

Organische Abteilung

Dr. Giesen  
Dr. Hanisch  
Dr. Korn

OI. Dr.-Ing. Sackmann  
Dr.-Ing. Wirth

## Überblick über die Organische Abteilung

Die Organische Abteilung entwickelte sich im Berichtsjahr weiterhin günstig.

In der Methanol-Produktion wurde ein weiterer Ausbau auf 200 000 jato vorgenommen und die Produktion zeitweise über diese Menge hinaus gesteigert. Ende des Jahres konnte die 1 000 000. Tonne Methanol erzeugt werden. In der Methanolfabrik wurde der Ausbau einer Essigsäure-Kammer in Angriff genommen und im Bau Me 14 eine Propanol-Kammer fertiggestellt.

Auch die Destillationen von Rohisobutylöl und Methanol wurden auf die verlangte Leistung der Synthese ausgebaut.

Die Alkohol-Raffination wurde zwecks Auflockerung des stark belasteten Baues Me 13 zum Teil nach der südlichen Erweiterung verlegt.

In der Aminfabrikation konnte durch Leistungssteigerung und Produkt-Verbesserung die Anlage in Me 924 zur Erzeugung von Dimethylamin aus Monomethylamin und Formaldehyd wahrscheinlich für dauernd stillgelegt werden.

Ein erheblicher Fortschritt ist in der Carbonsäure-Fabrikation durch teilweise Umstellung auf kontinuierlichen Betrieb erreicht worden.

In den Kontaktfabriken wurden zur Verbesserung der Kontakte und zur Sicherstellung der Erzeugung zahlreiche Umbauten vorgenommen; die Produktion ist in dauerndem Anstieg begriffen. Um den gesteigerten Bedarf an Toluolkontakt befriedigen zu können, wurde ein neuer Bau errichtet, der im Frühjahr 1943 zum Anfahren kommen soll.

Die T 52-Anlage wurde auf Volleistung gebracht und diese zeitweise sogar um 40% überschritten, so daß mit einer Kapazität von mindestens 25 000 jato Produkt gerechnet werden kann. Es gelang erstmalig im Großbetrieb die im technischen Versuch erreichte Ausbeute zu überschreiten. Die AT 244-Anlage wird Anfang 1943 angefahren werden.

Neu angefahren wurden im Süden des Werkes die Formaldehyd- und die Esteröl-Fabrikationen. Da der Esterölplan II zur Durchführung kommen soll, wird im Bau Me 1026 eine neue Veresterungsapparatur errichtet, die in der Lage sein wird, 4 000 jato verschiedener Ester herzustellen. Der eine weitere Produktions-Erhöhung vorsehende Esterölplan III wurde zurückgestellt. Im Laboratorium wurden neue Wege für die Herstellung neuartiger hochwertiger Schmierstoffe gewiesen, so daß anzunehmen ist, daß ein Teil der für den Esterölplan III vorgesehenen Produktionen nach diesen neuen Untersuchungen zur Ausführung kommen wird.

In der Schmieröl-Fabrikation ist eine Erweiterung der Äthylen-Erzeugung und der SS-Öl-Produktion auf 17 500 jato Schmieröl in Vorbereitung und wird Ende 1943 zum Anfahren kommen. Die Äthylen-Erzeugung wird nach dem Häuber-Verfahren, die Äthylen-Konzentrierung nach dem bewährten Linde-Verfahren vorgenommen werden. Die SS-Öl-Produktion kam in diesem Jahre erstmalig auf ihre Solleistung.

Die Mersol-Fabrikation, die bereits Anfang des Jahres auf ihre volle Kapazität ausgebaut war, konnte infolge häufigen Rohstoffmangels an Chlor, Schwefeldioxyd, und Kogasin nicht voll ausgefahren werden. Die P 512-Fabrikation wurde versuchsweise in Betrieb genommen und soll nach Durchführung verschiedener Änderungen Anfang 1943 wieder angefahren werden.

Die neue Phenolzerlegung in der Südanlage kam im Laufe des Jahres mit 3 Kolonnen in Betrieb, so daß die Produktion an Zerlegungsprodukten von 500 moto auf etwa 1 500 moto gesteigert werden konnte. Der entsprechende Mehrbedarf an Phenolölen wurde durch Erhöhung der M-Öl-Produktion in der Hydrierung und durch Zukauf neuer Phenolmengen gedeckt. Der Bezug von der ASW. stieg von 700 moto Phenolatlauge auf 1 500 moto und soll 1943 auf 2 000 moto erhöht werden. Von Brüx, das Mitte d.J. in Betrieb kam, wurden monatlich 600 - 1 000 t Phenosolvan-Extrakt übernommen. Eine Erhöhung der Bezüge bis auf 2 000 moto ist für Ende 1943 vorgesehen. Die Lieferungen von Phenosolvan-Extrakt aus Pölitze stiegen auf 250 moto und sollen im nächsten Jahr verdoppelt werden. Die Gesamtverarbeitung an Roh-Phenolölen stieg von 2 000 moto auf über 3 000 moto und wird 1943 auf über 4 000 moto anwachsen.

Ein großer Teil der im Rahmen des 1. Igamidplanes errichteten Kunststoffvorprodukt-Betriebe wurde angefahren. Die Anol-Fabrikation wurde bis Ende d.J. bereits auf eine Produktion von 300 moto gebracht, die Anon-Fabrikation auf über 200 moto. Beide Anlagen produzieren z.Zt. mehr, als in Leuna auf Adipinsäure und Luran verarbeitet werden kann. Es ist deshalb geplant, Anol-Anon direkt an andere Abnehmer zu verkaufen. Die Luran-Produktion in der Nordanlage des Werkes wurde auf über 50 moto gesteigert. Die neue Anlage in der südlichen Erweiterung konnte trotz

erheblicher Schwierigkeiten, die durch starke Korrosionen bedingt waren, mit der Oxim-Herstellung in Betrieb genommen werden. Die Anlage liefert soviel, daß außer dem eigenen Bedarf auch Ludwigshafen mit 100 moto beliefert werden kann. Anfang 1943 soll auch die Luran-Fabrikation in der neuen Anlage zum Anlaufen kommen.

Die Fertigstellung der Adipinsäure-Fabrikation in der Südanlage hat sich weiterhin verzögert; voraussichtlich wird die Anlage Ende 1943 mit 200 - 300 moto in Betrieb kommen.

Für die Herstellung von Esteröl ist eine neue Fabrikationsanlage für 100 moto Methyladipinsäure nach dem Luftoxydationsverfahren geplant. Mit dem Bau der Anlage wird in nächster Zeit begonnen werden.

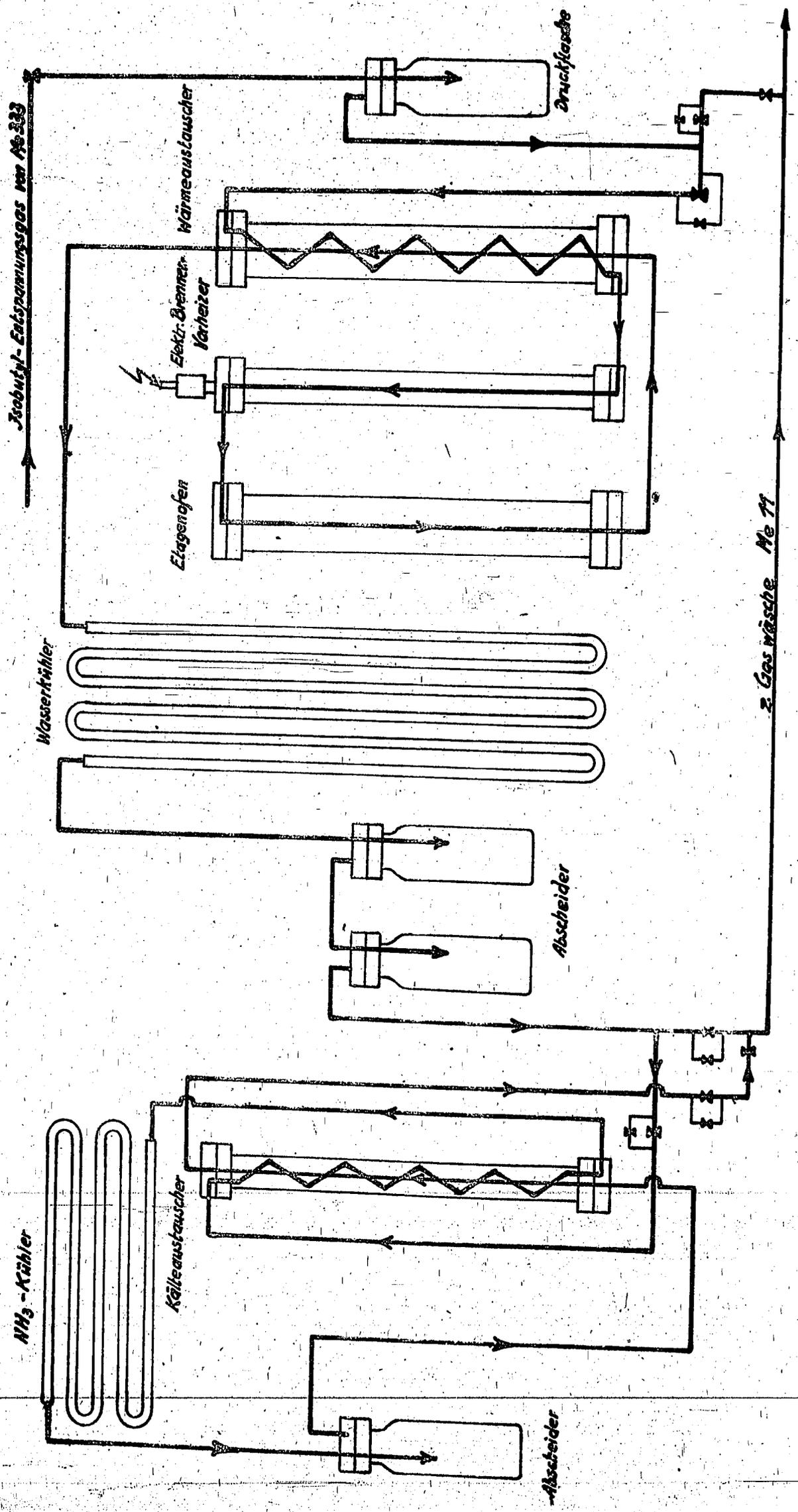
In personeller Hinsicht gingen in der Organischen Abteilung erhebliche Veränderungen vor, dadurch, daß einige bewährte Betriebsführer für die neuen Werke Auschwitz, Schkopau und Moosbierbaum und für das RWA zur Verfügung gestellt und jüngere Kräfte hereingenommen werden mußten. Viele Betriebsführer der Abteilung waren mit der Beratung und Planung für die neuen Werke, insbesondere für Auschwitz, Moosbierbaum und Dyhernfurth, in Zusammenarbeit mit Uhde und den Konstruktionsbüros der I.G. tätig.

Der Belegschaftsstand der Angestellten stieg von 143 auf 195, der der Betriebsarbeiter von 1 505 auf 2 150, von denen rund 500 Ausländer und 260 Frauen und Jugendliche sind.

Die Zahl der Angestellten und Schlosser in den Werkstätten blieb trotz eines wesentlich vergrößerten Arbeitsbereiches gleich, wobei jedoch erschwerend ins Gewicht fällt, daß nur noch 75% deutsche Handwerker beschäftigt sind. Die Verteilung der Ausländer in den Betrieben ist unterschiedlich und schwankt zwischen 0 und 60%. Durch zahlreiche Einberufungen sowie durch den hohen Stand an Ausländern und nicht voll einsatzfähigen Dienstverpflichteten sind die Arbeitsverhältnisse in der Organischen Abteilung besonders schwierig geworden.

Isobutylol-Fabrik.

# Propanol-Schema. (Ka. 1/Me 14)



## Methanol- und Isobutylölfabrik

Betrieb: Dr. Frick (bis 31. Oktober)  
Dr. Schwarzkopf (ab 1. November)  
Dr. v. Baumbach

Reparaturen: DI. Wenk  
DI. Michl

### Arbeiten in 1942:

Die Produktion in der Methanolfabrik stieg weiter an; die Gesamtproduktion seit dem Jahre 1923 erreichte Ende November eine Million Tonnen. Eine 6. Ofenkammer wurde ausgebaut und im Dezember in Betrieb genommen. Vorübergehend wurde ein Isobutyl-Aggregat (800er Ofen und 500er Regenerator) auf die Methanolfabrikation geschaltet. Eine Umlaufpumpe, die früher der Ammoniakfabrik gehörte, sowie eine neue F-Kohle-Reinigung, die beide zu Beginn des Jahres bei der Aufstellung waren, kamen in Betrieb. Eine Frischgaszuführung sowie verschiedene interne Leitungen wurden erweitert. Durch Umstellung im Kompressorenbetrieb sowie im Niederdruck war es möglich, den Hy-Wasserstoff durch Methanolgas zu ersetzen, so daß wieder ein einheitliches Frischgas zur Verfügung steht, wodurch die Kohlenoxyd-Einstellung im Kreislauf erleichtert wird.

Der sogenannte Etagenofen (Oppauer Konstruktion), mit dem im vorigen Jahre in der Isobutylölfabrik zwei Betriebsversuche durchgeführt wurden, zeigte nach seinem Umbau für die Methanolfabrikation bei einer Betriebszeit von 4 Monaten keine Vorteile gegenüber den bisherigen Methanolöfen.

Neue empfindliche Analysen-Apparate für Kohlenoxyd ermöglichten eine bessere Luftkontrolle im Interesse der Gefolgschaft und führten zu baulichen Verbesserungen im Bedienungsgang und in der Frischluftzuführung.

Die Produktion in der Isobutylölfabrik hielt sich im Durchschnitt auf der Höhe, die nach dem Ausbau Ende 1941 erreicht worden war. Infolge der für die Essigsäure begonnenen Erweiterung des Baues 333 nach Norden war es nötig, die dort stehenden Methanol-Einspritzpumpen für die Isobutylöfen auf die Ostseite in den Bau 333c zu verlegen, der durch Umbau und Aufstockung erweitert wurde. In der dort vergrößerten Transformatorstation wurden zwei neue stufenlos regelbare Transformatoren für eine Isobutylodoppelkammer aufgestellt. An zwei Regeneratoren wurden kleine Änderungen angebracht (besondere Umleitbleche bzw. Stopfbüchsen nach Oppauer Konstruktion), doch zeigten die damit betriebenen Aggregate keine besseren Leistungen.

Versuche, aus dem Isobutyl-Entspannungsgas über besonderen Kontakten ein Syntheseprodukt mit hohem Propanol-Gehalt zu gewinnen, verliefen in kleinem Maßstab (8-1-Ofen) erfolgversprechend; doch sind die Kontakte der Kleinversuche wegen sehr geringer Festigkeit und der Neigung, die Methanbildung zu beschleunigen (Durchgehen des Ofens), für große Öfen nicht geeignet. Ein abgeänderter Kontakt, der diese Eigenschaften nicht zeigte, lieferte bei einem Großversuch (300-1-Ofen), für den die Ammoniakfabrik eine Ofenkammer zur Verfügung stellte, ein schlechteres Produkt.

Bei der Nachhydrierung der höheren Alkohole wurde das Monol herausgenommen, das jetzt in einer besonderen Anlage im Süden nachhydriert wird. Die A-Benzinherstellung wurde aufgegeben, weil es zweckmäßig war, den verringerten Anfall an Rohprodukt direkt an die Hydrierung abzugeben.

### Arbeiten für 1943:

In der Methanolfabrik soll eine neue Umlaufpumpe (Eblingen, liegender Typ), deren Montage bald beendet ist, in Betrieb kommen, und eine weitere Umlaufpumpe der gleichen Art soll noch aufgestellt werden. Aus Luftschutzgründen sind in die Frischgaszuführungen elektrisch zu betätigende Schieber eingebaut worden, deren elektrischer Teil noch fertiggestellt werden muß.

Die Propanol-Versuche werden im kleinen und großen Maßstab (600-1-Etagenofen) verstärkt fortgeführt.

## Methanol- und Isobutylentätherung Me 417

Betrieb: Dr. Dally

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther

Arbeiten in 1942:

### Methanolentätherung

Die zwei vorhandenen Entätherungskolonnen waren mit einer stündlichen Durchschnittsleistung von 25 - 30 cbm fast dauernd in Betrieb. Das Rohmethanol wurde vor dem Einspritzen in die Ätherkolonne mit Lauge neutralisiert, um einerseits Säurekorrosion zu vermeiden, andererseits Ammoniak und Amin aus ihren Salzen freizumachen. Der Verkauf von reinem Dimethyläther hielt sich mit durchschnittlich 100 t in der gleichen Höhe wie im vergangenen Jahre. Infolgedessen mußten fast 80 - 90 % der gesamten Ätherproduktion dem Kraftgas zugemischt werden. Durch einen Großversuch von längerer Dauer konnte nachgewiesen werden, daß man ein Äther-Vorlaufmethanalgemisch als Destillat von Druckkolonnen nehmen kann. Der Sumpf ist bei Anwendung einer gut wirkenden Glockenboden-Entätherungskolonne dann soweit von Verunreinigungen befreit, daß wahrscheinlich - gute Qualität des Rohmethanols vorausgesetzt - mit der Einsparung der großen Vorlaufkolonnen bei der Reinmethanolherstellung gerechnet werden kann.

### Isobutylentätherung

Die beiden Entätherungskolonnen liefen das ganze Jahr hindurch mit guter Leistung. Seit Oktober wurde der Druck an den Kolonnen von 12 auf 5 ata herunternommen, um den Äther gasförmig zu entspannen. Da eine Kondensatvorkühlung sich nicht mehr als notwendig erwies, bedeutet diese Betriebsumstellung eine Energieersparnis von etwa 40 % Hochdruckdampf und 100 % Kühlwasser. Es gehen mit dem Äthergas nur 3 % Methanol verloren.

Seit Beginn des Jahres übernahm der Gaskompressorenbetrieb sämtlichen Äther aus Isobutyl und den nicht verkäuflichen Äther aus Methanol, um sein Kraftgas auf einen höheren Energiegehalt zu bringen.

Arbeiten für 1943:

Durch zusätzliche apparative Einbauten sollen die zwei Methanolentätherungskolonnen in Stand gesetzt werden, Vorlaufmethanol und Äther gemeinsam zu entfernen, damit sich gegebenenfalls zwei Vorlaufkolonnen in Me 982 als Hauptkolonnen zur Erzeugung von Reinmethanol einschalten lassen. Die Kapazität der Reinmethanolproduktion wird dadurch erheblich gesteigert.

Ferner soll eine neu bestellte 1 200- $\phi$ -Glockenbodenkolonne und eine Raschigkolonne in Me 417 bei 5 ata die Entätherung des Isobutylöls in der Weise bewerkstelligen, daß bei gleichzeitiger Entnahme von flüssigem Vorlaufmethanol der Äther gasförmig entweicht.

## Isobutylöldestillation Me 490

Betrieb: Dr. Dally  
Dr. Laves

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther

### arbeiten in 1942:

Durch restlose Ausnutzung der vorhandenen Kapazität und unter Mithilfe einer 2 500-mm-Kolonne in Me 33 gelang es, die hohen Isobutylölanlieferungen der Isobutylölfabrik zu verarbeiten. Neu in Betrieb kam in Me 490 eine 800- $\phi$ -Raschigkolonne zur Fraktionierung der höchstsiedenden Alkohole unter vermindertem Druck. Die ständig arbeitende Kolonnendestillation brachte gegenüber der bisherigen periodischen Fahrweise eine beträchtliche Ersparnis an Gesamtenergie. Nach Verbesserung und Neubeschaffung von Reglereinrichtungen konnten vier Kolonnen hintereinander geschaltet werden, wodurch zwei Zwischenproduktetanks für Fertigprodukte frei wurden. Durch Erhöhung des vorhandenen Druckgefälles war es möglich, nach geringen apparativen Änderungen neun Kreiselpumpen und ein Kapselgebläse stillzulegen. Die Destillation der alkoholischen Wässer in zwei Raschigkolonnen wurde auf direkte Dampfeinspritzung umgestellt. Alle diese Maßnahmen brachten eine merkbare Verringerung des spezifischen Energieverbrauchs für die Zerlegung des Isobutylöls in Rohalkohole.

Im Laufe des Jahres wurden auch die höchstsiedenden Alkohole restlos im Kohlenstoffsaurebetrieb, im Versuchsbetrieb zur Herstellung neuer Schmiermittel sowie als Vorprodukte in Höchst und in Leverkusen untergebracht. Zur Beschaffung einer ausreichenden Menge höherer Alkohole erwies es sich sogar als notwendig, den Isobutylrückstand über 200°C aus Oppau anzufordern. Der Prüfraum in Me 492 konnte zu Beginn des Jahres bezogen werden und dient seitdem zur Untersuchung der Rohalkohole, zu Versuchen zur Verbesserung der Fahrweise des Betriebes und zur Umwandlung nicht zweckmäßig ausgenutzter Zwischenprodukte in kriegswichtige Endprodukte.

### arbeiten für 1943:

Die schon Ende 1941 bestellte 2 900- $\phi$ -Kolonne dürfte in der ersten Hälfte des Jahres 1943 betriebsfertig sein. Geplant ist ferner die Extraktion der alkoholischen Wässer mit Rückstand über 140°C siedend, um eine weitere Verringerung des Dampfverbrauchs zu erzielen. Durch Verlegung der Vorlaufmethanolabnahme auf die Ätherkolonnen in Me 417 soll eine bessere Qualität des Methanols unrein und der Ketonfraktion in den Methanolabtreibungskolonnen angestrebt werden.

## Isobutyl-Reindestillation Me 33 und 982

Betrieb: Dr. Laves  
Dr. Schneider (ab Oktober)

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther  
Dr.-Ing. Herele

Arbeiten in 1942:

### Isobutylalkohol-Reinfabrikation

Im Mai wurde die Reinisobutyldestillation von Me 33 nach Me 982 verlegt, nachdem für die Nachhydrierung des Monols in Me 958 ein Ofen aufgestellt worden war. Um die Brandgefahr zu verringern und den Betrieb von der Mühe des Kesselwagenabfüllens zu befreien, wurde ab Oktober der Reinisobutylalkohol im Tank 518 c (Fassungsraum 500 cbm) gelagert und vom Versandbetrieb verladen. Da die Kolonne jetzt nur für Monol läuft, wurde erheblich an Spülprodukten und Dampf gespart sowie die Ausbeute verbessert.

### Intrasolvan HS-Reindestillation

Für den Transport von HS hydriert wurde eine 50er Leitung von Me 33 nach Me 982 verlängert. Außerdem wurden fünf Tanks mit den dazugehörigen Pumpen im Tanklager Me 982 aufgestellt. Die HS-rein-Produktion erfuhr nur eine geringe Steigerung, dagegen wurde die Herstellung einer schweren Alkoholfraktion, 170-210°C, neu aufgenommen. Das Produkt dient zur Herstellung von Lederölen und Bonderlacken in der Konservenindustrie.

Die M 4-Fabrikation wurde im März in Me 33 stillgelegt und in Me 924 eine Neuanlage angefahren.

### Amylfraktion-Destillation

Neu aufgenommen wurde die Destillation der Amylfraktion, da infolge des Mangels an Isobutylalkohol die Intrasolvan E-Fabrikation auf einen Bruchteil zurückgegangen ist. Die Amylfraktion wird in zwei Fraktionen von 110-122°C und 122-130°C siedend aufgespalten, und diese in Höchst unter der Bezeichnung Intrasolvan EH und AH auf Polysolvan verarbeitet. Die Produktion beträgt etwa 100 moto von jeder Fraktion.

### Sonstige Reinprodukte

Die Fabrikation der übrigen Reinprodukte erlitt keine wesentlichen Veränderungen. Die Propyläther-Herstellung steigerte sich auf etwa 60 jato (75 % Zuwachs), und aus dem Propylalkoholvorlauf wurde durch Waschen mit Wasser der Propylalkohol ausgewaschen. Das übrigbleibende Öl (25 %) bestand aus Äther und Olefinen und ließ sich nicht, wie gehofft, als Lösungsmittel einsetzen.

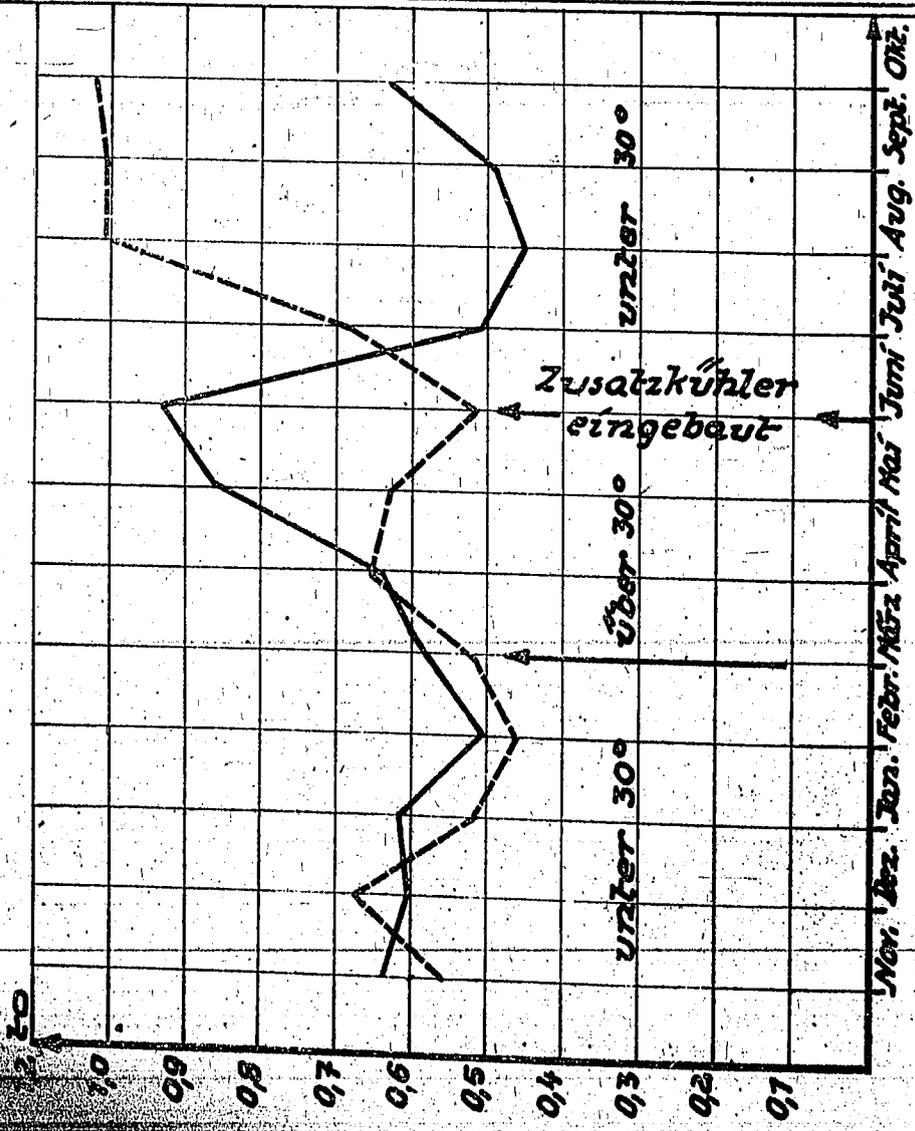
Arbeiten für 1943:

Um einen doppelten Durchgang durch den Hydrierungsprozeß zu vermeiden, sollen verschiedene an sich schon saubere Fraktionen, die zwecks Entwässerung bisher ins Rohisobutylöl zurückgegeben wurden, in einer eigens dafür herzurichtenden Kolonne in Me 982 entwässert und rektifiziert werden. Ferner soll in Me 33 die Propylalkoholdestillation aus dem synthetischen Propanol eingerichtet werden. Die Aufarbeitungsmethode liegt noch nicht ganz fest, da das Produkt stark wechselt.

Abhängigkeit des  $MM_{12}O_4$ -Verbrauchs  
von der Reaktionstemperatur

$MM_{12}O_4$ -Verbrauch kg/tO  
% Öl im Rohmethanol

—  
- - -

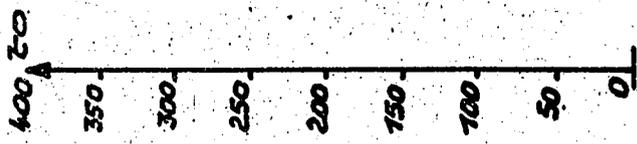


Vergleich der Jahresproduktion  
1941/1942  
an Reinprodukten

12-Propyläther

1942  
47

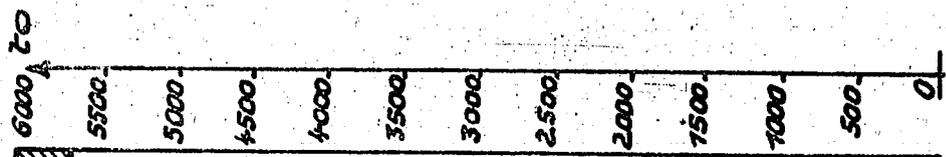
Intrasolvan SHS 1942



Intrasolvan HS rein 1942

Intrasolvan HS rein 1941

Isobutylalkohol rein 1942  
Isobutylalkohol rein 1941

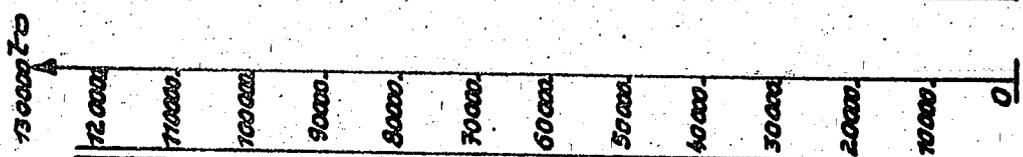


Methanol-wasserfrei

Reinmethanol 1942

Methanol-wasserfrei

Reinmethanol 1941



## Methanol-Reindestillation Me 33 und 982

Betrieb: Dr. Laves  
Dr. Schneider (ab 25. September)

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther  
Dr.-Ing. Herele

### arbeiten in 1942:

Die Reilmethanolfabrikation erfuhr eine weitere Steigerung um 50 % und erreichte im März ihren Höchststand von 12 800 moto.

Die Permanganatanlage wurde weiter ausgebaut durch Aufstellung zweier großer 60-cbm-Absitzbehälter und Aufstockung des alten Baues (s. Zeichnung). Es wurden dadurch Platz für zwei Trockenschränke zum Trocknen des Manganschlammes und Lagermöglichkeiten für das Permanganat, Betriebsmaterial und den Manganschlamm geschaffen.

Außerdem wurde eine kleine Betriebswerkstatt eingerichtet.

Ab Ende Januar wurde die gesamte Permanganatbehandlung im Süden durchgeführt, und ein Teil des behandelten Methanol-Wasser-Gemisches nach Abfiltration des Manganschlammes durch eine 80er Leitung nach Me 33 in die Kolonne G gedrückt. Ab Dezember kann auch der Methanolnachlauf (Methanol-Öl-Wasser-Gemisch) durch eine 50er Leitung nach Me 982 gepumpt werden, so daß der lästige Transport in Kesselwagen fortfällt. Das Rohmethanol erfuhr leider eine erhebliche Verschlechterung, wodurch der Ölgehalt stark anstieg (siehe Diagramm). Durch Einbau eines weiteren Kühlers in die Methanol-Wasser-Gemisch-Leitung gelang es, auch im Hochsommer die für die Permanganatbehandlung günstigste Temperatur von 25-30°C genau einzuhalten (Temperaturfernanzeiger). Dadurch sowie durch genauere Dosierverrichtungen wurde der Permanganatverbrauch schlagartig abgesenkt (siehe Diagramm).

Der Lagerraum für Reilmethanol wurde durch Hereinnahme eines größeren Tanks (No 933e) um 1500 cbm vergrößert.

Eine besondere Belastung des Betriebes brachte die Rücklieferung von über 1 000 t Frostschutzmethanol im Herbst. Es mußten über 8 000 Fässer und Kannen untersucht und entleert werden. Das Produkt ließ sich zum größten Teil nur auf Treibstoffqualität aufarbeiten.

Weiter erhalten wir neuerdings Rückmethanol von Waldenburg, das wechselnde Mengen (2-5 %) Benzol enthält. Es wird in das Azeotrop Methanol-Benzol mit 35 % Benzol und Methanol gespalten. Ersteres geht nach Waldenburg zurück, letzteres wird als Methanol wasserfrei oder ätherfrei verschickt.

### arbeiten für 1943:

Versuche zur Erweiterung der Destillationskapazität durch Verlegung der Vorlaufdestillation in die Entätherungskolonnen verliefen bei Verschlechterung der Rohmethanolqualität nicht völlig befriedigend, doch liegt das anscheinend nur an der mangelnden Trennschärfe der Entätherungskolonnen, die nur Raschigsäulen sind. Eine Erhöhung der Destillationskapazität auf 190 000 jato Reilmethanol der Anlage läßt sich aber von Mitte 1943 ab erreichen, wenn die 2500-mm-Glockenkolonne in Me 33, die jetzt für Rohschutylöl abgestellt ist, wieder frei wird. Es würden dann zwei 2500-mm-Kolonnen in Me 982 als Vorlaufkolonnen arbeiten, während eine 3000-mm-Kolonne in Me 982, eine 3000-mm-Kolonne in Me 33 und eine 2500-mm-Kolonne in Me 33 auf Reilmethanol laufen würden. Den Engpaß würde in diesem Fall die Permanganatanlage bilden, da die Absitzbehälter nicht ausreichen und mindestens noch zwei weitere Pressen zur Filtration der Schlammes aufgestellt werden müßten.

Isobutylöllaboratorium Me 963

Betrieb: Dr. Laves  
 Dr. Müller

Reparaturen: Dr. Herale

Arbeiten in 1942:

Die stark gestiegene Produktion erforderte eine erhebliche Vermehrung der Überwachungsanalysen. Neu übernommen wurden Analysen für den Öl-, Ester- und T 52-Betrieb. Eine umfangreiche Arbeit beschäftigte sich mit der Untersuchung von Laboratoriumskolonnen. Die Aufklärung der Zusammensetzung der Ketonöle aus der Hydrierung und aus Deuben wurde fortgesetzt und neue Reinigungsmethoden in Zusammenarbeit mit den Laboratorien der Hydrierung gefunden.

Isobutylöllaboratorium Me 19a

Betrieb: Dr. Laves  
 Dr. Schneider (ab 25. September)

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
 DI. Günther

Arbeiten in 1942:

Die Zahl der analytischen Untersuchungen ist stark angestiegen. Daneben wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt.

Die Reinigung von Isobutyron und von Lösungsmittel K, für die sich der Absatz immer mehr vergrößert, wurde verbessert.

Die Gewinnung von Pyridinbasen aus von auswärts bezogener Ammonium-Sulfatlauge wurde ausgearbeitet.

Die Zusammensetzung des bei der Propanol-Synthese anfallenden Produktes wurde weitgehend aufgeklärt. Ein Verfahren zur technischen Trennung ist noch in Bearbeitung.

Versuche, das Kaliumpermanganat bei der Reinmethanoldestillation durch andere Oxydationsmittel zu ersetzen, verliefen negativ.

Außerdem wurden zahlreiche Präparate hergestellt und die Untersuchung der höheren Fraktionen aus dem Isobutylöl fortgesetzt.

Arbeiten für 1943:

Auf dem Ketongebiet wird zur lohnenden Gewinnung von Methyläthylketon bzw. sekundärem Butanol weiter gearbeitet werden. Ein Verfahren zur Abtrennung und Identifizierung der  $C_5$ - und  $C_6$ -Ketone aus dem Rückstandsöl der Methyläthylketon-Anlage der Hydrierung soll ausgearbeitet werden. Die Versuche zur billigen und wirksamen Verhinderung der Nachsäuerung des Lösungsmittels K sollen fortgeführt und eine Trennmethode für das synthetische Propanolöl sowie ein Verfahren zur Herstellung höherer Äther gefunden werden.

Technikum Me 13a und Höchstdruckversuche Me 238

Betrieb: Dr. Wiedemann

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther

Arbeiten in 1942:

Essigsäureversuche: Die Versuchsergebnisse zur Herstellung von Essigsäure aus Methanol und Kohlenoxyd an festen Kontakten sind weiterhin unbefriedigend.

Mit den flüssigen Phosphorsäure-Kontakten wurden in der halbtechnischen Anlage weitere Versuche zur Ermittlung der besten Versuchsbedingungen durchgeführt. Der Temperaturbereich liegt sehr eng zwischen  $320^{\circ}\text{C}$  und  $350^{\circ}\text{C}$ ; bei höheren Temperaturen ist zwar die Ofenleistung bedeutend besser, doch erfolgt hier eine sehr schnelle Verrußung. Auch bei sehr geringen Umsätzen und tiefen Temperaturen kann die Verrußung nicht vermieden werden; auch durch Wassereinspritzung konnte keine Beeinflussung festgestellt werden. Eine Drucksteigerung von 250 auf 550 atü bringt zwar eine geringe Erhöhung der Ausbeuten (bis maxim. 80% der Theorie), doch sind dabei die Material-Schwierigkeiten sehr groß. Die Rußbildung wird nicht zurückgedrängt, auch kann durch Druckerhöhung die Reaktionstemperatur nicht gesenkt werden. Das Korrosions-Problem hat durch die Kohleauskleidung eine vorläufige Lösung gefunden. Quarz hält zwar genau so gut, doch sind die Kosten sehr hoch und die Einsätze nur in dem halbtechnischen Maßstabe auszuführen. Die Austragung der rußhaltigen Phosphorsäure konnte in der vorhandenen Anlage nicht studiert werden, da die engen Abzugsleitungen sehr schnell verstopfen. Das gebildete Methylacetat kann in den Kreislauf zurückgeführt werden und wird mit Kohlenoxyd zu Essigsäure umgesetzt; doch sind dabei die Ausbeuten noch unbefriedigend.

Das Verfahren zur Herstellung von Essigsäure aus Methanol und Kohlenoxyd steht und fällt mit der Beseitigung oder Verminderung der Rußbildung. Mit einer neuen Versuchsanordnung wird versucht, durch Umpumpen der Phosphorsäure ein Absetzen des Rußes an der Wand zu verhindern.

Oxo-Versuche: Die Versuche zur Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine wurden mit niederen Olefinen fortgesetzt. Bei der Anlagerung von Kohlenoxyd-Wasserstoff an Äthylen und Propylen können bei der Gasphase-Reaktion nur sehr viel geringere spez. Ausbeuten gegenüber der Reaktion in flüssiger Phase bei den höheren Olefinen erzielt werden, da die Wärmeabführung hierbei ungenügend ist. Bei den höheren Temperaturen wird außerdem ein Teil der Olefine zu den gesättigten Kohlenwasserstoffen hydriert und die Ausbeute dadurch vermindert. Es wird jetzt bei Propylen die Sumpffphase-Oxierung untersucht.

Propanol-Versuche: Bei der Herstellung von Propylalkohol aus Äthylen und Kohlenoxyd-Wasserstoff war aufgefallen, daß bei höheren Temperaturen und Verwendung von Isobutyl-Kreislaufgas auch ohne Äthylen Propanol entstand. In Verfolgung dieser Beobachtung wurde festgestellt, daß der Propylalkohol aus dem im Isobutyl-Kreislaufgas vorhandenen Äthylen entsteht. Die zunächst verwendeten Kontakte waren schwer miteinander zu vergleichen, da bei den für die Reaktion erforderlichen hohen Temperaturen die kobalthaltigen Kontakte infolge Methanbildung leicht durchgingen. Es wurden geschwefelte Kontakte entwickelt, mit denen dann die Reaktion auch in halbtechnischem Maßstabe untersucht wurde. Die erreichbaren Werte liegen bei 50-60% Propylalkohol im Ofenprodukt bei spez. Ausbeuten von 0,3 - 0,5. Eine größere Anlage in Me 14 ist im Anfahren begriffen.

Sonstige Versuche: Untersucht wurde die Herstellung von Methanol aus Kohlenensäure und Wasserstoff, die Kontaktschädigungen von reduzierten Methanol-Kontakten durch Stickstoff und Luft.

Die Hydrierung von Methylol-Isobutyron zu Isobutylalkohol im strömenden System liefert Ausbeuten bis 70% der Theorie. Bei der Hydrierung von Methylol-Methyläthylketon sind die Ausbeuten noch unbefriedigend. Zur Herstellung von Isopropylamin wurde die Hydrierung von Acetoxim drucklos an Kupfer-Kontakten in halbtechn. Maßstabe durchgeführt, doch sind dabei die Ausbeuten gegenüber der hydrierenden Amidierung von Aceton unter Hochdruck wesentlich schlechter.

Die Hydrierung von Luran zu Homopiperidin in der halbtechn. Anlage in Me 493 ist prinzipiell durchführbar, doch treten sehr schnell Verstopfungen infolge Kondensation oder Polymerisation des Lurans zu hochmolekularen unlöslichen Körpern ein; es wird jetzt untersucht, wie dies zu verhindern ist.

Arbeiten für 1943:

Die Versuchsarbeiten zur Herstellung von Essigsäure werden fortgesetzt, die Essigsäurekammer in Me 333 wird aufgestellt werden.

Aminfabrik Me 107 und 13

Betrieb: Dr. Schwarzkopf  
Dr. Peinze (ab 1. November)

Reparaturen: DI. Wenk  
DI. Michl

Arbeiten in 1942:

Die für 1942 geplanten Versuche konnten aus Schlossemangel nur zum Teil durchgeführt werden.

Durch Einführung eines neuen Kontaktes aus aktivem Aluminiumoxyd und 10% Kaolin konnte die Produktion bei einer Temperatur durchgeführt werden, die um 40°C niedriger ist (ca. 410°C). Der Betriebsdruck der Aminöfen wurde von 200 auf 60 at gesenkt. Im Einspritzprodukt des Ofens wurde das Mol-Verhältnis Methanol zu Ammoniak von bisher 1:5 auf 1:3,5 geändert. Hierdurch konnten die Produktion um etwa 40% gehoben und der Dampf- und Stromverbrauch je t Amin um 30 bzw. 60% gesenkt werden. Durch die höhere Methanolkonzentration im Ofen stieg gleichzeitig auch die Bildung von Dimethylamin. Das Verhältnis von Mono- zu Dimethylamin betrug früher 2:1 und beträgt jetzt etwa 2:3. Hierdurch war es möglich, gegen Ende des Jahres die bisher noch in Betrieb gehaltene Dimethylaminanlage in Me 924 wieder abzustellen und trotzdem die Anforderungen an Dimethylamin zu befriedigen. Durch die Steigerung der Methanol-Konzentration fiel ein Amingemisch mit höherem Trimethylamingehalt an. Um dieses verarbeiten zu können, wurde eine bisher zur Entwässerung verwendete Kolonne so umgebaut, daß mit ihr kontinuierlich die Trimethylaminspitze abgetrieben werden konnte. Außerdem wurde an Stelle eines 300er Trimethylaminofens ein 500er Trimethylaminofen aufgestellt.

Die Hauptkolonne zum Abtrennen des Ammoniaks aus dem Trimethylamingemisch wurde mit automatischem Temperaturstandregler versehen.

In der im Bau Me 13 aufgestellten Apparatur wurden im Laufe des Jahres hergestellt: 1-3-5-Xylidin aus 1-3-5-Xylénol; Stearylamin aus Stearinsäure; Mono- und Di-Isobutylamin aus Isobutylalkohol; Monoisopropylamin aus Aceton; Monoisohexylamin aus Isohexylaldehyd.

Arbeiten für 1943:

Zur Sicherstellung der derzeitigen Produktion soll in Me 107 eine neue Glockenbodenkolonne aufgestellt werden. Außerdem werden die Versuche, Trimethylamin rein aus der Trimethylaminspitze durch Absorption zu gewinnen, fortgesetzt.

Dimethylamin-Fabrikation

Betrieb: Dr. Gericke  
Dr. Troitzsch

Reparaturen: DI. Mayer  
Dr. Dietrich

arbeiten in 1942:

Die Anlage wurde Anfang des Jahres auf die Hydrierung der wäßrigen Oxybase an Stelle des Trimeren umgebaut. Der zu diesem Zweck konstruierte Oxybase-Verdampfer bewährte sich. Die Herstellung der Oxybase durch Kondensation von Monomethylamin mit 30%iger wäßriger Formaldehydlösung zur Oxybase wurde weiter verbessert, indem die Dosierung der Komponenten durch eine pH-Messung überwacht wurde. Es gelang so, stöchiometrisch richtige Oxybase einfach und schnell herzustellen. Wegen Mangels an Monomethylamin wurde die Anlage Anfang August abgestellt. Die Produktion an Dimethylamin betrug vom Januar bis Juli 190 t bei einer Höchstproduktion von 40 moto. Im letzten Quartal wurde die Trennsäule der Aminabtreibekolonne um zwei Schüsse von 6 auf 10 m verlängert und die vorher mit 3 - 4 atü betriebene Kolonne auf drucklose Fahrweise durch Einbau eines Ammoniak-Dephlegmators umgebaut, um eine nach Betriebsuntersuchungen zu erwartende bessere Auskochung des Sumpfes zu erreichen. Zur Aufheizung des Kreislauf-Wasserstoffs wurde an Stelle des Elektrovorheizers ein mit 40-atü-Dampf zu betreibender Röhrenvorwärmer eingebaut.

arbeiten für 1943:

Es sollen Versuche zur Abtreibung des Dimethylamins mit der verlängerten, drucklosen Aminabtreibekolonne durchgeführt werden.

M<sub>4</sub>-Fabrikation

Betrieb: Dr. Gericke  
Dr. Troitzsch

Reparaturen: DI. Mayer  
Dr. Dietrich

arbeiten in 1942:

Die Anlage wurde im Dezember 1941 angefahren. Die Produktion im Berichtsjahr betrug 350 t M<sub>4</sub>-Produkt, bei einer maximalen Monatsproduktion von 62 t. Wegen der geringen HS-Olefine-Anlieferung sowie wegen kleiner Produktionsauflagen von 25 moto konnte die Anlage mit ihrer Kapazität von 200 moto bis jetzt nicht ausgefahren werden.

Carbonsäurefabrikation Me 494

Betrieb: Dr. Gericke  
Dr. Troitzsch

Reparaturen: DI. Wenk  
DI. Michl

Arbeiten in 1942:

Die im Vorjahr beschlossene Aufstellung der zweiten Vakuum-Kolonne wurde durchgeführt.

Versuche, die Herstellung auch der niederen Säuren ( $C_6-C_7$  und  $C_5$ ) im drucklosen Reaktionsbehälter durchzuführen, führten zu vollem Erfolg, so daß der 90-atü-Autoklav im Laufe des Jahres außer Betrieb genommen werden konnte. Zur Erreichung der einfachen und gefahrlosen drucklosen Fahrweise wurden folgende Änderungen getroffen: Der eingespritzte Alkohol wird durch einen gasbeheizten Vorheizer verdampft und überhitzt und tritt durch einen mit feinen Löchern versehenen Verteilerring unten in die auf  $270 - 300^\circ C$  gehaltene Salzschnmelze ein. Dadurch wird neben der schnelleren Umsetzung des Alkohols eine kräftige Rührung erreicht, so daß die mechanische Rührung abgestellt werden konnte. Die Zugabe von 50%iger Natronlauge wurde so eingerichtet, daß die Lauge nur noch mit einem kleinen Teil der Schmelze in Berührung kommt und dadurch der durch Wasserdampfdestillation mitgeführte Alkoholanteil, der im Kreislauf wieder eingespritzt wird, stark verkleinert wurde. Die hierdurch bedingte schnellere Umsetzung des gesamten Alkohols geht jetzt in kontinuierlicher Fahrweise vor sich. Der in der Salzschnmelze noch gebundene Anteil des Neutralteils wird durch Abtreibung mit Wasserdampf in einem neu aufgestellten Abtreiber kontinuierlich weitgehend entfernt.

Es wurde festgestellt, daß sich der Prozeß bei Verwendung von festem Ätzkali an Stelle von 50%iger Lösung erheblich beschleunigen läßt.

Die Kapazität der Anlage in Me 494 beträgt ohne Autoklav heute - wobei nach Aufstellung der vorerwähnten zweiten Destillationskolonne 170 moto Rohsäure destilliert werden können -

mit 50%iger Natronlauge:	140	moto	Reinsäure	$C_8-C_{12}$
(gegen früher:	50	"	"	"
mit festem Ätznatron:	200	"	"	"

Arbeiten für 1943:

In Me 924 wird ein weiterer druckloser Reaktionsbehälter mit den erforderlichen Nebenapparaten und einer diskontinuierlichen Vakuumdestillationskolonne für 250 moto Reinsäure aufgestellt werden. Auch die Anlage Me 494 wird dorthin verlegt werden.

## Äthanverarbeitung Gasbetrieb

Betrieb: Dr. Gericke  
Dr. Troitzsch

Reparaturen: DI. Mayer  
Dr. Dietrich

### Leistungen in 1942:

#### Spaltanlage

Die Aufstellung des Gebläses für Rohäthan zur Erhöhung des Eingangsdruckes und die dadurch ermöglichte Mehrbelastung der Kracköfen hat die Verarbeitung von 23 000 tato Äthan gesichert, allerdings unter Verzicht auf jegliche Betriebsreserven.

#### Wasch- und Linde-Anlage

Häufige Störungen durch Ausfall der Pumpen für die Einspritzung des benzinbeladenen Waschöls in die beiden Austreibekolonnen wurden dadurch behoben, daß das Waschöl durch eigenen Druck aus hochgestellten Behältern ohne Pumpen und Standregler den Austreibekolonnen zugeleitet wurde. Zur besseren Trocknung der Lindeapparate wurde für den zum Ausblasen dienenden Stickstoff eine zusätzliche Aufheizung eingebaut. Für die Fortschaffung der erhöhten Äthylenproduktion zum Schmierölbetrieb Me 126 wurde ein 200-atü-Zusatzkompressor (750 cbm Ansaugleistung) aufgestellt. Die Äthylenproduktion betrug 12 821 t, dazu wurde ab August d.J. Äthylen von Schkopau abgenommen und an den Schmierölbetrieb nach Kompression weitergeleitet. Zur Reinigung des Schkopauer Gases von Kohlensäure wurde vor der Kompression ein Natronlauge-Waschturm eingebaut. Um die Polymerisationsfähigkeit des Schkopauer Gases prüfen zu können, wurde von dem aus neun Hochdruckflaschen bestehenden Äthylenpuffer eine Flasche für die Aufnahme des Schkopauer Äthylens gesondert geschaltet. Zur Erhöhung des Vordrucks und damit der Fördermenge der 200-atü-Zusatzkompressoren wurde in die Trockengasleitung zum Äthylengasometer eine ölgefüllte Tauchung für 1 m Wassersäule eingebaut. Die Arbeiten zur Aufstellung von zwei Rohgas-Kompressoren in Me 125c wurden in Angriff genommen.

#### Thermische Krackanlage (Häuber-Anlage)

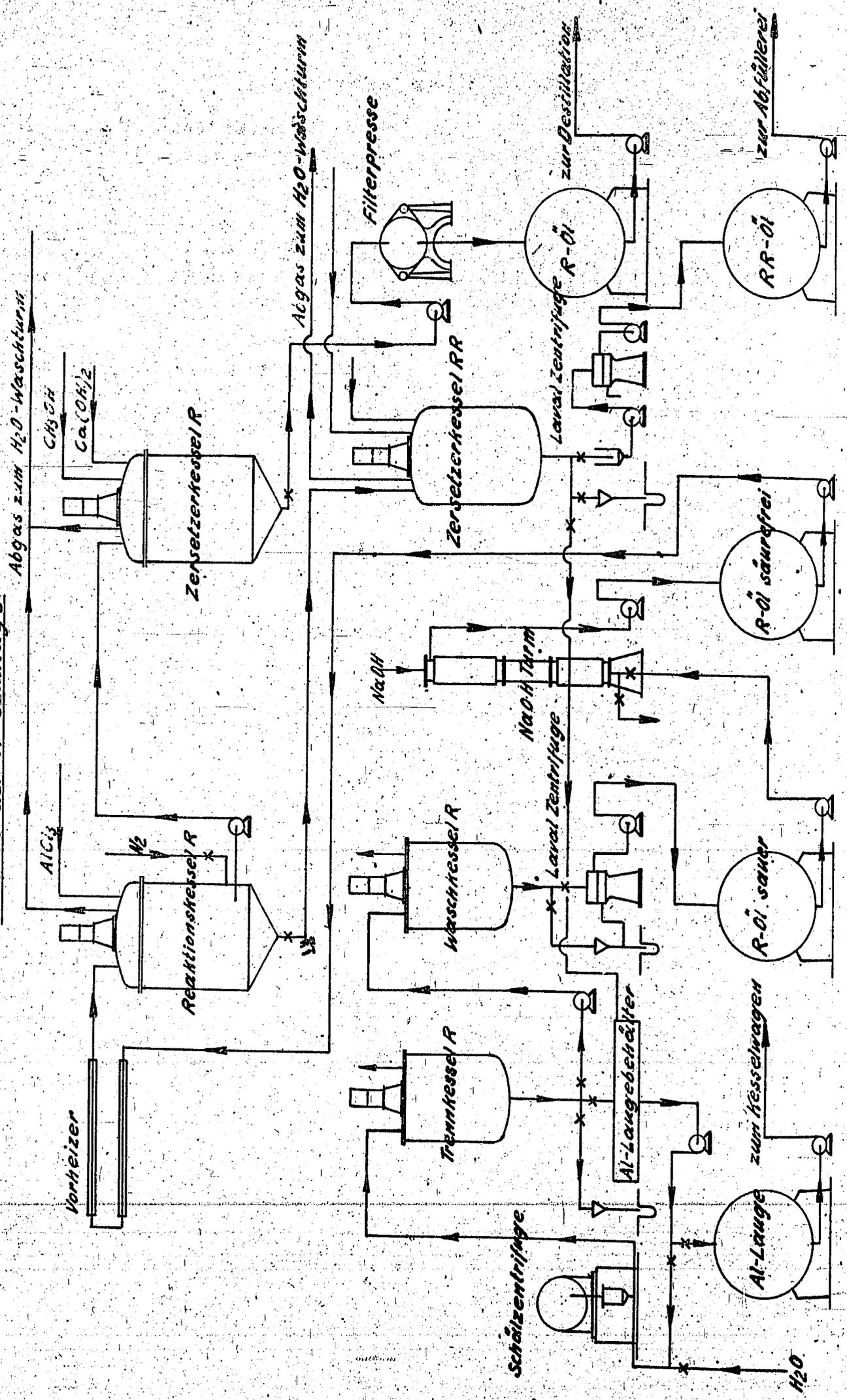
Die an Stelle der Heizschlange aus FF 30-Material eingebaute Schlange aus FF 25-Material zeigte im Betrieb wegen ihrer bei den Arbeitstemperaturen besseren Gefügebeständigkeit nicht die Anstände des FF 30-Materials. Risse an der Schlange im Ofeninneren traten nicht mehr auf, dagegen traten am Ofenausgang durch abgeschiedene Kohle nach einiger Zeit Zerstörungen am Übergang Heizschlange-Spaltgaskühler auf. Es wurde versucht, diese Schwierigkeiten durch den Einbau einer Kombination von keramischen Einsätzen mit dehnbaren Kompensatoren zu beheben. Der Ofen war bei einer Belastung von 300 cbm/h Rückäthan aus der Linde-Anlage maximal rd. 2 000 Stunden ununterbrochen im Betrieb, alsdann mußte wegen der vorerwähnten Störungen am Ofenausgang abgestellt und ein neues Übergangsstück eingebaut werden. Das Spaltgas mit einem Äthylengehalt von 33 - 34 Vol-% wurde - nach Hydrierung des Acetylens - zu einem kleinen Teil der Kupferlauge-Wäsche zugeführt und das gewonnene Äthylen in Kleinversuchen in Me 96b polymerisiert, wobei Viskositäts-Index-Werte erreicht wurden, die als fast befriedigend anzusehen sind.

### Arbeiten für 1943:

Zwei Rohgas-Kompressoren (je 1 500 cbm Saugleistung) zur Sicherstellung der erhöhten Äthylen-Produktion sollen errichtet werden.

Im Rahmen der Erweiterung der SS-Öl-Anlage werden drei große Häuber-Öfen in Me 924 und eine Lindeapparatur in Me 942 errichtet. Die Kapazität der Anlage soll auf ca. 22 000 tato Äthylen gebracht werden.

SS-Ölfabrikation  
Schema der R-Ölanlage



SS-Öl-Fabrikation:

Betrieb: Dr. Gerhard Hofmann  
Dr. Paul Hofmann

Reparatur: DI. Mayer

Arbeiten in 1942:

SS 906: Zum Ausbau der SS-Öl-Anlage auf eine Produktion von 10 000 jato wurden im Laufe des Jahres die letzten vier Autoklaven (Nr. 7-10) nacheinander in Betrieb genommen. Die SS-Öl-Produktion ist dadurch seit Oktober auf 800 moto gestiegen. Die für die Polymerisation neu aufgestellten Autoklaven sind aus verschiedenen Materialien hergestellt. Autoklav Nr. 7 und 8 besteht aus Eisen, das genommen werden mußte, da die innen aufgebrachte Auftragsschweiße aus N6 gerissen war und abgedreht werden mußte. Gegenüber den in Betrieb befindlichen N6-Autoklaven liefern die beiden Eisenautoklaven dünnere Öle bei normalen Viskositäts-Index-Werten, obwohl ein eiserner Einsatz bei früheren Versuchen Öle mit normalen Viskositätseigenschaften gegeben hatte. Um einen evtl. negativen katalytischen Einfluß der eisernen Wandflächen auszuschalten, wurden 1. atramentierte, 2. geglühte und 3. mit Chromsäure passivierte Eiseneinsätze eingebaut, ohne jedoch eine Verbesserung zu erzielen. Z.zt. sind verchromte Schüsse in Erprobung. Auskleidungen mit Aluminium, Kupfer und V2A-Blech sind in Vorbereitung. Das Material von Autoklav Nr. 9 ist zwar ein N6-Stahl, die Polymerisation verläuft jedoch darin gleich schlecht wie im Eisenmaterial. Der Autoklav Nr. 10 hat innen aufgetragene V2A-Schweiße. Die erhaltenen Öle sind nur wenig dünner als die in den Autoklaven Nr. 1-6 hergestellten Öle, bei Viskositäts-Index-Werten, die höher liegen.

Die Rührer der Hauptzersetzer wurden in ihrer Konstruktion soweit verbessert, daß Auswechslungen infolge Korrosion nur noch selten notwendig sind.

Die neue Destillationsanlage in Me 126a für Durchsätze bis 6 cbm/h wurde fertiggestellt und in Betrieb genommen:

Der Pipestillofen hat horizontale Rohre, selbstansaugenden Brenner und Wälzgasgebläse. Die Destillationskolonne ist von der Einspritzung aufwärts eine Glockenbodenkolonne, abwärts zum Sumpf Raschigkolonne. Neu ist der Stripper zur Gewinnung von V 105 und V 120.

SS 903: Nach wie vor bestand die Forderung nach einem Kälteöl, das einen Stockpunkt von  $-50^{\circ}\text{C}$  und eine Viskosität von weniger als  $4\ 000^{\circ}\text{E}$  bei  $-35^{\circ}\text{C}$  hat. Als Kälteflügelöl war eine Mischung von SS 903 mit Ester geeignet. Um die geforderten Eigenschaften zu erzielen, aber auch gleichzeitig ein gut aufarbeitbares Rohpolymerisat zu erhalten, muß mit eisenhaltigem Aluminiumchlorid bei einer Max.-Temp. von  $220^{\circ}\text{C}$  gearbeitet werden, wobei aber außerdem eine Gasqualität erforderlich ist, die eine vorzügliche SS 906-Polymerisation zuläßt.

Spezialöle: Mit der laufenden Produktion der folgenden Spezialöle wurde begonnen.

V 105: Vorlaufanteile mit einem Flammpunkt von unter  $-75^{\circ}\text{C}$ . Es bildet mit 95% den Hauptteil des als Fl.-Drucköl bezeichneten Brems hydrauliköles. V 120: Flammpunkt  $120^{\circ}\text{C}$ , Siedegrenze  $270-350^{\circ}\text{C}$ , Stockpunkt nicht unter  $-75^{\circ}\text{C}$ . Das für M.G.-Schmierung benutzte Waffenöl Blau, ein Estergemisch, besteht zu über 40% aus V 120. Von diesen beiden Produkten, V 105 und V 120, konnten über 60 moto abgegeben werden.

Aluminiumchlorid-Lauge: Die Versuche, die Aluminiumchlorid-Lauge durch Kreislaufverfahren aufzukonzentrieren, führten nach Einbau von Siliziumguß-Pumpen und V2A-Düfesen in den Strahlapparaten zum gewünschten Erfolg. Ab Juli wurden an die Blankerolfabrik Ludwigshafen 380 t 30%ige Aluminiumchlorid-Lauge geliefert.

Das durch Hydrierung von Acetylen in Schkopau hergestellte Aethylen sollte erstmalig versuchsweise in Me 126 verarbeitet werden. Da das Gas bis 0,1% Kohlenensäure enthielt, war eine Polymerisation nicht durchführbar. Nach Aufstellung einer Natronlaugewäsche in Leuna war das Gas zwar schon verarbeitbar, zeigte aber trotzdem noch Schwierigkeiten, die eine dauernde Abnahme noch nicht zulassen. Da zu vermuten ist, daß die Feuchtigkeit im Gas die Schuld trägt, wird Schkopau die Laugewäsche vor der Lindeapparatur einbauen.

Arbeiten für 1943:

Geplant ist die Verarbeitung des Schkopauer Aethylens, Einbau und Erprobung der ersten 1200- $\phi$ -Autoklaven.

Die SS-Öl-Anlage wird auf eine Kapazität von 17 500 jato ausgebaut, dazu ist auch der Ausbau der vorhandenen Anlage und der Tanklager in Me 924 zur Verarbeitung der dann anfallenden Vorlauföle (V-Öle) notwendig.

R-Öl-Fabrikation

Betrieb: Dr. Gerhard Hofmann  
Dr. Paul Hofmann

Reparaturen: DI. Mayer

arbeiten in 1942:

Da die Hydrierung des aus dem Kontaktschlamm der SS-Öl-Produktion anfallenden Rückstandsöles eine sehr weitgehende chemische Reinigung erforderlich gemacht hätte, ohne dabei jedoch ein verhältnismäßig schnelles Abklingen der Wirksamkeit des Hydrierungskontaktes vermeiden zu können, wurde an Stelle der Hydrierung die chemische Behandlung mit Aluminiumchlorid durchgebildet und in den Betrieb übernommen (s. Schema).

Das getrocknete rohe Rückstandsöl wird mit 7,5 % Aluminiumchlorid bei 120°C im Reaktionskessel behandelt. Nach Absitzenlassen und Abtrennen des hierbei entstandenen Aluminiumchloridschlammes wird das überstehende Öl im Zersetzerkessel mit 1,5 % Kalk neutralisiert. Der Kalk wird mittels Filterpresse abgetrennt, und das Filtrat wird destilliert. Der übergehende Vorlauf geht in den SS-Öl-Prozeß zurück; das Sumpfprodukt ergibt nach Raffination mit 5 % Bleicherde das verkaufsfertige R-Öl mit Stockpunkten von -35 bis -40°C.

Auf einen Flammpunkt von 175°C destilliert, findet es Verwendung als Kompressorenöl.

Mit einem Flammpunkt von 150°C bildet es mit 58 % die Hauptkomponente für das Eisenbahnsachsenöl, einer Mischung von R-Öl mit einem Ester, deren Stockpunkt unter -60°C liegen muß.

Im Durchschnitt wurden ca. 50 moto R-Öl abgegeben.

Der bei der R-Öl-Herstellung anfallende Aluminiumchloridschlamm wird mit Wasser zersetzt, mit Vorlauf bestimmter Siedegrenzen eingestellt, im Turbomischer gewaschen und zentrifugiert.

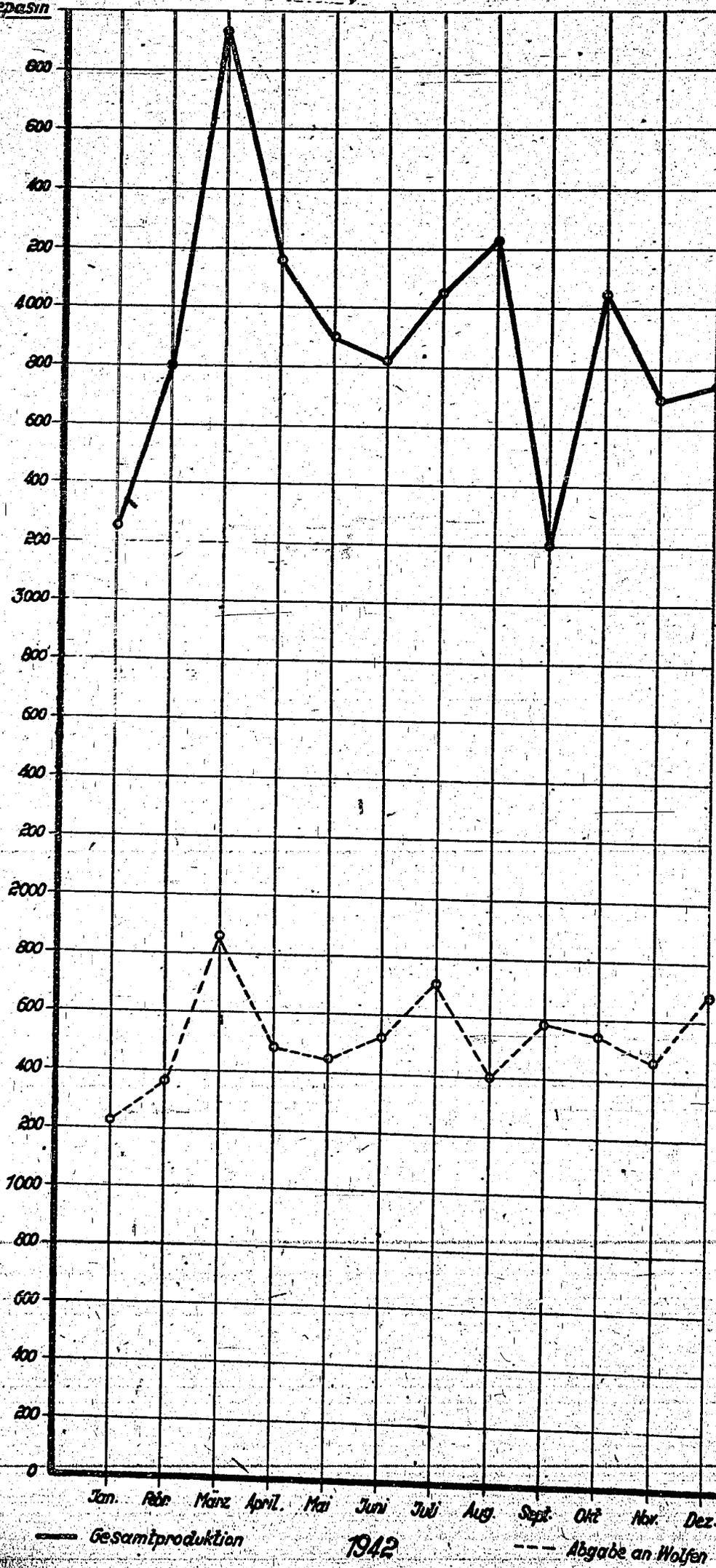
Das auf diese Weise erhaltene Öl (RR-Öl) besitzt die Eigenschaften eines trocknenden Öles und ist als solches bei der Lackkommission angemeldet worden.

arbeiten für 1943:

Entsprechend der Kapazitätserweiterung der SS-Öl-Anlage wird die R-Öl-Anlage soweit ausgebaut, daß sie die in Leuna und Schkopau anfallenden Rückstände auf R-Öl verarbeiten kann.

# Mepasin

t Mepasin



— Gesamiproduktion

- - - Abgabe an Wölfen

1942

Monolverarbeitung Me 493

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Wiedemann

Reparaturen: DI. Wenk

Leitungen in 1942:

Im ersten Vierteljahr wurde in Me 493 nur Isobutylen (dest.) hergestellt; die Weiterverarbeitung erfolgte in Me 957. Der dort zur Polymerisation verwendete Asbest-Phosphorsäurekontakt zerfällt jedoch infolge der geringen Spuren von Isobutylalkohol, welche im Isobutylen trotz Destillation noch enthalten sind. Ab April wurde deshalb in Me 493 auch die Polymerisation wieder gefahren und trotz Wegnahme einer Druckkolonne durch verschiedene Änderungen die 700-moto-Produktionskapazität erreicht. Bei dem gasbeheizten Röhrenofen zur Wasserabspaltung aus Isobutylalkohol haben infolge ungleichmäßiger Gasbeheizung nach kurzer Zeit durch Rußbildung die einzelnen Rohre ganz verschiedene Widerstände und deshalb auch entsprechend schlechte Produktverteilung. Es wird versucht, durch gleichmäßigere Gasführung die durch die unterschiedliche Verrußung bedingten kurzen Laufzeiten des Ofens zu erhöhen. Bei einem Polymerisationsaggregat wurden durch Hintereinanderschalten zweier Öfen mit Zwischenkühlung längere Laufzeit und Umsätze von über 50% erzielt.

In der vorhandenen Kogasin-Hydrierapparatur wurde rumänisches Erdöl versuchsweise hydriert. Die Kontaktbelastung ist gegenüber dem Kogasin bedeutend verringert und beträgt nur das 0,6-0,9fache; auch erfolgt schon durch geringe Temperatursteigerung eine Spaltung in niedrigsiedende Produkte.

Leitungen für 1943:

Nach Anfahren der AT-Anlage stehen die Polymerisationsöfen in Me 957 zur Verarbeitung des Isobutylens aus Isobutylalkohol frei, so daß die gesamte Anlage in Me 493 stillgelegt werden könnte.

Hydrierung von Kogasin zu Mepasin

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Jagemann

Reparaturen: DI. Weidmann  
DI. Friedrich

Die Anlage ist ohne Störung gelaufen. Da das Mepasin nicht immer in der geplanten Menge abgenommen wurde, waren meist nur ein bis zwei Öfen in Betrieb. Mit dem Ofen 1, der einen elektrischen und einen Gasverheizer besitzt, wurde die Belastung des Kontaktes 3076 ausprobiert. Über eine Betriebszeit von etwa 2 bis 3 Wochen wurde der Ofen mit 10facher Kontaktbelastung gefahren, ohne abzuklingen. Nach den bisherigen Erfahrungen ist eine 8fache Kontaktbelastung im Dauerbetrieb möglich. Die gasbeheizten Vorheizer haben sich weiter bewährt. Seit 14. Mai ist ein Ofen mit regeneriertem Kontakt 3076 (Kontakt 6152) in Betrieb. Die Hydrierfähigkeit hat bisher noch nicht nachgelassen.

Da Wolfen mit seiner Hydrierung noch nicht in Betrieb gekommen ist, wurde das gesamte Kogasin mit hydriert.

In der Abfüllanlage hat sich die Wärmehalle gut bewährt. Zur Zeit wird diese von der Phenolverarbeitung mit benutzt. Bei beiderseitiger Vollproduktion reicht die Wärmehalle jedoch nicht aus. Die Erstellung einer zweiten Wärmehalle ist vorgesehen.

Zur Bewältigung der Rangierarbeiten wurde eine Spillanlage errichtet. Die dazugehörige Verschiebebühne soll im Frühjahr 1943 in Betrieb kommen.

Die Verteilung des produzierten Mepasins auf Leuna und Wolfen veranschaulicht nebenstehendes Bild.

Isobutylalkoholraffination

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Jagemann

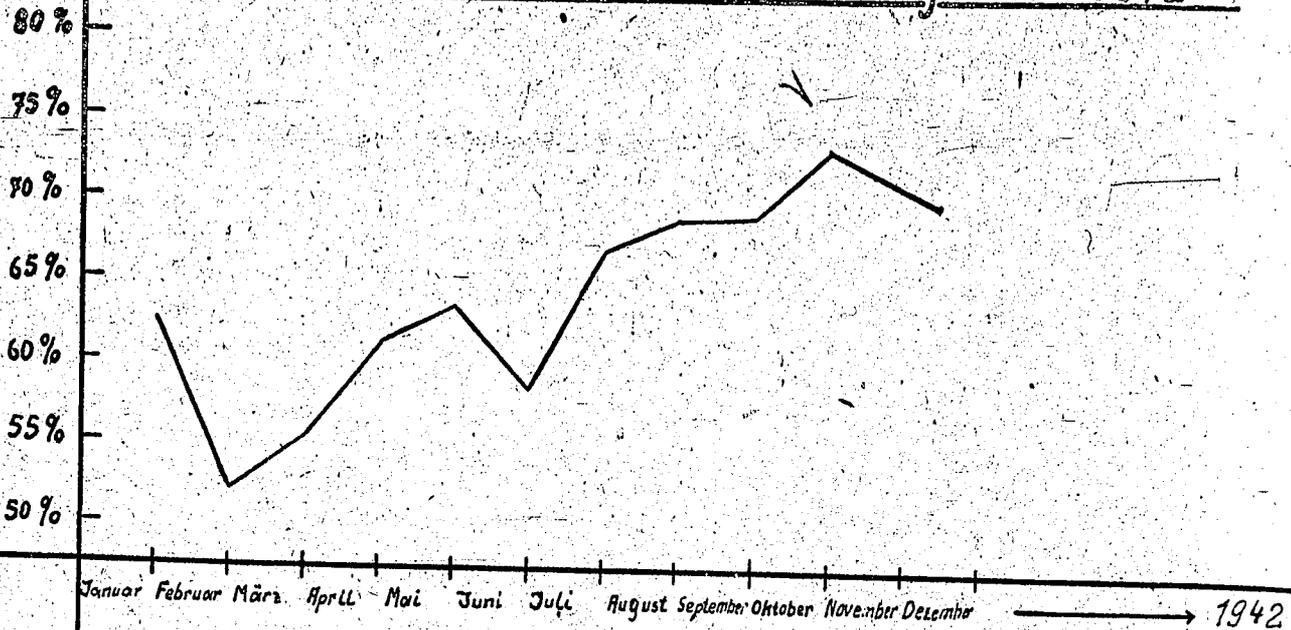
Reparaturen: DI. Weidmann  
DI. Friedrich

Zur Entlastung der Nachhydrierung in Me 13a wurde in der Hydrieranlage Me 958 in der Kammer 4 ein Ofen für die Isobutylalkoholraffination erstellt. Der Ofen hat einen Kontaktraum von 3 cbm. Er wurde am 1. August angefahren und ist seitdem ohne Störung in Betrieb.

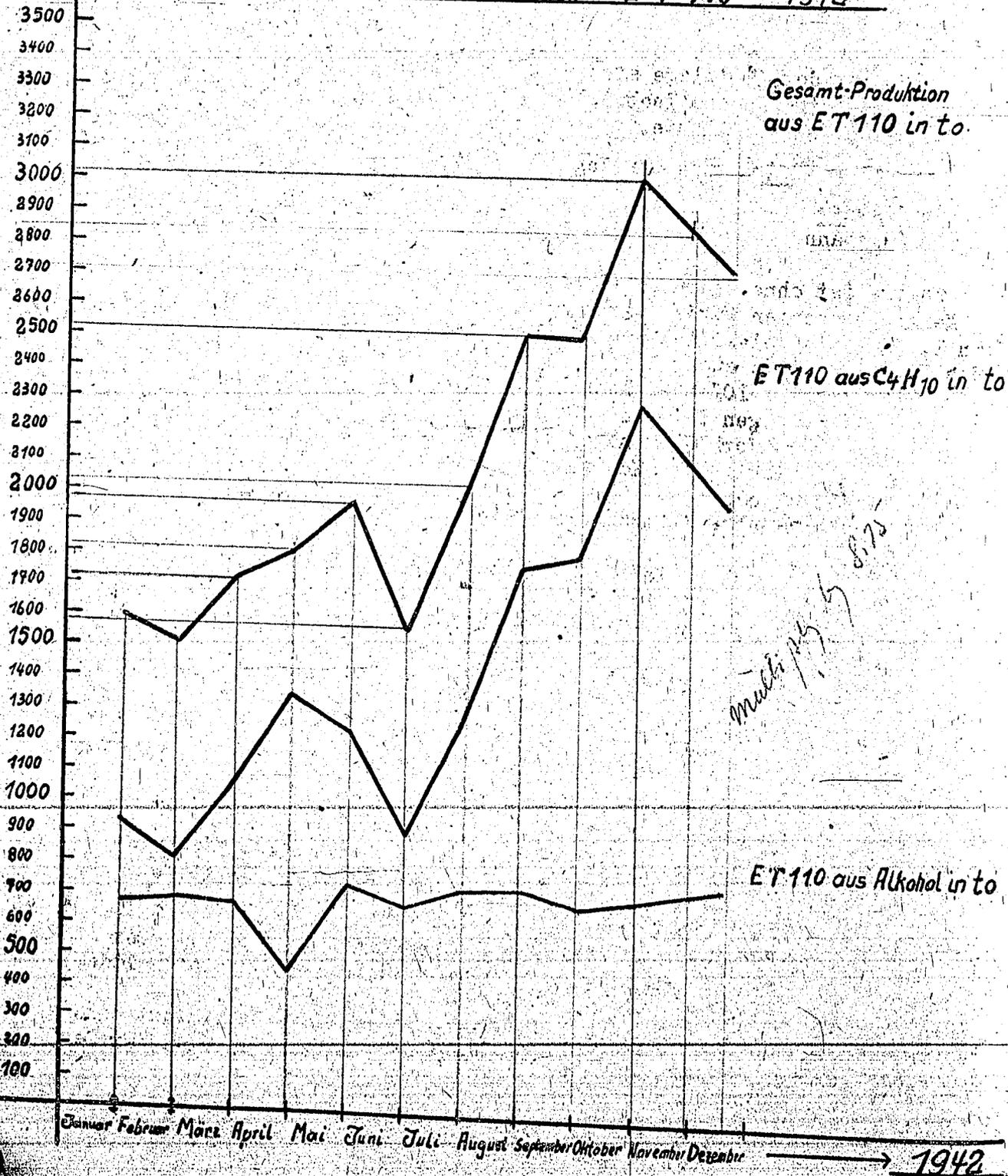
Zur Vermeidung von Kesselwagentransporten wurde für das Rohprodukt eine Leitung vom Tanklager Me 933 und für das Fertigprodukt eine Leitung nach der Destillation Me 982 verlegt.

# Ausbeute der T52 Anlage

1942



# Produktion in Tomen E T 110 1942



Isobutan-Verarbeitung (T-52-Anlage)Betrieb: Dr. Fischer, Dr. SträtzReparaturen: DI. WeidmannDr. Jagemann, Dr. Herbert (ab 15. Oktober)arbeiten in 1942:

Die Anlage wurde voll in Betrieb genommen. Die hohen Gasverluste wurden durch systematisches Abdichten (insbesondere der Dehydrieranlage) von 20 auf 10% gesenkt. Der verbesserte Kontakt 5530 wurde statt des Kontaktes 5063 eingebaut und im Hinblick auf das AT-Verfahren bereits zwei Öfen auf 70 mm Rohre umgestellt. Die geplante Produktion wurde zeitweise um 44% überschritten. Das aus Isobutylalkohol in Me 493 produzierte Polymerisat wurde in der T-52-Anlage mitdestilliert und hydriert.

Die Schwierigkeiten, die im Vorjahr im Ofenhaus der Dehydrierung durch Hängenbleiben des Kontaktes auftraten und die zum Aufreißen der Si-8- und auch der FF30-Rohre führten, wurden restlos überwunden. Rohrreißer traten im 2. Halbjahr nicht mehr auf. Verluste durch undichte Stellen wurden durch Zuschweißen besonders undichter Flansche, Abschirmen des Ofenkopfes gegen Luftströmung und vor allem durch planmäßige Überwachung der Öfen mittels eines Butanschnüfflers und durch ständiges Nachziehen der undichten Flansche auf 8-10% erniedrigt. Zur endgültigen Beseitigung der undichten Stellen sind konstruktive Maßnahmen durch Einführung einer sogenannten Sechskantdichtung und Anwendung hochwertiger Schrauben vorgesehen. Die Rauchgasverteilung wurde durch Einbau von Schürzen mit Ringkanälen und die Kontaktverteilung durch Einbauten im Kontakteintritt der Bündel verbessert. Durch Umstellung der Anlage auf den neuen Kontakt 5530 (Anfahrkontakt für AT 244) konnte bei ca. 15°C niedrigerer Temperatur die Ausbeute von 78-80% auf 83-85% gesteigert werden.

Es wurden drei Regenerations-Öfen in Betrieb genommen, während der vierte Ofen als Reserve bereitsteht. Störungen traten gelegentlich durch Korrosion der Streckmetalleinsätze auf. Im übrigen verläuft die Regeneration planmäßig.

Die Gasreinigung durch Einspritzen von Wasser und Entfernen des Staubes im Filterbau hat sich bisher bewährt. Da jedoch bei dieser Methode das Gas sich mit Wasserdampf sättigt und dadurch die Kompression zusätzlich belastet wird, wurde die Gasreinigung versuchsweise mittels Koksfilter durchgeführt. Die Koksfilter arbeiten einwandfrei bis auf 1-2 mg Staub/cbm. Es ist beschlossen, eine umstellbare Koksfilteranlage aufzustellen.

Die Kompression wurde mit vier Kompressoren in Betrieb genommen und arbeitet ohne Reserve. Seitdem die Gasreinigung einwandfrei arbeitet, gingen die Störungen erheblich zurück. Zum Studium der Borsig-Destillation wurde eine Versuchskolonnen gefahren. Auf Grund der Ergebnisse dieser Versuche wurde die Kolonne in Pölitz umgebaut. Die Leuna-Anlage wird voraussichtlich im Frühjahr 1943 umgebaut werden. Die Borsig-Destillation II, die Di-Tri-Kolonnen und die Ölwäsche zeigten sich auch den hohen Ansprüchen bei 40%iger Überlastung gewachsen.

In der Polymerisations-Anlage traten vorübergehend Störungen auf, da infolge der Verwendung schlechter Asbestsorten die mechanische Haltbarkeit des Kontaktes unzureichend war. Durch Festigung des Kontaktes in der Strangpresse wurde neuerdings wieder eine gute mechanische Festigkeit erzielt.

Die Hydrierungsanlage konnte die größeren Polymerisatmengen ohne Schwierigkeiten hydrieren. Das Fertigprodukt ist testgerecht. Um den Schwefelgehalt von 0,003-0,001% im Fertigprodukt zu senken, wurde eine Natronlaugewäsche hinter der Hydrierung eingebaut. Auf eine Schwefelwäsche vor der Hydrierung - zur Verbesserung der Hydrierfähigkeit des Kontaktes - wurde verzichtet, da die Anlage bei Inbetriebnahme der AT-Anlage für andere Zwecke frei wird.

Die Gesamtausbeute wurde über die in der Planung vorgesehenen 72% hinaus auf 73% gesteigert, die geplante Produktion im Oktober um 44% überschritten. In der mit 19 000 jato geplanten Anlage können beim Fahren ohne Reserve 28 000 jato ET 110 hergestellt werden. Zusätzlich wurden ca. 700 moto Polymerisat aus Isobutylalkohol in der Anlage verarbeitet.

arbeiten für 1943:

Zur Vervollkommnung der Dehydrieröfen werden die Kontakt- und Rauchgasverteilung umgebaut, die 56 mm Rohre durch solche von 70 mm  $\phi$  ersetzt und andere Flanschenverbindungen sowie bessere Schrauben verwendet werden.

Am Anfang des Jahres wird die Umstellung der Dehydrieranlage auf Normal-Butan für das AT 244-Verfahren erfolgen.



## Herstellung von Isooktan nach dem AT-Verfahren

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Strätz

Reparaturen: DI. Weidmann  
DI. Friedrich

### Arbeiten in 1942:

Im Versuchslaboratorium wurden die Arbeiten zur n-Butan-Dehydrierung, Alkylierung und Isomerisierung weiter geführt. Der Bau der Großanlage im Süden des Werkes ist soweit fortgeschritten, daß im Februar 1943 der Betrieb anlaufen kann. Die Dehydrieröfen der T-52-Anlage wurden bereits teilweise auf 70-mm-Rohre umgestellt, und die gesamte Anlage mit dem Anfahrkontakt 5530 für das Alkylatverfahren gefüllt. Auf Grund der halbtechnischen Versuche im Versuchslaboratorium wird mit diesem Kontakt bei 700facher Gasbelastung bei n-Butan mit 25% Umsatz und 85% Ausbeute gerechnet. Bei der weiteren Kontaktentwicklung sind 28-30% Umsatz und 88% Ausbeute zu erwarten.

Die bisher in der T-52-Anlage vorhandene Stabilisierkolonne hinter der Kompression kann voraussichtlich wegfallen, jedoch müssen die vorhandenen Inertgase und niederen Kohlenwasserstoffe im Kühlbutan-Kreislauf über Tiefkühler entfernt, und die Propankolonne der AT-Destillation auf 25 atü ausgelegt werden. Bei dieser Fahrweise kann das in der Dehydrierung entstandene Äthylen und Propylen mit verarbeitet werden, ohne daß die Produktqualität wesentlich beeinflusst wird.

Die Leunaer AT-Anlage ist für 64 000 jato Alkylat ausgelegt. Bei einer Verweilzeit von 50 Minuten und 2,0 m Flüssigkeitshöhe sind dazu zehn Rührbehälter erforderlich, zwei Behälter dienen als Reserve. Der Schwefelsäureverbrauch beträgt ca. 10%, bezogen auf das Fertigalkylat. Die Wiedergewinnung erfolgt in Me 378 nach dem Paulingverfahren. Diese Schwefelsäure-Regenerationsanlage soll Anfang 1943 ebenfalls anlaufen.

Zur Destillation des Alkylat-Kohlenwasserstoffgemisches sind insgesamt acht Kolonnen vorgesehen.

Die Abtrennung des Rohalkylats von den Kohlenwasserstoffen erfolgt in 2 Stabilisierkolonnen, von denen die Raschigringkolonne bereits fertig montiert ist, während die Glockenbodenkolonne voraussichtlich erst im Frühjahr 1943 fertig gestellt werden kann. Zur n- und i-Butan-Trennung werden drei Kolonnen aufgestellt. Die Raschigringkolonne ist bis 1. Februar 1943 anfahrbereit, die Heckmannkolonne (Glockenböden) wird gegenwärtig montiert; die Canzlerkolonne dagegen kann erst zum Frühjahr 1943 fertiggestellt sein. Die weiteren Kolonnen (Raschigringkolonnen), die Propankolonne, die Redestillation zur Abtrennung der höhersiedenden Anteile und die Vorlaufkolonne sind bereits soweit montiert, daß mit ihrer Inbetriebsetzung Ende Januar gerechnet werden kann. Voraussichtlich kann die Destillationsanlage (ohne die zweite Stabilisierkolonne und die dritte Butankolonne) im Februar angefahren werden.

### Isomerisation

In der Isomerisation wird auf Grund der Versuche im Versuchslaboratorium mit folgenden Werten gerechnet:

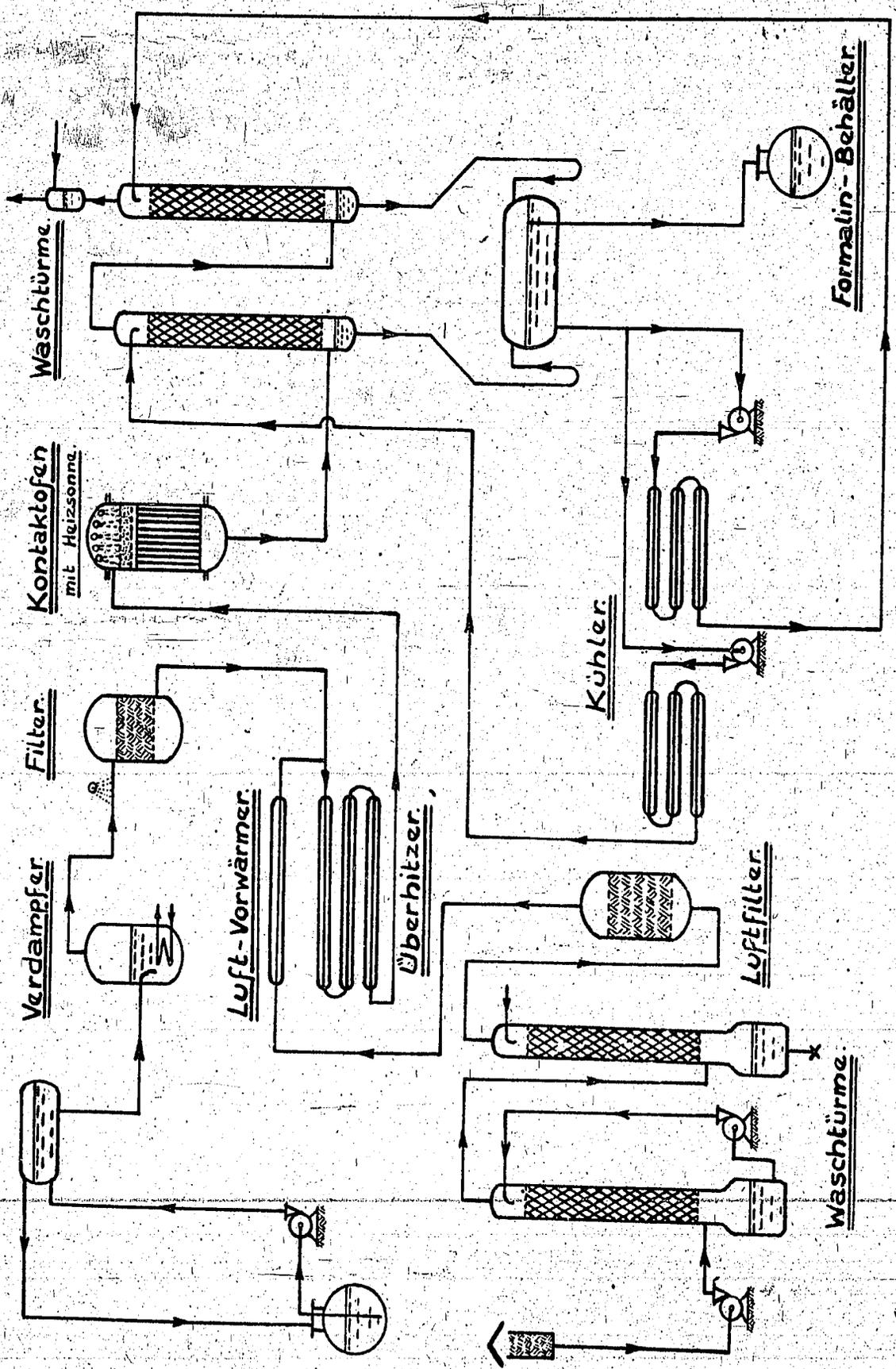
Umsatz:	25%
Ausbeute:	95%
Kontaktverteilung:	1,45 kg n-Butan/1 Kontakt.

Die Leuna-Anlage wird für 4000 jato i-Butan ausgelegt; dazu werden drei Öfen (1000 mm) aufgestellt (zwei in Betrieb, einer in Reserve).

Die Inbetriebsetzung wird schätzungsweise Ende 1943 erfolgen können.

### Arbeiten für 1943:

Inbetriebsetzung der Alkylierung und Isomerisierung.



Formaldehyd-Anlage.

Aldehydanlage in Me 981

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Jagemann  
Dr. Wiedemann (Versuchsanlage)

Reparaturen: DI. Grüttner

Arbeiten in 1942:

Ende August wurde die Formaldehydanlage zunächst mit Reinformethanol angefahren. Dabei zeigte sich aber, daß der von Leuna konstruierte Röhrenverdampfer für das Methanol-Wasser-Gemisch nicht geeignet ist, da das Gemisch nicht vollkommen gleichmäßig verdampft wurde. Nach einer Betriebsdauer von etwa 14 Tagen wurde die Anlage wieder abgestellt und ein vorhandener Verdampfer nach der Bauart von Ludwigshafen eingebaut. Beim Wiederanfahren im Oktober traten noch einige Schwierigkeiten auf. Die Leistung der Heizsonne zum Hochheizen des Kontaktes reichte nicht ganz aus, so daß auch hier ein neues, größeres Aggregat beschafft werden mußte. Anfang Dezember wurde die Anlage nochmals in Betrieb genommen. Sie hat dann mit Reinformethanol einwandfrei gearbeitet.

Die Propionaldehydanlage konnte infolge des Mangels an Material und Montageschlossern noch nicht in Betrieb genommen werden. Die Arbeiten sind aber jetzt soweit vorgeschritten, daß mit dem Anfahren im Januar 1943 gerechnet werden kann.

Aldehydfabrikation Me 13

Betrieb: Dr. Wiedemann

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Wenk

Arbeiten in 1942:

Im Dehydrierofen wurden gegenüber dem Vorjahr gesteigerte Mengen an Isobutyl-, Isoamyl-, Isohexyl- und Isoheptylaldehyd hergestellt. Der Bedarf der P<sub>3</sub>-Fabrikation an Propionaldehyd konnte zwar im vorhandenen Oxydationsofen hergestellt werden, doch traten öfters Störungen durch Säurekorrosion auf. Die Apparatur ist so stark angegriffen, daß öfters mit Störungen zu rechnen ist; die Neuanlage in Me 981 wird in kurzer Zeit fertiggestellt sein.

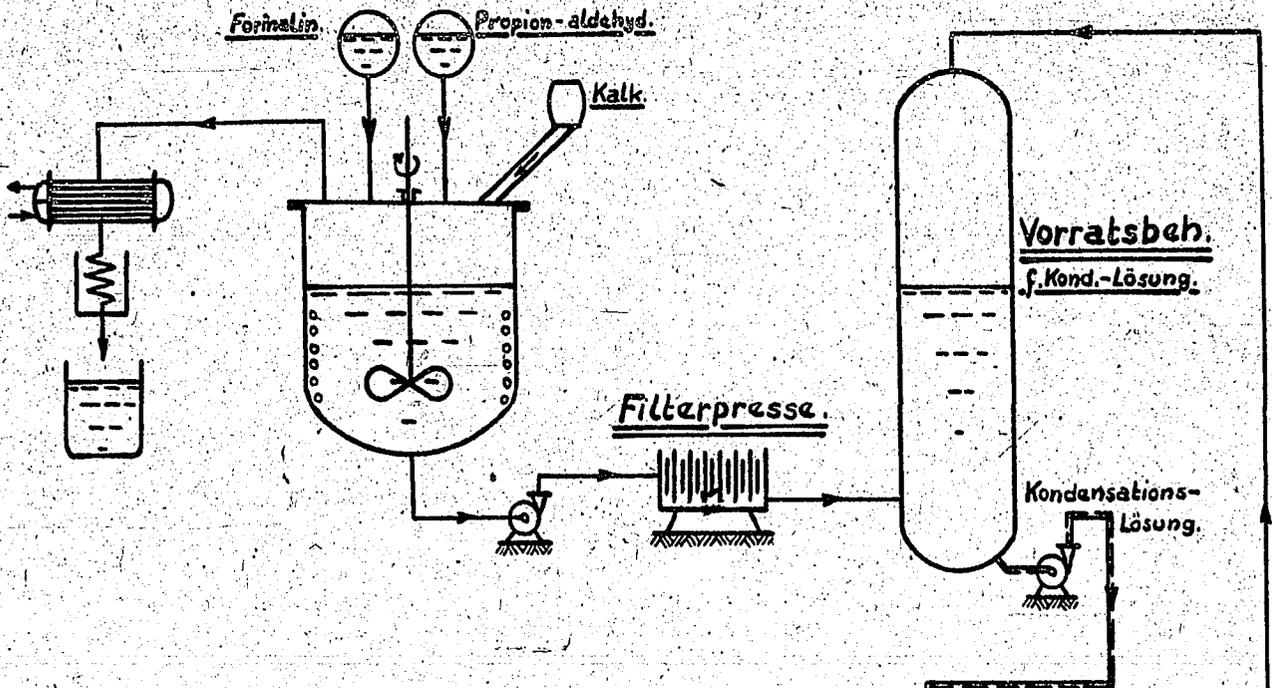
Ein Versuch zur Herstellung von Methylcyklohexanon aus Methylcyklohexanol und Luft verlief befriedigend und mit gleichen Ausbeuten wie die Cyklohexanol-Oxydation. Die größere Oxydationsapparatur in Me 975 zur Herstellung der Ketone wurde angefahren.

Im Kleinversuch wurde die Oxydation von 1.2-Cyklohexandiol (aus Brenzkatechin) zu 1.2-Cyklohexandion untersucht. Das Diketon ist auf diesem Wege nur mit 25%iger Ausbeute herstellbar.

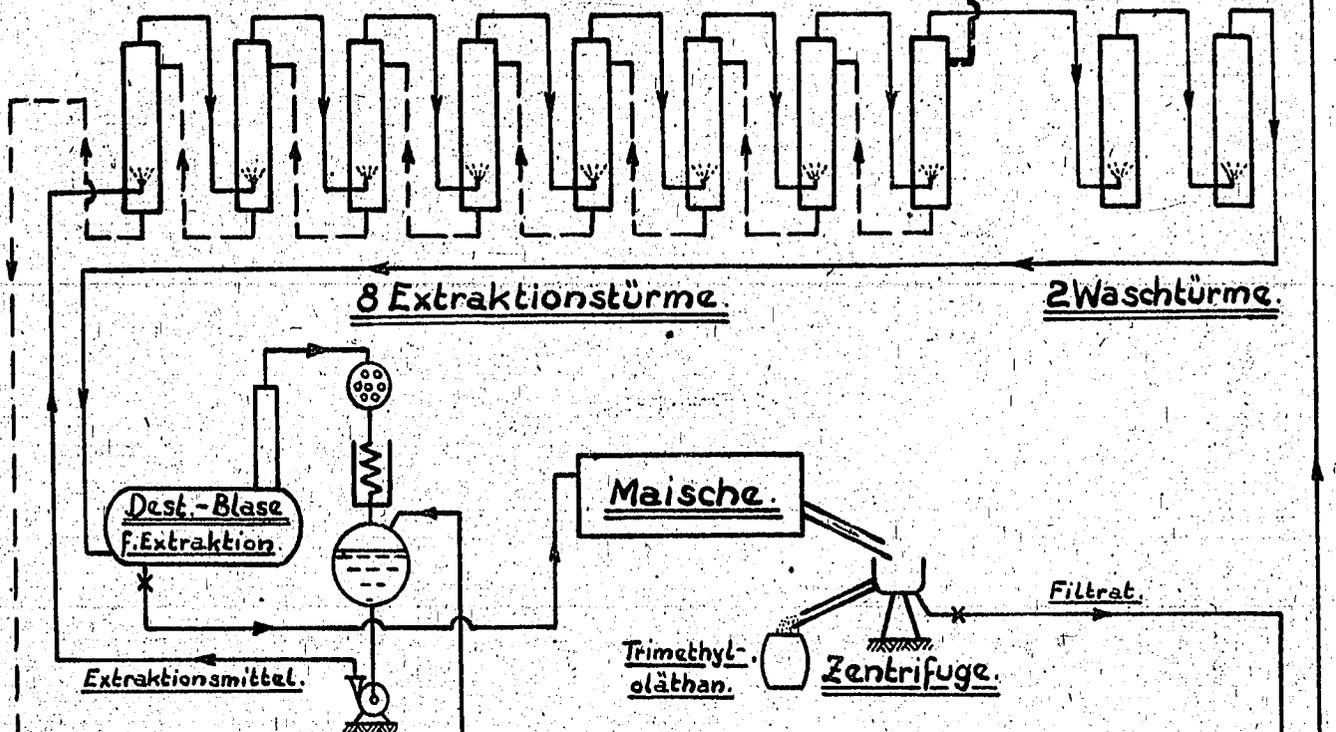
Arbeiten für 1943:

Die Propionaldehydanlage in Me 981 und der Cyklohexanonofen in Me 975 werden in Betrieb genommen werden.

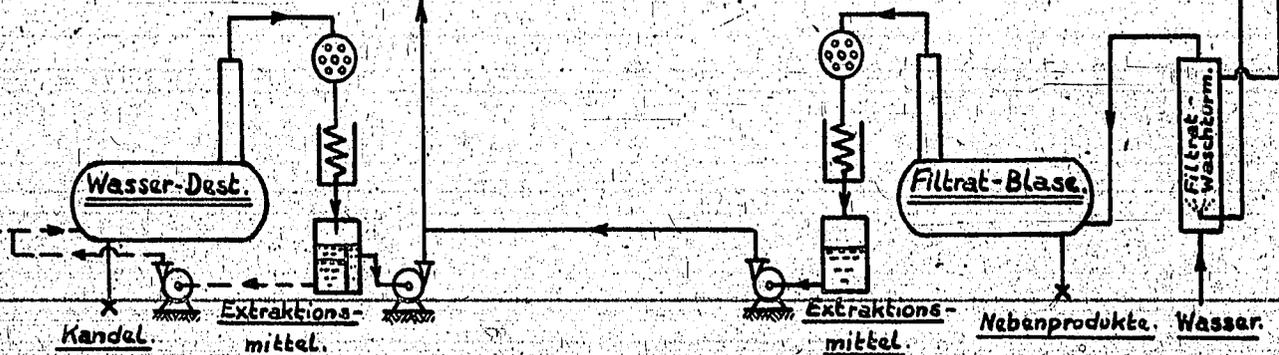
# I. Trimethyloläthan-Kondensation.



## II. Extraktion.



## III. Filtrataufbereitung.



## Herstellung von Trimethyloläthan

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Jagemann  
Dr. Kahr

Reparaturen: DI. Weidmann  
DI. Grüttner

### Arbeiten in 1942:

Die Herstellung des Trimethyloläthans wurde in der Kondensationsstufe infolge der Verknappung der Natronlauge vor kurzem auf die Verwendung von Staubkalk als Kondensationsmittel umgestellt. Nach den bisher vorliegenden Betriebsergebnissen werden annähernd die gleichen Ausbeuten wie mit Natronlauge erzielt; die Nebenprodukte sind in ihrer Menge nicht angestiegen. Die Kondensations-Ausbeute liegt bei etwa 80%. Nach der Kondensation werden 20% des Wassers abdestilliert, um für die Extraktion eine konzentriertere Lösung zu erhalten.

In der Reinigung des Trimethyloläthans wurde insofern eine Verbesserung erzielt, als der Aschegehalt von 0,5 - 1,0% auf etwa 0,01% erniedrigt werden konnte. Das wird dadurch erreicht, daß das die Anlage verlassende Extraktionsmittel, das etwa 4% Trimethyloläthan gelöst enthält, in zwei Türmen salzfrei gewaschen wird. Diese Waschtürme enthalten eine 30%ige Lösung von Trimethyloläthan in Wasser.

Infolge der Erniedrigung des Aschegehaltes wurde das Produkt ohne weitere Reinigung für die Alkydherstellung in Uerdingen und für die Nitrierung in Krümel als brauchbar bezeichnet.

Ferner wurde durch die größere Reinheit eine Ausbeuteerhöhung in der Sublimation erzielt. Während diese bisher, je nach dem Aschegehalt des rohen Trimethyloläthans, zwischen 60 und 85% schwankte, konnte in reproduzierbaren Versuchen im Betrieb mit dem aschearmen Produkt eine Ausbeute von 98-99% erreicht werden.

Da das aschearme Produkt für die Abnehmer ausreichend rein ist, wurden die Umkristallisation und die Sublimation vorläufig abgestellt.

Gemeinsam mit der Dynamit A.G. Würgendorf werden z.Zt. noch Vergleichsversuche der Qualität des rohen Trimethyloläthans durchgeführt, da das Produkt zwar genügend aschefrei ist, aber in den sonstigen Testen noch nicht immer ganz gleichmäßig anfällt.

In der Aufarbeitung des nach dem Auskristallisieren des rohen Trimethyloläthans in den Zentrifugen ablaufenden Filtrats wurde ebenfalls eine Änderung eingeführt. Das Filtrat wird nicht mehr sofort eingedampft und das darin noch enthaltene Trimethyloläthan mit Neutralteil aus der Leuna-Carbonsäure-Anlage ausgefällt und durch Filtration gewonnen, sondern es wird in einem Turm mit Wasser von Trimethyloläthan befreit. Die erhaltene wässrige Lösung wird der Extraktion wieder zugeführt. Erst dann wird das Filtrat eingedampft, um das Lösungsmittel wiederzugewinnen.

In der nebenstehenden Skizze ist die jetzige Fahrweise dargestellt.

Die Produktion an rohem Trimethyloläthan betrug ca. 200 t.

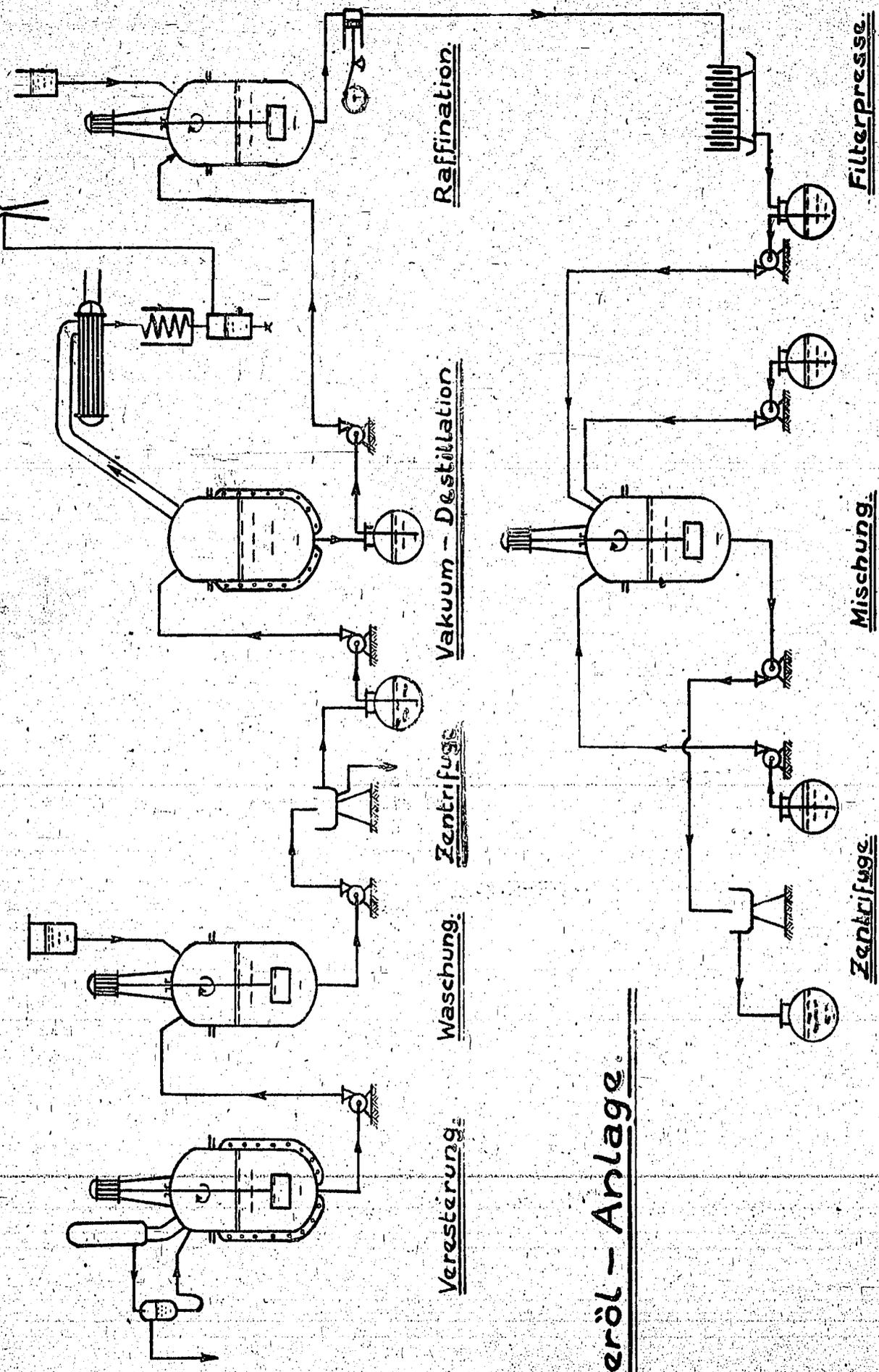
Im Laboratorium wurden die Extraktionsversuche des Betriebes vorbereitet, die Herstellung von Trimethyloläthan durch Hydrierung des Propionaldols bearbeitet. Diese Arbeiten wurden auf weitere Aldole und Methylolverbindungen ausgedehnt z.B. wurde die hydrierende Spaltung von Methylol-Isobutyron in 2 Mol Isobutanol durchgearbeitet.

### Arbeiten für 1943:

Die Kapazität der Anlage, die mit 150 moto geplant war, konnte bisher noch nicht erreicht werden, da die kontinuierliche Extraktion noch schlecht arbeitet. Versuche zur Behebung dieser Mängel sind z.Zt. in Arbeit.

Die von der Firma Venuleth & Ellenberger erstellte Sublimierapparatur soll angefahren werden, um bei später evtl. auftretenden erhöhten Qualitätsanforderungen in der Lage zu sein, ein reines sublimiertes Produkt zu liefern.

281



Esteröl - Anlage

Esterölanlage in Me 981

Betrieb: Dr. Fischer  
Dr. Jagemann

Reparaturen: DI. Grüttner

Arbeiten in 1942:

Am 28. Januar wurde die Esterölanlage zunächst mit einem Veresterungsrührwerk in Betrieb genommen. Nennenswerte Anfahrschwierigkeiten haben sich nicht ergeben. Ende Oktober kam das zweite Veresterungsrührwerk in Betrieb. Die Anlage war für eine Produktion von 2 000 jato vorgesehen. Nach den vorliegenden Betriebsergebnissen sind, bei der Produktion von nur einem Ester, die Produktionskapazitäten wahlweise für die einzelnen Ester folgende:

Ester 455 (Adipinsäure + Alkoholfraktion 140-180°)	2 800 jato
Ester 504 (Adipinsäure + Alkoholfraktion 160-200°)	2 040 jato
Ester 515 (Adipinsäure + Alkoholfraktion 200-270°)	1 320 jato
Ester 426 (Leunasäure 200-250° + Seifenfettsäure + P3)	840 jato
Mollit L85 (Leunasäure 160-180° + P3)	840 jato.

Der Unterschied der Produktionsmöglichkeiten der einzelnen Ester ist lediglich durch die Leistungsfähigkeit der Heizung bedingt. Es sind bereits größere Heizapparate in Arbeit; so daß voraussichtlich in einigen Monaten die Sollproduktion für alle Ester erreicht wird. Die Anlage kann jederzeit von einem Ester auf den anderen umgestellt werden.

Die fertigen Ester werden zum Teil mit Ölen der Schmierölfabrikation gemischt. Um den erhöhten Anforderungen der Luftwaffe gerecht zu werden, wurde eine provisorische Faßabfüllerei und Faßreinigung errichtet.

Für den Versand des Achsenöles an die Reichsbahn wurde das freigewordene Lager der Monolanlage in Me 933 verwendet.

Bisher wurde folgende Menge produziert:

Ester 455 (für Waffenöl)	104
Ester 515 (für Kälteöl)	148
Ester 426 (für Kälteöl)	7
Ester 504 (für Y-Achsenöl)	156
Ester 285 Mollit	30
Mesulfol	11
	<u>456</u>

Arbeiten für 1943:

Um den erhöhten Bedarf an Esterölen zu decken, wird in Me 1016 eine Neuanlage für 4 000 jato Esteröle errichtet. Die Anlage soll im August in Betrieb kommen. Für die Mischung und den Versand der Fertigprodukte wird in Me 999b eine Mischanlage und Versandstation erstellt.

Kontaktfabrik Me 22b

Betrieb: Dr. Kratz (bis 31. Oktober)  
Dr. Grimm

Reparaturen: Dr. Herele (bis 17. März)  
Dr. Rottner (ab 17. März)

Arbeiten in 1942:Gelberde-Kontaktfabrik:

Bei der ausschließlichen Verarbeitung von abgerösteter gebrauchter Kontaktmasse aus Zeitz ließ sich nur noch eine Produktion von 25 moto erreichen. In Zeitz traten durch vorzeitigen Kontaktzerfall Schwierigkeiten auf, deren Ursache noch nicht restlos geklärt ist.

Ende November konnte von den vorgesehenen 2 Filterpressen zur Filtration der Wolframsäurelösung die erste in Betrieb genommen werden. Die durch den erheblichen Kohlensäuregehalt des Schwefelwasserstoffs entstandenen Schwierigkeiten wurden durch Einbau eines Ausgasers behoben. Die bisherige Aufarbeitung der Schlammrückstände in Me 245 wurde durch eine einfache Säurebehandlung in Me 22b ersetzt. An der Rösttrommel in Me 245 wurden eine Kühlung und ein Multiklon zur Entstaubung des Abgases eingebaut. Zur Regeneration von gebrauchtem Kontakt 3076 wurde ein einfaches Verfahren ausgearbeitet. Der gebrauchte Kontakt wird abgeröstet und mit 10-20 % Neumaterial angeteigt und geschwefelt. Die Apparate-Montage in Me 22b Erweiterung für die Herstellung der Kontakte 6434 bzw. 6719 ist gestoppt, da beide Kontakte voraussichtlich nicht hergestellt werden.

Methanol-Kontaktfabrik:

Die geplante Umstellung der Herstellungsweise des Methanol- und Isobutylkontaktes konnte nicht vorgenommen werden, da die Genehmigung des Programmes noch aussteht. Die Anlage zur Herstellung des Phenolhydrierungskontaktes ist im Süden aufgestellt und ab 1.1.43 betriebsfertig; damit wird die Produktion in Me 22b aufgegeben. Zur Rückgewinnung der Schwermetalle aus den Abwässern wurde eine Wofatit-Anlage aufgestellt. In einer Behelfsanlage wird Raney-Kobalt in einer Menge von 60 kg/Monat hergestellt. Betriebsversuche zur vereinfachten Herstellung von Fällungskontakten durch Mischen der gelösten Komponenten in der Filterpressenpumpe hatten ein günstiges Ergebnis. Untersuchungen über die Verformung lockerer Kontaktmassen hatten das Ergebnis, daß bei Benutzung von Kellergängen bzw. Walzenstühlen bei kontinuierlicher Fahrweise sich eine Vereinfachung erzielen läßt. Die Herstellung von Propanol-Kontakten wurde aufgenommen. Verfahren: Der Kontakt wird durch Füllen von Kobalt-Thoriumnitratlösungen auf Kieselgur hergestellt.

Arbeiten für 1943:

In der Gelberdekontaktfabrik muß die Verlegung der restlichen Apparate von Me 244 nach Me 245 im März beendet sein. Zur Erhöhung der Röstkapazität in Me 245 wird eine Kühltrommel eingebaut. Zur völligen Entstaubung des Abgases ist ein Elektrofilter vorgesehen. Um den Kontaktbedarf sicherzustellen und Geruchsbelästigungen zu vermeiden, ist die Umstellung des Baues 22d auf kontinuierlichen Betrieb vorgesehen, wobei ein in der Qualität gleichmäßigeres Gelbsalz zu erwarten ist. Die Aufstellung der zweiten geplanten Filterpresse wird die Aufarbeitung aller bis jetzt nicht verwendungsfähigen Wolframsäure-Rückstände ermöglichen.

Die Herstellung von Isobutyl- bzw. Methanol-Kontakt soll auf kontinuierliche Fahrweise umgestellt werden, wodurch ein gleichmäßiges Produkt erzielt und die immer noch vorhandenen Chromatbelästigungen der Gefolgschaft vermieden werden sollen. Versuchsweise wird zur Vermeidung der Nitrobelästigung in der Schwefelsäurefabrik Me 377 ein selbsttätiger Löser für Metall und gebrauchte Kontakte aufgestellt.

Kontaktfabrik-Süd

Betrieb: Dr. Kratz (bis 31. Oktober)  
Dr. Hill  
Dr. Harkort (ab 7. Dezember)

Reparaturen) Dr. Herele  
u. Neubauten) DI. Röttner (zeitweise)

Arbeiten in 1942:H.F.-Kontaktfabrik

Nachdem schon 1941 die Umstellung auf Fällung der Aktiv-Tonerde aus Natriumaluminatlösung durch Salpetersäure vorgenommen war, wurde im Berichtsjahr hauptsächlich am Ausbau der Anlage auf 120 moto Produktion gearbeitet. Es wurden ein drittes Lösegefäß aus V2A, sechs Absetzbehälter und anstatt des einen Füllbehälters drei neue mit je 6 cbm Inhalt in Betrieb genommen. Die Pumpenanlagen wurden verstärkt. Dem seinerzeitigen Wunsch, die Fällanlage in einem Stockwerkbau unterzubringen, wurde dadurch nähergekommen, daß man die Annaischbottiche einschließlich der Pumpen in eine Grube versenkte. Dieser Teil konnte am 1. Dezember in Betrieb gesetzt werden. Die Baumwolltücher der Filterpressen wurden durch PC-Tuch ersetzt, das sogar eine wesentlich längere Haltbarkeit aufweist. Die Trocken- und Glühkapazität wurde durch die Inbetriebnahme des ersten Kanalofens im Januar, des zweiten Kanalofens im Juni und durch den Umbau und verbesserte Fahrweise der Glüh-trommel wesentlich erhöht. Drei neue 400-l-Knetter, drei Kugelmühlen und die in Me 996 provisorisch aufgestellte Pendelmühle vergrößerten seit November die Verformungskapazität. Mit der ganzen Anlage werden jetzt etwa 90 moto Aktivtonerde hergestellt. Sämtliche Einrichtungen der Betriebskontrolle wurden verbessert. Zur analytischen Überwachung mußte im Laboratorium Wechselschicht eingerichtet werden. In chemischer Hinsicht wurden verschiedene Verfahrensänderungen durchgeführt. Es wurde versucht, kontinuierlich zu fällen; der Stand des heutigen Ausbaues zwingt uns aber dazu, in Einzelansätzen zu arbeiten, die jetzt bei wesentlich höherer Konzentration als früher durchgeführt werden. Es gelang, die Qualität der Aktivtonerde für ihre verschiedenen Verwendungszwecke, insbesondere für die T 52-, bzw. AT 244-Kontakte, zu steigern. Durch Zusatz von 5-10 % Kaolin zur Tonerde konnten auch die Zerfallserscheinungen bei der Verwendung als Amin-Kontakt restlos behoben werden. Die HF-Anlage Moosbierbaum arbeitet seit der Mitte des Jahres bis jetzt mit Erfolg mit hier hergestelltem Kontakt.

T-Kontaktfabrik

Der Bedarf an Witol-Kontakt war zu Beginn des Jahres so gering, daß im Februar die Produktion ganz eingestellt wurde. Im Juni wurde die Tagschicht wieder angefahren, und ab August mußte in Wechselschicht gearbeitet werden. Bis November wurden etwa 100 moto hergestellt. Der zweite Kanalofen wurde außer sechs Trockenschränken dafür eingesetzt. Bis jetzt ungeklärte Rückschläge im Betrieb der Witol-Anlage zwangen zur Aufnahme neuer Entwicklungsarbeiten auf dem Kontaktgebiet. Es wurde versucht, den Zinkoxyd-Kieselgur-Phosphorpentoxyd-Kontakt durch einen anderen auf Koks- oder Grudebasis und Phosphorsäure zu ersetzen. Die Kontaktproduktion selbst wurde gegen Jahresende wesentlich verlangsamt bis zur Klärung der Ausfälle.

Isobutan-KontaktfabrikT 52-Dehydrierkontakt:

Die Verformungsmaschinen wurden verbessert. Die Strangpressen und Rollmaschinen fahren mit vier Strängen. Eine Maschine mit verbreiterten Rollketten für acht Stränge wird zur Zeit montiert. Die Produktion dieses Kontaktes konnte im Juli eingestellt werden, da ausreichende Vorräte bis zur Außerbetriebsetzung der T 52-Anlagen im Jahre 1943 vorhanden sind.

AT 244-Dehydrierkontakt:

Die schon 1940 im Kleinen gelungene Verformung von Aktivtonerde für den n-Butan-Dehydrierkontakt konnte im April in größerem Maßstab durchgeführt werden. Ab August wird nur noch der neue Kontakt hergestellt. Der Anteil der aktiven Tonerde hat sich wesentlich vergrößert. 85 Teile Aktivtonerde, 7,5 Teile reaktionsfähiges Tonerdehydrat, 2 Teile Kaliumhydroxyd und 12 Teile Chromsäure geben unter Zusatz von Wasser jetzt die notwendige plastische Masse zur Verformung. Die Leunaer Anlage fährt seit September mit diesem Kontakt. Die Glühanlagen wurden umgebaut, zwei neue Waschtürme aufgestellt. Im Dezember wurde die Ostseite von Me 971 wieder

angefahren. Im November konnte zur Vermahlung der Aktivtonerde die in Me 996 pro-  
visorisch montierte erste Pendelmühle eingesetzt werden.

T 52-Polymerisationskontakt:

Die schon 1941 erwähnten Schwierigkeiten, die auf der Verschiedenheit der  
zur Verwendung gekommenen Asbestsorten beruhen, traten auch dieses Jahr wieder  
auf, konnten aber restlos behoben werden. Es ist gelungen, diesen Kontakt in  
Würfeln von 15 mm Kantenlänge maschinell herzustellen. Gegen Ende des Jahres mußte  
die Produktion vorübergehend auf 20 moto gesteigert werden, was anstandslos mit  
der vorhandenen, für etwa 16 moto bestimmten Anlage gelang.

Arbeiten für 1943:

Die Versuchsarbeiten zur Gewinnung aktivster Tonerde müssen mindestens im  
gleichen Maßstab fortgesetzt werden, um gewisse bis jetzt noch ungeklärte Ausfälle  
in katalytischer Hinsicht restlos auszuschalten. Röntgenographische Untersuchun-  
gen sollen stärker als bisher durchgeführt werden. Um 120 moto einwandfreie Aktiv-  
tonerde herstellen zu können, ist südlich des Baues Me 971 ein Anbau, der Mahl-,  
Verformungs-, Glüh- und Tränkanlagen enthalten wird, vorgesehen.

Die den Witol-Kontakt betreffenden Versuchsarbeiten werden energisch vorwärts  
getrieben werden. Voraussichtlich muß ein neuer Kontakt betriebsreif gemacht wer-  
den. Eine neue Trockenanlage, aus drei Kanalöfen bestehend, ist in Me 1026 im Bau.

Der Um- und Ausbau der Verformungs- und Glühanlage für AT 244-Kontakt muß  
beendet werden. Die Kapazität soll dann mindestens 80 moto betragen. Die Qualität  
des Kontaktes in chemischer Hinsicht muß noch verbessert werden. Ein neues Pro-  
blem ist, die Abriebfestigkeit des Kontaktes so abzustimmen, daß der Kontakt vor  
dem restlosen katalytischen Abklingen zu einer noch genauer festzulegenden klei-  
nen und durch Sieben leicht zu trennenden Korngröße abgerieben ist. Die Produk-  
tion des T 52-Polymerisationskontaktes wird voraussichtlich Mitte des Jahres ein-  
gestellt.

## Kontaktversuche

Betrieb: Dr. Berndt

Reparaturen: Dr. Herele

### Arbeiten in 1942:

Im Vordergrund standen, wie im Vorjahre, die Arbeiten an einem spezifischen Propanol-Kontakt. Die Grundlage des bisherigen Äthanol-Kontaktes ("Fünfstoffkontakt") wurde verlassen, und es wurde auf den sogenannten Fischer-Kontakt (Kobalt-Thorium-Kontakt auf Kieselgur) zurückgegriffen, da sich herausgestellt hatte, daß an diesem Kontakt mit Isobutylkreislaufgas bei verhältnismäßig tiefen Temperaturen wesentliche Mengen Propanol bei geringer Wasserbildung entstanden. Die Kieselgur, die bei der Pillenpressung durch ihre Schleifwirkung einen heute nicht tragbaren Verschleiß an Stempeln und Matrizen verursachte, wurde teilweise durch Magnesiumoxyd ersetzt. Das ständige Durchgehen der Öfen auf hohe Temperaturen ließ sich verhindern durch eine Vorbehandlung des Kontakts mit Schwefelwasserstoff, wodurch scheinbar die aktivsten Punkte vergiftet wurden, ohne daß dadurch eine Verminderung der Ausbeute und eine Beeinträchtigung der spezifischen katalytischen Wirkung eintrat. Nach befriedigenden halbtechnischen Vorversuchen läuft z.Zt. ein großer Ofen mit diesem Kontakt.

Die gleiche Vorbehandlung des Fünfstoff-Äthanolkontaktes brachte keinen Erfolg. Dagegen zeitigte eine neue Herstellungsart dieses bisher aus der Nitratschmelze (technisch sehr schwer durchführbar) hergestellten Kontaktes überraschende Ergebnisse: wird er nämlich nach Art des Fischer-Kontaktes bei  $p_{\text{H}_2} = 9-10$  ausgefällt, so ist die Äthanolfraktion bei unwesentlich verminderter Ausbeute bedeutend größer (ca. 30%), und ein Durchgehen trat bei den Versuchen im Kilo-Ofen nicht ein.

Zur Aufklärung der unliebsamen Strenung der katalytischen Wirkung bei den Betriebschargen des Kupfer-Kontaktes zur Dimethylaminherstellung aus Monomethylamin und Formaldehyd wurden eine Reihe von systematischen Versuchen angestellt. Es ergab sich, daß ein geringer Kalium-Gehalt, der durch ein ganz bestimmtes Auswaschen dieses Fällungskontaktes sichergestellt werden kann, für die Aktivität maßgeblich ist.

Von weiteren katalytischen Problemen wurden bearbeitet: 1. Die Monolherstellung aus Isobutyron. Kupferchromite, die teils mit Kobalt, teils mit Nickel aktiviert waren, haben sich als die bisher brauchbarsten Kontakte erwiesen. 2. Für die Hydrierung von Monomethylolverbindungen von Methyläthylketon zu Glykolen und weiter zu einwertigen Alkoholen wurden saure Kontakte auf Nickel-Basis entwickelt. 3. Für die Propion-Aldolhydrierung zeigten sich Kupfer-Kontakte, die in der Art des alten Nachhydrierungskontaktes für Alkohole hergestellt und mit geringen Mengen Kobalt aktiviert waren, als am brauchbarsten. Die Arbeiten sind noch nicht abgeschlossen. 4. Von den weiter bearbeiteten katalytischen Fragen sind zu erwähnen: die Äthylenherstellung aus Kohlenoxyd-Wasserstoff, die Luranhydrierung zu Homopiperidin, die Herstellung von  $\alpha$ -,  $\beta$ -Methyluran, die Überführung von Acetoxim in Isopropylamin, von Acetonitril in Äthylamin, von Glykolsäurenitril in Äthanolamin, schließlich die Herstellung von Monomethylamin aus Urotropin, aus Ammoniak und Formaldehyd und drucklos aus Methanol und Ammoniak.

### Arbeiten für 1943:

Die laufenden Arbeiten sollen fortgesetzt werden unter vordringlicher Behandlung der Äthylenherstellung aus Kohlenoxyd-Wasserstoff, der Synthesen von Propanol und Äthanol und einer Verbesserung des Betriebskontaktes für die Isobutylalkoholsynthese.

Organische Betriebs-Laboratorium Me 127 sowie Technikum Me 96b und Me 125

Betrieb: Dr. Zorn

Reparaturen: DI. Mayer

Dr. G. Hofmann, Dr. P. Hofmann, Dr. Metzger,  
Dr. Münch, Frl. Dr. Rössig, Dr. Zerrweck:

Arbeiten in 1942:

Schmierölarbeiten:

Allgemeines: Die im Vorjahre begonnenen Arbeiten zur Erforschung der Zusammenhänge zwischen der chemischen Konstitution der Kohlenwasserstoff- und Ester-Schmieröle und ihrer Schmierfähigkeit wurden zusammen mit Herrn Prof. K. L. Wolf, Halle, und Prof. Wilke, Oppau, fortgesetzt.

Aethylen-Schmieröle: Die Polymerisationsversuche mit dem nach Häuber konzentrierten Aethylen wurden mit befriedigenden Ergebnissen fortgesetzt. Ferner wurden einige Kesselwagen mit Schkopauer Aethylen, welches aus der Acetylen-Hydrierung stammt, polymerisiert. Die Ergebnisse waren voll befriedigend.

Flugmotoren-Schmieröle: Es wurden zusammen mit dem RLM zahlreiche Vollmotorversuche mit SS 903 + Ester-Mischungen durchgeführt. In schmiertechnischer Hinsicht waren die Versuche vollkommen befriedigend, jedoch war das Kaltstartverhalten den neuesten Anforderungen noch nicht gewachsen. Die Versuche werden fortgesetzt. Parallel damit wurden reine Esteröle untersucht. Die Ergebnisse sind aussichtsreich.

Auto-Schmieröle: Die Anforderungen der Wehrmacht wurden im Laufe des Jahres stetig verschärft. Bisher konnte mit einer Mischung aus 50 Tl. SS 903 und 50 Tl. Ester ein Kaltstart bei  $-30^{\circ}\text{C}$  erreicht werden, gefordert wird  $-40^{\circ}\text{C}$ . In schmiertechnischer Beziehung waren diese Mischungen in Ordnung. Größere praktische Fahrversuche werden im Winter 1942/43 von der Waffen-SS, dem Heereswaffenamt und der Autoindustrie durchgeführt. Die Versuche werden fortgesetzt.

Eisenbahn-Achsenöl: Es gelang, ein sehr kältebeständiges Achsenöl herzustellen aus einer Mischung von R-Öl und einem Ester aus Methyladipinsäure und den von  $160-200^{\circ}\text{C}$  siedenden Isobutylalkoholen. Das R-Öl wird gewonnen durch eine Aluminiumchlorid-Behandlung derjenigen Kohlenwasserstoffe, die durch Zersetzung der Aluminiumchlorid-Kohlenwasserstoff-Schlämme der SS-906-Fabrikation erhalten werden. Mit diesem Kälte-Achsenöl werden seit Juni die neugebauten Güterwagen der Reichsbahn geschmiert. Monatliche Lieferung z. Zt. 140 t; diese Menge wird im Rahmen des SS-Öl-Ausbaues stetig gesteigert. Die Reichsbahn wird im Laufe der Zeit, etwa bis 1945, vollständig auf dieses Öl umgestellt werden.

Waffenöle: Im Frühjahr wurde die Herstellung des M.G.-Waffenöles Blau in den Betrieb Me 981 übergeführt. Die Produktion beträgt z. Zt. 30 moto. Im Laboratorium wurden weitere Spezialöle entwickelt und erprobt. Die Versuche laufen weiter.

Spezial-Kälteöle: Für die Luftwaffe wurde ein bei  $-60^{\circ}\text{C}$  verwendbares Öl für die Füllung der hydraulisch betriebenen Brems- und Steuerorgane der Flugzeuge entwickelt. Das Produkt besteht aus einer Mischung der hochsiedenden Vorlaufanteile der SS-Öl-Fabrikation mit SS 906, etwas Voltol und einem Ester aus Methyladipinsäure und Cyclohexanol. Ferner wurde zusammen mit der Firma Cuyper & Stalling die Entwicklung hochkältebeständiger Uhren- und Instrumentenöle begonnen.

Torpedoöle: Im Auftrage der Luftwaffe wurde die Entwicklung eines kältefesten Schmieröles für die Lufttorpedo-Antriebsmaschine wieder aufgenommen.

Schmieröl-Inhibitoren: Von dem bisher benutzten Inhibitor r wurden 5 000 kg hergestellt. Ferner wurde ein neuer Inhibitor entwickelt: das Isododecylphenolsulfid, indem eine OH-Gruppe durch  $\text{Sn}^{\circ}$  ersetzt wurde. Von diesem Inhibitor s wurden 500 kg hergestellt und an die Luftwaffe verkauft.

Kältebeständige Tinte: Im Auftrage des Heereswaffenamtes und der Luftwaffe wurde eine Schreibflüssigkeit entwickelt, mit der bei  $-60^{\circ}\text{C}$  auf Plexiglas einwandfrei geschrieben werden kann. Sie besteht aus einer Lösung von Sudanrot B in einem Ester aus Adipinsäure und den von  $140-180^{\circ}\text{C}$  siedenden Alkoholen des Isobutylöles.

Aminarbeiten:

Es wurde Luran in einer Ausbeute von 90-96% zu Homopiperidin hydriert. Dieses wird in Leverkusen auf seine Eignung zur Herstellung von Vulkanisationsbeschleunigern untersucht. Ferner wurde Isopropylamin durch Hydrierung von Acetoxim hergestellt, und Acetonitril ebenfalls drucklos zu Mono- und Diäthylamin hydriert.

Außerdem wurden Versuche zur Herstellung von Monomethylamin aus Formaldehyd und Ammoniak durchgeführt. Diese Arbeiten mußten wegen anderer kriegsdringlicherer Versuche zurückgestellt werden.

#### Harzarbeiten:

Es wurden die bei der Einwirkung von Formaldehyd auf Cyclohexanon sich abspielenden Reaktionen eingehend untersucht, und die dabei sich bildenden Zwischenprodukte isoliert sowie ihre Reindarstellung durchgeführt. Auf Grund der so gewonnenen Erkenntnisse gelang es dann, aus Cyclohexanon und Formaldehyd ein Harz herzustellen, welches als Ersatz für Schellack geeignet ist. Es wird z.Zt. von der Lack-Kommission geprüft.

#### Aldehyd-Kondensations-Arbeiten:

Die Arbeiten über die Polyen-Aldehyd-Kondensationen mußten eingestellt werden.

#### Esterarbeiten:

Die Arbeiten zur Erforschung der Beziehungen zwischen der chemischen Konstitution der Ester und ihren Schmiereigenschaften wurden in Zusammenarbeit mit dem Technischen Prüfstand in Oppau und Herrn Prof. K.L. Wolf, Halle, fortgesetzt. Zahlreiche Alkohole und Säuren wurden auf ihre Eignung zur Herstellung von Schmierölethern untersucht. Ferner wurde die Äthoxylierung von ein- und mehrwertigen Alkoholen und die Veresterung dieser Polyätheralkohole bearbeitet. Die so erhaltenen Ester wurden eingehend motorisch geprüft. Sie zeichnen sich durch eine hohe thermische Beständigkeit und sehr geringe Schlamm- und Lackbildung aus. Ferner bilden sie keine Lacküberzüge auf den Kolbenlaufflächen und bewirken eine erhebliche Verschleißminderung. Die Arbeiten werden fortgesetzt. Die im Vorjahre entwickelten Esteröle: IT 4, Mollit L 85, E 515 und E 426 und die Schneidöle S1 und S2 wurden in die Fabrikation Me 981 übergeführt. Ferner wurde unter unserer Mitwirkung die Konstruktion je einer 4 000-jäte-Esteranlage in Leuna und in Auschwitz durchgeführt. Im Technikum Me 125 wurden ferner 25 t C12-Glykol hergestellt.

#### Arbeiten für 1943:

Die genannten Arbeitsgebiete werden weiter bearbeitet.

#### Lacklaboratorium Me 19a

Betrieb: Dr. Heidinger

Reparaturen: Dr.-Ing. Wirth  
DI. Günther

#### Arbeiten in 1942:

Das auf drei Räume erweiterte Laboratorium in Me 19a erhielt einige kleinere Prüfapparate für Lackuntersuchungen.

Als Ergebnis der umfangreichen Untersuchungen von Harzen, die bei der Formaldehydkondensation entstehen, wurden Weichharz L 1 und Kunstharz L 2 der Lackkommission vorgelegt.

Mesamoll, Weichmacher SX (Mesulfol) und RR-Öl sind drei weitere Leuna-eigene Produkte, die von uns der Lackkommission angemeldet wurden, und als letztes das trocknende Öl F 1076, das aus dem Hauptlaboratorium stammt. Außer über die genannten wurden ausführliche Untersuchungen angestellt über Adipinsäureester verschiedener Leunaalkoholfraktionen als Weichmacher, über verschiedene neue Trockenbeschleuniger aus dem Kunststoff-Laboratorium und über die Eignung eines Destillationsrückstandes aus der Benzinveredlungsanlage von Moosbierbaum als Lacklösungsmittel. Weichmacher SX (Mesulfol) ist inzwischen zum Verkauf freigegeben worden. Er eignet sich besonders zur Herstellung von Einbrennlacken.

Die von anderen I.G. Werken angemeldeten Lackrohstoffe wurden ebenfalls untersucht und über folgende ein Gutachten herausgegeben:

Lösungsmittel THF, Kunstharz GE, Urethanöle, Lösungsmittel PT und MT, Weichmacher 17940, Harz Schko/116/5, Intrasolvan HSW, Lösungsmittel APA, Lösungsmittel KBM, die Olefinöle 100, H, 14 H.

Es konnten außerdem einige Ratschläge auf Grund der inzwischen gesammelten Erfahrungen auf dem Lackrohstoffgebiet und mit Hilfe von laboratoriumsmäßigen Prüfungen der eingereichten Versuchsproben erteilt werden.

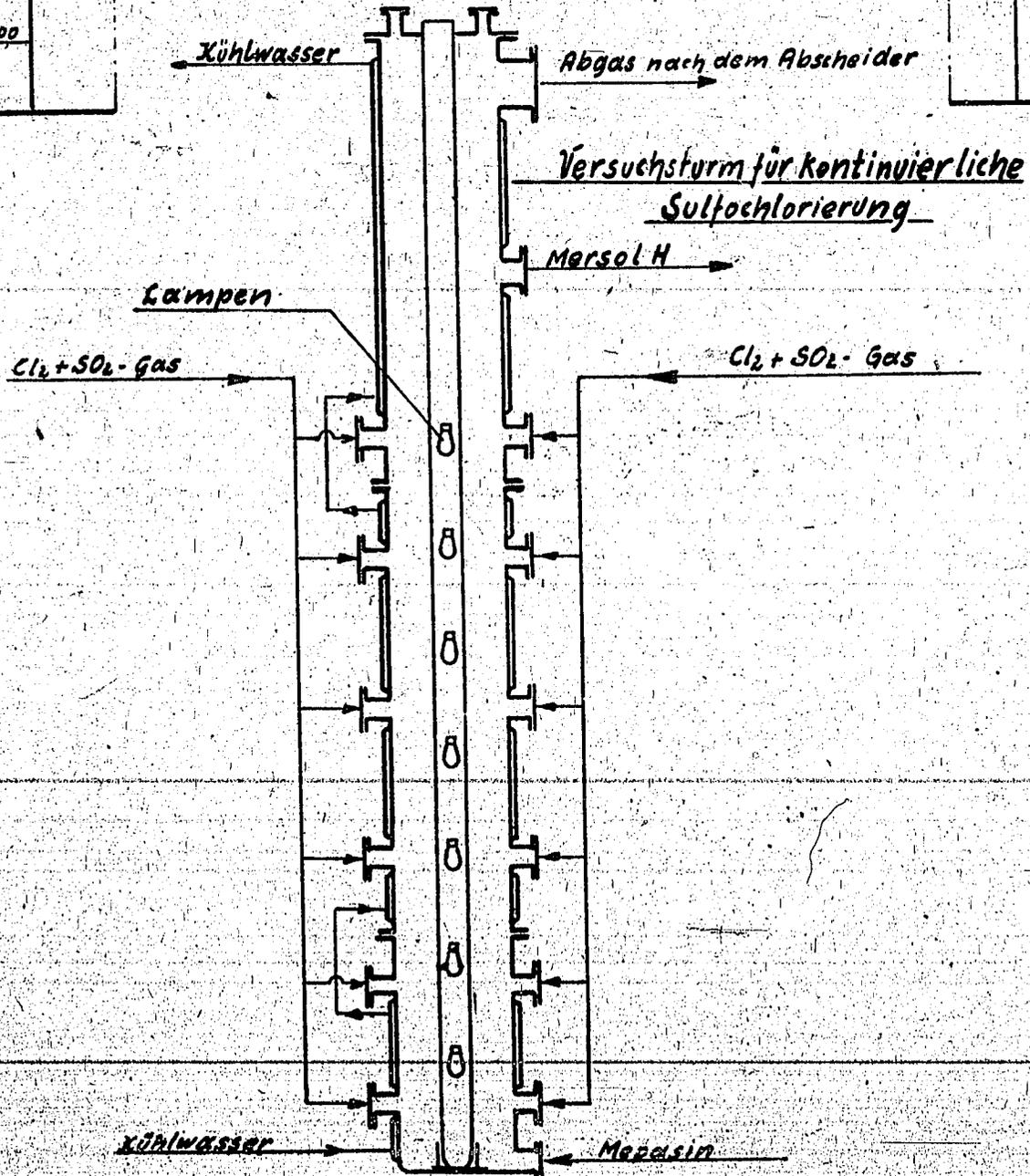
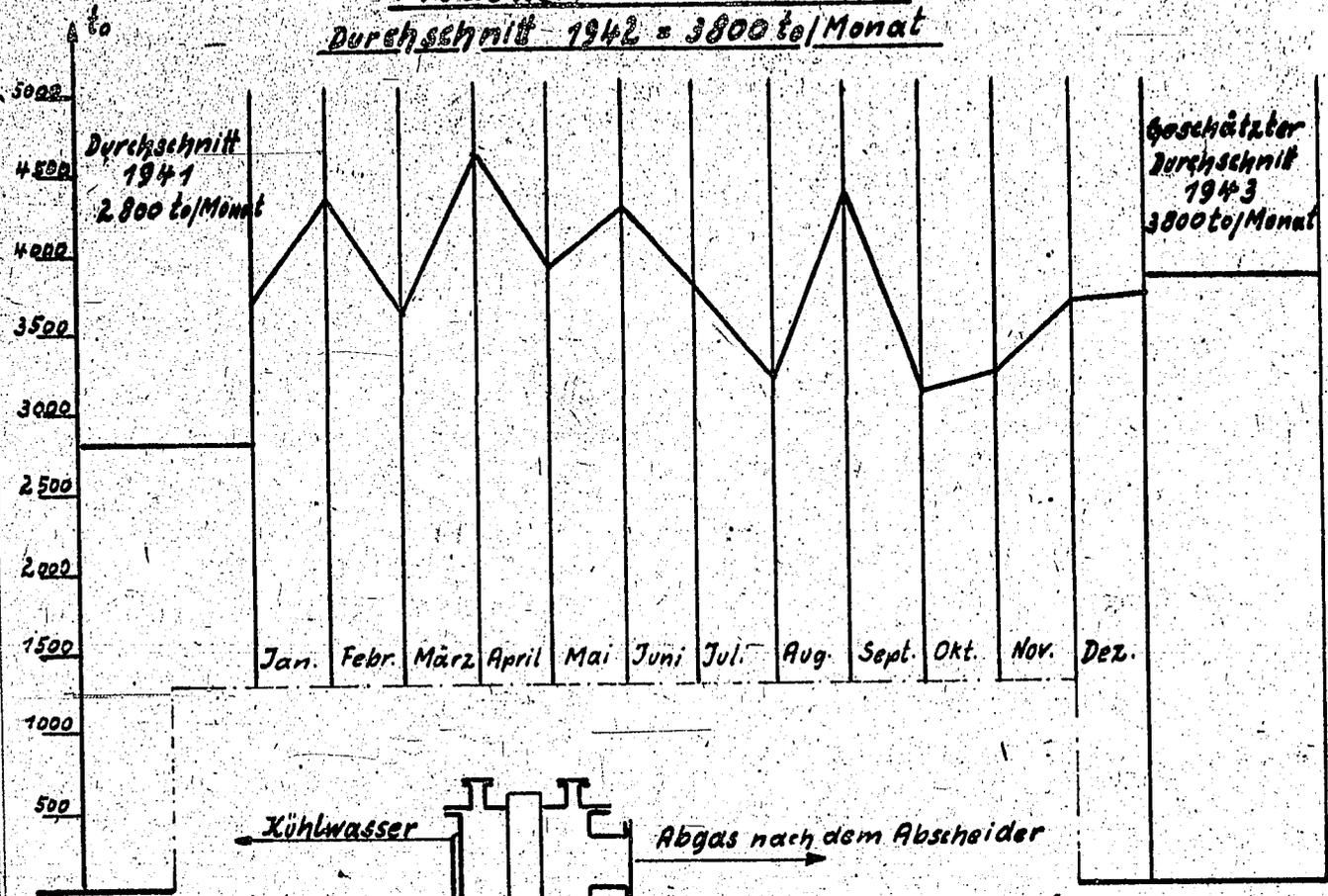
#### Arbeiten für 1943:

Neue Lackrohstoffe auf Basis der in Leuna anfallenden Rohstoffe sollen entwickelt werden.

# Mersol

## Produktionskurve 1942

Durchschnitt 1942 = 3800 t/Monat



Mepasin-Verarbeitung Me 954

Betrieb: Dr. Spohn  
Dr. Böck

Reparaturen: DI. Slowak

Arbeiten in 1942:

Die Sulfochlorierungsanlage Me 954 war im wesentlichen bereits zu Beginn des Berichtsjahres auf die vorgesehene Leistung von rd. 4300 moto Mersol D ausgebaut. Die tatsächliche Erzeugungshöhe war bestimmt durch die Anlieferung der Rohstoffe. Wegen der unzureichenden Versorgung insbesondere mit Chlor und Schwefeldioxyd wurde die Anlage meist nur zum Teil in Betrieb gehalten, so daß die volle Leistung im Jahresdurchschnitt nicht erreicht werden konnte.

Das Haupterzeugnis war weiterhin Mersol D für die Waschmittelindustrie. Seit etwa Jahresfrist wird das gesamte Waschpulver für die Grob- und Haushaltswäsche ausschließlich auf der Grundlage von Mersol hergestellt.

Im Laufe des Jahres wurde für Chlor und Schwefeldioxyd je ein in einem bombensicheren Schutzurm untergebrachtes Lager Me 944a bzw. b in Betrieb genommen.

In der Anlage sind jetzt zehn Sulfochlorierungstürme mit 2000 mm  $\phi$  und zehn Türme mit 2400 mm  $\phi$  aufgestellt.

Die Auskleidung der Reaktionsbehälter mit Igelitfolie erwies sich als ganz verschieden haltbar. Versuchsweise wurden einige Türme auch mit einer Schutzschicht aus Phenytal-Einbrennlack versehen. Nachteile haben sich bei diesen Türmen nach einer Betriebsdauer von 6 bzw. 4 Monaten bisher nicht herausgestellt. Ein Reaktionsbehälter wird ausgemauert.

Dem Vorteil der geschlossenen Bauweise bei Sulfochlorierungstürmen mit senkrechten Schutzrohren für die Lampen steht das erschwerte Auswechseln beschädigter Glasrohre gegenüber.

An Stelle der Quecksilberdampflampen von 40 bzw. 75 Watt wurden in zwei Türmen gewöhnliche Glühlampen von 40-60 oder 100-150 Watt eingebaut. Unterschiede im Reaktionsverlauf oder in der Zusammensetzung der anfallenden Sulfochloride wurden bei Einsatz von Mepasin oder Mepasin mit 10-15% Rücköl nicht festgestellt. Bei der später möglichen Verarbeitung anderer Rohstoffe (Erdöl) oder größerer Mengen Rücköls müssen jedoch Glühlampen- und Quecksilberdampf-Licht in ihrer Wirkung nochmals eingehend beobachtet werden.

Die Rieselkühler aus Igelit oder Steinzeug wurden nach und nach durch phenytlisierte Verdrängerkühler oder durch in ihren Einzelteilen leichter zugängliche Rieselkühler mit ebenfalls phenytlisierten Eisenrohren ersetzt.

Vorteile brachte die Umstellung des Betriebes auf Mischgas: Das Verhältnis von Chlor: Schwefeldioxyd wird nur einmal für den ganzen Betrieb eingestellt und jeder Turm mit dem Gemisch begast. Bedienung und Überwachung der Sulfochlorierungsanlage werden dadurch wesentlich erleichtert.

Der Überschuss an Schwefeldioxyd im Reaktionsgas wurde verringert.

Die Leistung einiger Türme wurde durch Einbau einer zweiten Gaszuführung in einer Höhe von etwa  $\frac{2}{5}$  des Flüssigkeitsstandes gesteigert.

Weitgehende Unterteilung der Gaszuführung führte nach Laboratoriumsversuchen zu einem kontinuierlichen Sulfochlorierungsverfahren: In einem zylindrischen Behälter, den Mepasin unter Bestrahlung mit Licht von unten nach oben durchläuft, wird an möglichst vielen Stellen das Gemisch von Chlor und Schwefeldioxyd eingeleitet. Wesentlich ist eine ausreichende Abführung der Reaktionswärme durch eingetauchte Kühler oder Mantelkühlung.

Im Betrieb läuft seit einiger Zeit ein Versuchsturm für kontinuierliche Sulfochlorierung mit einer Stunden-Leistung von rd. 300 l Mersol H; die Raum-Zeit-Ausbeute ist ca. zehn mal so groß wie die der bisherigen diskontinuierlichen Aggregate.

Die Absorption des Sulfochlorierungs-Abgases erfolgt jetzt in zwei ausgemauerten Türmen, da gummierte Apparate mehrfach zerstört wurden.

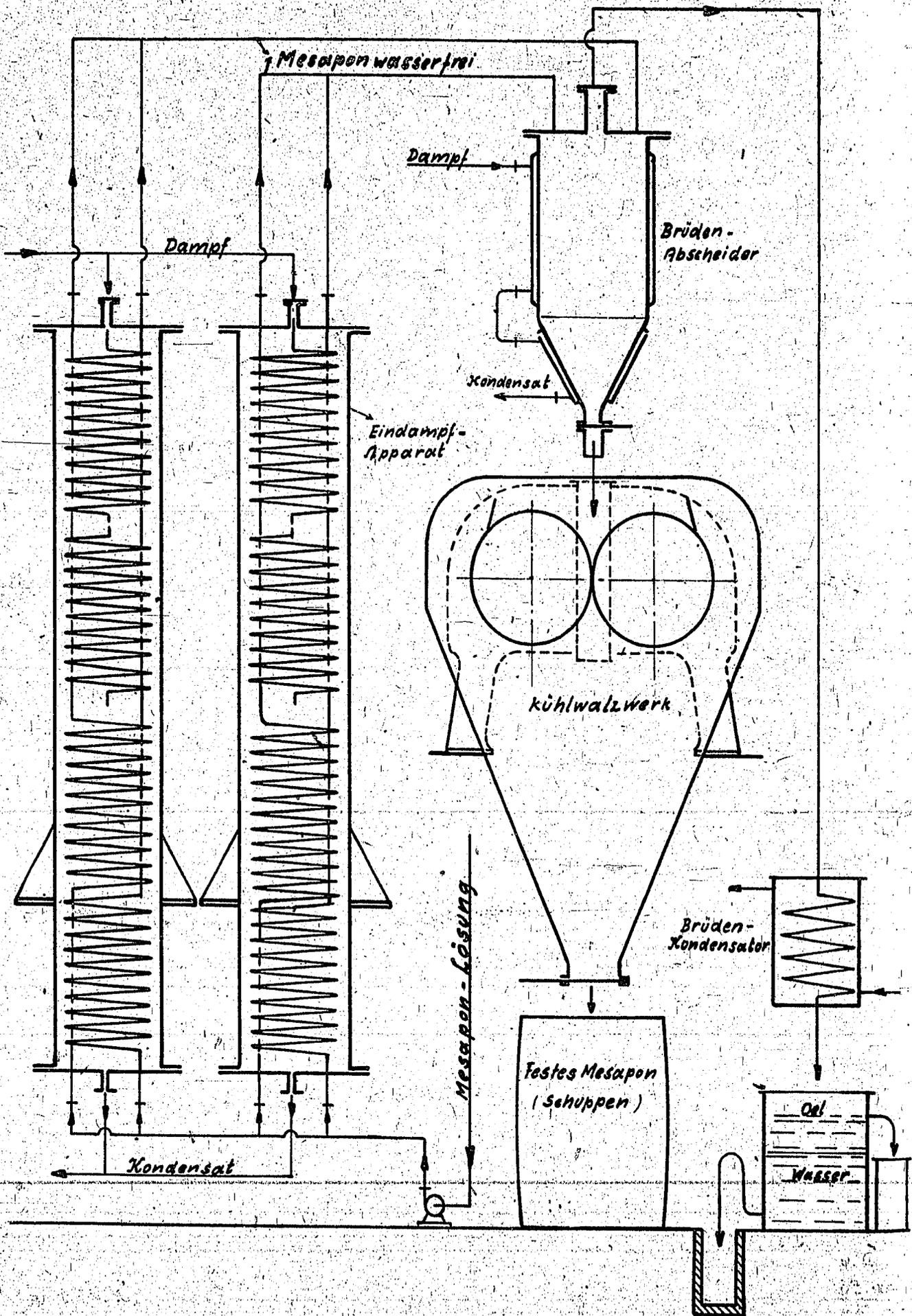
Zur Vermeidung von Luftstörungen wurden an den Mersol-Verladestellen Absaugvorrichtungen angebracht.

Die Seifenfabriken wurden bei der Mersol-Verarbeitung weiter beraten.

Arbeiten für 1943:

Die kontinuierliche Herstellung von Mersol H soll, möglichst in Verbindung mit einer kontinuierlichen Verseifung zu Mersolat H, betriebsmäßig durchgebildet werden, da Mersol D als Waschrohstoff nur eine Zwischenlösung darstellt.

Der Schwefeldioxydgehalt des Abgases soll herabgesetzt werden. Laboratoriumsversuche zeigten, daß der Schwefeldioxydhaltige Chlorwasserstoff nach Chlorzugabe nochmals bei der Sulfochlorierung in "Endtürmen" eingesetzt und dadurch gereinigt werden kann.



Eindampf-Anlage für Mesapone N

Mesapon-Fabrikation Me 952

Betrieb: Dr. Spohn  
Dr. Böck

Reparaturen: DI. Slowak

Arbeiten in 1942:

Die Herstellung von Mesapon N für die Verwendung in Textilhilfsmitteln, industriellen Reinigungsmitteln und als Emulgator war im wesentlichen eine Frage der verfügbaren Verpackungsmittel. Bei vorhandener höherer Kapazität betrug die Erzeugung im Durchschnitt 70 moto.

Die Verseifungsbehälter sind ausreichend für eine monatliche Erzeugung von rund 400 t Mesapon N. Die Verwendung von ausgemauerten Behältern an Stelle von Holzbehältern führte zu wesentlich helleren Fertigprodukten. Die beiden Walzentrockner liefern 120 moto Mesapon N. Die Abnahme des geschmolzenen Trockengutes von den Walzentrocknern und die Aufgabe auf zwei Kühlwalzen wurden verbessert.

Das im Versuchslaboratorium entwickelte Verfahren, Mesapon-Lösung in einer mit Dampf von ca. 15 atü beheizten Schlange inzudampfen, wurde versuchsweise übernommen. Das in der Schlange eingedampfte Gut läuft über einen beheizten Abscheider, in dem es sich von den Brüden trennt, auf die Kühlwalze. Aus den Brüden wurde nach Kondensation das Öl abgeschieden. Das Brüdenöl wurde wie das aus der Verseifung stammende Rücköl bei der Sulfochlorierung wieder eingesetzt.

Nach den günstigen Erfahrungen mit dem Versuchs-Schlangenverdampfer werden z.Zt. zwei weitere Verdampfer mit je vier Schlangen und einer voraussichtlichen Leistung von insgesamt etwa 100 moto Mesapon N aufgestellt.

Lagerversuche mit Mesapon N in kaschierten Kalksalpetersäcken zeigten, daß Mesapon in den Säcken bei höheren Temperaturen und einem höheren Feuchtigkeitsgehalt der Luft zum Zusammenbacken neigt. Unter durchschnittlichen Witterungsverhältnissen wird aber ein Versand in den Säcken möglich sein. Versuchsweise soll eine solche Versandart erfolgen.

Arbeiten für 1943:

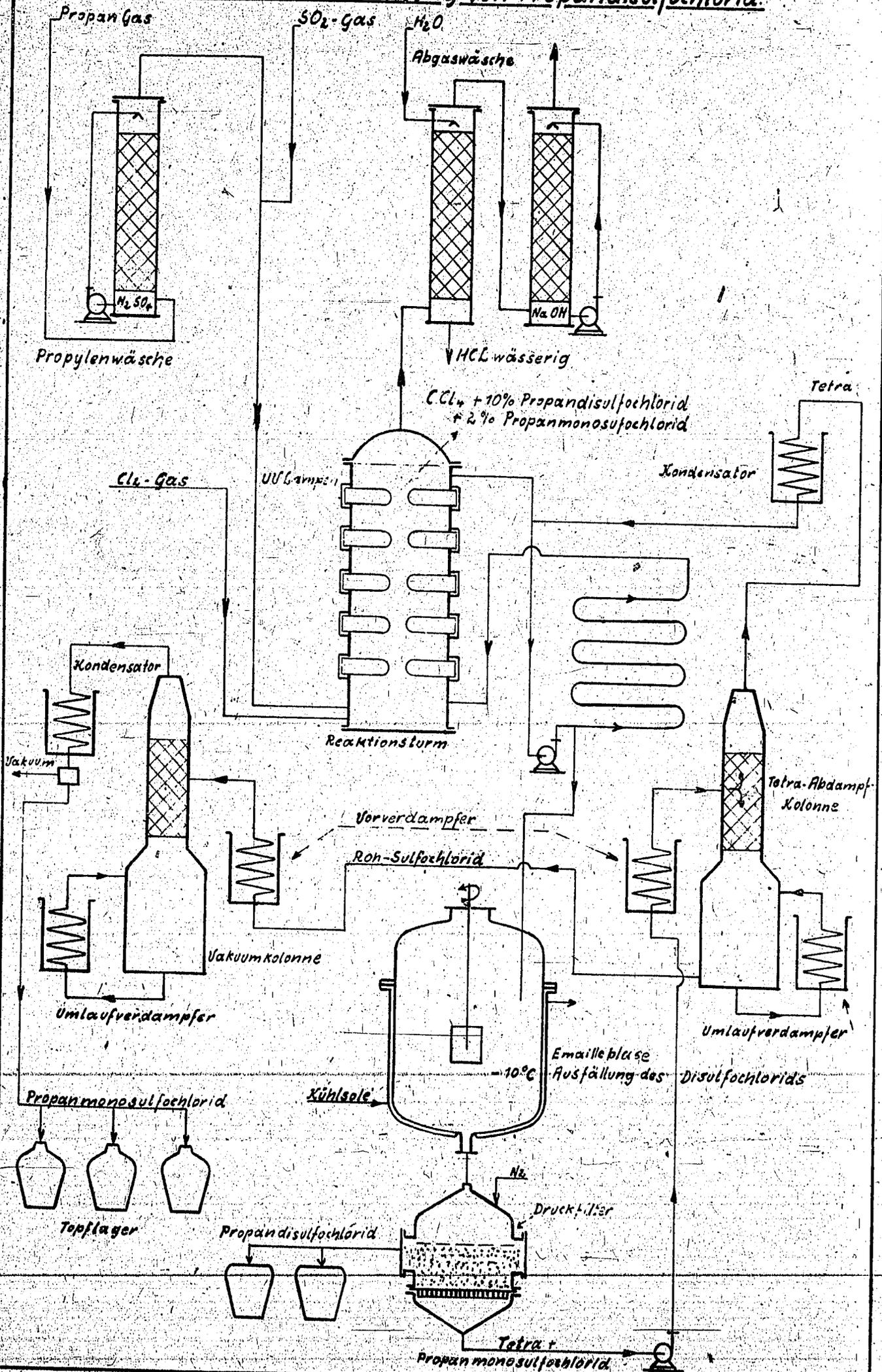
In Verbindung mit der kontinuierlichen Sulfochlorierung ist auch die Umstellung auf ein kontinuierliches Verseifen und Öl-Abtrennen vorgesehen. Damit könnte die Mersolat H-Herstellung von der Sulfochlorierung bis zur Trocknung kontinuierlich erfolgen.

Weitere Praxisversuche sollen ergeben, in welcher Form Mersolat H am zweckmäßigsten eingesetzt werden kann.

Das Ziel von Laboratoriumsarbeiten ist die Schaffung möglichst hochprozentiger, wirksamer Waschmittel auf der Grundlage von Mersolat H.

# PS - Fabrikation

## Schema der Herstellung von Propandisulfochlorid.



67

PS-Fabrikation Me 994

Betrieb: Dr. Spohn  
Dr. Böck

Reparaturen: DI. Slowak

Arbeiten in 1942:

Die Anlage zur Herstellung des Produktes P 512 wurde zeitweise gefahren, wobei sich die im letzten Jahresbericht angedeuteten Schwierigkeiten infolge Materialschäden häuften, die eine ganze Reihe von Änderungen nach sich zogen. So wurde bei der Propanwäsche auf das Umpumpen der konzentrierten Schwefelsäure verzichtet, da keine Pumpentypen gefunden wurde, die den Anforderungen auch nur einigermaßen entsprochen hätte. Das Propangas steigt jetzt durch eine ruhende Schwefelsäure-Kolbenkompressor an Stelle der Wasserringpumpen. Der Reaktionsturm (Eisen mit Porzellanplatten ausgemauert) konnte trotz nachträglicher zweimaliger Ausmauerung auf die Dauer nicht dicht gehalten werden und wurde durch einen Ganzporzellanturm ersetzt. Die größten Schwierigkeiten bzw. Engpässe der Produktion bildeten die beiden Porzellandestillationskolonnen. Die zuerst eingebauten Glasschlangenverdampfer gingen wiederholt zu Bruch, ebenso die Schlangenkühler. Letztere wurden durch Glasrieselkühler ersetzt, die sich bewährten, erstere durch V2A-Doppelrohre, dann durch solche aus Glas und schließlich wurde auch ein Emailleverdampfer erprobt. All diese Versuche führten zu keinem befriedigenden Ergebnis, teils wegen der auf tretenden Korrosionen, teils durch Bruch der Aggregate. Auch die Leistung der eingebauten Dampfstrahlsauger blieb hinter der Erwartung zurück, so daß nur eine Destillationsleistung von max. 50% der geplanten kurzzeitig erzielt werden konnte. Insgesamt wurden 10 t Propansulfochlorid hergestellt. Die zweite Anlage konnte bisher nicht fertiggestellt werden.

Wie geplant, wurde eine zusätzliche Apparatur zur Herstellung von Propandisulfochlorid geschaffen und rund 1 t für Ludwigshafen hergestellt. In der gleichen Apparatur wurden auch einige hundert Kilo Brenzkathechin durch Ausfällen von Brenzöl 60 mit Trichloräthylen, Filtration und Trocknung des Rohproduktes hergestellt.

Arbeiten für 1943:

Es sollen zwei V2A-Kolonnen mit eingebauten Schlangen aufgestellt werden. Durch sorgfältige Trocknung des Einspritzproduktes über Chlorkalzium wird die Korrosion auf ein Minimum herabgedrückt werden. Der Ausbau der zweiten Anlage ist noch offen, da noch nichts über die Lieferverpflichtungen im kommenden Jahre bekannt ist.

Mesamoll-Fabrikation Me 952Betrieb: Dr. Messerknecht

Reparaturen: DI. Slowak

Arbeiten in 1942:

Weiterentwicklung des Produktes: Das bisher aus Mersol M hergestellte Produkt hat eine Kältefestigkeit von  $-13^{\circ}\text{C}$  bis  $-15^{\circ}\text{C}$ , die nicht allen Anforderungen genügt. Die Kältefestigkeit liegt umso höher, je niedriger der Gehalt des Mersols an Disulfochlorid ist. Es lag daher nahe, vom Mersol M mit rd. 35% Disulfochlorid auf Mersol H mit nur etwa 15% Disulfochlorid als Ausgangsmaterial für ein kältebeständigeres Mesamoll überzugehen. Mehrere im Großen durchgeführte Versuche zur Herstellung von Mesamoll aus Mersol H hatten den gewünschten Erfolg. Gegenüber dem bisherigen Produkt weist die neue Qualität folgende Vorteile auf:

1. die Kältefestigkeit der damit hergestellten Igelitfolien wird auf rd.  $-20^{\circ}\text{C}$  verbessert,
2. die Viskosität ist geringer und infolgedessen wird
3. die Herstellung luftfreier Pasten wesentlich erleichtert.

Nachdem auch die Vorprüfung bei den zuständigen Prüfstellen günstig ausgefallen war, wurde die verbesserte Qualität unter der vorläufigen Bezeichnung "Mesamoll H" im November bei der Kuteko zur Prüfung angemeldet. Die Umstellung der Fabrikation auf die neue Type ist ohne weiteres möglich und für Anfang 1943 vorgesehen.

Erweiterung und Verbesserung der Apparatur: Für die beabsichtigte Kapazitäts-Erhöhung auf 450 moto sind zwei neue 900er Ausblasetürme vorgesehen, von denen einer z.Zt. aufgestellt wird. Die Veresterungs-Apparatur wurde durch Aufstellen neuer Aggregate erweitert. Eine zweite Filterpresse zur Filtration des Produktes von der Bleicherde wurde in Betrieb genommen. Versuche, an Stelle der Filterpresse mit einer neu beschafften Klärzentrifuge die Bleicherde abzutrennen, ergaben bei geringerer Leistung der Zentrifuge ein noch nicht völlig klares Produkt.

Reinigung und Wiederverwendung des Neutralöles: Das beim Ausblasen des Rohesters anfallende phenolhaltige Neutralöl der Mersolkomponente wurde bisher an die Hydrierung abgegeben. Um das Neutralöl in der Sulfochlorierung wieder einsetzen zu können, ist die möglichst völlige Entfernung der Phenole notwendig. Durch Waschen mit 30%iger Natronlauge konnte eine weitgehende Reinigung erzielt werden. Die hierfür nötige Waschapparatur wurde aufgestellt und in Betrieb genommen. Nach bisherigen Versuchen läßt sich das derart gereinigte Neutralöl unverschnitten mit frischem Mepasin ohne Schwierigkeit zu Mersol H sulfochlorieren. Die Verarbeitung zu Mersol D ist dagegen nur im Gemisch 1:9 mit Frisch-Mepasin möglich, da andernfalls eine unerwünschte Anreicherung des Kettenchlorgehalts eintritt.

Arbeiten für 1943:

Die Versuche zur weiteren Qualitätsverbesserung des Produktes, besonders im Hinblick auf seinen Einsatz auf dem Lackgebiet, werden fortgesetzt. Die Zentrifugier-Versuche sollen unter Verwendung eines Mehrkammer-Einsatzes wiederholt werden.

## Chloräthyl-Fabrikation Me 99

Betrieb: Dr. Messerknecht

Reparaturen: DI. Slowak

### Arbeiten in 1942:

Verbesserung des Produktes: Die Versuche, durch schärfere Destillation das bisherige Chloräthyl von störenden leichtsiedenden Anteilen zu befreien, blieben erfolglos. Dagegen konnte in Laboratoriumsversuchen nachgewiesen werden, daß sich die in den leichtflüchtigen Anteilen enthaltenen ungesättigten Verbindungen (Vinylchlorid und C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffe) ohne Schwierigkeiten durch Chlorieren in schwersiedende höhere Chloride überführen lassen. Ab Februar wurde diese Chlorierung zur Reinigung des Produktes betriebsmäßig durchgeführt. Der bei der Destillation erhaltene chloräthylhaltige Vorlauf wurde abgetrennt, für sich bei 3-4 atü Druck mit Chlor behandelt, in Türmen mit festem Ätznatron von etwaigem überschüssigen Chlor befreit und im Kreislauf in die Destillation zurückgeführt. Anschließend wurde dann ab Juni das Chloräthyl in einer neu aufgestellten vierten Kolonne noch getoppt.

Diese Arbeitsweise führte zu einem völlig einwandfreien Endprodukt, das die Reinheit des Ludwigshafener Chloräthyls erreicht, und das in Gapel wie auch in Frose unverschnitten und mit guter Ausbeute verarbeitet werden kann.

Produktionserhöhung auf 120 moto: Die maximale Leistung eines Kontaktofens beträgt etwa 80-90 moto Chloräthyl. Für die Erzeugung von 120 moto wurden jeweils zwei der vorhandenen drei Öfen mit annähernd gleicher Gasbelastung parallel gefahren.

Ein vorhandenes Äthangebläse mit höherer Leistung wurde aufgestellt, da die beiden bisherigen Gebläse nicht mehr ausreichten. Um die Leistung der beiden überlasteten Kompressoren zu erhöhen, wurde ein Vorschaltgebläse mit einem Arbeitsdruck von max. 0,4 atü aufgestellt und in Betrieb genommen. Die damit erreichte Leistungssteigerung betrug etwa 10-20%.

In den Monaten August bis Dezember wurde eine durchschnittliche Monatsproduktion von 117 t Chloräthyl erreicht.

Nebenprodukte: Der gesamte Anfall an Salzsäure und Dichloräthan wurde restlos an auswärtige Bezieher abgesetzt. Die zeitweise durch Rußteilchen getrübe und dunkel gefärbte Salzsäure wurde ab September durch Filtrieren mittels zerkleinerter Filterkerzenabfälle (ca. 3 mm Korngröße) völlig gereinigt.

### Arbeiten für 1943:

Als unbedingt notwendige Reserve für die bis an die Grenze ihrer Leistung beanspruchten beiden Kompressoren soll ein größerer 2-stufiger Kompressor von der Äthan-Verarbeitung Me 387 übernommen und eingebaut werden.

Für die überlastete Kolonne 1 (300 mm  $\phi$ ) ist eine größere Kolonne von 400 mm  $\phi$  vorgesehen und bereits in Arbeit gegeben.



Phenolbetriebe Süd Me 983

Betrieb: Dr. Havemann  
Dr. Meier (Februar bis Oktober)

Reparaturen: Ing. Wolf

Arbeiten in 1942:

Für die Durchführung des Kunststoffvorprodukteplanes in der Südanlage ist die Errichtung einer Phenolöl-Raffinationsanlage, einer Phenolölzerlegung mit vier 2000-mm- $\beta$ -Glockenbodenkolonnen und einer Rückstandsaufarbeitung geplant. Bisher wurden in der Phenolölzerlegung drei Glockenbodenkolonnen mit einer Zerlegungs-kapazität von je 500 moto Phenolöl fertiggestellt und in Betrieb genommen.

Ursprünglich war vorgesehen, in der Phenolöl-Zerlegung (MRK)-D-Phenolöl und Rohphenolöle aus der Brüxer Koppersanlage und der Pölitzer Triphosanlage zu zerlegen. Infolge verfahrenstechnischer Schwierigkeiten waren aber Brüx und Pölitze gezwungen, in kurzer Zeit auf das Phenosolvan-Verfahren überzugehen.

Die Phenosolvan-Extrakte müssen vor der Zerlegung erst vordestilliert werden, da sie im Gegensatz zum (MRK)-D-Öl verhältnismäßig wenig niedrigsiedende, einwertige Phenole, dagegen aber viel höhersiedende, mehrwertige Phenole, vor allem Brenzkatechine, enthalten. Die Vordestillation der Phenosolvan-Extrakte wird bis zur Fertigstellung der Phenolöl-Raffinationsanlage in einer der drei Zerlegungs-kolonnen ausgeführt.

Brüxer Phenosolvan-Extrakt: Bei der Vordestillation des Brüxer Phenosolvan-Extraktes und der Zerlegung des Destillates fallen an Brenzkatechin-Extraktionen das Brenzöl 60, welches bei ca. 60°C erstarrt, das Brenzöl 40, welches bei ca. 40°C erstarrt, und das Brenzöl 0 an, das bei gewöhnlicher Temperatur flüssig ist. Über die Gewinnung von Brenzkatechin aus den Brenzölen wird an anderer Stelle berichtet.

Die Verwertung der Brenzöle wird innerhalb der I.G. intensiv angestrebt. I.G. Leverkusen hat bereits ca. 200 t Brenzöl 40 auf Gerbstoffe als Ersatz für Karbolsäure und Kresole verarbeitet.

Pölitzer Phenosolvan-Extrakt: Aus dem an Brenzkatechinen ärmeren Pölitzer Phenosolvan-Extrakt werden nur die einwertigen Phenole herausgeschnitten. Der höhersiedende Destillationsrückstand wird an Pölitze zurückgegeben. Im Gegensatz zum Brüxer Extrakt enthält der Pölitzer viel Neutralöl, das die Verwertung der Zerlegungsprodukte erschwert. Zur Erzielung besserer Produkte wird ein großer Teil des Neutralöles aus dem bei der Vordestillation anfallenden Destillat nach Zusatz von 5-10% Wasser azeotrop abdestilliert und in einer besonders konstruierten Vorlage vom Wasser abgetrennt.

Apparative Verbesserungen: Bei der Neuanlage sind die früher bei der Phenolöl-Zerlegungskolonne in Me 348 gemachten Erfahrungen verwertet worden. Vor allem wurden die der Korrosion durch die Phenolöle besonders ausgesetzten Teile der Apparatur geschützt. Die Destillationsblase wurde ausgemauert und als Material für die Verbindungsleitungen zwischen Blase, Umwälzpumpe und Verdampfer sowie für die Umwälzpumpe und die Verdampferrohre Chromstahl gewählt. Nennenswerte Korrosionen sind bisher in der Neuanlage nicht aufgetreten. Weiterhin wurden die Heizfläche des Umlaufverdampfers und die Kühlfläche des Kondensators um 30% vergrößert.

Für die Lagerung der verschiedenen Phenolprodukte wurden neunzehn Behälter mit einem Fassungsvermögen von 1700 cbm unterirdisch in einer Betontasse verlegt.

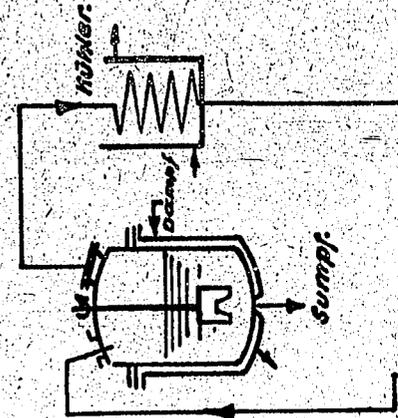
Arbeiten für 1943:

Die vierte Zerlegungskolonne, die Phenolölraffination und Rückstandsaufarbeitung sollen fertiggestellt und in Betrieb genommen werden.

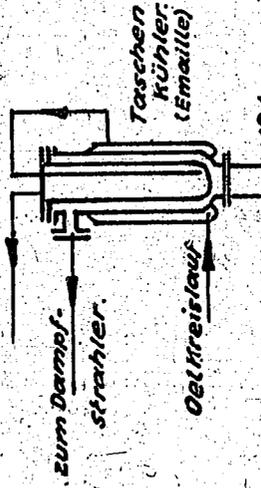
In einer 300-mm- $\beta$ -Glockenbodenkolonne, die jetzt aufgestellt wird, soll geprüft werden, unter welchen günstigen Bedingungen Phenolöle kontinuierlich zerlegt werden können. Eine Umstellung der Zerlegung von der diskontinuierlichen auf die kontinuierliche Fahrweise würde große Vorteile mit sich bringen.

# Brenzkatechin - Versuche Me. 994.

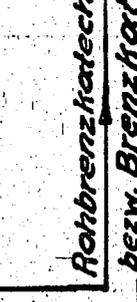
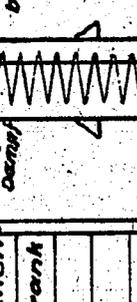
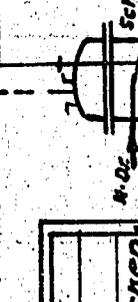
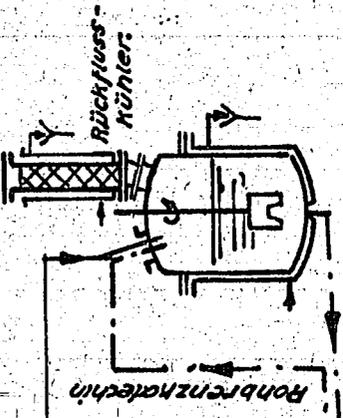
Trichloräthylen-  
regeneration



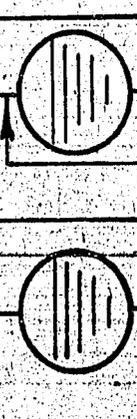
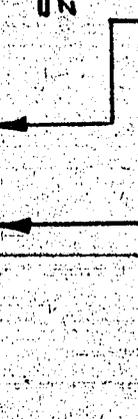
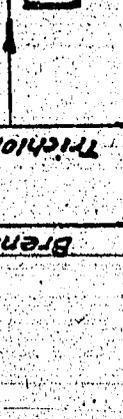
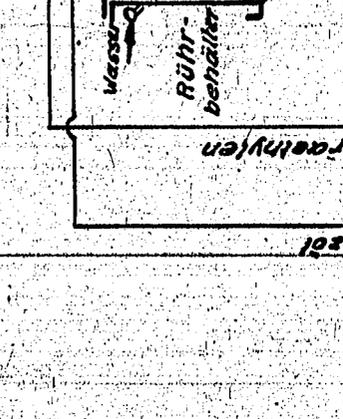
Brenzkatechindest.



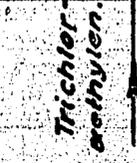
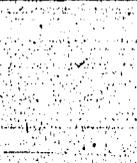
Rohbrenzkatechin Brenzkatechin Krist.



Trichloräthylen Brenzkatechin dest. in schuppenform Mutterlauge.



Trichloräthylen



Trichloräthylen

Brenzkatechin-Versuche Me 994

Betrieb: Dr. Havemann  
Dr. Böck (1. August - 1. Dezember)

Reparaturen: DI. Söhngen

Arbeiten in 1942:

Nach dem Phenosolvan-Verfahren sind in Brüx und Pölitz zwei Groß-Entphenolungsanlagen Anfang 1942 in Betrieb gekommen. Die dort anfallenden Phenosolvan-Extrakte werden in der Phenolzerlegung-Süd Me 983 aufgearbeitet. Der Brüxer Extrakt ist so reich an Brenzkatechin und seinen Homologen, daß schon bei der einfachen Vakuum-Destillation in Me 983 stark angereicherte Brenzkatechin-Fractionen, die sog. Brenzöle 60, 40 und 0, erhalten werden.

Aus den Brenzölen, vor allem den Brenzölen 60 und 40, läßt sich das Brenzkatechin leicht isolieren. Wird das durch Erwärmen verflüssigte Brenzöl unter Umrühren in das gleiche Volumen gekühlten Trichloräthylens eingegossen, so scheidet sich das Brenzkatechin in fester Form ab und läßt sich gut abschleudern oder abfiltrieren. Das so erhaltene Rohbrenzkatechin hat nach dem Trocknen einen Smp. von 102°C und eine Reinheit von 95%. Durch Vakuumdestillation wird aus diesem Rohbrenzkatechin Brenzkatechin dest. mit 99-100%iger Reinheit oder durch Umkristallisieren aus Lösungsmitteln Brenzkatechin krist. in ebenfalls 99-100%iger Reinheit erhalten.

Zur Herstellung dieser drei Brenzkatechin-Typen, die auch in Höchst und Ludwigshafen aus synthetischem Material hergestellt werden, wurde in Me 994 eine Versuchsanlage errichtet. Aus dem nebenstehenden Schema ist die Herstellung der einzelnen Typen und die Regenerierung des gebrauchten Lösungsmittels ersichtlich. In der Anlage wurde die Herstellung des Rohbrenzkatechins geprüft. Schwierigkeiten ergaben sich nicht. Die bisher produzierten 15 t Rohbrenzkatechin wurden an I.G. Wolfen und an die Firma Fahlberg-List in Magdeburg als Ersatz für synthetisches Brenzkatechin abgegeben.

Brenzkatechin wurde bisher in Deutschland nur in verhältnismäßig geringen Mengen zu einem hohen Gestehpreis hergestellt. Durch die Einführung des Phenosolvan-Verfahrens ist die Gewinnung von weit größeren und billigeren Brenzkatechin-Mengen möglich. Bei der Aufarbeitung der 2 000 moto Brüxer Phenosolvan-Extrakt, die in 1943 erzeugt werden, könnten nach dem obigen Verfahren 250-300 moto Rohbrenzkatechin hergestellt werden. Da die Verwertungsmöglichkeit des Brenzkatechins wegen seiner beiden benachbarten, reaktionsfähigen Hydroxylgruppen sehr günstig beurteilt wird, bemühen sich die verschiedensten I.G.-Stellen, denen wir das Brenzkatechin bemustert haben, um die Verwertung.

In der Destillationsblase der Versuchsanlage wurden im Laufe des Jahres größere Mengen von M-Phenolöl-Rückstand aus der Phenolgewinnungsanlage Me 950 destilliert. Die Versuche wurden bereits früher zwecks Verwertung des Rückstandes in kleinerem Maßstab durchgeführt. Dabei wird der Rückstand so weit ausdestilliert, daß er nach dem Abkühlen hartasphaltartig wird. Das Destillat, das sog. MH-Phenolöl, wurde verschiedenen I.G.-Stellen und auf Veranlassung der Reichsstelle Chemie auch fremden Werken bemustert.

Laboratoriumsversuche wurden von den Herren Dr. Havemann, Dr. Böck und Dr. Meier durchgeführt.

Es wurde versucht, aus den Phenosolvan-Extrakten bzw. ihren Destillaten das Brenzkatechin oder die Brenzkatechinomologen durch Behandlung mit selektiven Lösungsmitteln zu isolieren. Es gelang trotz Prüfung zahlreicher Lösungsmittel nur eine gewisse Anreicherung, die aber praktisch nicht befriedigen konnte.

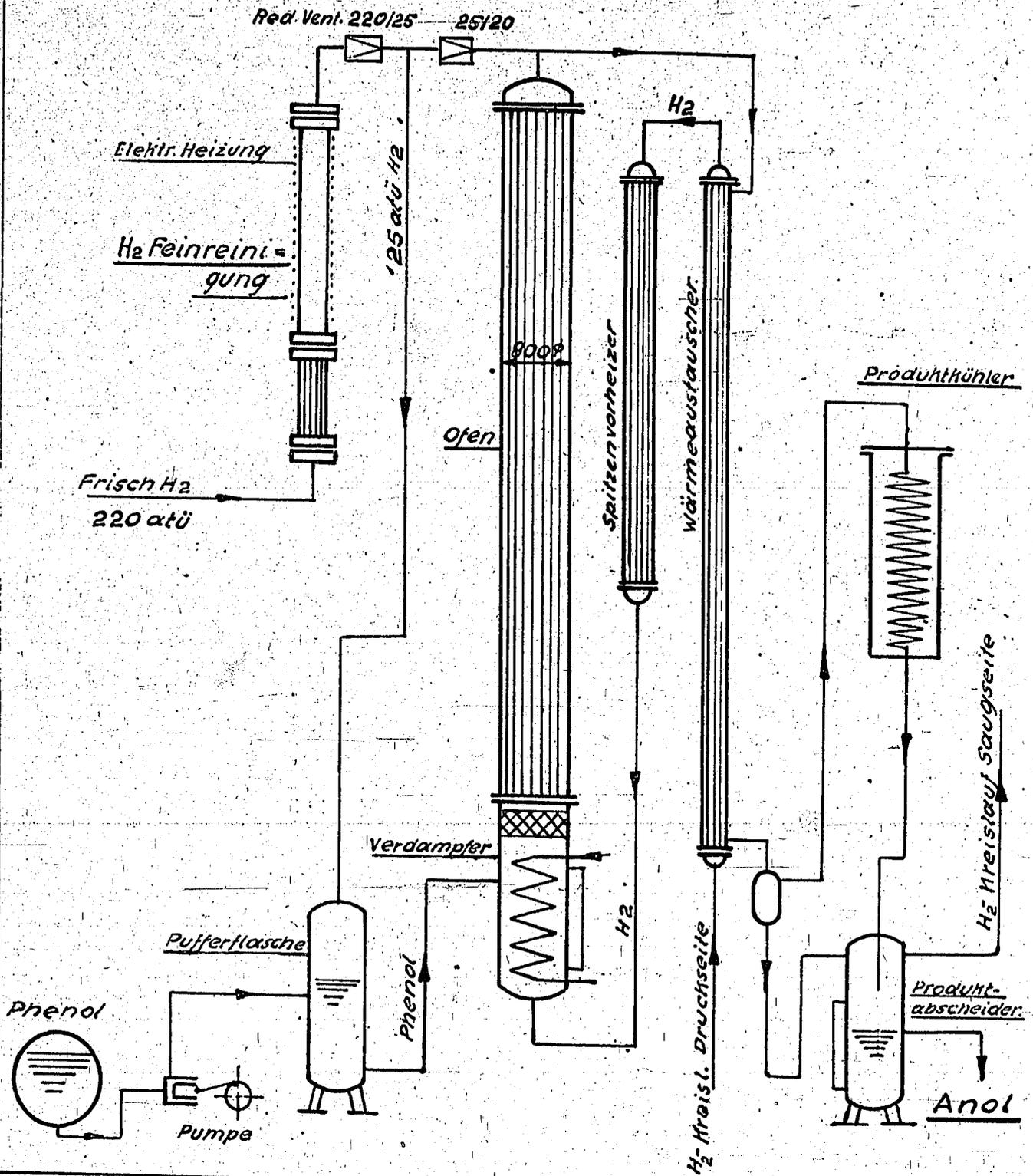
Dann ist der Weg beschritten worden, das Brenzkatechin mit seinen Homologen über schwerlösliche Metallverbindungen von den anderen anwesenden Phenolen zu trennen. Es wurden von Dr. Meier zwei Verfahren ausgearbeitet, nach denen sich die Brenzkatechine durch Fällung über die Calciumsalze bzw. Borsäure-Additionsverbindungen praktisch rein gewinnen lassen.

Beim Umkristallisieren des nach dem obigen Verfahren gewonnenen Rohbrenzkatechins werden im Gegensatz zu dem synthetisch hergestellten Brenzkatechin krist. nur kleine unscheinbare Kristalle erhalten. Es wurde von Dr. Böck gefunden, daß sich durch rektifizierende Destillation die Verunreinigungen abtrennen lassen, welche die Ausbildung von großen Kristallen beim Umkristallisieren verhindern.

Arbeiten für 1943:

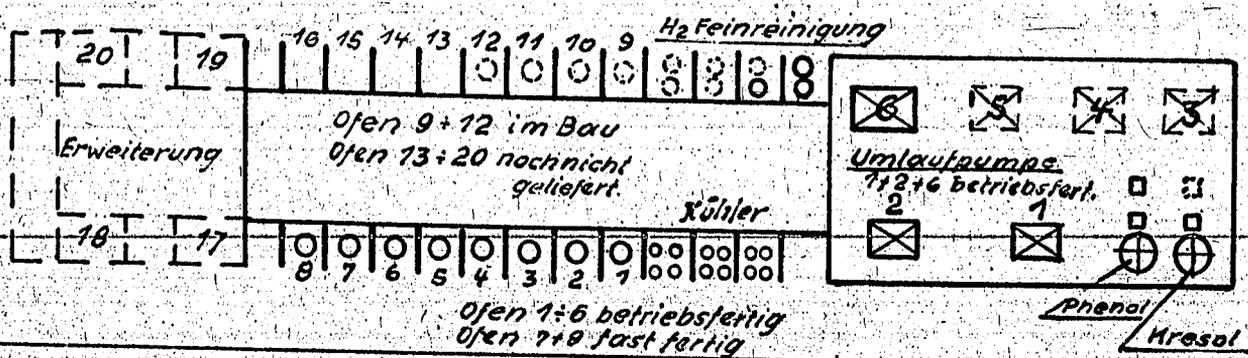
In der Versuchsanlage soll die Herstellung von Rohbrenzkatechin für die Belieferung von Wolfen und Fahlberg-List weiter durchgeführt und die Herstellung der Brenzkatechine dest. und krist. geprüft werden. Auch soll versucht werden, aus den Brenzölen unter Umgehung der Lösungsmittel-Behandlung durch rektifizierende Destillation allein reines Brenzkatechin zu gewinnen.

# Cyclohexanol-Anlage Me. 978



Ofen 1-16 | 800 $\phi$   
 Ofen 17-20 | 1400 $\phi$

## Bau-Übersicht Me. 978



Anolfabrik Süd Me 978

Betrieb: Dr. Havemann (bis Oktober)  
Dr. Meier (ab Februar)

Reparaturen: DI. Söhngen

Arbeiten in 1942:

Die Anlage Me 978 zur Hydrierung von Phenol zu Cyclohexanol und Kresol zu Methylcyclohexanol wurde auf Grund von Erfahrungen, die in der Anolfabrikation Nord Me 11 in mehreren Betriebsjahren gesammelt wurden, geplant. Neu hinzugekommen sind im wesentlichen der Einbau von Wärmeaustauschern, die Vergrößerung des Kontaktrohrdurchmessers von 22 auf 33 mm, wodurch die Füll- und Entleerungszeiten des Kontaktes erheblich verkürzt werden, sowie mehrere automatische Regelungen, welche die Fahrweise der Öfen erleichtern.

Die Gesamtplanung sieht sechzehn Öfen mit 800 mm Durchmesser (Kontaktfüllung 1,1 cbm) und vier Öfen mit 1400 mm Durchmesser (Kontaktfüllung 3,8 cbm) vor. Da der zur Hydrierung verwendete Wasserstoff Kohlenoxyd enthält, wird dieses bei 200°C und 220 atü über einen Eisenkontakt zum Methan reduziert. Die Phenol- bzw. Kresol-Hydrierung erfolgt mit auf 20 atü reduziertem Kreislaufwasserstoff, der von unten durch das auf ca. 140-145°C gehaltene Einspritzprodukt strömt und sich mit diesem belädt. Die Hydrierung selbst erfolgt bei 150°C über einem Nickel-Aluminiumoxyd-Kontakt. Einzelheiten ergibt das nebenstehende Fahrschema.

Der Ausbau vollzieht sich wie folgt: Nachdem bis Ende 1941 das Maschinenhaus und der Ofenbau erstellt waren, wurde im Berichtsjahr mit dem Einbau und dem Anschluß der einzelnen Öfen begonnen. Bis Ende dieses Jahres waren die Öfen 1 - 6 betriebsfertig, 7 und 8 noch zu isolieren, 9 - 12 in Bau, während die Öfen 13 - 20 noch nicht geliefert sind. Die Einspritzapparatur für Phenol ist fertiggestellt, die für Kresol noch in Bau. Von den acht Wasserstoffreinigungsöfen sind die drei gelieferten betriebsfertig; auch sind die beiden einzylindrigen Wasserstoff-Kreislaufpumpen und eine der vier vorgesehenen Zwillingspumpen fahrbereit. Die Erweiterung des Ofenbaues nach Süden steht vor der Vollendung. Als Tanklager Me 978a sind zehn Behälter zu 60 cbm vorgesehen. Sechs Behälter, die Ausgangsprodukte für phenolische Zwischenprodukte aufnehmen, liegen in einer Betontasse, die anderen vier in der Erde. Die Produktpumpen sowie die Verteilungsleitungen liegen unterirdisch in einem Bedienungsgang. Die Betonierarbeiten sind beendet. Mit dem Einbau der Behälter und der Rohrleitungen ist begonnen worden.

Um einen Teil der Öfen in Betrieb nehmen zu können, kamen drei Lagerbehälter provisorisch zur Aufstellung. Nach Behebung kleinerer Anfahrschwierigkeiten erfolgte am 9. September die Einspritzung von Phenol in den ersten Ofen. Nach und nach sind drei weitere Öfen in Betrieb genommen worden. Verbesserungen an der Regelung zur Konstanthaltung der Kontakttemperatur sowie des Standes im Verdampfersumpf trugen wesentlich zur Betriebssicherheit bei und waren Beiträge zur Erreichung einer praktisch vollautomatischen Fahrweise.

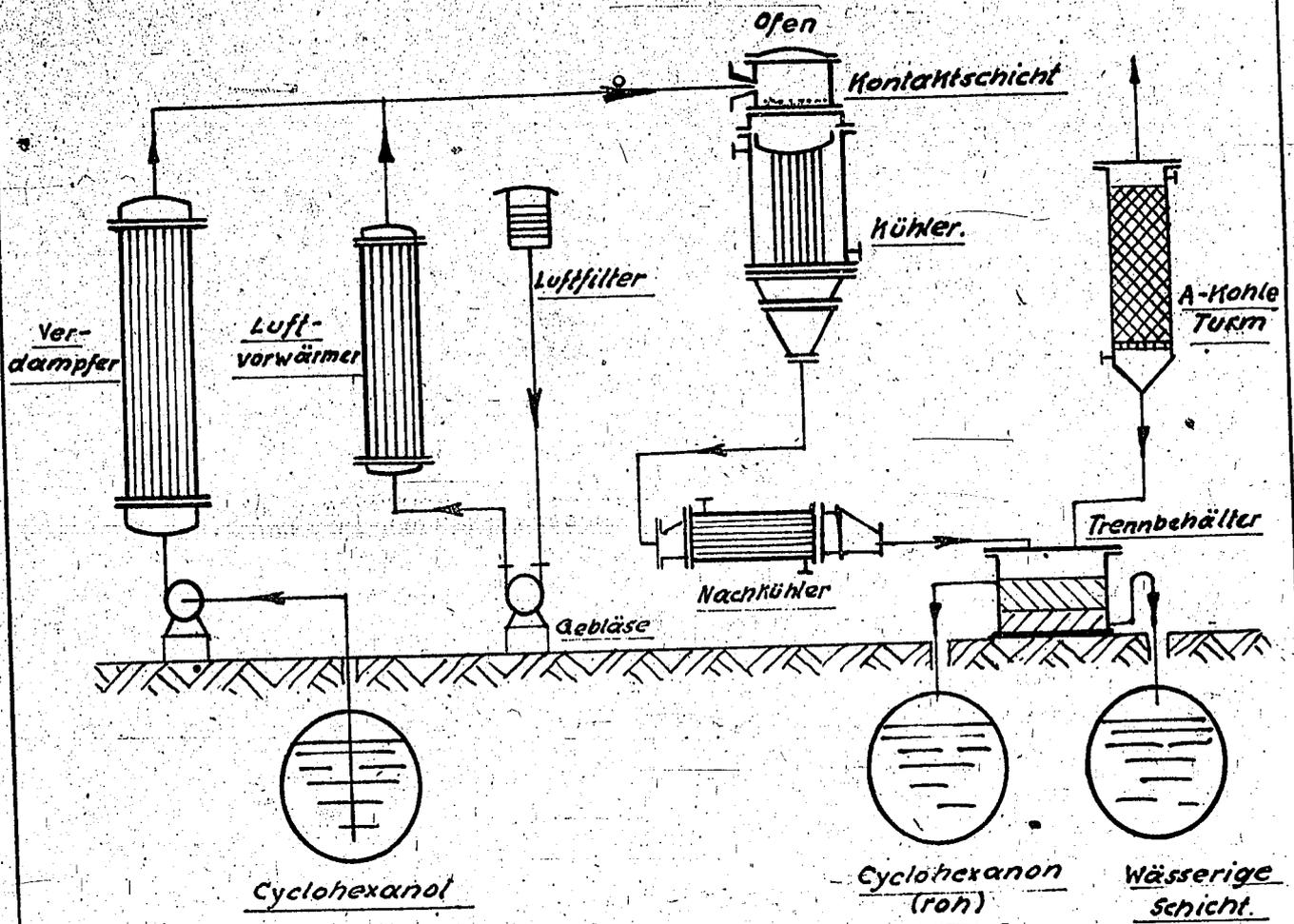
Die Produktion der Ofenaggregate an Cyclohexanol entsprach durchaus den in den Planungen vorgesehenen Mengen.

Teilaufgaben, die der Betrieb mit sich brachte, wurden im Laboratorium bearbeitet. Die Verbindung mit der Anolfabrikation-Nord Me 11 gab die Möglichkeit zur Entwicklung eines festeren Kontaktes, gab Aufschluß über Fragen der drucklosen Hydrierung und ermöglichte die Hydrierung von Brenzkatechin sowie die verschiedener Brenzöle.

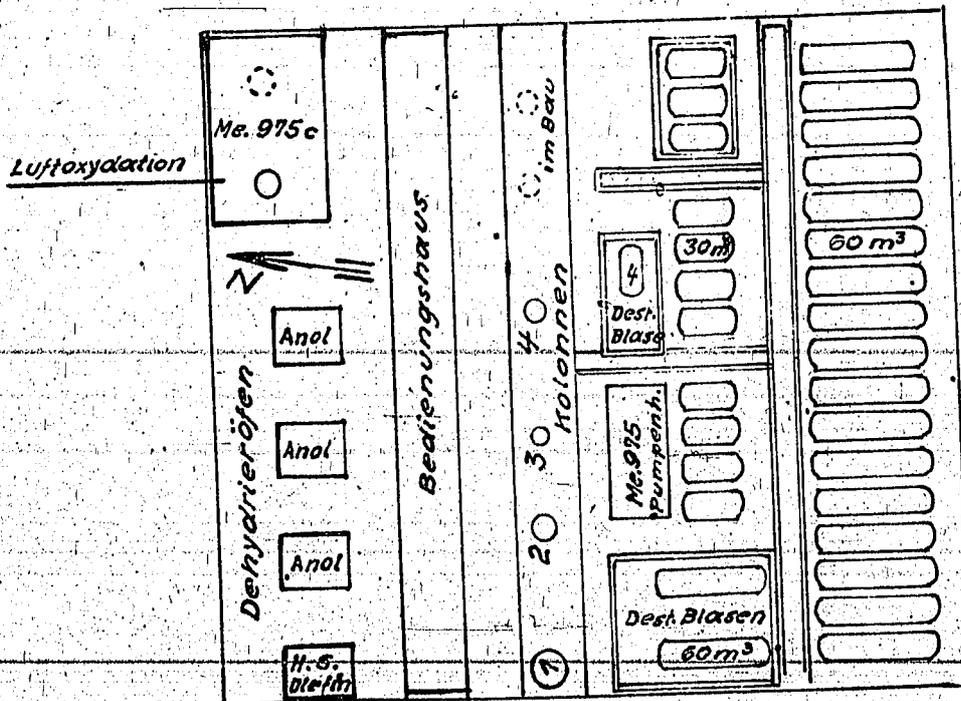
Arbeiten für 1943:

Nach Fertigstellung des Tanklagers wird mit der Kresolhydrierung, die z.Zt. in Me 11 durchgeführt wird, begonnen werden. Im Laufe des Jahres werden sämtliche 800er Öfen und wahrscheinlich auch zwei 1400er Öfen betriebsfertig sein. Eine Zwillingskreislaufpumpe kommt im Maschinenhaus zur Aufstellung.

Oxydation von Cyclohexanol zu Cyclohexanon  
mit Luft über Silberkontakt in Me. 975 c.



Bau-Übersicht Me. 975



1	Anol-Kolonne
2	Anol-Kolonne
3	Anol-Vorlaufkol.
4	H.S. Olefin-Kol.

Cyclohexanon- und HS-Olefine-Fabrikation Me 975

Betrieb: Dr. Wolf  
Dr. Hornhardt (ab November)

Reparatur: DI. Söhngen

arbeiten in 1942:

Cyclohexanon-Fabrikation

Mit Jahresbeginn wurde die bis dahin in Me 11 durchgeführte Cyclohexanol-Destillation übernommen und bis August in Kolonne I (Cyclohexanon-Kolonne) diskontinuierlich destilliert. Seit August wird die Destillation in den dafür vorgesehenen kontinuierlich arbeitenden Cyclohexanol-Kolonnen II und III ausgeführt. In Kolonne III wird Cyclohexan und Wasser als Vorlauf, in Kolonne II das Rein-Cyclohexanol vom Phenol abdestilliert. Die Kapazität beträgt 1 000 moto. Z.Zt. werden 250 moto destilliert, wovon 100 moto zur Adipinsäure-Fabrikation gehen, der Rest wird zu Cyclohexanon dehydriert.

Für die Dehydrierung steht seit Februar außer Ofen II noch Ofen III zur Verfügung, der aber nur kurze Zeit gefahren wurde, da die Anforderungen an Cyclohexanon für die Luran-Fabrikation noch nicht so hoch waren, daß 2 Öfen gefahren werden mußten. Durch die Inbetriebnahme der Luran-Fabrikation Süd ist der Cyclohexanon-Verbrauch seit Oktober gestiegen, so daß in den nächsten Monaten mit einer gesteigerten Abnahme zu rechnen ist. In Zusammenarbeit mit I.G. Bitterfeld wurde der Dehydrierungskontakt, eine Zink-Eisen-Legierung, weiter entwickelt; es ist gelungen, einen Kontakt mit der mehrfachen Leistung des seitherigen herzustellen.

Im Oktober wurde der Ofen zur Oxydation von Cyclohexanol mit Luft über Silberkontakt in Betrieb genommen. Einige Anfahrschwierigkeiten, verursacht durch Versagen der zum Anspringen der Reaktion dienenden Heizsone und durch Nebelbildung am Kühlerausgang, wurden durch zweckentsprechende Änderungen der Heizsone und Einbau eines Waschturms überwunden. 80 t Methylcyclohexanol wurden zu Methylcyclohexanon, dem Ausgangsprodukt für Methyladipinsäure, oxydiert.

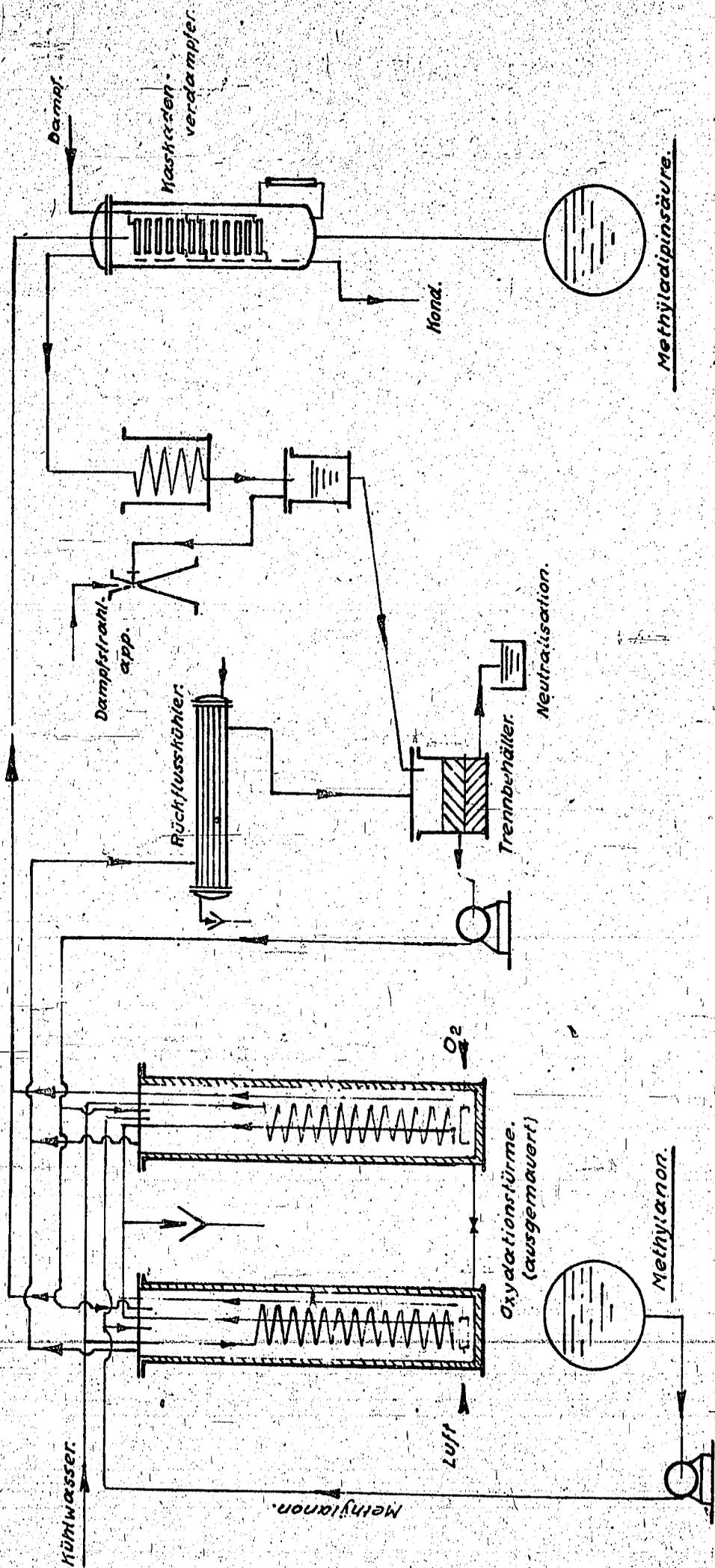
HS-Olefine-Fabrikation

Im Berichtsjahr wurden 670 t HS-Olefine hergestellt. Die Kapazität der Anlage beträgt 150 moto und kann nicht voll ausgenutzt werden, da z.Zt. zu wenig HS-Alkohole verfügbar sind. Die HS-Olefine-Kolonne wurde zeitweise zur Destillation von Methylcyclohexanon eingesetzt. Der Kontakt 5780 hat sich an Stelle des Kontaktes 163 besser bewährt.

arbeiten für 1943:

Der verbesserte Dehydrierungskontakt wird Anfang Januar im Betrieb erprobt. Ein weiterer Dehydrierofen wird fertiggestellt, ebenso der zweite Oxydationsofen. Die neue kontinuierliche Destillationsanlage für Cyclohexanon (Me 1015) ist in Bau. Durch Messung an der jetzigen Cyclohexanonkolonne und durch eingehende Laboratoriumsversuche wurden Unterlagen für die Berechnungen des Konstruktionsbüros geschaffen. Eine kontinuierliche Anol-Destillation ist ebenfalls in Vorbereitung. Die seither für Cyclohexanon und Cyclohexanol benützten Kolonnen I bzw. II und III werden nach Fertigstellung der neuen Destillationsanlagen für die Destillation der Methylderivate verwendet.

# Methyladipinsäure - Anlage Me. 994.



Methyladipinsäurefabrikation Me 994

Betrieb: Dr. Wolf  
Dr. Hornhardt (ab November)

Reparaturen: DI. Söhngen

Arbeiten in 1942:

Die Gewinnung der Ausgangsprodukte für die Herstellung der Methyladipinsäure bereitete große Schwierigkeiten. Das in Leuna durch Hydrieren von Kresol hergestellte Methylcyclohexanol ließ sich nur mit schlechtem Umsatz dehydrieren, da es Verunreinigungen enthält, die den Dehydrierkontakt inaktivieren. Auch durch nochmalige Destillation des Methylcyclohexanols konnte keine wesentliche Verbesserung erreicht werden. Dagegen konnte das Methylcyclohexanol neuerdings durch Oxydation mit Luft über Silberkontakt mit gutem Umsetzungsgrad zu Methylcyclohexanon oxydiert werden.

Mit den bei den Dehydrierversuchen in Ofen II und III angefallenen Produkten wurden in der Anfang des Jahres fertiggestellten Methyladipinsäureanlage Me 994 einige Oxydationen durchgeführt. Wenn auch, bedingt durch das noch nicht den Anforderungen entsprechende Ausgangsprodukt, die dabei gewonnene Roh-Methyladipinsäure mehr Nebenprodukte enthält, als die bei Klein- und halbertechnischen Versuchen aus normalen Ausgangsprodukten erhaltene Methyladipinsäure, so wurden doch Erfahrungen apparativer und werkstoffmäßiger Art gemacht.

Um die konstruktiven Unterlagen zum Bau der Methyladipinsäure-Anlagen in Schkopau (200 moto, in Bau), in Auschwitz (200 moto) und in Leuna (100 moto) sicherzustellen, bei denen die Oxydation des Methylcyclohexanons mit Luft, also unabhängig von Salpetersäure und Sauerstoff, durchgeführt werden soll, sind in der Versuchsanlage Me 994, die ursprünglich für Sauerstoff-Oxydation errichtet worden ist, nach Umbau einiger Apparate und nach Aufstellung eines Rückfluskkühlers Luft-Oxydationen durchgeführt worden. Die Ergebnisse dieser Versuche bildeten die Unterlagen zu vielen Besprechungen mit den Sachbearbeitern und Konstrukteuren dieser neuen Bauvorhaben. Gemeinsam mit der Materialprüfung sind die Materialfragen bearbeitet worden.

Es ist beabsichtigt, die Oxydation kontinuierlich zu fahren. Versuche in halbertechnischen Apparaten verliefen günstig. Als Ausgangsprodukt wird meta- und para-Methylcyclohexanon verwendet, nicht aber das ortho-Isomere, da dieses bei der Oxydation zum großen Teil Acetylvaleriansäure, Glutarsäure und Essigsäure gibt.

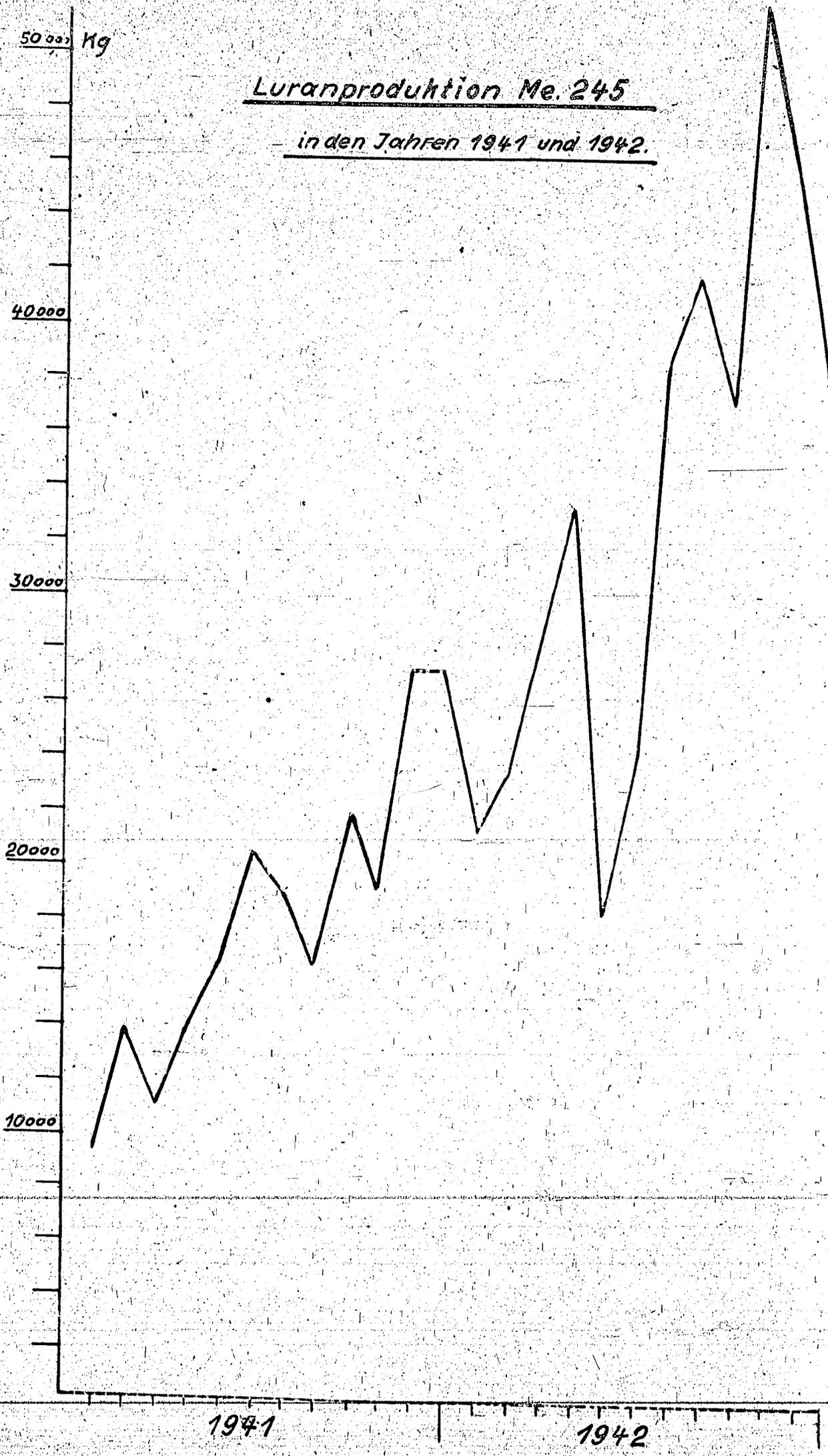
In Laboratoriumsversuchen wurde die Oxydationsreaktion weiter studiert. Durch Kontaktversuche wurden die seither verwendeten Mangansalze als beste Kontakte bestätigt. Aus der Roh-Methyladipinsäure wurde  $\beta$ -Methyladipinsäure isoliert und größere Proben davon zum Versand gebracht. Für die Trennung der Reaktionsprodukte wurden analytische und präparative Methoden ausgearbeitet. Die Abtrennung eines laktonartigen Körpers gelang mit Hilfe einer Extraktion.

Arbeiten für 1943:

In Me-994 wird Methyladipinsäure produziert werden. Das Ausgangsprodukt muß vorläufig in der HS-Olefin-Kolonne (Me 975) destilliert werden, deren Leistung aber höchstens 20 moto Methylcyclohexanon beträgt.

Die oben erwähnte Extraktion wird bei der Planung der neuen Anlagen berücksichtigt; in Me 994 wird eine Extraktion für kleinere Leistung eingebaut. Die Laboratoriumsversuche werden sich weiterhin auf die Aufklärung des Reaktionsverlaufes erstrecken.

Luranproduktion Me. 245  
in den Jahren 1941 und 1942.



Luranfabrikationsversuchsbetriebe Me 337x und Me 245

Betrieb: Dr. v. Friedolsheim  
Dr. Schwind (ab Mai)

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

Arbeiten in 1942:

Oximherstellung Me 337x: Die Herstellung des zur Oximfabrikation benötigten Ammonnitrits wurde vom Salzbetrieb Me 139 übernommen, während das Ammonbisulfit in den Niederdruckbetrieben (Me 377) ab Ende des Jahres fabriziert wird. Dadurch wurde das Zellenfilter mit der dazugehörigen Apparatur für die Abtrennung des Hydrolysegipses freigemacht. Durch diesen Umstand sowie durch die Aufstellung einer zweiten Zentrifuge zum Abschleudern von Oxim ist die Kapazität der Anlage auf 60 moto Oxim erhöht worden.

Die anfallende Ammonsulfatlösung wurde teilweise zur Herstellung von Ammonnitrit abgegeben.

Alle Versuche der Betriebskontrolle, die Mengenmessungen für Schwefeldioxyd und Ammoniak zu ermöglichen, waren ohne Erfolg. Der Grund hierfür ist das teilweise Verdampfen vor oder in den Waagen selbst.

Die Kühlschlange (aus gewöhnlichem Blei) im Behälter zur Herstellung von Ammonbisulfit bekam nach kurzer Zeit Risse. Sie wurde durch eine widerstandsfähigere aus Edelblei ersetzt.

Bereits im vorigen Jahr wurden die Bleipumpen, die einem zu großen Verschleiß unterworfen waren, größtenteils durch Porzellanpumpen ersetzt, die sich gleichfalls im Betrieb wenig bewährten, und diese schließlich gegen Silicium-Pumpen (Siliciumguß) ausgetauscht.

Luranherstellung Me 245: Die Umlagerung des Oxims mit Schwefelsäure auf Ferrosilicium-Röhre wurde aufgegeben und dafür zwei Umlagerungsbehälter aus Eisen mit Rührer und Kühlung aufgestellt, in die zu bereits umgelagertem Produkt geschmolzenes Oxim und Oleum (24% Schwefeltrioxyd) kontinuierlich bei 100-120°C zufließen. Dadurch wurde die Laktamausbeute etwas erhöht und außerdem durch den Wegfall der beiden diskontinuierlich arbeitenden Ansatzbehälter eine Gefahrenquelle beseitigt.

Zum Aufschmelzen des Oxims wurde zunächst ein verbleiter Schmelzbehälter mit Bleischlange aufgestellt. Diese wurde jedoch in kurzer Zeit durch Korrosion zerstört und daher durch eine aus V2A ersetzt. Zur Betriebssicherheit wurde ein zweiter ausgemauertes Schmelzbehälter mit V2A-Schlange aufgestellt. Die Leitung von den Schmelzbehältern zur Umlagerung wurde ebenfalls in V2A ausgeführt, nachdem die Eisenleitung infolge Korrosion mehrmals erneuert werden mußte.

Da nun die neue Umlagerung eine größere Kapazität hat, mußten zwei weitere Destillationsapparaturen (Blase je 1 500 l) für Laktam erstellt werden. Um die Kondensatoren von Kesselstein freizuhalten, wurde eine Warmwasser-Kreislaufapparatur (80°C) vorgesehen.

Zur Entlastung der Destillationsblase kam ein Umlaufverdampfer für Vakuum zur Aufstellung, der das im Rohlaktam vorhandene Wasser (35%) entfernen soll und um die Jahreswende in Betrieb genommen wird. Die Monatsproduktion an Laktam stieg im Laufe des Jahres von 25 auf 50 t. Die beigegefügte Kurve veranschaulicht die Steigerung der Luranproduktion in den Jahren 1941 und 1942.

Die Versuchsanlagen (Me 337x und Me 245) lieferten im Laufe des Jahres wertvolle Unterlagen für die Ausgestaltung von Me 979 in der Südanlage. Vor allem ist die kontinuierliche Umlagerung studiert sowie viele für die Betriebssicherheit wichtige Materialfragen geklärt worden.

Luran-Fabrikation Me 979Betrieb: Dr. v. FriedolsheimReparaturen: DI. Gebhardt-FriedrichArbeiten in 1942:

Erfahrungen aus den Versuchsanlagen Me 337x und Me 245 besonders über die kontinuierliche Umlagerung des Oxims mit Oleum, die in der Südanlage vorgesehen ist, haben zu Konstruktionsverbesserungen Veranlassung gegeben. Außerdem machten auftretende nicht vorherzusehende Korrosionsschwierigkeiten den Einsatz von Sondermaterial zusätzlich erforderlich. Am 3. August konnte die Ammonbisulfitherstellung in Betrieb genommen werden. Es ist damit möglich, die von den Niederdruckbetrieben (Me 307) gelieferte dünne Bisulfitlauge aufzukonzentrieren und für den Fall, daß Me 307 ausfällt, die Ammonbisulfitlauge selbst herzustellen. Abgesehen von einigen technischen Abänderungen und Schwierigkeiten, die sich bei der Bereitstellung des Bedienungspersonals ergaben, vollzog sich das Anfahren ohne besondere Schwierigkeiten. Die Anlage erzeugte dann am 29. August das erste Cyclohexanonoxim. Die Fabrikation mußte jedoch wieder unterbrochen werden, weil kurz hintereinander die Innenausstattung zweier großer Zentrifugen der Firma Haubold zum Abschleudern des Oxims völlig zerstört wurden. Die Gründe dafür konnten nicht einwandfrei geklärt werden. Der Betrieb mußte jedoch aus der Art und Weise, wie sich das Oxim abschleudern ließ, zur Erkenntnis gelangen, daß trotz der Vorversuche, die bei der Firma Haubold selbst vorgenommen worden waren, das Zentrifugieren des stark backenden Oxims sich nur mit größten Schwierigkeiten durchführen ließ.

Man entschloß sich deshalb, das Oxim nicht kalt herzustellen, um dieses dann abzuschleudern, sondern führte die Oximierung heiß durch. Auf diese Weise setzt sich das geschmolzene Oxim als obere Schicht auf die untere Ammonsulfat-haltige Schicht auf und kann von dieser getrennt werden. Nach entsprechender Abänderung des Oximierungsaggregates gelang es, die heiße Oximierung durchzuführen und das Oxim in großen, auf dem Plattenbelag des Bodens provisorisch gemauerten Wannen abzulassen. Nach Abkühlen des Oxims gelingt es leicht, dieses zu zerkleinern. Ein Schema veranschaulicht die Oximherstellung sowie die Notlösung. Mit diesem Oxim ist die Versuchsanlage Me 245 zusätzlich mit Oxim versorgt worden. Da es wegen auftretender Korrosionsschwierigkeiten, die sich bei der kontinuierlichen Umlagerung des Oxims in der Versuchsanlage Me 245 herausgestellt haben, nicht möglich war, die Anlage bis zur Endstufe Luran in Betrieb zu nehmen, war es für die Fabrikation des Oxims von Bedeutung, daß in Ludwigshafen ein Bedarf von ca. 100 moto Oxim auftrat, den die Anlage decken konnte.

Mit der Zeit wurde das Oxim immer dunkler gefärbt. Nachprüfungen ergaben, daß im Hydrolysebehälter infolge elektrolytischer Korrosion des mit V46 A-Blech überzogenen Rührers sowohl das Blech stark abgetragen, als auch der größte Teil des Eisenrührers verschwunden war. Der Rührer ist deshalb durch einen aus Holz ersetzt worden, womit die Dunkelfärbung des Oxims beseitigt wurde.

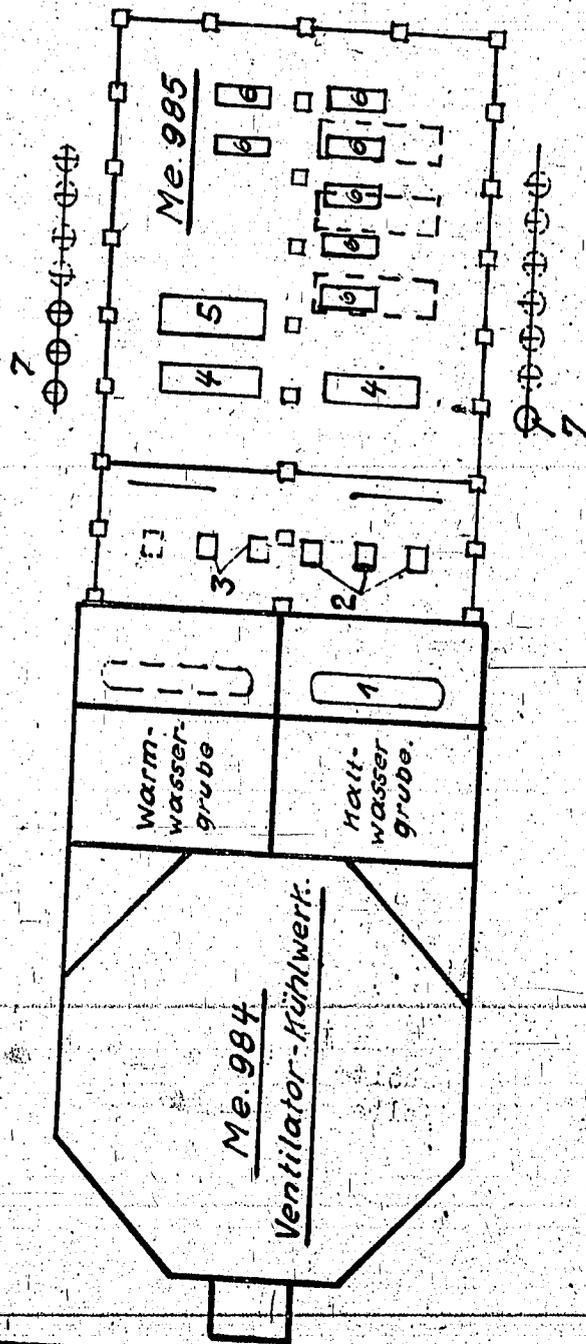
Zur Verhütung von Flüssigkeitsschlägen in den Ammoniakkältemaschinen der Kälteanlage Me 985 wurde auf jedem Kühlkörper ein Abscheider für flüssiges Ammoniak angebracht.

Arbeiten für 1943:

Die zwei Siebzentrifugen zum Abschleudern des Hydrolysegipses haben sich nicht bewährt. Sie sollen durch ein Drehfilter der Mesamollfabrikation ersetzt werden.

Anfang Januar soll die inzwischen fertiggestellte Umlagerung angefahren werden, um die Neutralisation und schließlich in etwa 1-2 Monaten die Destillation in Betrieb nehmen zu können, deren Isolierarbeiten in Kürze begonnen werden. Durch Aufstellen von zwei Trennbehältern soll das flüssige Oxim aus der Oximierung von Ammonsulfat getrennt unmittelbar der Umlagerung zugeführt werden.

Maltes Rückhülwasser Me. 984 und Kältezentrale Me. 985



1	Ammoniakssammler 25m <sup>3</sup>
2	3 Kaltwasserpumpen je 2500 m <sup>3</sup> /Std.
3	2 Warmwasserpumpen je 1500 m <sup>3</sup> /Std.
4	2 Borsig-Kompr. je 600 000 WE/Std.
5	1 Borsig-Kompr. 1000 000 WE/Std.
6	7 Ahlborn Kompr. je 135 000 WE/Std.
7	4 Turmkühler

Kältezentrale Me 985 und kaltes Rückkühlwasser Me 984

Betrieb: DI. Gebhardt-Friedrich

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

arbeiten in 1942:

Der Aufbau der Kunststoffvorprodukte, besonders der Lurananlage, bedingte die Bereitstellung erheblicher Kälteenergien, die entsprechend der Eigenart der Lurananlage in Form von Ammoniak bereitgestellt werden mußten. 1 kg Luran erfordert 2 500 WE bei teilweiser Reaktionstemperatur in den Rührbehältern von 0 bis + 10° C. Es wurde deshalb ein Kältenetz auf Basis Ammoniak mit einer Verdampfungstemperatur von - 15° C geplant und ausgeführt. Für den ersten Ausbau wurde eine Leistung von 3,2 Mill. WE/h erstellt, die sich in 3 größere Aggregate zu einmal 1 Mill. und zweimal 600 000 WE (stehende Borsig-Zweizylinder-Gleichstromverdichter) und 7 kleinere Aggregate zu je 135 000 WE (Sechszylinder-Kühlautomaten der Firma Ahlborn) gliedert. Die Verflüssigung erfolgt in Turmverflüssigern, die außen an den Baulängsseiten aufgestellt sind. Als Puffergefäß dient ein 25-cbm-Ammoniaksammler. Die Kältezentrale wurde am 2. Juli angefahren.

In Verbindung mit der Kältezentrale wurde, mit Rücksicht auf die Eigenart der Ammoniakkompression, ein Ventilator-Rückkühlwerk der Firma Balcke mit 3 800 cbm/h Normal- und 4 900 cbm/h Spitzenleistung bei garantiert max. Kaltwassertemperatur von + 26° C errichtet. Das Kühlwassernetz wurde so gegliedert, daß außerdem die Betriebe der Kunststoffvorprodukte mit diesem kalten Rückkühlwasser versorgt werden können. Die Inbetriebnahme erfolgte am 18. August.

arbeiten für 1943:

Der Ausbau der Igamide bedingt eine weitere Vergrößerung der Kälte- und Kühlwasserversorgung. Es ist deshalb die Aufstellung von 3 weiteren Borsig-Kompressoren mit je 2 Mill. WE geplant, die an die Stelle von 5 kleinen Ahlborn-Aggregaten treten, so daß die Gesamtleistung der Anlage dann rd. 8,5 Mill. WE/h beträgt. Die Sicherheit gegen Belastungsspitzen wird durch Aufstellung eines weiteren 25-cbm-Ammoniaksammlers erhöht. Die Umstellung der Verdampfungstemperatur-Regulierung von Hand auf automatische Steuerung ist vorgesehen. Das Verteilungsnetz wird durch Anschluß von Adipinsäure, Esteröl und verschiedener kleinerer Abnehmer erweitert.

Die Kühlwasserversorgung wird durch ein weiteres Ventilator-Rückkühlwerk gleicher Leistung Me 1023 vergrößert. Beide Rückkühlwerke fahren parallel und sichern den gesamten Kühlwasserbedarf der Kunststoffvorprodukte im Endausbau.

Kunststoffvorprodukte-Laboratorium Me 972

Betrieb: Dr. Löwenberg  
Dr. Günicke (ab Juni)

Reparaturen: DI. Slowak.

Arbeiten in 1942:Cyclohexan-Oxydation:

Infolge der starken Ausweitung der sich auf Phenolbasis aufbauenden Kunststoffvorprodukte reichen die zur Verfügung stehenden Phenolmengen nicht mehr aus. Es ist deshalb vorgesehen, nach einem Verfahren von Uerdingen Cyclohexan zu einem Cyclohexanol-anon-Gemisch zu oxydieren. Die zur Durchführung des Verfahrens notwendigen Verhandlungen mit den Sachbearbeitern sind geführt und zur Festlegung des Fabrikationsganges, besonders zur Klärung der Frage nach der Aufbereitung des Oxydationsgemisches, umfangreiche Laboratoriums-Versuche angestellt worden. Gemeinsam mit dem Konstruktionsbüro wird die Planung der Anlage bearbeitet.

Esteröl:

Die für die 2 000-jato-Esteranlage in Schkopau gemeinsam mit dem Konstruktionsbüro durchgeführten Konstruktionsarbeiten sind weitergeführt und viele Teilfragen mit der Materialprüfung geklärt worden. Die Versuche zur Beseitigung des Neutralteils bzw. zur Reinigung der Ester mit Wasserdampf im Vakuum brachten Qualitätsverbesserungen der Esteröle und waren sowohl für Schkopau als auch für die in Leuna zu bauende Anlage von Einfluß bei der Ausgestaltung der Destillationsaggregate. Die Toppung mit Wasserdampf im Vakuum konnte auch bei der Gewinnung von Harzen, die von niedrigsiedenden Anteilen befreit werden müssen, mit gutem Erfolg angewendet werden.

Trockenstoffe:

Aus geradkettigen oder verzweigten Dicarbonsäuren und Alkoholen sind nach einseitiger Veresterung der Dicarbonsäuren saure Ester gewinnbar. Es wurde gefunden, daß deren Schwermetallsalze sich infolge ihrer guten Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln und in selbsttrocknenden Ölen als Trockenbeschleuniger eignen. Als Dicarbonsäure-Komponente konnten Bernsteinsäure, Adipinsäure, Methyladipinsäure sowie Dicarbonsäure-Gemische aus den Restsäuren der Adipinsäure-Fabrikation (Oxydation mit Salpetersäure) und weiter Dicarbonsäure-Gemische aus der Cyclohexan-Oxydation eingesetzt werden. Als Alkohole eigneten sich Isobutylöl- sowie Synol-Alkohol-Gemische der verschiedensten Siedebereiche. Auch Cyclohexanol sowie dessen Homologe erwiesen sich als Alkohol-Komponente brauchbar. Diese Versuche, die gemeinsam mit dem Lacklaboratorium und dem Laboratorium Me 127 durchgeführt werden, haben zu Produkten geführt, die in ihrer Wirksamkeit den bisher verwendeten Trockenstoffen durchaus gleichen.

Luran und Methylluran:

Teilprobleme, die die kontinuierliche Umlagerung des Cyclohexanonoxims zum Luran mit sich brachte, sind mit bearbeitet worden. Zur Darstellung von hydriertem Methylluran, das als Piperidin-Ersatz geprüft wird, sind aus ortho- bzw. meta-para-Methylcyclohexanonoxim sowohl durch diskontinuierliche als auch durch kontinuierliche Umlagerung die entsprechenden Methyllurane dargestellt worden, die im Laboratorium Me 127 hydriert wurden. Zur Darstellung von Pyridin über Piperidin sind größere Mengen Cyclopentanone aus Adipinsäure hergestellt, in das Oxim übergeführt und umgelagert worden.

Kondensationsversuche:

Cyclohexanon wurde mit sich selbst kondensiert, das entstandene Cyclohexyldicyclohexanon zum Cyclohexylcyclohexanol hydriert und dieses mit den verschiedensten organischen Säuren verestert. Desgleichen ist Cyclohexanon mit Isobutylaldehyden kondensiert worden mit dem Ziel, aus den Kondensationsprodukten nach ihrer Hydrierung durch Oxydation höhermolekulare Säuren herzustellen. Es ist versucht worden, aus dem Isobutylöl höhersiedender Fraktionen die darin enthaltenen Ketone durch Umsetzung mit Trimethyloläthan in hochsiedende Acetale überzuführen, um nach deren Spaltung die Ketone rein gewinnen zu können.

Abwasserüberwachung:

Zur Überprüfung der Abwässer der Betriebe der Südanlage ist Mitte des Jahres eine Abwasserüberwachung eingerichtet worden.

Arbeiten für 1943:

Obige Probleme, besonders die Arbeiten über die Oxydation des Cyclohexans, sowie Teilfragen, die in der Gruppe Kunststoffvorprodukte auftreten, werden bearbeitet.