 - 93 %, im Dauerversuch über 500 reine Dehydrierstunden 33 %.

Die Kontakterfahrungen sowie alle übrigen, bei den zahlreichen Dehydrierversuchen gewonnenen Erkenntnisse bilden die Unterlagen zur Ausgestaltung der Dehydrierstufe des AT 244-Verfahrens.

Für Isobutan sind die beschriebenen Kontakte ebenfalls geeignet und liefern entsprechend höhere Werte als der jetzige Betriebskontakt 5063.

Isomerisierung von n-Butan: Die Isomerisierung mit Wolframsulfid als Katalysator unter Hochdruck wurde abgeschlossen. Die Isomerisierung mit Aluminiumchlorid-Kontakten wurde eingehend bearbeitet. Nach sorgfältiger Ausprüfung von Schmelz- und Sublimationskontakten mit verschiedensten Trägern ergaben die handelsüblichen, technischen Aluminiumchlorid-Stücke die besten Resultate: Bei einer Kontaktbelastung von 2 (Vol. flüssig) wurden Umsätze von 35 - 40 %, bei Ausbeuten von ca. 95 % erreicht. Der Kontaktverbrauch schwankte zwischen 0,6 - 0,8 % Aluminiumchlorid auf hergestelltes i-Butan.

Die halbtechnische Anlage in Me 52 (120-l-Ofen mit 40 l Kontakt, Ø 250 mm, Fließschema im Jahresbericht 1940) reproduzierte mit solchem Aluminiumchlorid nach anfänglichen Schwierigkeiten (Korrosion durch nicht absolut trockne Apparateile) die im kleinen erzielten Ergebnisse. Fahrbedingungen und Zusatzapparatur wurden weiter entwickelt. Die erzielten Ergebnisse und gewonnenen Erfahrungen dienen jetzt als Unterlagen zum Bau der technischen Isomerisieranlagen im Rahmen der AT 244-Projekte.

Alkylierung von Isobutan mit Butylenen mittels Schwefelsäure: Zwecks Auffinden des für die Alkylierung günstigsten Reaktionsraumes wurden mehrere Apparaturen in Me 244 und Me 52 gebaut, in denen die Emulgierung von Schwefelsäure mit den Kohlenwasserstoffen nach verschiedenen Prinzipien (Rührer, Düsen, Orifice-Kol.) durchgeführt wurde. Der Rührbehälter erzielte bei günstigster Wirtschaftlichkeit beste Produkte und geringsten Schwefelsäureverbrauch. Ein Großversuch (7 t Alkylat/Tag) bestätigte die in kleineren Apparaturen erzielten Ergebnisse.

Zur Konstruktion der AT 244-Projekte konnten nach Abschluß obiger Versuche folgende Unterlagen für die Alkylierung von Isobutan mit n-Butylen angegeben werden: 1. Reaktionsraum: Rührbehälter mit Plattenrührer. Verhältnis von Behälterdurchmesser zur Höhe der Emulsionsschicht = 1:1 bis 1:2. 2. Wärmeabfuhr: Butanverdampfung im Reaktionsraum. 3. Reaktionstemperatur: um 0°C. 4. Verweilzeit der Kohlenwasserstoffe im Reaktionsraum: 40 - 60 Minuten. 5. Schwefelsäureverbrauch: 6 - 10 %, bezogen auf hergestelltes Alkylat. 6. Zusammensetzung der Emulsion im Reaktionsraum: Schwefelsäure : Kohlenwasserstoffe = 1:1. 7. Absitzzeit der Emulsion im Abscheider: 2 - 3 Stunden. 8. Günstigste Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe im Reaktionsraum (bei ca. 22 % Butylen im Dehydriergas): Alkylat: 15 - 20 Vol.%, Isobutan: mindestens 45 Vol.%, n-Butan und Propan: höchstens 40 Vol.%. 9. Ausbeute: 220 %, bezogen auf eingesetztes Olefin. 10. Eigenschaften des unter diesen Bedingungen erzielten, stabilisierten und auf 1 - 2 % Rückstand redestillierten Alkylates: a) Dichte bei 15°C: 0,709, b) Oktanzahl (Motormethode): 94 - 95, c) Überladbarkeit: 1/2 - 1 Atm. unter Me 52.

Verschiedene Alkylate aus  $\beta$ -,  $\alpha$ - und i-Butylen sowie aus Polymerbenzin und Butylen-Propylen-Gemischen wurden hergestellt und auf ihre Eigenschaften geprüft. Alkylate aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Butylen sind gleichwertig. Die Alkylierung von Isobutylen erfordert höhere Isobutankonzentrationen (70 % statt 45 %), um ähnliche Produkteigenschaften zu erzielen. Die Alkylierung mit Polymerbenzin (Ruhland) benötigt einen Schwefelsäureverbrauch von 25 %. Die Oktanzahl (M.M.) der bis 170°C siedenden Anteile dieses Rohalkylates (87 %) beträgt 88.

Bei der Alkylierung von Butylen-Propylen-Gemischen ist ein Gehalt von 10-15% Propylen ohne wesentliche Verschlechterung der Alkylatqualität zulässig.

Konzentrierung von Butylen aus Butandehydrier gas mit 50%iger Silbernitratlösung: Anreiz für eine Konzentrierung, insbesondere für eine Reindarstellung von Butylen lag 1. in der erheblichen Verminderung der Destillationskosten bei der Alkylierung, 2. in der Verbesserung der Alkylatqualität (höherer Isobutanspiegel) und 3. in der Schaffung einer neuen Basis für organische Synthesen (Butadien, Isopren, Alkylchloride usw.). Als bestes Absorptionsmittel für Butylene erwies sich eine 50%ige Silbernitrat-Lösung, deren Anwendung durch die Möglichkeit einer Extraktion des Butylens aus der Silbernitrat-Lösung mit Isobutan oder höheren Kohlenwasserstoffen besonders vorteilhaft erschien. Auf Grund der in zahlreichen Laboratoriumsversuchen ermittelten Absorptions- sowie Extraktionsgleichgewichte und der hohen Absorptions- und Extraktionsgeschwindigkeit wurde eine halbtechnische Anlage für 100 l/h (flüssig) Butan-Butylen-Gemisch erstellt, die jetzt in Betrieb genommen wird.

Trocknung von Butan: Da die Verarbeitung von nassem Butan in der Alkylierung den Schwefelsäure-Verbrauch stark erhöhen würde, war es notwendig, die wirtschaftlichste technische Trocknungsmethode für Butan zu ermitteln. Das in letzter Zeit festgestellte Azeotrop Propan-H<sub>2</sub>O wird wahrscheinlich bei geschickter Anwendung dieses Befundes andere bekannte Trockenmittel überflüssig machen.

#### Arbeiten für 1942:

Für das katalytische Kracken sollen alle drei Verfahrensmöglichkeiten eingehend bearbeitet werden und die 1-m<sup>3</sup>-Versuchsanlage, die statt in Preßburg in Leuna geplant wird, in Betrieb genommen werden.

Beim HF-Verfahren werden abschließende Versuche zur Verbesserung der Ergebnisse im Röhrenofen und weitere Kontaktversuche unternommen werden.

Zur Isomerisierung von n-Butan werden Versuche mit einem Ofen von 500 mm  $\phi$  und weitere Arbeiten zur technischen Ausgestaltung des Verfahrens durchgeführt werden.

Die Arbeiten über Isobutanalkylierung werden nach Durchführung von Bilanzversuchen und Produktstudien voraussichtlich abgeschlossen werden.

Die Konzentrierung von n-Butylen wird in einer halbtechnischen Apparatur (Kaskadenprinzip) ausgeführt werden.

## Textilchemische Arbeiten

Bearbeiter: Dr. Asinger, Dr. Richter, Dr. Ebeneder, Dr. Eckoldt, Dr. Rennhak,  
Dr. Heller, Dr. Naggatz, Dr. Böck (bis 1.4.41), Dr. Schmidt (bis 1.4.41),  
Dr. Breywisch (bis 1.7.41).

### Arbeiten in 1941:

#### A) Chlorierung von Hy-Gasen

Die Arbeiten in Laboratorium brachten einige Verbesserungen in bezug auf die Gewinnung der Disulfochloride von Propan und n-Butan. Durch Abkühlen der Umlauf-tetralösung auf etwa  $-10^{\circ}\text{C}$  fällt bei der Verarbeitung von Propan ein Großteil des Trimethylendisulfochlorides aus. Das nach dem Abdestillieren des Tetras hinterbleibende Gemisch aus Propanmonosulfochlorid, Chlorpropansulfochlorid und Propan-disulfochlorid wird durch schonende Destillation mit überhitztem Wasserdampf im Vakuum in ein Destillat, enthaltend Propanmonosulfochlorid und Chlorpropansulfochlorid und einen Rückstand aus Propandisulfochlorid, getrennt. Beim n-Butan ist das Ausblaseverfahren noch vorteilhafter.

Die Arbeiten zur Konstitutionsaufklärung der Sulfochlorierungsprodukte von Isobutan ergaben das Fehlen des tert. Butansulfochlorides, so daß bei der Sulfochlorierung von Isobutan ein einheitliches Produkt, nämlich das primäre Isobutan-sulfochlorid, entsteht. Ein Disulfochlorid konnte nicht aufgefunden werden. In-folge der Fertigstellung der Produktionsanlage wurde die halbtechnische Versuchs-anlage abgebrochen. Weitere Versuche zur Drucksulfochlorierung von Methan haben die Ausbeuten von 40 % Methansulfochlorid, berechnet auf das eingeleitete Chlor, bestätigt.

#### B) Chlorierung von Mineralölen

Die Versuche zur Verarbeitung der bei der Erdölsulfochlorierung anfallenden Rücköle auf dem Wege der Entchlorierung, Hydrierung und des Wiedereinsatzes hatten ein positives Ergebnis. Es wurde keine selektive Sulfochlorierung der einzelnen Bestandteile des hydrierten Erdöles beobachtet.

Einen wesentlichen Fortschritt brachte die Zerlegung der Roherdölfraction mit flüssigem Schwefeldioxyd bei etwa  $+35^{\circ}\text{C}$  in ein paraffinreiches Raffinat und einen naphthen- und aromatenreichen Extrakt. Die Ausbeute beträgt bisher etwa 50 % an Raffinat. Durch Hydrierung wird eine weitere Reinigung des Raffinats erzielt. Der Extrakt soll als Dieselöl, gegebenenfalls unter Zusatz von Ölen mit hoher Cetanzahl, verwendet werden.

Die Raffinate lassen sich bis jetzt mindestens zweimal der Halbsulfochlorie-rung unterwerfen und liefern ein in Qualität und Farbe befriedigendes Sulfonat. Das endgültige Urteil über die Einsatzfähigkeit der Erdölraffinate hängt von dem Ergebnis der soeben begonnenen halbtechnischen Versuche ab.

Die Versuche zur Schwefeldioxyd-Extraktion der Halbsulfochloride werden fort-gesetzt. Die halbtechnische Versuchsapparatur lieferte bei Einsatz von Mersol H aus Mepasin durchschnittlich einen etwa 94 - 95%igen Extrakt.

Die Bereitschaft der Seifenindustrie, auch schon verseiftes Mersol (Merso-lat) aufzunehmen, führte zur Entwicklung eines neuen Herstellungsverfahrens von Mepasinsulfonat. Es besteht in der Aussalzung des Natriumsulfonats mit Hilfe des bei der Verseifung des Sulfochlorides mit 5%iger Natronlauge anfallenden Koch-salzes, Abschleudern des Sulfonatleims von Resten von Kochsalzlösung und Ausbla-sen des Neutralöls aus der Sulfonatpaste mit überhitztem Wasserdampf (etwa  $150^{\circ}$ ) in einer Spezialapparatur. Man erhält dadurch gleichzeitig ein fast kochsalzfrei-es Mersolat, so daß durch diese Maßnahmen nach dem derzeitigen Stand der Erkennt-

nisse das beste Waschmittel, das mit Hilfe der Sulfochlorierung aus Mepasin hergestellt werden kann, erzeugt wird. Für die Zwecke der Emulsionspolymerisation kann statt des früheren Methanolextraktionsverfahrens von Mesapon N obige Arbeitsweise mit kleinen Abänderungen ebenfalls angewandt werden.

Die Herstellung von Mesulfam (Mepasinsulfosäureamid) wurde weiter verbessert. Es kann jetzt durch Ausblasen mit überhitztem Wasserdampf praktisch neutralölfrei hergestellt werden.

#### Arbeiten für 1942:

Auf dem Gebiet der Gaschlorierung werden weitere Versuche zur Verbesserung der Sulfochlorierung niedrigmolekularer Alkylchloride im Hinblick auf die Sulfonherstellung durchgeführt werden.

Auf dem Gebiet der Ölchlorierung wird die Erdölsulfochlorierung und das Mesolatgewinnungsverfahren sowie die Extraktion von Halbsulfochlorid durch Anwendung zweier Lösungsmittel weiter bearbeitet werden.

## Phenolölarbeiten

Bearbeiter: Dr. Meier, Dr. Klopfer

### Arbeiten in 1941:

A) Die Bearbeitung der Entmethylierung von Kresolen zu Karbolsäure erbrachte als wichtigsten Fortschritt die Auffindung des Bariumsilikatkontaktes ( $\text{BaO} \cdot 5\text{SiO}_2 + 1\% \text{CoO}$ ), der gestattet, bei  $600^\circ\text{C}$  und 100 at 52 % des Kresols in Karbolsäure umzuwandeln. Der Rest des Kresols und ein kleiner Teil der Karbolsäure werden zu Toluol und Benzol reduziert. Cycloparaffine entstehen nicht.

B) Die Arbeiten über die Hydrierung des Benzols zu Cyclohexan wurden abgeschlossen. Es gelang, aus dem technischen „Benzol gereinigt“ bei  $275^\circ\text{C}$  und 200 at Druck bei halber Belastung und einem sehr großen Überschuß von Wasserstoff ( $35 \text{ m}^3 \text{ H}_2/\text{kg}$  Benzol) mit dem Kontakt 3076 ein Cyclohexan herzustellen, das weniger als 0,1 % Benzol enthält. Gleichzeitig sinkt der Schwefelgehalt von 0,3 - 0,4 % im Ausgangsbenzol auf 0,002 % im Rohanfall.

Bei der Hydrierung von Benzol sowie beim Überleiten von Cyclohexandämpfen über den Kontakt 5058 tritt bei  $375^\circ\text{C}$ , 200 at und halber Belastung zu 80 - 85 % Isomerisierung zu Methylcyclopentan ein. Nebenher ist zu 5 - 10 % Ringspaltung (zu Methylpentenen und n-Hexan) zu beobachten, die durch Erniedrigung der Isomerisierungstemperatur auf  $360^\circ$  bei Bildung von 60 % Methylcyclopentan völlig vermieden werden kann. Methylcyclohexan und Dekalin lassen sich auf gleiche Weise in Dimethylcyclopentan bzw. Methylhydrindan überführen.

Methylcyclopentan läßt sich durch Aluminiumchlorid und Salzsäure bei  $100^\circ\text{C}$  und 15 at wieder in Cyclohexan überführen. Es wird versucht werden, aus Methylcyclohexan bzw. Dimethylcyclohexan Cyclopentan bzw. Cyclooctan zu gewinnen, die als Ausgangsmaterial für höhere Dicarbonsäuren dienen können.

Bei der Chlorierung des Cyclohexans wurde bei verschiedenen Temperaturen und weitgehend variiertem Molverhältnis ein erheblicher Anteil Dichlorcyclohexan gebildet, und zwar entstand auf 4 Teile Monochlorcyclohexan etwa 1 Teil des Dichlorproduktes. Das Chlorcyclohexan ließ sich leicht durch Salzsäureabspaltung über Bauxit bei  $300^\circ\text{C}$  in Cyclohexan überführen.

Die Sinterkontakte für die Dehydrierung von Anolen zu den entsprechenden Anonen hatten teilweise eine sehr gute Wirksamkeit, zeigten aber leider noch mangelhafte Reproduzierbarkeit.

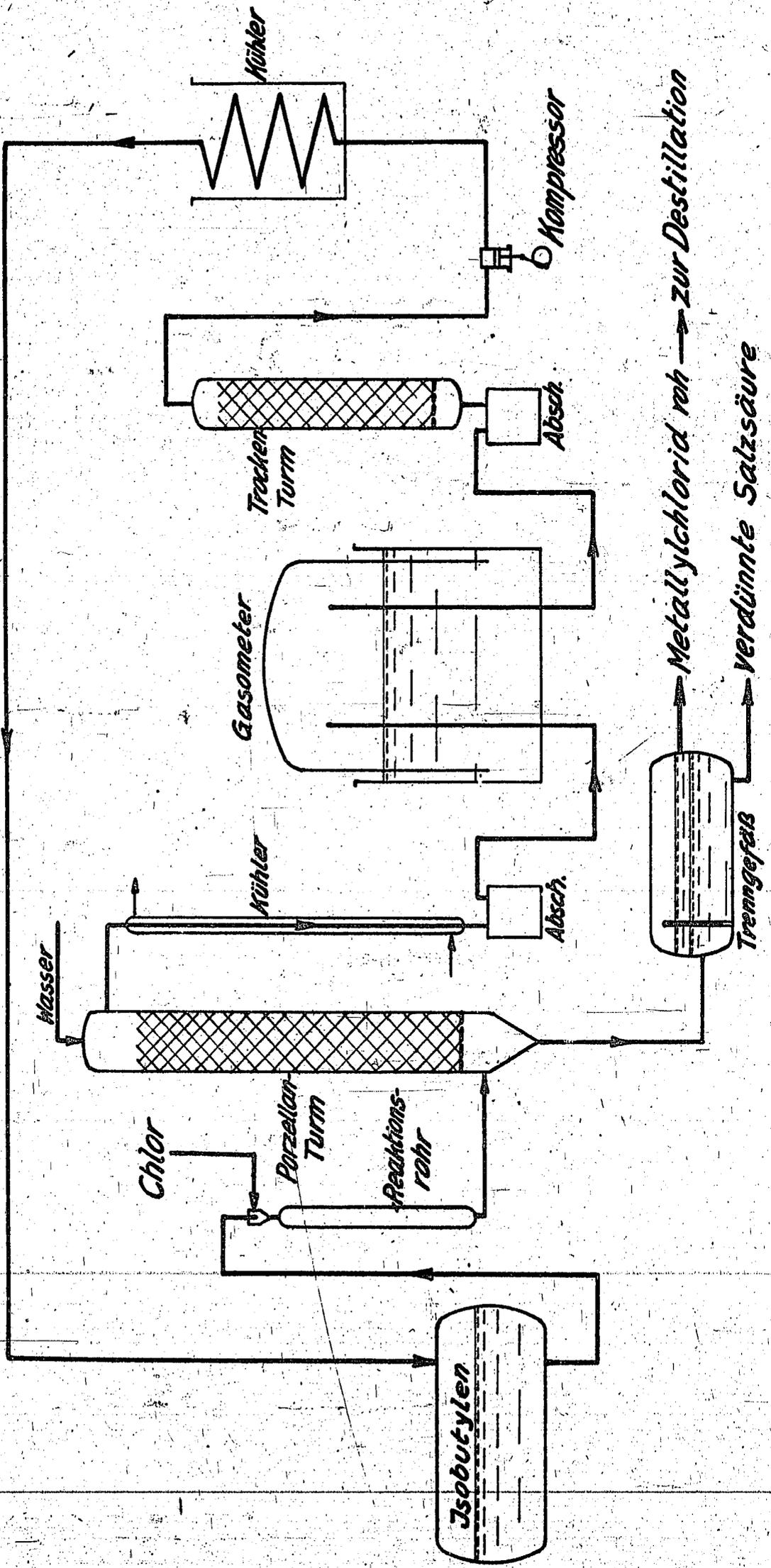
Schließlich wurden Alkyларомaten mit Formalin in Gegenwart von starker Schwefelsäure zu sauerstoffhaltigen Ölen kondensiert, die als Weichmacher oder Zusatzöle für Igelite dienen sollten. Die erhaltenen Felle waren aber weniger elastisch und kältebeständig als üblich.

Aus Rositzer Teeröl hergestellte Fraktionen vom Siedebereich  $175 - 195^\circ\text{C}$  und  $175 - 200^\circ\text{C}$ , die 26 bzw. 34 % Phenole enthielten, wurden zur Entfernung des Neutralöles nach einem schon früher von Leuna angewendeten und erneut von Leverkusen vorgeschlagenen Verfahren der Wasserdampfdestillation unterworfen. Hierbei blieben 60 % der vorhandenen Phenole im Rückstand, der bei einem Dampfverbrauch von 15 - 17 kg/kg Rohphenol stets noch etwa 10 % Neutralöl enthielt, während die restlichen 40 % der Phenole mit dem Wasserdampf und dem Neutralöl übergangen.

### Arbeiten für 1942:

Verschiedene Vorarbeiten für Kunststoffvorprodukte werden durchgeführt werden.

# Isobutylene-Chlorierung.



## Kunststoff- und Kunststoffvorproduktarbeiten

Bearbeiter: Dr. v. d. Horst, Dr. Meier (teilweise), Dr. Striegler, Dr. Dierichs, Dr. Peinze, Dr. Andreas (ab 1.6.41), Dr. Falkenberg (ab 1.3.41).

### Arbeiten in 1941:

#### A) Hilfsprodukte für das Igelitgebiet

Durch systematische Änderung der Sulfochlorid- und der Phenolkomponente beim Mesamoll wurden die Zusammenhänge zwischen der Konstitution und den weichmachenden und gelierenden Eigenschaften der Mepasinsulfosäurephenylester festgestellt. Die Ergebnisse konnten in der Fabrikation mit Erfolg verwertet werden, so daß nunmehr das Mesamoll bei den Abnehmern innerhalb und außerhalb der I.G. den geforderten Ansprüchen genügt. Die Entwicklungsarbeiten auf diesem Gebiet sind damit zu einem gewissen Abschluß gelangt.

Durch Kombination des Vorkühleröls der Rückstandsaufbereitung der Hydrierung mit Igelit PCU und Weichmachern, wie Mesamoll, Palatinol usw., wurden in zahlreichen und breit angelegten Versuchsserien neuartige weichgummiähnliche Massen entwickelt. Als Anwendungsgebiet derselben kommen Schuhsohlen und Absätze, Fahrraddecken und Schläuche, Dichtungen usw. in Frage, wobei teilweise in enger Fühlung mit den betreffenden I.G.-Stellen in Bitterfeld und Schkopau gearbeitet wurde. Das Vorkühleröl wurde unter der Bezeichnung "Melastol" als Elastikator bei der Kuteko angemeldet.

#### B) Vorprodukte für das Polyamid- und Polyurethanegebiet

Diamine auf Adipinsäurebasis: Das Verfahren zur Herstellung von Adiponitril aus Adipinsäure und Ammoniak mit Wolframsäure als Katalysator wurde in Kleinversuchen weiter bearbeitet. Die 30-Moto-Anlage konnte wegen vordringlicher Projekte noch nicht fertiggestellt werden. Das Dinitril konnte mit Raneykobalt in Kleinversuchen glatt zum Diamin hydriert werden. Im Rahmen des Kunststoffvorprodukteprogramms sind Planungen für 300 Moto Dinitril und Diamin für Leuna bzw. Schkopau in Vorbereitung. In kleinem Maßstab wurde aus Methyladipinsäure über das Dinitril auch das Methylhexamethyldiamin hergestellt.

Diamin auf Isobutylenbasis: Der Weg Isobutylen → Isobutenylchlorid → Diisobutenylchlorid → Dichloroktan → 1,5 Diamino 2, 4, 4 Trimethylpenten wurde weiterverfolgt. Die Chlorierung zum Isobutenylchlorid ("Methallylchlorid"), die in einer halbtechnischen Apparatur durchgeführt wurde (vergl. Zeichnung), verlief mit 91 % Ausbeute, wenn das als Nebenprodukt auftretende Isobutylenchlorid durch thermische Spaltung in Isobutenylchlorid übergeführt wurde. Die Dimerisierung zum Dichlorid wurde ohne Schwierigkeiten auch in größeren Ansätzen bis zu 100 l durchgeführt.

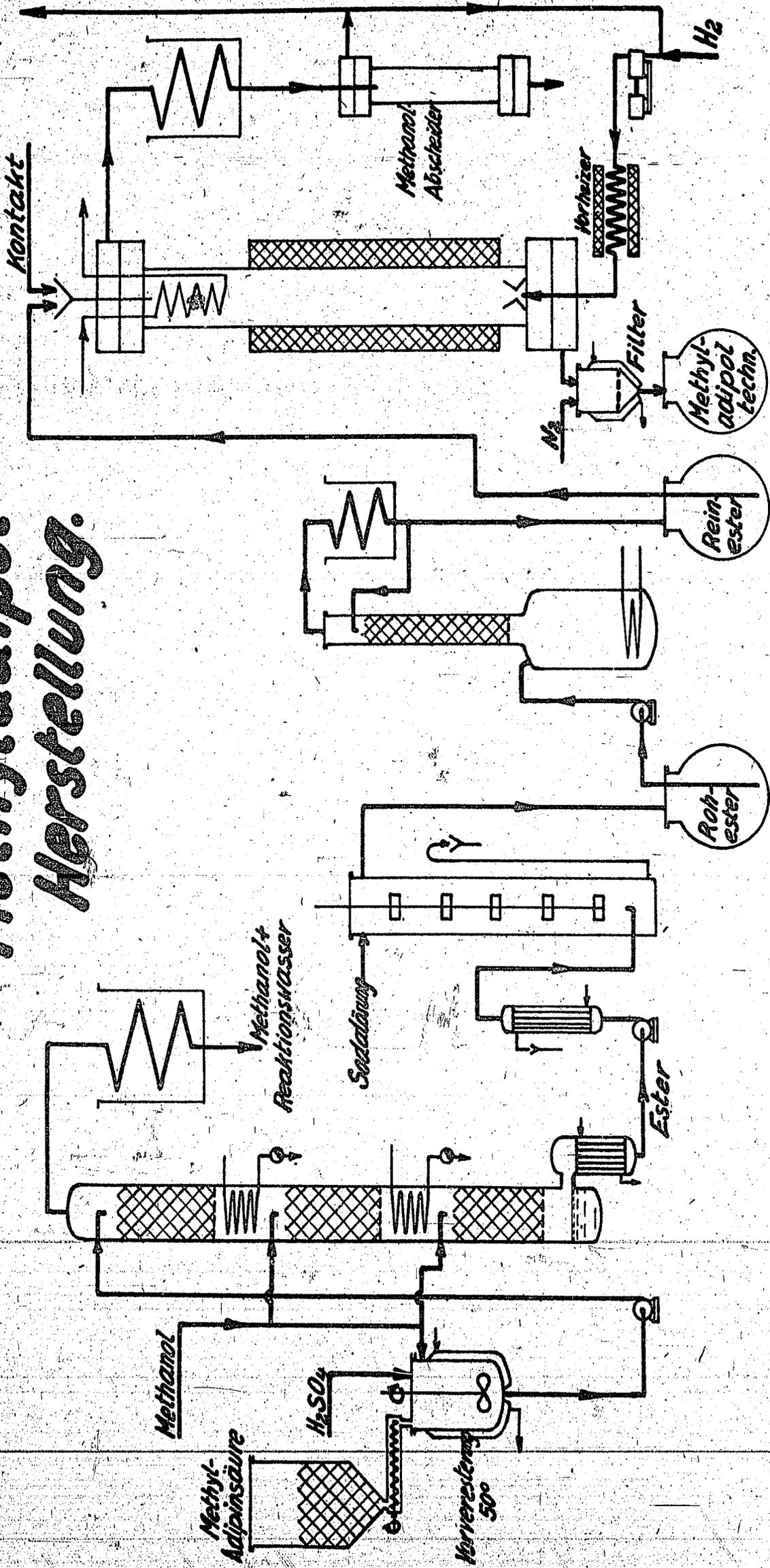
Adipol- und Methyladipolherstellung: Die Reduktion des Adipin- bzw. Methyladipinsäuremethylesters mit Wasserstoff und Barium-Kupfer-Chromit als Katalysator gelingt nunmehr auch in größeren Ansätzen in einer Sumpffphasehydrierapparatur unter Anwendung eines Wasserstoffumlaufes. In einer kleinen halbtechnischen Apparatur (vergl. Zeichnung) für 40-kg-Ansätze wurden bei der Herstellung von Adipol 97 %, bei der Herstellung von Methyladipol 90 % Ausbeute erzielt. Methyladipol eignet sich ausgezeichnet als Diolkomponente bei der Herstellung von Igamid UL (Kunstleder).

#### C) Methallylderivate

Die leichte Zugänglichkeit des Methallylchlorides war die Veranlassung zu zahlreichen Versuchen zur Herstellung weiterer Kunststoffzwischenprodukte mit bifunktionellen Gruppen. Durch Verknüpfung von 2 Mol Methallylchlorid wurde Dimethylhexadien durch Austausch des Halogens Methallylcyanid, Methallylalkohol und Methallylamin hergestellt. Die Arbeiten befinden sich noch in der Entwicklung.

# Methyladipol- Herstellung.

Versuchslabor



Veresterung

Wäsche

Ester-Destillation Methyladipol-Herstellung

#### D) Chlorierung von Crotonaldehyd

Neu aufgenommen wurde die Chlorierung von Crotonaldehyd mit dem Ziel, das  $\gamma$ -Chlorid zu erhalten, um so einen zu vielen Reaktionen fähigen Körper zu gewinnen. Es zeigte sich aber, daß Chlorierung nur in  $\alpha$ -Stellung eintrat. Primär entsteht durch Chloranlagerung Dichlorbutyraldehyd, der dann Salzsäure abspaltet.

Beim Chlorieren unter verschiedenen Bedingungen wurde bei Temperaturen bis 350°C stets nur  $\alpha$ -Chlorcrotonaldehyd im Gemisch mit mehr oder weniger Dichlorbutyraldehyd erhalten. Daher sollte das Crotonaldehyd-dimethylacetal hergestellt werden, das vielleicht der  $\gamma$ -Chlorierung zugänglich ist. Durch Acetalisierung von Crotonaldehyd mit Chlorwasserstoff als Katalysator wurde  $\beta$ -Chlorbutyraldehyd-dimethylacetal erhalten. Es gelang nicht, durch Salzsäure-Abspaltung daraus das Crotonaldehyd-dimethylacetal herzustellen. Bei der Acetalisierung mit Schwefelsäure entstand  $\beta$ -Methoxybutyraldehyd-dimethylacetal, das durch Methanolabspaltung nicht in Crotonaldehyd-dimethylacetal, sondern in 1-Methoxy-butadien überging. Es wird versucht, das Crotonaldehydacetal aus Aldolacetal zu erhalten.

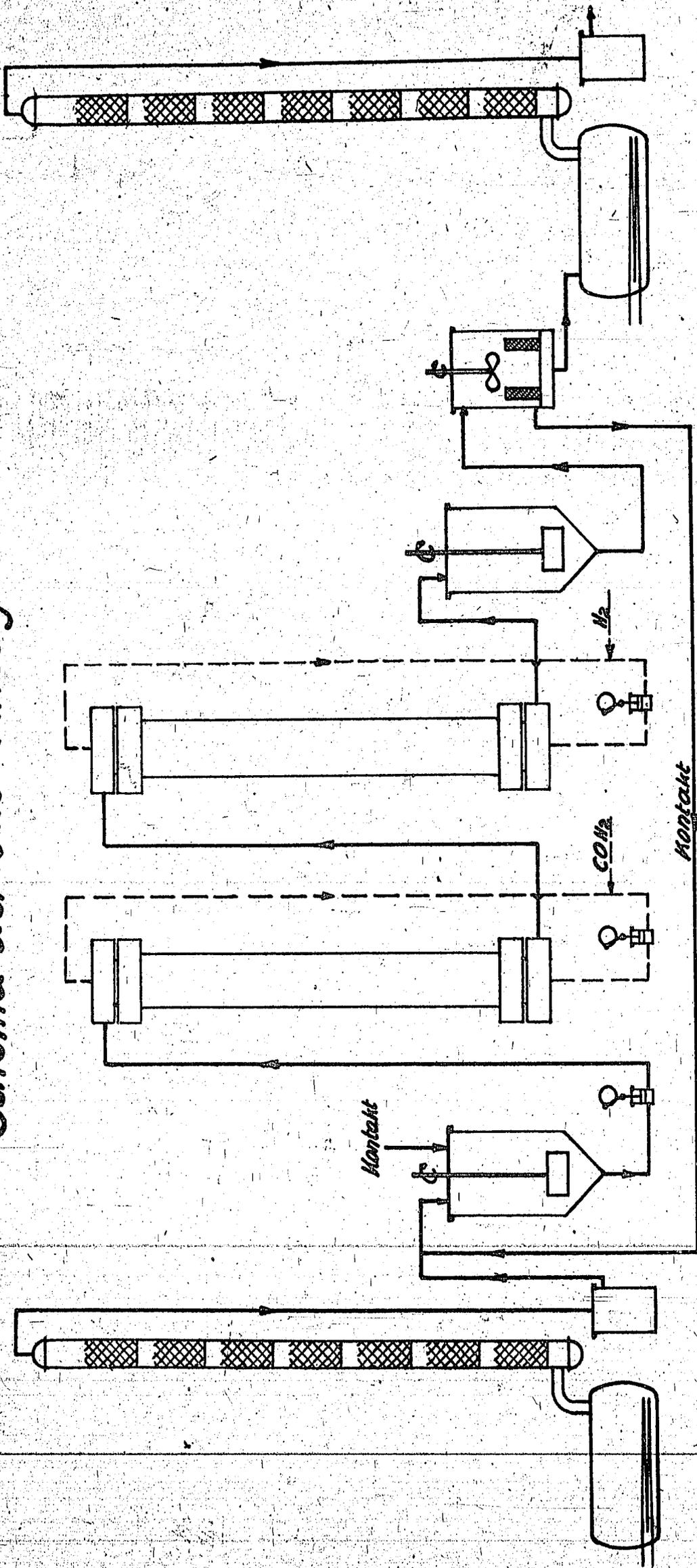
#### Arbeiten für 1942:

Weitere anwendungstechnische Versuche mit Melastol und ähnlichen Produkten sollen durchgeführt werden.

Die 30-Moto-Adipinsäure-dinitril-Versuchsanlage wird in Betrieb genommen werden und die Methyladipolherstellung im halbtechnischen Maßstabe und Planung der 50-Moto-Betriebsanlage.

Studium des Einsatzes der Methallyl-derivate im Kunststoffgebiet.

# Schema der Oxo-Anlage.



Fraktionierung  
des Roh-Olefins

Anmischung  
mit Kontakt

Oxo-Stufe 200atü  
Bildung der Aldehyde

Hy-Stufe 200atü  
Bildung d. Alkohole

Filter  
10atü

Destillation  
der Alkohole

## Kohlenoxydarbeiten

Bearbeiter: Dr. Wenzel, Dr. Berg, Dr. Breywisch (ab 15.7.41), Dr. Gemasmer, Dr. Meusel (teilweise ab 1.7.41), Dr. Peinze (1.4.41 - 1.12.41), Dr. Poblath (ab 15.9.41), Dr. Reisinger, Dr. Wintzer.

### Arbeiten in 1941:

#### A) Oxo-Versuche:

Oxo-Reaktion allgemein: Die Anwendung der Oxo-Reaktion auf verschiedene Ausgangsmaterialien wurde untersucht, wie Olefinalkohole, Diolefine, Olefincarbonsäuren sowie technisch anfallende Olefingemische, z.B. Synolprodukt, Neutralöl der Leuna-Carbonsäurefabrik und dgl. Das Verfahren wurde sowohl mit den üblichen Ruhrchemie- und mit neuen Kontakten in Aufschlammung als auch mit festangeordneten Kontakten weiter entwickelt. Bei letzteren wurden besonders mit rein metallischen Cu-Co-Kontakten ohne Träger erhebliche Fortschritte erzielt.

Laborarbeiten zur Produkterfassung und -verarbeitung: Die Versuche, nur die Oxo-Reaktion durchzuführen und die Aldehyde für sich zu gewinnen, gelangen nur zum Teil. Durch partielle Vergiftung des Katalysators konnte die Hydrierung der Aldehyde bei der Oxo-Reaktion stark herabgedrückt und die Aldehyde dadurch weitgehend erhalten werden. Jedoch gelang ihre Isolierung oder Überführung in andere gewünschte Produkte noch nicht befriedigend. Die Überführung von Aldehyden und Alkoholen in Säuren durch Verschmelzen mit Alkalien wurde bearbeitet. Die Überführung von Diolefinen in Diole gelang, aber mit noch unbefriedigender Ausbeute.

Technische Durchführung des Verfahrens: Die kontinuierliche Fahrweise wurde in einem Sumpffphase-Maischofen mit 9 l Inhalt befriedigend durchgeführt. Die technische Versuchsanlage 458a wurde fertiggestellt und ist seit Sommer in Betrieb genommen. Sie hat bis jetzt ihre ursprüngliche Aufgabe, Vorarbeiten für die Produktionsanlage der Oxogesellschaft durchzuführen, erfüllt. Die Anlage ist für eine Leistung von 0,5 Tatro Alkohole wie folgt ausgestattet: 2 Destillationsblasen mit 10 bzw. 30 m<sup>3</sup> und 20 m langer Fraktionierkolonne, 6 Hochdrucköfen zu je 250 l (Skizze).

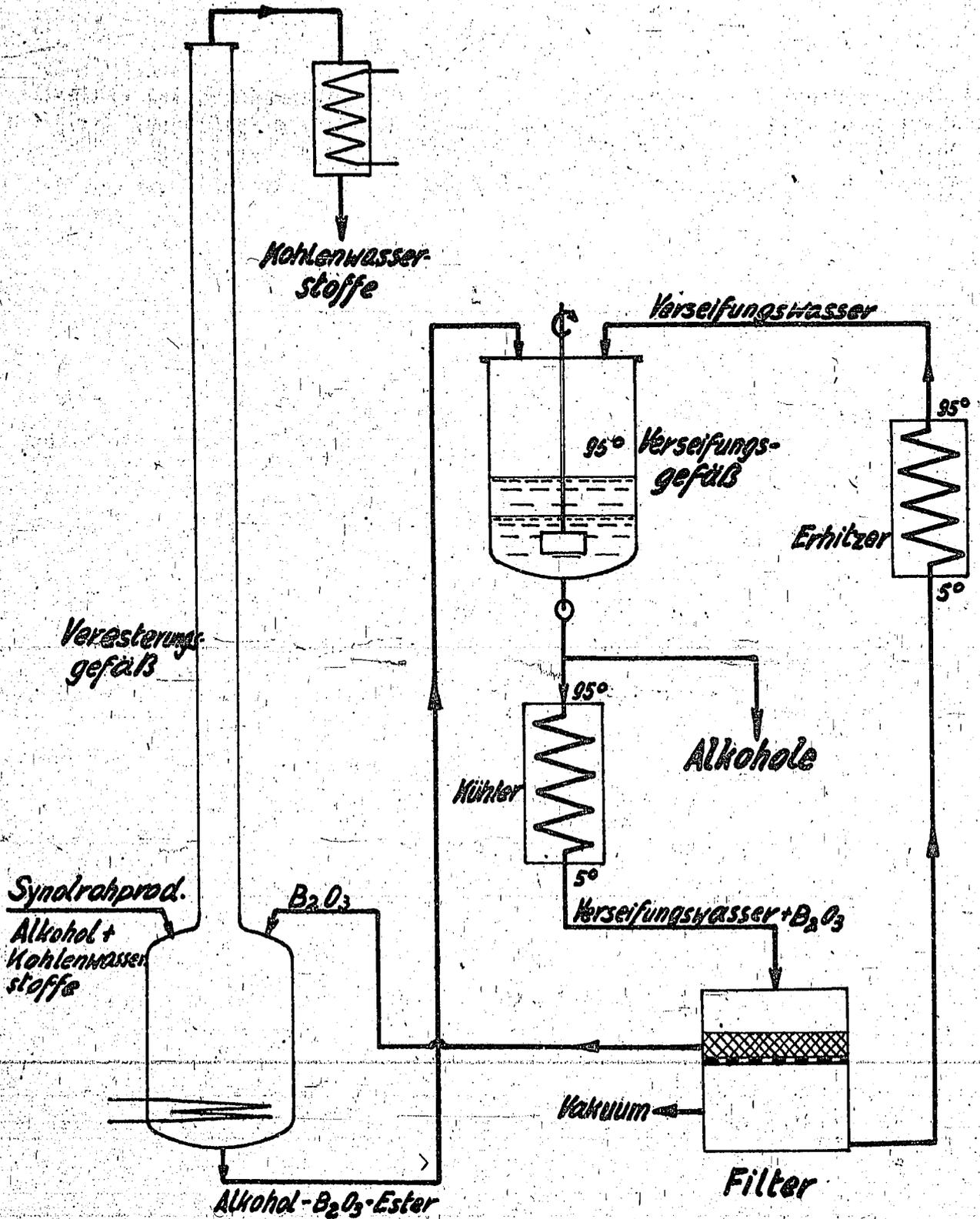
Für die geplante Fahrweise der Ruhrchemie in einzelnen Chargen wurden bereits wertvolle Erfahrungen gesammelt und ursprüngliche Mängel beseitigt, z.B. Filtration, Anmischen des Kontaktes, Wärmeabführung, Hydrierung und dgl. Darüber hinaus wurde begonnen, mit der Anlage kontinuierlich zu fahren.

#### B) Synol-Versuche (früher K.W.Sy.-Versuche)

In Verfolgung des Hauptzieles, einen möglichst hohen prozentualen Anteil von Alkoholen zu synthetisieren, wurden die dafür notwendigen optimalen Bedingungen - zum großen Teil in Versuchen in Me. 776 - ermittelt: z.B. Kontaktschichthöhe bis 2 m; Gasbelastung 1 : 150 bis 1 : 250; Gasumsatz: max. 15 % CO<sub>2</sub>-Neubildung pro Stufe; Stufenzahl: für Synolsynthese etwa 4. Ein großer Fortschritt wurde durch genaues Studium der Reduktionsbedingungen erzielt: außer der Verkürzung der Reduktionszeit von 21 auf 2 Tage wurde die Herabsetzung der Synthesetemperatur von 250 auf 200°C und damit die Anwendung von druckwassergekühlten Öfen ermöglicht.

Durch Laboratoriumsarbeiten wurden unsere Erkenntnisse über die Syntheseprodukte vertieft und unter anderem festgestellt, daß außer Alkoholen, Säuren, Estern und Ketonen (letztere in kleiner Menge) keine wesentlichen Mengen anderer sauerstoffhaltiger Verbindungen in dem Produkt enthalten sind. Es wurden die zweckmäßigsten Bedingungen für die Veredelung und Weiterbehandlung der Produkte (Verseifung der Ester, Beseitigung der Säuren, schonendste Destillation im Vakuum mit Wasserdampf und dgl.) erarbeitet. Die bekannte Abtrennung von Alkoholen durch Veresterung mit Borsäure wurde in ein kontinuierliches Verfahren umgewandelt und eine kleintechnische Apparatur, bei der die Borsäure und das Verseifungswasser im Kreislauf geführt werden, in Betrieb genommen (Zeichnung). Die Kontakte wurden in ihrer Wirksamkeit weiter entwickelt: Fällungskontakte, die auch weiterhin höheren Alkoholgehalt als die Schmelzkontakte lieferten, waren in mechanischer Hinsicht schlechter.

# Alkoholabtrennung. Kreislauf der Borsäure.



Für die Projekte Auschwitz und Leuna-Süd sind weitgehende Planungsunterlagen geschaffen worden; für Auschwitz hinsichtlich einer Erzeugung von Benzin und Dieselöl für den Kriegsfall und Umstellung auf Synöl für die Friedenswirtschaft und Weiterverarbeitung der Produkte.

Die Verarbeitung der Synolprodukte auf testgerechtes Benzin und Dieselöl wurde technisch gelöst (Dr. Kaufmann und Dr. Hilberath). Das Verschmelzen der Synol-Alkohole mit Alkalien führte erwartungsgemäß zu den entsprechenden Fettsäuren (Dr. Berg).

Auf dem freien Platz südlich von Me 863 wurde eine kleintechnische Versuchsanlage mit vier Röhrenöfen je 750 l Kontaktkinhalt errichtet (Zeichnung), die Anfang 1942 anfahrbereit sein wird und für die Erzeugung von Olefinen für die Oxo-Anlage dienen soll. Ein Plattenofen für die Erzeugung von Produkten mit höherem Alkoholgehalt soll einige Monate später aufgestellt werden, nachdem in Me 776 bereits ein 100-l-Modell-Plattenofen mit Erfolg gefahren wurde.

#### Arbeiten für 1942:

Die Oxo-Synthese soll zu einem kontinuierlichen Verfahren im technischen Maßstab ausgestaltet und die Oxo-Reaktion auf neue Ausgangsstoffe, z.B. in Me 458 anfallende Synololefine, angewandt werden. Unerwünschte Nebenprodukte sollen veredelt oder beseitigt werden. Schließlich ist die Herstellung von Aldehyden in reiner Form und ihre Weiterverarbeitung (Überführung in direkt verwendbare Säuren bzw. Seifen) geplant.

Beim Synolverfahren soll die Kontaktreduktion auf kontinuierliche Fahrweise umgestellt und Verbesserungen der Katalysatoren hinsichtlich Festigkeit, Herstellbarkeit und Alkoholausbeute angestellt werden.

Die Entfernung von Säuren und Estern aus den Synolserzeugnissen sowie die Abtrennung der Alkohole wird technisch weiter gebildet.

Der Baueiner 10 000-Jato-Versuchsbetriebsanlage ist geplant.

Katalysator- und physikalisch-chemische Arbeiten

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

Arbeiten in 1941:

A) Dehydrierung von Iso- und n-Butan:

Die Auffassung, daß man einen für die Iso- und n-Butandehydrierung gleich guten Kontakt schaffen könne, wurde verlassen und neben dem Isobutankontakt, der bereits in der Kontaktfabrik betriebsmäßig hergestellt wird, ein spezieller n-Butankontakt entwickelt.

B) Methylierung von Benzol:

Die Arbeiten wurden abgeschlossen. Der Kontakt wird in der Kontaktfabrik betriebsmäßig hergestellt.

C) K.W.-Synthese:

Die Arbeiten an Kobaltkontakten wurden bis auf weiteres zurückgestellt. Bei den Eisenfällungskontakten wurden im Zurücknehmen der Zusätze auf Zehntelprocente besonders günstige Ergebnisse erhalten.

D) Oxo-Verfahren:

Für die Durchführung der Oxo-Reaktion im Rieselofen wurde ein geeigneter Katalysator in Form einer porösen Legierung gefunden.

E) Dehydrierung von Cyclohexanol:

Es wurde ein geeigneter Kontakt in Form hochporöser Messingpillen gefunden.

F) Mittelölsplattung:

Nachdem die Bedingungen bei der Herstellung des verwendeten Kieselgels und des Aluminiumhydroxyds studiert worden waren, gelang es, die Kontakte mit stets gleichbleibender Aktivität zu liefern. Die nötige Festigkeit wurde durch ein neues Verarbeitungsverfahren erhalten, so daß der Kontakt auch geschleust werden kann.

G) HF-Verfahren:

Es wurden verschiedene neue Tonerden als Basis ausgeprüft, wie 3186 (aus Aluminat mit Salpetersäure gefällt) und 3187 (aus Aluminiumchlorid, Formaldehyd durch thermische Zersetzung). - Für die Verformung der Tonerden wird ein Verfahren ausgearbeitet. - Ein ganzer oder teilweiser Ersatz des Molybdänsäureanhydrids durch andere Zusätze (wie Chromoxyd) wird angestrebt.

H) Adipinsäurenitril-Herstellung:

Im Kontakt Wolframsäure-Kaolin wurde die Wolframsäure versuchsweise, doch ohne Erfolg, durch Molybdänsäureanhydrid, Phosphorsäureanhydrid, Zinnstein und Uran-(6)-oxyd ersetzt. - Eine Verkleinerung des Wolframsäureanteils soll durch Aktivierung des Kaolins erstrebt werden. - Thoriumoxyd und Titanoxyd allein oder in Verbindung mit anderen Komponenten soll untersucht werden.

I) Hydrierung von Estern:

Die Arbeiten am Kupferbariumchromit wurden fortgesetzt, insbesondere die Versuche zur Aktivierung und Regeneration.

K) Dehydrierung von Mittelölen:

Die Arbeit steht am Beginn; es wurden eine Reihe von Hydrier- und Dehydrierkontakten dafür bereitgestellt.

L) Entmethylierung von Kresol:

Der Bleicherde-Kobaltkontakt wurde von einem neu entwickelten Bariumoxyd-Kieselgel-Kobaltkontakt übertroffen, mit dem weitergearbeitet wird.

Arbeiten für 1942:

Die beschriebenen Katalysatoren sollen weiter entwickelt werden.

Analytisches Laboratorium

Dr. Zepf

Dr. Türk

## Analytisches Laboratorium

### Dr. Zepf

Dr. Türk, Dr. Eckhardt, Dr. Heinzmann, Dr. Leinert, Dr. Markus, Dr. Mayerhofer, Dr. Ohle, Dr. Steudemann, Dr. Wetzel.

Die Beschäftigung des Labors war im ganzen Jahr stark. Durch Einsparung von Serienanalysen konnten wir Arbeitskräfte für die Ausarbeitung neuer Methoden freimachen.

In der anorganischen Gruppe wurden neue Methoden, z. B. titrimetrische Sulfatbestimmung mit Rhodizonat, titrimetrische Kupferbestimmung, Phosphorsäure- und Zinkbestimmung in Kontakten sowie die Trennung von Ortho-, Pyro- und Metaphosphorsäure, ausgearbeitet. - Versuche über die Schmelzverhältnisse von Salzkohleaschen unter Tonzusatz wurden fortgesetzt und dabei versucht, Klärung über den chemischen Reaktionsverlauf zu gewinnen. - Physikalisch-optische Methoden wurden weitgehend angewandt (Emissions- und Absorptions-Spektralanalyse, Kolorimetrie, Refraktometrie). Dabei wurden Methoden zur Bestimmung von Benzol in Cyclohexan, Nitrophenol in Adipinsäure und Schwefelkohlenstoff in Benzol ausgearbeitet.

In der organischen Gruppe wurden die Methoden zur Untersuchung von Mersol, Mesapon und mersolhaltigen Waschmitteln entwickelt und mit der Vereinbarung von IG-Analysen zu einem gewissen Abschluß gebracht. Ein Erfahrungsaustausch mit Firmen der Seifenindustrie hat stattgefunden. Auf dem Phenolgebiet sind weitere Arbeiten, Bestimmung von Xylenolen, Phenolen in Abwässern und von Trikresylphosphat ausgeführt worden: Für Chloräthyl, für Produkte des Oxo-Verfahrens und für Olefine wurden Methoden bearbeitet.

Die gasanalytische Gruppe hat neben Arbeiten für die neuen Fabrikations-Betriebe Untersuchungsmethoden und Apparaturen weiter entwickelt. Die Methoden zur Gastrennung durch Adsorption und Desorption an Kohle (nach Henjes) sowie durch fraktioniertes Lösen (Toluol /nach v. Dijk/) wurden eingehend überprüft. Die Aminanalyse wurde entsprechend den neuen Verfahren zur Bestimmung von Nebenprodukten und nicht umgesetzten Ausgangsprodukten weiter entwickelt.

Die hygienische Gruppe hat neben Quecksilber- und Bleibestimmungen die Alkoholbestimmung im Blut aufgenommen.

Für die Abwasser- und Luftkontrolle wurden zusammen mit der Wabolu-Berlin Außenbeobachtungen durchgeführt. Schäden durch Abgase und Flugstaub sind mehrfach aufgetreten und maßen geprüft werden. Entschädigungen für erhebliche Abgasschäden im Südssten des Werkes sind bezahlt worden. - Für die Wasserbeschaffung des I.G.-Werkes Auschwitz sind Besprechungen und Verhandlungen mit Behörden und anderen Stellen geführt worden.

Entwicklungsarbeiten: Umsetzung von Dolomit mit Magnesiumnitrat; Chlorwasserstoff-Abspaltung aus Trichlormethylpropan; Anlagerung von Phosgen und Blausäure an Isobutan.

Präparatesammlung: Einrichtung und Aufbau der Sammlung.