

00000507

Aktennotiz

Über einen Besuch der Herren Dr. Schuster und Dr. Eilbracht, Werk Ludwigshafen in Leuna am 18.11.1941, betreffend Oxo-Problem

Anwesend die Herren:	Dr. Schuster	}	Ludwigshafen
	Dr. Eilbracht		
	Dr. Herold (zeitweise)	}	Leuna
	Dr. Smeykal		
	Dr. Wenzel		
	Dr. Gemäßner		
	Dr. Wiedemann		
	Dr. Elbel		
	Dr. Mauthner		
	Dr. Berg		

Egg Target  
3043 - 304.02

Grundlegende und allgemeine Fragen

Eingeleitend wurde festgestellt, daß in der Bearbeitung der Oxo-Reaktion in Ludwigshafen andere Wege beschritten wurden als in Leuna.

Ludwigshafen berichtete, daß vorwiegend die Fahrweise mit fest angeordnetem Kontakt (Rieselverfahren) durchgeführt wurde und dabei die Erfahrungen, die ~~hier~~ diese Fahrweise dort vorhanden sind, verwertet wurden und daß zum Unterschied von Leuna hauptsächlich niedriger siedende Olefine, also unterhalb des Wasserdampfdruckes der Oxo-Reaktion unterworfen wurden.

Merseburg betonte, daß im Hinblick auf die zu bauende Großanlage hauptsächlich das Sumpffaseverfahren für diese Reaktion entwickelt wurde. Dazu konnten die Erfahrungen der Hydrierung mit Erfolg übertragen werden.

Die Fahrweise mit aufgeschlummtem Kontakt bietet den Vorteil einer besseren Ausnutzung des Hochdruckraumes - besonders bei kontinuierlicher Fahrweise - gestaltet sich aber infolge der notwendigen Maßnahmen der Anreicherung und Filtration als mühseliger. Bei Beherrschung dieser Maßnahmen wäre das Sumpffaseverfahren vorzuziehen, wenn nicht die Raumzeitausbeute beim Rieselverfahren soweit verbessert werden könnte, daß sie an die des Sumpffaseverfahrens herankäme.

Ludwigshafen schildert die Schwierigkeit der Olefinbeschaffung. Vorläufig wurde ein Michaelprodukt (50-70 % Olefin) eingesetzt. Es wurden vorwiegend Olefine mittleren Molekulargewichtes (bis C<sub>12</sub>) verwendet. Auch an gasförmigen Olefinen wurde die Oxo-Reaktion mit Verwendung einer Hilfsflüssigkeit untersucht.

Merseburg verwendete Krackolefine der Ruhrchemie und setzte besonders Olefine über C<sub>11</sub> (Mischmittelsbereich) ein. Aber auch Versuche mit gasförmigen Olefinen wurden durchgeführt. Für die Zukunft wird von der Ruhrchemie die Lieferung von Primärolefin (ca. 45 % Olefin) in Aussicht gestellt.

Kontaktprobleme

Ludwigshafen berichtete über die Bemühungen zur Entwicklung eines Kontaktes, der die Karbonylbildung behindert und außerdem die für die Rieselverfahren nötige Festigkeit besitzt. Dies wurde durch Zusätze von Oxyden (des

versucht. Für die Versuche stehen in Lu zwei 3 l-Öfen und zwei 27 l Öfen zur Verfügung. Der 27 l Ofen besteht aus einem 90iger Hochdruckrohr. Die Wärmeabfuhr wird durch die Gasumwälzung erreicht. Die Öfen sind elektrisch geheizt. Als Träger für den Kontakt diente besonders Bimsstein. Die Dauer der Wirksamkeit wurde mit 4 Wochen angegeben und ist nach Ansicht von Lu noch nicht befriedigend. Als Ziel in der Entwicklung des Kontaktproblems wurde die Herstellung eines Kontaktes von der Art eines Adkinskontaktes (Co Chromite) angegeben. Für die Hydrierung wurde ein Cu-Kontakt verwendet. Für das Sumpffaseverfahren erscheint Lu die von der Ruhrchemie gemachte Angabe eines 50maligen Einsatzes des Kontaktes als zu hoch gegriffen.

Merseburg stellte dazu fest, daß dies noch nicht geklärt sei. Ein Dauereinsatz wurde noch nicht durchgeführt, da in der halbttechnischen Anlage Me 458 a nach Inbetriebnahme wiederholt Änderungen an der Apparatur und Fahrweise vorgenommen werden mußten, um die Wärmemengen, die in kurzer Zeit frei werden, zu beherrschen. Ein rascheres Abklingen des Katalysators ist nach Ansicht von Merseburg durch die reformierende Wirkung der Hydrierung nicht zu erwarten. Best angeordnete Kontakte wurden in Leuna in Kleinoöfen (50 cm Kontakt) erprobt und mit Legierungen (Cu u. Cu), die möglichst große Oberfläche besitzen, schöne Erfolge erzielt. Es wurde beschlossen, daß sich Lu und Me gegenseitig eine Kontaktprobe zur Verfügung stellen und ausprobieren werden.

Oxo-Reaktion niedermolekularer Olefine

Ludwigshafen teilte mit, daß die Versuche mit gasförmigen Olefinen nur in Autoklaven mit Hilfsflüssigkeiten durchgeführt wurden. Bei Einsatz von Äthylen verläuft die Reaktion sehr unvollständig in der gewünschten Richtung. Es entstehen etwa 30 % Propionaldehyd, 30-35 % Diäthyläther und 40 % höher-siedendes. Bei höheren Temperaturen entstehen beträchtliche Mengen Propylalkohol.

Aus Propylen wurde in Lu ein Butylalkoholgemisch (Interesse für Lösungsmittelgebiet) hergestellt und von Lu der Basis für Propylen mit 0,30 NK angegeben. Im Butylalkoholgemisch sind der normale und verzweigte Alkohol im Verhältnis 60:40 vorhanden. Auf Anfrage von Merseburg, ob dies für alle Olefine Gültigkeit habe, wurde festgestellt, daß dies noch nicht bekannt sei. Methylverzweigte Olefine geben nur Äthern-Absäuerung.

Merseburg berichtete, daß die Umsetzung von Äthylen auch bei wesentlich höherer Temperatur (300°C) und 200 Atm Druck durchgeführt wurde. Dabei entsteht gleich vorwiegend Propylalkohol, neben etwa 10% Methanol und höher-siedenden. Kohlenstoffbildung findet bei dieser Temperatur nicht statt. Es wurde dazu festgestellt, daß die bei diesen Bedingungen durchgeführte Umsetzung nicht mehr eine Oxo-Reaktion darstellt. In diesem Zusammenhang wurde der Bau einer Anlage für die Herstellung von Propionaldehyd in Italien erwähnt, in der Äthylen mit Wassergas umgesetzt wurde soll. Es wäre dabei möglich, die in Leuna bei höheren Temperaturen mit gasförmigen Olefinen erfolgte Darstellung von Propylalkohol, der durch nachfolgende Dehydratation in Propionaldehyd übergeführt werden könnte, zu verestern. Dafür könnte die in Lu vorhandene Dehydratationsanlage für Propylalkohol verwendet werden.

Es wurde beschlossen, daß in dieser Richtung noch einige Versuche durchgeführt werden, erst nach Rücksprache mit Lu.

Propylen wurde in Leuna ohne Hilfsflüssigkeit mit 25 Atm Vordruck nach Oxo umgesetzt. Die Temperatur wurde mit dem Kreislaufgas gehalten. Das Hochsiedende, das infolge Nebenreaktionen entsteht, sind flüchtige Produkte. Das Verhältnis von n-Butylalkohol und Isobutylalkohol wurde mit 70:30 angegeben. Von Merseburg wurde beschlossen, gasförmige Olefine mit den neu entwickelten Kontakten auf Legierungsgrundlage der Oxo-Reaktion zu unterwerfen.

Oxo-Reaktion mit Olefinen mittleren und höheren Molekulargewichtes

Ludwigshafen berichtete, daß zum Unterschied von Leuna nur Olefine bis C<sub>12</sub> verwendet wurden. Der Anteil an Hochsiedenden wurde mit 25 %, bezogen auf den dargestellten Alkohol, angegeben.

Merseburg gab einen etwas geringeren Anteil an Hochsiedendem an (10-20 %). Dieser liegt aber noch wesentlich über den von der Ruhrchemie gemachten Angaben (5 %).

#### Abtrennung und Weiterverarbeitung

Ludwigshafen berichtete, daß die Abtrennung der Aldehyde von den Kohlenwasserstoffen auf chemischem Wege (Bisulfitmethode) schwierig und umständlich ist und deshalb in größeren Mengen nicht durchgeführt wurde. Eine Abtrennung wurde hingegen nach Überführung der Aldehyde in die Amine durchgeführt. Auf eine Herstellung und Isolierung der Aldehyde als solche hat man in Lu keinen Wert gelegt.

#### Oxo-Reaktion anderer ungesättigter Verbindungen

Ludwigshafen gab seine Erfahrungen mit dem Einsatz von Diolefinen bekannt. Untersucht wurde die Oxo-Reaktion an Butadien und Isopren. Zum Teil tritt Polymerisation ein und außerdem entsteht nicht das gewünschte Diol. Es reagiert bei den Diolefinen vorwiegend nur die eine Doppelbindung.

Bei ungesättigten Säuren, Äther, Ester, z.B. Maleinsäure, Vinyläther, Akrylsäureester verläuft die Oxo-Reaktion nur unvollständig. Gut geht die Umsetzung mit Pinen, Camphen, Dipenten (Produkte, die in Gerathofen anfallen) Camphencarbinol wurde in einer Ausbeute von 70 % erhalten. Die Alkohole dieser Verbindungen geben Vinyläther, die sich in schöne glas-klare harte Polymerisate überführen lassen. Dipentencarbinol gibt bei Hydrierung ein Produkt, das als Riechstoff Interesse finden könnte.

#### Besichtigungen

An Hand von Plänen wurde Lu die halbttechnische Anlage Me 458 a erklärt und anschließend eingehend besichtigt. Es wurde auch die Versuchsanlage in Me 333 a und die Kleinöfen in Me 225 besichtigt. Von Seiten Lu wurde dazu erklärt, daß das Fehlen von Kleinöfen sich hemmend auf die Entwicklung des Oxo-Problems in Lu ausgewirkt habe.

Abschließend wurde beiderseits der Wunsch geäußert, daß in Zukunft öfters ein Erfahrungsaustausch stattfinden soll, um die Entwicklung auf diesem Gebiete in beiden Werken zu fördern. Es wird von Me vorgeschlagen, daß Anfang des nächsten Jahres ein entsprechender Besuch der Baunser Sachbearbeiter in Ludwigshafen stattfinden soll.

Herrn Dr. Giesen/Dr. Wiedemann

Herrn Dr. Giesen/Dr. Wiedemann

00000510

Dr. OTTO AMBROS  
MITGLIED DES VORSTANDES  
DER I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

LUDWIGSHAFEN A. RH.  
FARBENFABRIK

23. Dezember 1941/7

Eingang: Buch 11  
31.02.1941 03849

Zurhemia Aktiengesellschaft  
z.H.v. Herrn Prof. Dr. Martin

Herrn Dr. A. Repp  
Herrn Harald

Oberhausen-Holten

g. Dr. G...  
Dr. B...

120

Betr.: Aufarbeitung von niedrigprozentigen Olefingemischen

Sehr geehrter Herr Professor!

Nach Rückkehr von einer Auslandsreise komme ich auf Ihr Schreiben vom Anfang Dezember zurück, in dem Sie darauf hinweisen, dass bei der Synthese wie sie heute steht, der Prozentgehalt im Olefin-Paraffingemisch, vor allem im Gemisch von  $C_{11} - C_{12}$  nur zwischen 20 bis 30% liegt, dagegen im Benzolbereich eine hohe Konzentration zu erwarten ist.

Nachdem die im Bau befindliche Oxid-Anlage vor allem die höheren Alkohole für den Waschsektor herstellen soll, kommt dieser Frage eine sehr entscheidende Bedeutung bei. Sie erinnern sich, dass wir bereits früher einmal die Frage aufwarfen, ob es nicht überhaupt richtig ist, das Olefin-Paraffingemisch zu oxidieren und die Vordestillation dadurch zu ersetzen, dass man die Alkohole über Borsaure- oder Schwefelsäureester aus dem Rohoxogemisch isoliert.

Wir neigen bei einem Vergleich dieser beiden Verfahren untereinander nach unseren derzeitigen Ergebnissen dazu, das Borsaureverfahren zu bevorzugen, da hier unter allen Umständen einwandfrei die Retourble erhalten werden, während bei dem Extraktionsverfahren die Gefahr besteht, dass chlor- oder schwefelhaltige Retourble anfallen, die eine Refination des Retourbles erforderlich machen könnten. Eine genauere Angabe über diese beiden Verfahren ist jedoch ohne eingehende experimentelle Bearbeitung dieser niedrigprozentigen Produkte nicht möglich. Die Tatsache, dass von Seiten Henkels auf die Lieferung von Alkoholen Wert gelegt wird, würde gleichfalls zu Gunsten des Borsaureverfahrens sprechen. Es besteht allerdings die Schwierigkeit wiederum, dass zur Zeit eine Verknappung an Borsaure vorliegt, aber auch über diese Schwierigkeiten können wir uns

An	/
Co	
Hy.	
Ku.	
KW	
Ph.	
Wa	
Pät	
Eng	

00000511

Dr. OTTO AMBROS  
MITGLIED DES VORSTANDES  
DER I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

-2-

LUDWIGSHAFEN A. RH.  
Fernsprecher 5420

erst nochmals orientieren.

Wir erklären uns gerne bereit, an derartigen Versuchsmaterialien, die aus  
einem Gemisch von ca. 20% Chalkoelen und 80% Raffi hergestellt sind,  
entsprechende Versuche anzustellen, um über die Trennung und die Verluste  
an Schwefel sich eine sichere Angabe machen zu können.

Für den Fall, dass wir diese Versuche vornehmen, wird wir gelegentlich  
nächster Gelegenheit entweder in Ludwigshafen oder im Anschluss der  
nächsten Reise nach Berlin diese Angelegenheit besprechen.



*Handwritten signature: Dr. Martin*

*Handwritten signature: Dr. Ambros*

Herrn Dr. Martin

Herrn

Direktor Dr. O. A m b r o s  
I.G. Farbenindustrie Akt.-Ges.

L u d w i g s h a f e n

Betrifft: Aufarbeitung von niedrigprozentigen Olefingemischen

Lieber Herr Dr. Ambros!

Eine Rechnung, welche in der letzten Zeit bei uns ange stellt wurde, hat ergeben, dass eine Aufarbeitung von z.B. Olefin-Paraffingemischen mit einem Olefingehalt von z.B. 25 % nach dem Destillationsverfahren zur Abtrennung der Paraffine recht teuer wird, so dass wahrscheinlich ein Olefingehalt von 25 % vergrünstlicherweise gar nicht in die Oxosynthese eingesetzt wird. Infolgedessen erhebt sich die Frage, ob es nicht andere Möglichkeiten gibt, solche Olefin-Paraffingemische mit einem niedrigeren Gehalt an Olefinen auf anderem Wege noch nutzbringender zu verarbeiten.

Im Falle man beispielsweise die C<sub>12</sub> - C<sub>18</sub> Alkohole herstellen will, um aus diesem Gemisch Sulfonat zu machen, könnte man sich denken, dass man das z.B. 25 %ige Olefin-Paraffingemisch in die Oxosynthese als Ganzes d.h. mit den C-Zahlen von C<sub>11</sub> - C<sub>17</sub> einsetzt, in dem erhaltenen Gemisch von Alkoholen und Paraffinen, gegebenenfalls nach destillativer Abtrennung des ganzen vom gebildeten Schweröl, einfach sulfoniert und jetzt die Paraffine durch Extraktion von den Sulfonaten trennt. Wenn die Schweröle bei dieser Extraktion mit dem Paraffin gehen, ist zu überlegen, ob es zweckmässig ist, die vorhandene Destillation zu unterlassen und die Schweröle dann nach der Extraktion von dem gewonnenen Paraffin abzutrennen.

*Handwritten note: Abros 17.11.31*

Man könnte auch daran denken, die Schalterverfahren die Sie selbst schon früher erwähnt, anzuwenden, nämlich die Veresterung der gebildeten Alkohole mit Borsäure mit einer nachfolgenden Aufspaltung dieser Ester unter Gewinnung der freien Alkohole.

Ich wäre Ihnen sehr verbunden, wenn Sie sich überlegen wollten, ob wie gesagt, gerade gering konzentrierte Olefin-Paraffinmischungen mit z.B. einem Olefingehalt zwischen 20 und 30 % lohnend nach einem der genannten Verfahren aufgearbeitet werden können. Denn voraussichtlich werden wir gerade bei der Synthese, wie sie heute steht, leichter solche niedrigprozentigen Olefin-Paraffingenische bekommen können, vor allem im Bereich von  $C_{11}$  -  $C_{17}$ . Im Benzinbereich, also von  $C_6$  -  $C_{11}$ , ist eher mit einer höheren Konzentration an Olefinen zu rechnen.

Ich höre gern Ihre gefl. Meinung und bin mit  
verbindlichster Grüßen von Hans zu Haus

Ihr sehr ergebener

Erg Target  
 3048 - 3.0/4.02

*Handwritten signature: Karl Christ*

Ruhrchemie Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holteln

00000514

Stickstoff-Abt. 5. Febr. 1942 UI<sup>2</sup>  
 S.-B./Hd./Gem.

Oxo-Verfahren *Änderung: Hoffnung an 458 g*  
*Abnahme 100 g*

Auf die vorgestrige fernmündliche Anfrage Ihres Herrn Dir. v. Asboth bei unserem Herrn Dr. Herold, übersenden wir Ihnen als Anlage einen kurzen Bericht mit den gewünschten Angaben über den Versuch, der in Gegenwart Ihrer Herren Dr. Roelen und Dr. Landgraf am 17.1.42 in unserer halbertechnischen Oxo-Versuchsanlage begonnen und ohne sie zu Ende geführt wurde.

Dem anliegenden Versuchsbericht entnehmen Sie eine Beschreibung der Apparatur, sowie Angaben über Ausgangsprodukte und Versuchsbedingungen. Aus dem beiliegenden Zeit-Temperaturdiagramm können Sie den Ablauf des Versuches genau verfolgen.

Die wesentlichen Ergebnisse des Versuches sind folgende:

1. Es ist möglich, das Durchgehen der Reaktion zu verhindern, wenn aus dem Heizsystem Dampf entspannt wird.
2. Man muß die Entspannung vorsichtig vornehmen, da die Reaktion sonst leicht im unteren Teil des Ofens zum Stillstand kommt.
3. Es war nicht möglich, eine gleichmäßige Verteilung der Temperaturen im Ofen zu erwirken. Die Temperaturdifferenz zwischen Element "Oben" und Element "Unten" erreichte während der Kühlung der Reaktion durch Dampfentspannung ca. 15°C.
4. Durch das Kühlen erlischt im unteren Teil des Ofens die Reaktion; durch die dadurch bedingte Verzögerung war es nicht möglich, die Reaktion in der gelauten Zeit von etwa 20 Minuten zu Ende zu bringen.
5. Trotz der langen Verweilzeit von 65 Minuten in Oxo-Ofen unter Gasströmung erreichte der Umsatz lediglich 80% (Nach Destillation ermittelt). Etwa 30% des umgesetzten Olefins waren in hochsiedende Produkte-(Dicköl) umgewandelt.

An
Co
Hy.
Ku.
KW
Ph
Wa
Pat
Ing

5.2.42

2

Ruhrchemie-Aktiengesellschaft, Oberhausen-Holtent

---

6. Bemerkenswert erscheint der Temperaturanstieg im Ofen nach Unterbrechung der Gasströmung, obwohl auch das Frischdampfventil geschlossen war (Anscheinend Nach-Reaktion gelöster Gasanteile).

Zusammenfassend kann nach diesem Versuch gesagt werden, daß es u. U. gelingen wird, die Cxo-Reaktion in den geplanten großen Ofen in Holtent durch die vorgesehene Kühlung zu beherrschen.

Es wird jedoch nicht möglich sein, die Temperaturen im Ofen einander weitgehend anzugleichen, und es dürfte daher schwierig sein, die richtige Meßstelle zur Steuerung des Siemens-Reglers zu finden.

Nach unseren Erfahrungen erscheint es zweckmäßig, die Gase vorgewärmt in den Ofen zu bringen, weil sonst dem unteren Teil des Ofens zu viel Wärme entzogen wird. Dadurch dürfte die Temperaturangleichung leichter zu bewirken sein. Wir bezweifeln, ob es möglich sein wird, die vorgesehenen Leistungen der Ofen mit Rücksicht auf die Schwierigkeit der gleichmäßigen Temperaturhaltung zu erzielen.

Zur Klärung der Oxidierung niedriger prozentiger Clefine (30 - 40 % Clefingehalt) haben wir Versuche vorgesehen. Wir hoffen, über deren Ergebnis in einigen Wochen berichten zu können.

Durch Vornahme verschiedener Änderungen in unserer Versuchsanlage konnten wir in den letzten Wochen nicht kontinuierlich fahren. In der nächsten Zeit werden wir die kontinuierliche Arbeitsweise wieder aufnehmen und werden Sie, sobald weitere Erfahrungen vorliegen, zu einer Besichtigung und Aussprache einladen.

Heil Hitler!

Anlagen  
Einschreiben

## AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)

Bericht über den <sup>Stickstoff</sup> Versuch am 17.1.1942

in Me 458a, Ofen 5.

00000516

1.) Technische Einzelheiten:Ofen:

Hochdruckrohr 200 mm Innendurchmesser 8 m lang (ca. 4000 kg Eisen) mit aufgeschweißtem Dampfmantel, der bis zum Überlauf mit ca. 250 l Wasser gefüllt ist.

Kühlsystem:

a) Heizmantel mit 210 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.

b) Eingebautes Rohrbündel 150 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.

Gesamte Kühlfläche 360 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.

Dampfentspannung:

Die Entspannung des Dampfes ins Freie erfolgt durch eine Leitung von 3/4 Zoll mit einem Klingerventil von 20 mm Nennweite. Die Stützen am Dampfmantel haben 20 mm Nennweite und das eingebaute Hochdruckrohrbündel 16 mm Nennweite (Hochdruckrohr 16/23). Die Durchführungen durch die Hochdruckdeckel haben eine l.w. von 16 mm.

Temperaturmessung:

3 Widerstandsthermometer im Ofen in den Abständen 0,5, 2,5 und 4 m vom unteren Flansch an gemessen.

1 Widerstandsthermometer im Heizmantel in 2 m vom unteren Flansch entfernt.

2.) Gas und Gaszusammensetzung:

Verwendetes Gas: Winkler-O-Wassergas, das über Spezial-Grude feinstentschwefelt wurde (unter 2 mg S/m<sup>3</sup> Gas).

Zusammensetzung des Gases: 42% CO  
52% H<sub>2</sub>  
4,5% CO<sub>2</sub>  
1 - 2% N<sub>2</sub> + CH<sub>4</sub>

3.) Maische:

C12 - Olefinfraktion mit folgenden analytischen Kennzahlen:

d<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,762; Siedebereich: 206 - 216°/760 mm. S.F.L.: 67 %;

Olefingehalt ca. 65 %, Kontakt: R.Ch.-Kontakt.

Die Maische enthält 4 % Kontakt, d.h. 4 kg Kontakt auf 100 l Öl.

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)

Stickstoff-Abteilung

00000517

- 2 -

## 4.) Füllen des Ofens:

Der Ofen wurde mit 140 l Maische durch Einspritzen von unten gegen den Netzdruck von ca. 200 Atm. gefüllt. Die Maische gelangt kalt in den Ofen und wird durch den Heizmantel auf Reaktionstemperatur gebracht.

## 5.) Durchführung des Versuches:

Nachdem der Ofen gefüllt war, wurde der Druck auf Wunsch von Herrn Dr. Landgraf auf 150 Atm. erniedrigt und durch Regulierung von Hand aus während des Ablaufes der Hauptreaktion auf ca. 150 Atm. gehalten. Die Gasströmung durch den Ofen wurde auf  $60 \text{ m}^3/\text{h}$  gehalten =  $190 \text{ Normalliter}/\text{cm}^2 \text{ Ofenquerschnitt}/\text{h}$ . Die Temperaturhaltung geschah durch Entspannen von Dampf und teilweise auch durch Kondensation von Dampf im aufgesetzten Kühler. Das eintretende Gas wurde vorgewärmt, doch wirkt sich die Vorwärmung bei periodischem Betrieb nur geringfügig aus. Die Zeit, in der der Ofen unter Gasströmung stand, betrug 65 Minuten. Wegen einer Versetzung in der Umföhrleitung zum Hydrierofen verblieb die Maische noch weitere 45' im Ofen ohne Gasströmung.

A u s z u g

aus Niederschrift über die Besprechung mit den Herren der Firma  
Heckel AG., Düsseldorf, am 3. Februar 1942 in Frankfurt a. Main

Abgelegt unter Waro vom  
12.2.1942

2. Oxoalkohol und -sulfonate im Waschmittelsektor

Auf unsere Frage nach dem Stand der Oxo-Anlage wurde mitgeteilt, daß man mit der Fertigstellung im Juli 42 soweit rechnet, daß dann allmählich Ware erhältlich wird und das bis Ende 42 die volle Produktion erreicht werden soll. Hinsichtlich Zusammensetzung und Qualität haben sich über die bisher vorliegenden Kenntnisse hinaus keine neuen Gesichtspunkte ergeben. Auch Henkel sieht in der Tatsache, daß die kurzen Ketten sehr stark vertreten sind, eine Belastung; außerdem erfordert die Sulfonierung größere Sorgfalt, als dies bei den bisher verwendeten Alkoholen natürlicher oder synthetischer Herkunft der Fall ist. Wie weit die von den natürlichen Alkoholen abweichende chemische Konstitution der Oxoalkohole zu einem andersartigen Verhalten der Produkte führen wird, ist noch nicht sicher. Daß Störungen vorliegen, besonders bei der Herstellung von Waschpulvern, wird nicht bestritten. Henkel denkt aber, dieser Probleme genau so gut Herr zu werden, wie es mehr oder weniger bei Mersol gelungen ist.

Die Alpha-Methyl-Gruppe soll sich ähnlich auswirken, wie eine Doppelbindung.

Müsslein legt dann die Frage vor, wie sich Henkel den Einsatz der Oxoalkohole bzw. deren Sulfonate im Waschmittelgebiet denkt. Die Unterhaltung über dieses Gebiet kann nur außerordentlich stockend in Gang, obwohl es sich dabei um eine der wichtigsten Fragen überhaupt handelt. Es erschien uns aber zweckmäßig, daß zur Vermeidung von Widersprüchen bei den Reichsstellen ein Meinungs-austausch zwischen Henkel und I.G. herbeigeführt wird, zumal auch die I.G. über einen erheblichen Anteil an der derzeitigen Oxoalkohol-Produktion verfügen wird.

Soweit nicht eine Verwendung der Alkohole in oxathylierter Form oder in Form von Sulfonaten für die Textilindustrie in Betracht gezogen wird, können nach Meinung der I.G. folgende Richtungen eingeschlagen werden:

1. Einsatz in Waschpulvern und anderen Formen für Wäschereien usw. In diesem Gebiet kann, sofern keine technischen Schwierigkeiten bei der Aufarbeitung eintreten, die ganze Erzeugung ohne jede Störung konsumiert werden.

2. Feinwaschmittelgebiet

Da uns durch die Reichsstellen des öfteren die Frage vorgelegt worden ist, ob die I.G. eine starke Ausweitung dieses Sektors in derselben Weise befürworte, wie dies durch Böhme und Sunlight geschieht, wurde die Frage von uns schon vor allem deswegen ausführlicher behandelt, damit Henkel sich mit unserer Auffassung und unseren Argumenten beschäftigen kann.

Die Auffassung der I.G. geht dahin, daß die Feinwaschmittel mit der Drosselung der Erzeugung von Wollartikeln aller Art zunehmend an Bedeutung verlieren. Ihr Vorzug besteht darin, daß die alkaliempfindliche Wolle, die leicht zum Filzen neigt und die häufig mit nicht genügend waschechten Farbstoffen gefärbt ist, zweifel-

los mit großem Vorteil mit Feinwaschmittel bei niedrigen Temperaturen und neutraler Reaktion behandelt wird. Der Verlust an Waschenergie, der unter diesen Arbeitsbedingungen, insbesondere durch die Wasserhärte selbst bedingt ist, da das Wasser für solche Zwecke nicht enthärtet wird, wird durch die Vorteile durchaus gerechtfertigt. Ganz anders liegen die Verhältnisse bei der sogenannten Feinwäsche aus Cellulosefasern. Diese sind weder alkaliempfindlich, noch temperaturempfindlich, noch besteht die Gefahr des Verfilzens. Selbstverständlich ist eine pflegliche Behandlung von Artikeln der Feinwäsche schon wegen der Gefahr einer mechanischen Schädigung jederzeit erwünscht. Da diese Artikel niemals mit sauren Farbstoffen gefärbt sind, spielt auch die neutrale Reaktion des Feinwaschmittels keine Rolle. Die Ursache für das Ausbluten ist fast immer schon die mangelnde Wasserechtheit, nicht so sehr eine mangelnde Alkaliechtheit. Systematische Untersuchungen über die Alkalieinwirkung haben ergeben, daß eine Faserschädigung von dieser Seite nicht zu befürchten ist. Bekanntlich wird ja ein großer Teil solcher Artikel als Wäscheget sogar der laufenden Beanspruchung der Hauswäsche usw. unterworfen, bei der natürlich an die Waschechtheit der Färbungen höhere Ansprüche gestellt werden. Diesen Bedürfnissen tragen unsere Farbstoff-Sortimente durchaus Rechnung.

Wir wiesen darauf hin, daß uns häufig Klagen bekannt geworden sind, daß insbesondere Leibwäsche durch die neutralen Feinwaschmittel nicht genügend gereinigt wird, und daß schon zur Beseitigung stark schweißiger Verschmutzungen Alkali unbedingt notwendig ist. Durch Erhöhung der Waschtemperatur und Zusatz von Alkali zum Waschbad wird die Reinigungskraft der eingesetzten Waschmittel ganz erheblich gesteigert. Es ist also schon aus Gründen der richtigen Ausnützung der gegebenen Waschmittelmengen notwendig, diese Zusammenhänge gewissenhaft zu untersuchen. Es besteht sonst die Gefahr einer Fehlleitung der Waschmittel in großem Maßstab. Wir haben vereinbart, daß diese Gesichtspunkte, nachdem sie von Henkel und Böhme näher geprüft worden sind, bei Gelegenheit noch ausführlich erörtert werden.

gez. Nüsslein