

Chimia 52 (1998) 702–706  
 © Neue Schweizerische Chemische Gesellschaft  
 ISSN 0009–4293

# Chlorsulfonylisocyanat: Beispiel der Herstellungspraxis einer hochreaktiven Substanz



Tomasz Cieslewski\*

## Chlorosulfonyl Isocyanate. An Example of Manufacturing a Highly Reactive Compound

**Abstract.** The process for manufacture of chlorosulfonyl isocyanate was developed in the Wallis Plant of the *Lonza AG* in the early 1980s. This reaction involves the two gaseous starting materials  $\text{SO}_3$  and  $\text{ClCN}$ . In order to explain the particularities of the reaction as well as of the procedure, it is necessary to focus on physical properties, on the conception of a production plant and on the notion of consecutive reactions. The industrial routine in working with such highly reactive products and equally reactive, even dangerous starting materials is described. In addition to implementing the safety measures from the risk analysis and also from the product-risk profile, which has been developed just for this purpose, one also has to be particularly careful with transportation. High safety and quality standards can be guaranteed by using rather common techniques, as long as safety matters are taken very strictly.

### Einleitung

Das Herstellungsverfahren von Chlorsulfonylisocyanat (CSI) ist seit 1955 in der Literatur bekannt [1]. Die Verbindung wurde jedoch schon 1952 bei den Farbwerken *Hoechst AG* durch *R. Graf* synthetisiert. Während die Anwendung von CSI als Zwischenprodukt für organische Synthesen in den Folgejahren in der einschlägigen Literatur [2–4] ausführlich beschrieben ist, fand man zu dieser Zeit nur spärliche Angaben über dessen Herstellung. Seit Mitte der 70er Jahre befasst sich die *LONZA* zum Teil im Kundenauftrag mit dem Herstellungsverfahren von CSI. So-

mit konnte Anfang der 80er Jahre in den Walliser Werken die erste technische Anlage zur Herstellung dieses Produktes entstehen. In der Patentliteratur sind in der zweiten Hälfte der 80er Jahre weitere Herstellungsverfahren, sowohl von *Hoechst* [5] als auch von japanischen Firmen [6] beschrieben worden, wobei die letzteren nur in Japan technisch praktiziert werden.

Chlorsulfonylisocyanat ist ein ausgezeichnetes elektrophiles Reagenz: Es bietet nukleophilen Substanzen zwei Angriffspunkte: an der  $\text{SO}_2$ -Gruppe und an der  $\text{C}=\text{O}$ -Funktion. An der  $\text{C}=\text{N}$ -Gruppe können Cycloadditionen erfolgen.

Diverse Anwendungen fand das Produkt in der Pharmachemie für die Herstellung von diversen Antibiotica, in der Polymerchemie, in der Agrochemie für die Herstellung von Herbiziden und Insektiziden sowie bei der Herstellung von Acesulfam, einem Süßstoff.

Die in der Literatur beschriebenen

Reaktionen von CSI sind sehr zahlreich, allein in den *Chem. Abstr.* 1987–91 befinden sich ca. 192 Eintragungen. Eine diesbezügliche Zusammenstellung der bis ins Jahr 1981 veröffentlichten rund 125 Quellen ist der *LONZA*-Broschüre [7] zu entnehmen.

### Haupt- und Nebenreaktionen

Bei der Einwirkung von  $\text{SO}_3$  auf Chlorsulfonylisocyanat entstehen nebeneinander die aus den Komponenten im Verhältnis 2:1, 1:1 und 1:2 gebildeten Verbindungen [8]:

- 1) flüssiges Pyrosulfonylisocyanat (PSI),
- 2) das eigentliche Hauptprodukt – flüssiges Chlorsulfonylisocyanat (CSI)- und
- 3) kristallines 2,6-Dichlor-1-oxa-4-thia-3,5-diazin-4,4-dioxid (DOD).

Während das CSI bis  $300^\circ$  völlig thermostabil ist, zerfallen PSI und DOD oberhalb von  $100^\circ$  mit unterschiedlichen Zersetzungsgeschwindigkeiten in CSI und  $\text{SO}_3$  bzw. CSI und  $\text{ClCN}$ . Diese wiederum reagieren miteinander unter Bildung von CSI. Somit ist es verständlich, dass bei der Umsetzung der Edukte oberhalb von  $130^\circ$  überwiegend das CSI erhalten wird.

Als Nebenprodukt der Hauptreaktionen entsteht in sehr kleinen Mengen (ca. 1%) ein äquimolares Gemisch von Pyrosulfurylchlorid und Sulfonyldiisocyanat, das beim

Fraktionieren des rohen Reaktionsgemisches als hochsiedender Blasenrückstand verbleibt.

CSI reagiert mit Wasser explosionsartig unter Bildung von  $\text{HCl}$ ,  $\text{CO}_2$  und fester, in Wasser schwer löslicher Sulfamidsäure. Dabei steigt der Druck mit einer Geschwindigkeit von 130 bar/min an. Die Hydrolysewärme beträgt ca. 1200 kJ/kg.

Unter besonderen Bedingungen ist eine partielle Hydrolyse des CSI möglich [9]. Dabei entsteht ein synthetisch interessantes Sulfamidsäurechlorid.

### Stoffeigenschaften

**Chlorsulfonylisocyanat (CSI):** Eine farblose, stechend riechende und an der Luft rauchende Flüssigkeit. Siedetemperatur  $106^\circ$ , Dampfdruck bei Raumtemperatur ca. 25.6 mbar, mit einer Dichte von 1.63 kg/l schwerer als Wasser.

Reagiert sehr heftig (explosionsartig) mit Wasser unter Freisetzung von  $\text{CO}_2$  und  $\text{HCl}$  und Bildung eines Feststoffes, Sulfamidsäure.

$\text{LD}_{50}$  oral, Ratte: 640 mg/kg. Verursacht Verätzungen und ist gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken

\*Korrespondenz: T. Cieslewski  
 dipl. Ing. Chem. Betriebsleiter  
*LONZA AG*, Walliser Werke  
 CH-3930 Visp  
 Tel.: +41 27 948 54 95  
 Fax: +41 27 948 65 90

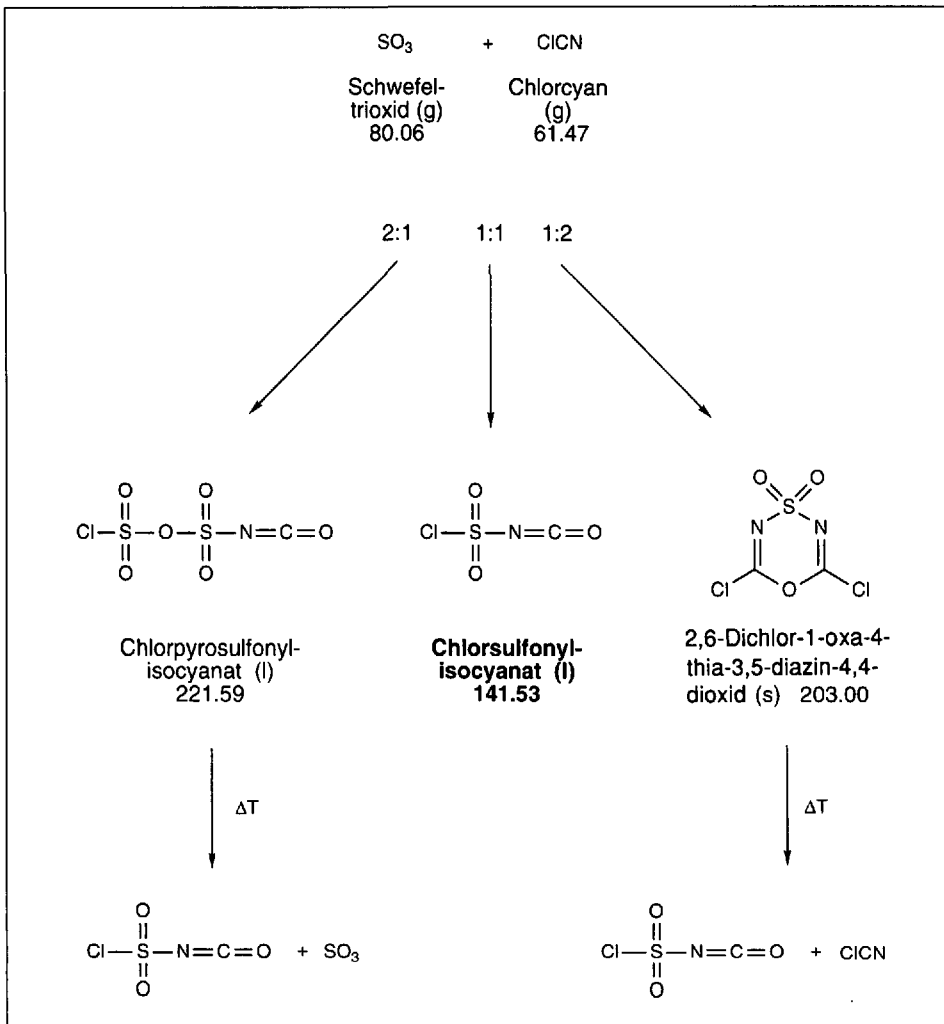


Fig. 1. Haupt- und Nebenreaktionen

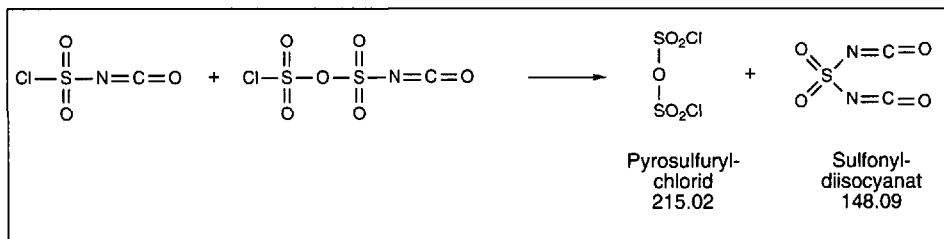


Fig. 2. Folgereaktion

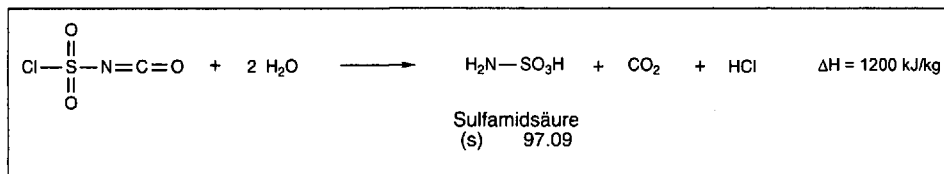


Fig. 3. Hydrolyse von Chlorsulfonylisocyanat

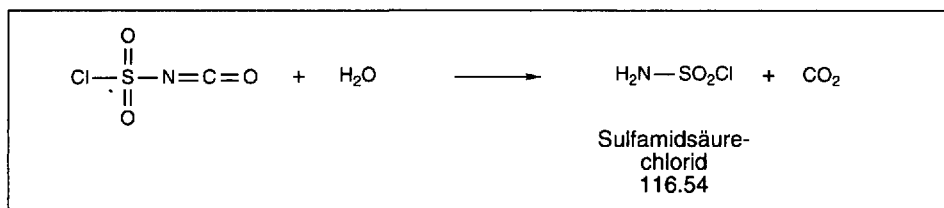


Fig. 4. Partielle Hydrolyse von CSI

und bei der Berührung mit der Haut. Die Auswirkungen und Sicherheitsmassnahmen sind ähnlich wie bei Thionylchlorid bzw. Chlorsulfonsäure.

**Chlorpyrosulfonylisocyanat (PSI):** Eine farblose Flüssigkeit mit einer Siedetemperatur von 135°. Verhalten wie CSI. Reagiert gleich heftig wie CSI mit Wasser unter Abspaltung von zusätzlich H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**2,6-Dichlor-1-oxa-4-thia-3,5-diazin-4,4-dioxid (DOD):** Ein Feststoff, zum Teil löslich in CSI- und PSI-Gemischen. Wurde nicht separat isoliert und untersucht, da innerhalb der Reaktionsbedingungen instabil.

**Chlorcyan (ClCN):** Farbloses, sehr giftiges, in Wasser lösliches, zu Tränen reizendes Gas, schwerer als Luft. Unter 13° farblose Flüssigkeit.

MAK-Wert: 0.75 mg/m<sup>3</sup>, Erträglichkeitsgrenze < 5 mg/m<sup>3</sup>. In seiner Giftwirkung ist es mit Blausäure zu vergleichen. Verursacht starke Schleimhautreizung, insbesondere der Schleimhäute der Augen.

**Oleum:** konzentrierte Schwefelsäure mit gelöstem Schwefeltrioxid. Farblose, ölige, an feuchter Luft rauchende, stark ätzende Flüssigkeit. Greift viele organische Stoffe an und zerstört diese bis zur Verkohlung. Das entweichende SO<sub>3</sub> verursacht starke Reizung der Schleimhäute und Atemwege. Lungenschädigung möglich. Die Flüssigkeit verursacht starke Verätzungen der Haut und Augen sowie schlecht heilende Wunden. Schmelzpunkt je nach SO<sub>3</sub>-Konzentration -11 bis 35°.

**Schwefeltrioxid (SO<sub>3</sub>):** farblose, hygroskopische Flüssigkeit oder eisähnliche, seidenglanzende hygroskopische Kristalle ( $\gamma$ -Form) bzw. asbestartige verfilzte Kristallnadeln ( $\alpha$ - und  $\beta$ -Form) mit stechendem Geruch. Dämpfe sind schwerer als Luft und reagieren mit feuchter Luft unter Bildung von weissem, ätzenden Rauch. Ohne Inhibitor wandelt sich das bei 17° erstarrte  $\gamma$ -Isomer in das  $\beta$ - und  $\alpha$ -Isomere (Smp. 33° bzw. 62°) um. Das Schmelzen von  $\beta$ - und besonders des  $\alpha$ -Isomeren ist mit einem explosionsartigen Anstieg des Dampfdruckes (Sublimation) verbunden. MAK-Wert: 1 mg/m<sup>3</sup>, Geruchswelle 0.1 ppm.

Die Hauptprobleme bei der Durchführung eines entsprechenden Verfahrens (Vorbereitung der Edukte, Durchführung der Reaktion und destillative Aufarbeitung des Reaktionsgemisches) bestehen nicht nur in der Handhabung der gefährlichen, hochreaktiven und korrosiven Stoffe, sondern auch in der Entstehung von vor allem feststoffartigen Nebenprodukten, die bei der Reaktion sowie durch Feuchtigkeitseintrag in die Anlage gebildet werden.

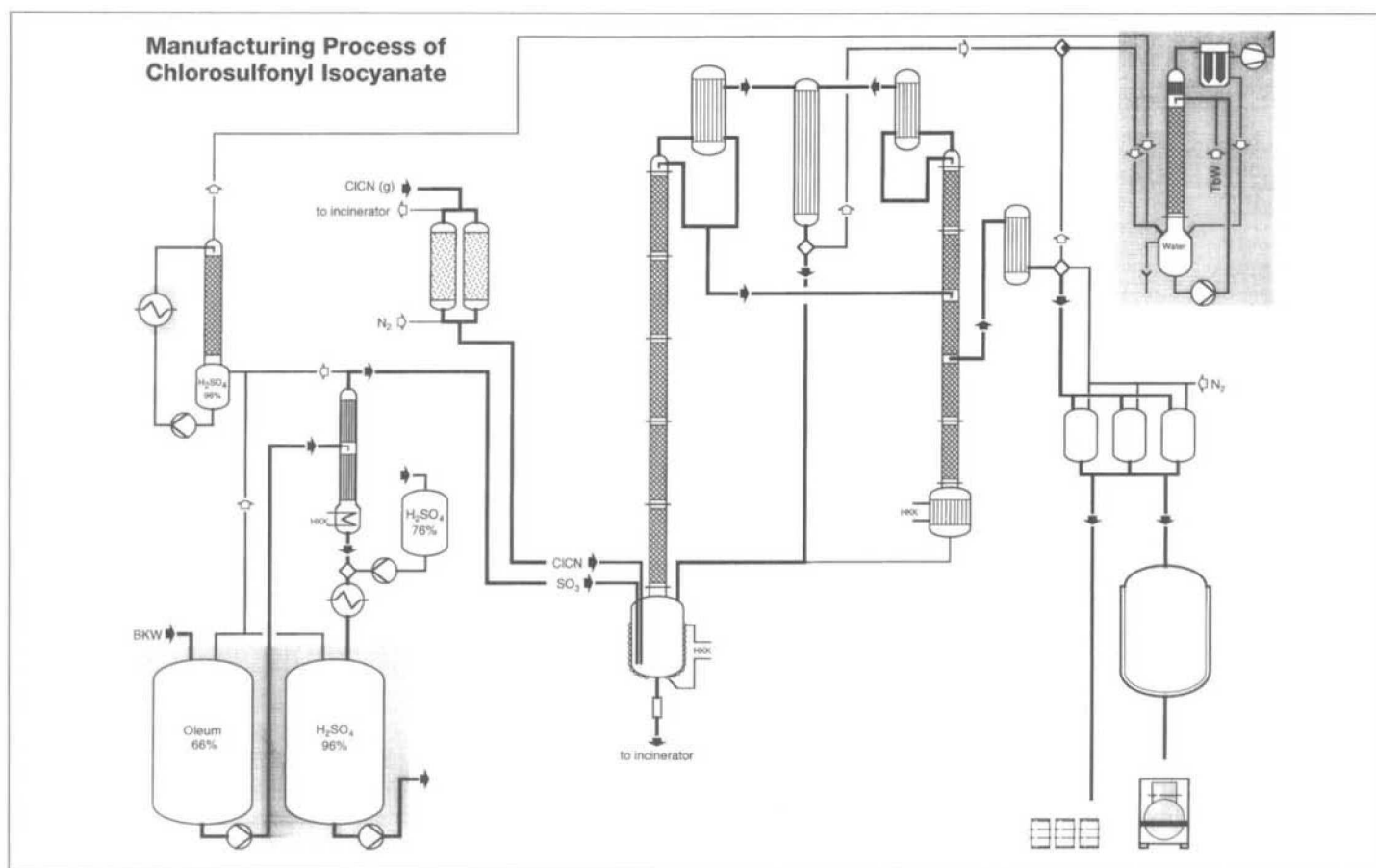


Fig. 5. Anlageschema

Somit konzentrierten sich unsere Laborarbeiten von Anfang an auf das Herausfinden optimaler Reaktionsbedingungen, um einerseits die CSI-Selektivität zu erhöhen und andererseits die Bildung der Nebenprodukte, allen voran des festen DOD, zu unterbinden.

Der Umgang mit diesen gefährlichen Stoffen muss und wird nicht nur in geeigneten Anlagen, sondern auch durch entsprechend geschultes Personal und nur unter Einsatz von geeigneter persönlicher Schutzausrüstung erfolgen. Für den gesamten Betriebsbereich und die CSI-Anlage insbesondere gilt ein permanentes Helm- und Schutzbrillenobligatorium. Zudem sind die Mitarbeiter verpflichtet, ständig eine Gasmaskе mit sich zu führen. Sämtliche Arbeiten an offenen Anlageteilen erfolgen unter Einsatz von Ganzkörperschutz, d.h. Gummianzug, Handschuhe und Gummistiefel.

#### Anlage- und Verfahrensbeschreibung

Die kontinuierliche Herstellung von CSI findet in einer Anlage, die hauptsächlich aus zwei Destillationskolonnen besteht, statt, wobei sich in der Blase der ersten Kolonne die Reaktionszone befindet. Beide Kolonnen sind mit Rücklaufkondensatoren ausgestattet. Diese wieder-

um sind über einen nachgeschalteten Kondensator miteinander verbunden. Im unteren Teil dieser Kühlzone befindet sich ein Fraktionsteiler, dessen Abfluss in die Reaktionszone geführt wird. Das Abgas aus dem Fraktionsteiler ist über eine Drucksperrе in das Abgaswaschsystem entlüftet. Die zweite Kolonne verfügt über einen Produktkondensator mit nachgeschalteten Lagerbehältern. Beheizung der Blasen beider Kolonnen erfolgt über einen elektrisch betriebenen Wärmeträgeröl-Kreislauf. Alle Kondensatoren sind an einen Öl-Kühlkreislauf angeschlossen, dessen Kühlung über einen wasserbetriebenen Wärmetauscher erfolgt. Die SO<sub>3</sub>-Gewinnungsanlage besteht aus Lagertanks für Oleum und konzentrierte H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dem zweistufigen Verdampfer sowie einem Vorrattank für verdünnte H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Die ölbeheizten Verdampfer und deren Blase sind über eine Mischzone mit dem Schwefelsäure-Tank verbunden. Sowohl die Tanks wie auch das Überdruckventil der Destillationsstufe sind über einen nachgeschalteten Schwefelsäurewäscher entlüftet. Dieser wiederum ist mit einem Absorber zusammen mit Prozessabgasen und Gebäudeventilation verbunden. Der Absorber ist mit einem Tropfenabscheider und einer Filterbatterie ausgestattet. Für die Vorbereitung des Chlorcyans stehen zwei, mit elektrisch erwärmten Stick-

stoff regenerierbare, Molekularsiebtrockner zur Verfügung.

Das Chlorcyan wird gasförmig aus einem Verdampfer der benachbarten Anlage bezogen, über ein Trocknungsbett geleitet, dort von der Restfeuchte (Wassergehalt < 0.2%) befreit und anschliessend in die Reaktionszone geleitet.

Das SO<sub>3</sub> wird durch Destillation von Oleum gewonnen. Oleum wird aus den Bahnkesselwagen in einen in einer dichten und temperierten Koje stehenden Tank gepumpt und dort gelagert. Mittels einer geregelten Dosierpumpe gelangt das Oleum in einen Verdampfer und wird bei Temperaturen von über 130° verdampft. Das somit gewonnene gasförmige SO<sub>3</sub> wird unter leichtem Überdruck direkt in die Reaktionszone eingeleitet. Das verbrauchte ca. 10%ige Oleum wird über ein niveaugeregeltes Ventil aus der Destillationsblase ausgeschleust und in einer luftgekühlten Mischzone mit 76%iger Schwefelsäure auf eine Konzentration von 96% verdünnt. Die Abfallsäure wird anschliessend in anderen Werksanlagen weiter eingesetzt.

Die beiden gasförmigen Edukte mit einem leichten (0.3–0.5) SO<sub>3</sub>-Überschuss werden in eine mit siedender, CSI-haltiger Flüssigkeit gefüllte Blase einer Destillationskolonne eingeleitet und zur Reaktion gebracht. Die dabei entstehende Reakti-

onswärme wird zum Destillieren des Produktgemisches genützt.

Am Kopf der ersten Kolonne wird ein von schwerflüchtigen Komponenten getrenntes CSI/SO<sub>3</sub>-Gemisch bei Temperaturen von unter 95° teilweise kondensiert. Das Destillat wird als Rücklauf in die Reaktionskolonne oder als Feed in die nächste Destillationsstufe geleitet. Dort wird das Roh-CSI-Gemisch weitgehend von Nebenprodukten getrennt.

Das Reinprodukt, also CSI mit einem Gehalt von über 99,0%, wird dampfförmig als Seitenstrom aus der Abtriebszone der Kolonne entnommen, in einer Kühlzone vollständig auskondensiert und in den Zwischenbehältern gelagert. Aus diesen Behältnissen wird das Produkt in die entsprechenden Gebinde abgefüllt oder für Abfüllung in Bulk-Container in einem grösseren Tank zwischengelagert. Die Lagerbehälter sowie die Anlage stehen unten leichtem (bis 0,5 bar) Überdruck eines auf Feuchtigkeitsgehalt überprüften Stickstoffes.

Die aus der zweiten Destillationskolonne austretenden Dämpfe werden in einer nachgeschalteten Kühlzone auf Temperaturen von unter 100° abgekühlt und teilweise kondensiert, wobei das Kondensat als Rücklauf in die zweite Kolonne zurückgeführt wird. Die dabei nicht kondensierten Dämpfe werden in einem nachgeschalteten Kühler, zusammen mit denen aus der Kühlzone der ersten Kolonne, bei Temperaturen von unter 50° weitgehend auskondensiert. Das Kondensat dieser Stufe, bestehend hauptsächlich aus SO<sub>3</sub>, wird für die weitere Umsetzung in die Reaktionszone zurückgeleitet. Die nicht kondensierbaren Komponenten verlassen über ein Druckhalteventil das System und werden zu einem Abgaswäscher geführt.

Die CSI-haltige, evtl. mit schwerflüchtigen Nebenprodukten angereicherte Flüssigkeit aus der Destillationsblase der zweiten Destillationskolonne kann periodisch in die Reaktionszone entleert werden.

Die in der Reaktionszone entstehenden, feststoffartigen Nebenprodukte werden zusammen mit den Reaktionsgemischresten periodisch über eine Austragschleuse zur Entsorgung abgeleitet.

Ein wichtiger Aspekt des Verfahrens ist die Einbettung des Prozesses in das integrierte Entsorgungskonzept der Walliser Werke. Dieses besteht aus installatiionsmässigen Möglichkeiten für die Entsorgung der Abgase (zentrale und dezentrale Abgasverbrennungsanlage), der Abwässer (Abwasserreinigungsanlage) und der Abfallprodukte (Rückstandverbrennungsanlage) sowie einer eigenen Reststoffdeponie. Ein Meilenstein in der Ver-

fahrensentwicklung stellte die direkte Verbrennung der sogenannten Blasenreste dar, also der während des Prozesses entstehenden zum Teil feststoffartigen Nebenprodukte, die ohne Zusatzstoffe (Verflüssigungshilfe) auskommt. Dies erlaubte eine weitgehende Vereinfachung der Anlage sowie der Betriebspraxis. Bei der Reaktivität der gehandhabten Stoffe war es ausserordentlich schwierig, ein dafür geeignetes Lösungsmittel zu finden. Ursprüngliche mehrstufige Entsorgung mit anschliessender Verdünnung mit Methanol führte zur Entstehung von kanzerogenem Dimethylsulfat und wurde schnellstmöglich verworfen.

Die Abgase aus dem Prozess und aus der Raumabsaugung (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl-Gemische) werden in einem rauchfreien Wäscher bis zur LRV (Luftreinhalte-Verordnung)-Konformität gewaschen. Die Abwässer aus dem Wäscher werden über die Entcyanidierungsanlage des Nachbarbetriebes dekontaminiert und anschliessend *via* zentrale Abwasser-Reinigungsanlage kanalisiert. Die ClCN-haltigen Abgase, die bei der Regenerierung des Trocknerbettes entstehen, werden in einer betriebs-eigenen Abgasverbrennungsanlage entsorgt.

### Erfahrungen auf dem Weg

Als das CSI-Verfahren 1981 in die technische Phase ging, wurde es ersten methodischen Risikoanalysen unterzogen. Danach wurden bei allen grösseren Anpassungsarbeiten an der Anlage bzw. am Prozess auch diese einer vollumfänglichen *ESCIS-Risikoanalyse* unterworfen und die erarbeiteten Massnahmen konsequent umgesetzt.

Als wir uns mit den Fragen des Transportes von grösseren Gebinden ausserhalb des Werkes auseinandersetzten, erarbeiteten wir eine *Risiko-Profil-Analyse*. Diese, anlehnend an die bei Versicherungsgesellschaften übliche Analysen-Praxis, untersuchte alle Stationen des Produktes von der Roll-Bahn der Produktionsanlage bis zum Einsatzort bei den Kunden. Dabei befassten wir uns mit Fragen des Handlings von Verpackungseinheiten, der Lagerorte, Transportmittel, Transportwege und Sicherheit sowie mit dem anzunehmenden 'worst-case' und gingen weiter bis zur Validierung der Spediteure und Endverbraucher. Daraus resultierende Massnahmen wurden anschliessend, unter anderem bei der Konzeption der Transporte mit Schiffscontainern, umgesetzt.

Trotz intensiver Auseinandersetzungen mit den Gefahren des Prozesses blie-

ben uns bittere Erfahrungen leider auch nicht erspart.

Im Frühjahr 1983, beim Versuch, die während einer Produktionsperiode entstandenen Blasenreste mit Hilfe eines Lösungsmittels für die Entsorgung zu verflüssigen, kam es zum Zerbersten des dazu benutzten Mischgefässes. Dabei wurde die damalige Anlage weitgehend beschädigt, und zwei Mitarbeiter erlitten schwere Verletzungen, deren Heilungsprozess mehrere Monate in Anspruch nahm. Die Hauptursache in der Verkettung mehrerer ungünstiger Umstände war eine äusserst exotherme Reaktion der Blasenreste mit dem für reines CSI inertem Lösungsmittel Toluol!

Danach galt es, aus den Fehlern zu lernen und entsprechende Massnahmen zu realisieren. Gerade die anschliessenden Untersuchungen beeinflussten massgebend den Reaktionsteil des heutigen Herstellungsverfahrens. Dabei wurden neben der Findung der optimalen Reaktionsbedingungen auch andere, obwohl erfolglose Versuche mit Alternativverfahren durchgeführt und überprüft.

### Besondere Vorkehrungen

Die Aufzählung der während der Entwicklungsjahre und mehrjähriger Betriebspraxis gewonnenen Erkenntnisse und daraus resultierenden Massnahmen und Vorkehrungen muss hier nur auf die wesentlichen Punkte begrenzt werden.

#### Reaktion und Anlage:

- Auswahl der den physikalisch-chemischen Stoffeigenschaften entsprechenden Prozessbedingungen.
- Unterdrücken der Nebenproduktebildung durch erhöhte Temperatur und entsprechendes Eduktverhältnis.
- Konsequente Überprüfung der Exothermien aller gehandhabten Gemische und nicht nur der einzelnen Stoffe untereinander.
- Gezielte sicherheitstechnische Auswahl der Wärmeträgeröle.
- Messtechnische Absicherung der Anlage mit diversen Verriegelungen bei erhöhten Temperaturen.
- Durch Betreiben der Anlage unter leichtem N<sub>2</sub>-Überdruck wurde neben der für die Unterdrückung der Nebenproduktebildung günstigeren Bedingungen auch die Vermeidung des ungewollten Eindringens von Luftfeuchtigkeit und somit auch Bannung der Verstopfungsgefahr erreicht.
- Spezielle Behandlung der Edukte, insbesondere eine zusätzliche Trocknung

- des Chlorcyans durch die Molekularsiebe.
- Auswahl entsprechender korrosionsbeständiger Werkstoffe.
- Kompromisslose Verbannung wasserführender Leitungen aus dem Produktionsgebäude.
- Ausstattung der grösseren Behältnisse mit Berstscheiben und entsprechende Gestaltung des Auffanggefässes.
- Ständige Ventilation des gesamten Anlagegebäudes über ein Abgassystem. Diese Ventilation kann zudem als lokales Absaugsystem beim Beheben von Störungen genutzt werden.
- Wegen ungünstiger Erstarrungstemperaturen, vor allem von SO<sub>3</sub>, und somit vorhandener Verstopfungsgefahr, wird das Produktionsgebäude auf eine entsprechende Temperatur aufgewärmt. Dadurch konnte auf aufwendige Begleitheizungssysteme verzichtet werden.
- Die Leitungsführung in der Anlage ist so gestaltet, dass sie einerseits Toträume vermeidet und genügendes Gefälle bei verstopfungsgefährdeten Leitungen gewährt, andererseits geschlossene Entleerungsmöglichkeiten in die Reaktionsblase ermöglicht.

#### Verpackung:

- Anfertigungspraktiken bei der Herstellung von Gefässen, die speziell für CSI entwickelt wurden. Die EMPA-zugelassene eisernen 35-l-Fässer (Fassungsvermögen von 50 kg CSI) sind innen mit *Halar*<sup>®</sup> beschichtet. Diese Halar-Beschichtung jedes einzelnen Fasses unterliegt beim Hersteller einer konsequenten Dichtheitskontrolle.
- Bulks (halarisierte, durch das Bundesamt für Materialprüfung (BAM) für Transport von Gefahrgut zugelassene Stahl-Behälter mit Inhalt von über 1 m<sup>3</sup>) unterliegen als kesselpflichtige Objekte der periodischen Kontrolle des Eidgenössischen Gefahrgut-Inspektors (EGI).
- Gestaltung des eigens für Bulktransporte angepassten, speziellen ISO (International Organization for Standardization)-Containers, der hermetisch verschliessbar mit einer integrierten Auffangwanne und Arretierungsvorrichtungen für die Bulks ausgestattet ist.

#### Lagerung:

- Lagerung des abgefüllten Produktes in kleinen Einheiten (Streuung des Risiko vs. Verminderung der Tragweite), kleiner 'hold up' auf gut zugänglichen und gegen Auslaufen durch Auffangwannen gesicherten Paletten.

- Lagerung der Fässer in speziellen Lagerbereichen zusammen mit wassergefährdeten Stoffen, also in Bereichen wo bei Löscharbeiten kein Wasser verwendet wird.
- Grössere CSI-Mengen für die Bulkabfüllung werden in einem emaillierten Doppelmanteltank gelagert. Der Aussenmantel wird wegen der Detektion von Leckagen unter leichtem Unterdruck gehalten. Ein Zwillingsstank ist als Auffangbehälter installiert.

#### Transport:

Dort, wo es nur möglich ist, wird auf den direkten Verkauf des Produktes verzichtet. Dies konnte dank der ausgebauten Kapazitäten und des vorhandenen Know-Hows im Spezialchemiebereich erreicht und anlehnend an unsere Politik, die unter dem Credo 'Leave it to LONZA' steht, weiter verfolgt werden. Wir bieten dabei unseren Kunden die Möglichkeit an, nicht nur unsere Produkte für ihre Synthesen zu kaufen, sondern bei uns spezifische Synthesestufen ausgehend von unseren Produkten herstellen zu lassen, um damit die Transportrisiken auf ein Minimum zu reduzieren. Vorausgesetzt: die Folgestufen führen zu einem stabileren und minderreaktiven Zwischenprodukt. Auf diesem Gebiet haben wir seit den CSI-Ursprüngen ein hervorragendes Verhältnis zu einem Kunden, für den wir in enger Kooperation mehrere CSI-Nachfolgeprodukte, unter Verzicht auf aufwendige Aussentransporte, herstellen. Dort, wo dies nicht möglich ist, unter anderem bei pharmazeutischen Wirkstoffen, gehen wir folgendermassen vor:

- Verpackung der Fässer mittels sogenanntem Sandwich-Verfahren: Dieses besteht aus dem Verpacken des produktgefüllten Fasses in einen Aussenbehälter, dessen Leerraum gegen ungehindertes Auslaufen des Produktes mit saugfähigem Material ausgefüllt wird. Die so vorbereiteten Behälter werden an einer Palette mit Gurten festgebunden und anschliessend mit einer Folie geschrumpft. Dadurch wird nicht nur das Verhindern des Verrutschens der Fässer, sondern auch eine entsprechende Wetterfestigkeit erreicht.
- Abfüllung von grösseren CSI-Mengen in die Bulks erfolgt automatisch. Dabei läuft sowohl die Dichtheitsprüfung der Behälter wie auch die Detektion von evtl. Reaktionen mit Verunreinigungen und von Verstopfungen automatisch ab.
- Verladen der Bulks in den ISO-Container erfolgt in unmittelbarer Betriebs-

nähe, so dass interne Transporte auf kürzesten Wegen und die Kontrolle vor Ort erfolgen kann.

- Validierung und Auswahl der Spediteure.
- Ausstattung der Spediteure mit entsprechenden Unterlagen, also ein Gefahrgutmerkblatt in allen Sprachen der Transitländer.
- Eine rund um die Uhr besetzte 'hotline' zur LONZA, wo eine zusätzliche fachliche Hilfe angefordert werden kann.
- Auswahl und Vorschreiben der Marschrouten innerhalb und ausserhalb des Werkes.

Unsere Massnahmen in Bereich des CSI-Transports gehen über die diesbezüglichen gesetzlichen Bestimmungen weit hinaus. Dies entspricht nämlich unserem Verständnis für Verantwortung, die wir als Produzenten dieses Stoffes tragen.

#### Schlussfolgerungen

Die Handhabung von gefährlichen Stoffen ist eine sehr komplexe Angelegenheit. Es sind nicht nur punktuelle Massnahmen, sondern die Gesamtheit, das langwierige Zusammentragen der Erfahrungen und Erkenntnisse, die Summe aller Anstrengungen von Verfahrensentwicklung, Anlagekonzeption und entsprechender Montage, einen entsprechenden Umwelt- und Sicherheitsschutz, Ausbildung und Fähigkeiten des Personals, über Verkaufspraktiken, Auswahl der Verpackung, bis zur Festlegung der Transportwege und Transportmittel. Neumodisch bezeichnet man diesen Vorgang als einen Prozess, man könnte es auch mit dem neudeutschen *continuous improvement* benennen oder einfach als gewissenhaftes und gutes Handwerk des Chemikers.

Eingegangen am 11. September 1998

- [1] R. Graf, DE-PS 928 896, Farbwerke *Hoechst AG*, 1952; *Chem. Zbl.* **1955**, 11, 687.
- [2] H. Ulrich, *Chem. Rev.* **1965**, 65, 369.
- [3] R. Graf, *Angew. Chem.* **1968**, 80, 179.
- [4] J.K. Rasmusen, A. Hassner, *Chem. Rev.* **1976**, 76, 389.
- [5] H. Niermann, H. Diskowski, H. Roszinski, J. Tiedemann, W. Martin, EP294 613, *Hoechst AG*, 1988.
- [6] A. Nakamura, M. Ono, T. Ataka, S. Noguchi, H. Shirakawa, H. Segawa, JP 01228955, *Kyowa Gas Chemical Industry Co., Ltd.*, 1989.
- [7] LONZA-Broschüre, 'Chlorosulfonylisocyanate', 1982, 3166.0582.
- [8] R. Graf, *Chem. Ber.* **1956**, 89, 1071.
- [9] R. Graf, *Chem. Ber.* **1959**, 92, 509.